

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO TECNOLÓGICO
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

ROBERTO BALARINI JUNIOR

**ULTRA BAIXO COEFICIENTE DE ATRITO NO DESLIZAMENTO DE
 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ EM ÁGUA: ESTUDO *AB INITIO* DO *RUNNING-IN***

VITÓRIA

2013

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO TECNOLÓGICO
CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

ROBERTO BALARINI JUNIOR

ULTRA BAIXO COEFICIENTE DE ATRITO NO DESLIZAMENTO DE
 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ EM ÁGUA: ESTUDO *AB INITIO* DO *RUNNING-IN*

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo, como parte dos requisitos para a obtenção do título de **Mestre em Engenharia Mecânica**.

Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Orientador: Prof. Dr. Cherlio Scandian

VITÓRIA

2013

Dados Internacionais de Catalogação-na-publicação (CIP)
(Biblioteca Setorial Tecnológica,
Universidade Federal do Espírito Santo, ES, Brasil)

Balarini Junior, Roberto, 1988-

B171u Ultra baixo coeficiente de atrito no deslizamento de Si_3N_4 -
 Al_2O_3 em água: estudo *ab initio* do *running-in* / Roberto Balarini
Junior. – 2013.

230 f. : il.

Orientador: Cherlio Scandian.

Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) –
Universidade Federal do Espírito Santo, Centro Tecnológico.

1. Óxido de alumínio. 2. Nitreto de silício. 3. Lubrificação e
lubrificantes. 4. Ultra baixo coeficiente de atrito I. Scandian,
Cherlio. II. Universidade Federal do Espírito Santo. Centro
Tecnológico. III. Título.

CDU: 621

ROBERTO BALARINI JUNIOR

**ULTRA BAIXO COEFICIENTE DE ATRITO NO DESLIZAMENTO DE
 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ EM ÁGUA: ESTUDO *AB INITIO* DO *RUNNING-IN***

Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Prof. Dr. Cherlio Scandian
Universidade Federal do Espírito Santo
Orientador

Prof. Dr. Amilton Sinatora
Universidade de São Paulo
Examinador Externo

Dr. Vanderlei Ferreira
Centro Tecnológico da Marinha de São Paulo
Examinador Externo

Prof. Dr. Marcelo Camargo Severo Macêdo
Universidade Federal do Espírito Santo
Examinador Interno

VITÓRIA

2013

DEDICATÓRIA

À Neusa Maria Trevizani Balarini.

AGRADECIMENTOS

Sucintamente, eu gostaria de agradecer ao Prof. Dr. Cherlio Scandian, pela orientação e oportunidade de trabalhar com um tema tão interessante e intrigante, aos meus pais e familiares por todo o suporte recebido durante toda esta minha jornada longe de casa, aos colegas – graduandos e mestrandos – que participaram desta caminhada e aos amigos verdadeiros, os quais sempre acreditaram na minha capacidade e tanto me incentivaram durante a construção deste trabalho.

RESUMO

Este trabalho é uma investigação tribológica envolvendo o par cerâmico composto por esferas de nitreto de silício (Si_3N_4) deslizando contra discos de óxido de alumínio (Al_2O_3) em água. No total, dez ensaios foram conduzidos com a intenção de reproduzir o fenômeno de Ultra Baixo Coeficiente de Atrito (UBCA) em laboratório, o qual é caracterizado pela obtenção de valores de coeficiente de atrito (μ) da ordem dos milésimos ($\mu < 0,01$) no regime estacionário. Uma vez alcançado os valores de UBCA, o objetivo principal deste trabalho foi o de investigar o período de *running-in*, através de uma série de análises em relação ao comportamento do coeficiente de atrito durante o regime transitório, incluindo correlações com algumas variáveis, como rugosidade superficial, erros de batimento axial, íons formados durante o deslizamento e desgaste das cerâmicas. Para isto, as curvas de coeficiente de atrito por tempo foram expandidas para intervalos de tempos pré-determinados e o comportamento de μ em cada um destes intervalos foi investigado e comparado entre os ensaios realizados, sendo que o caráter oscilatório do coeficiente de atrito foi inserido nas análises do período transitório. Em geral, foi comprovado que maiores valores de rugosidade superficial resultaram em maiores períodos de *running-in* e que existe uma tendência de aumento de desgaste com o aumento do tempo de transição. Para todos os ensaios, a taxa de desgaste das esferas de Si_3N_4 foi superior à dos discos de Al_2O_3 . Em adição, através de comparações entre a medida da soma das rugosidades das superfícies desgastadas com a espessura mínima do filme lubrificante, este trabalho confirma a hipótese de que é necessário um regime de lubrificação misto (hidrodinâmico e limítrofe) para a obtenção do regime de UBCA, sendo que, para a eficácia do modo de lubrificação esperado, estima-se que é necessário concentrações de íons de silício (Si) superiores a 1,3 mg/l, aproximadamente. Esta quantidade de íons Si é supostamente a mínima necessária para a formação de uma camada de sílica adequada para conferir a parcela de lubrificação limítrofe necessária para a obtenção do regime de UBCA.

Palavras chaves: Ultra Baixo Coeficiente de Atrito (UBCA); Nitreto de silício; Óxido de alumínio; Lubrificação com água.

ABSTRACT

This work is a tribological investigation involving the ceramic pair composed by balls of silicon nitride (Si_3N_4) sliding against disks of aluminum oxide (Al_2O_3) under water. A total of ten tests were conducted in order to reproduce the phenomenon of Ultra Low Friction Coefficient (ULFC) in laboratory, which is characterized by obtaining values of friction coefficient (μ) below of 0,01 in the steady state. Once reached these values, the main objective of this study was to investigate the running-in period by a series of analyses in relation to the behavior of the friction coefficient during the running-in period, including correlations with some variables such as surface roughness, axial parallelism errors, ions formed during the sliding and wear of samples. For this reason, the curves of friction coefficient versus time were expanded for some predetermined intervals and the behavior of μ for each one of these intervals was investigated and compared between themselves, and the oscillatory behavior of the friction coefficient was inserted into the analysis of the running-in period. In general, it was concluded that higher values of surface roughness resulted in longer periods of running-in and that there is a trend of increasing wear with increasing time of transition. For all tests, the wear rate of the silicon nitride balls was higher than alumina disks. In addition, by comparing the measure of the sum of the roughness of the worn surfaces with minimum thickness of the lubricant film, the present work confirms the hypothesis that it is necessary a mixed lubrication (hydrodynamic combined with boundary) to obtain the regime of ULFC and for effective lubrication expected mode it is estimated that is required an ions concentration of silicon (Si) higher than 1.3 mg/l approximately. This amount of ions Si is supposed to be the minimum necessary for the formation of a silica layer enable to confer the boundary lubrication participation for obtaining the ULFC.

Keywords: Ultra Low Friction Coefficient (ULFC); Silicon nitride; Aluminum oxide; Water lubrication.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Preenchimento de 2/3 dos sítios octaédricos no plano basal do corundun. Apenas um plano de ânions do empacotamento é mostrado (CHIANG; BIRNIE III; KINGERY, 1997)	4
Figura 2 - Vista do plano mostrado pela linha pontilhada da figura 3 (CHIANG; BIRNIE III; KINGERY, 1997)	5
Figura 3 - Estrutura da célula unitária do corundun (Al_2O_3), mostrando apenas o arranjo dos cátions (CHIANG; BIRNIE III; KINGERY, 1997)	6
Figura 4 - Estruturas cristalinas para o nitreto de silício. (a) O tetraédrico SiN_4 , a base da estrutura cristalina do Si_3N_4 . (b) Camada “ab” da seqüência do empacotamento do β - Si_3N_4 . (c) Camadas “ab” e “cd” que são alternadas na seqüência do empacotamento que formam o α - Si_3N_4 (CHIANG; BIRNIE III; KINGERY, 1997)	7
Figura 5 - Modelos de dupla camada elétrica propostos por Helmholtz e Gouy-Chapman (BUTT; KAPPL, 2010).....	11
Figura 6 - Modelo simples para a camada de Stern (BUTT; KAPPL, 2010).....	12
Figura 7 - Variação da distribuição de potencial (ψ) quando duas superfícies planas são colocadas em contato próximo (BUTT; KAPPL, 2010).....	13
Figura 8 - Esquema relacionando energia de interação (E) e distância (D), conforme previsto pela teoria DLVO, sendo que em (a) as pequenas partículas coloidais estão predominantemente estáveis; (b) Colóides permanecem estáveis em uma ampla faixa de distâncias; (c) Colóides coagulam lentamente; (d) Colóides coagulam rapidamente; (e) Colóides coalescem rapidamente (ISRAELACHVILI, 1991)	14
Figura 9 - Modelo da estrutura da sílica totalmente hidroxilada (ZHURAVLEV, 2000)	17
Figura 10 - Esquema de (a) duas superfícies tridimensionais em contato, e (b) as correspondentes áreas de contato (BHUSHAN, 2002)	19

Figura 11 - Ilustração esquemática de (a) um corpo deslizando sobre uma superfície com o respectivo diagrama de corpo livre e (b) um corpo rolando sobre uma superfície horizontal (BHUSHAN, 2002).....	20
Figura 12 - Coeficiente de atrito em função da tenacidade à fratura para um pino pontiagudo de diamante (ponta com raio de curvatura de 5 μm) sobre discos feitos de SiC, Si ₃ N ₄ , Al ₂ O ₃ e ZrO ₂ produzidos por prensagem à quente (BHUSHAN, 2002)	22
Figura 13 - Ilustração do efeito do ambiente sobre o atrito do nitreto de silício fabricado por prensagem à quente. Os valores do coeficiente de atrito são provenientes de um teste pino-disco com o par similar Si ₃ N ₄ -Si ₃ N ₄ com velocidade de deslizamento de 150 mm/s (HUTCHINGS, 1992)	23
Figura 14 - Esquema da pressão gerada entre duas superfícies em movimento relativo sujeitas a um regime de lubrificação hidrodinâmica (STACHOWIAK; BATCHELOR, 1999).....	25
Figura 15 - Trincas induzidas por atrito, o que caracteriza um desgaste predominantemente mecânico (KATO, 1990).	27
Figura 16 - Coeficiente de atrito e desgaste do carbeto de silício contra alumina em função da umidade relativa a uma carga normal de 10 N e velocidade de deslizamento de 0,1 m/s, após uma distância deslizada de 1 km, na configuração esfera-disco (BHUSHAN, 2002)	27
Figura 17 - Coeficiente de atrito e taxa de desgaste como uma função da velocidade de deslizamento do nitreto de silício (prensado à quente) deslizando sobre ele mesmo a uma carga normal de 10 N ao ar na configuração pino-disco (BHUSHAN, 2002)	28
Figura 18 - Coeficiente de atrito e condutividade elétrica em função da distância de deslizamento a 20 °C (XU; KATO, 2000)	30
Figura 19 - Modelo de contato sugerido para a lubrificação mista do par Si ₃ N ₄ -Si ₃ N ₄ deslizando em água (XU; KATO, 2000)	30

Figura 20 - (a) Partícula de sílica coloidal hidratada com uma dupla camada elétrica; (b) Representação molecular de um grupo hidroxila na superfície da sílica amorfa hidratada (XU; KATO, 2000)	31
Figura 21 - Coeficiente de atrito entre pares cerâmicos deslizando por uma distância de 2500 metros em água com carga normal de 10 N e velocidade de deslizamento de 0,1 m/s, sendo (a) $Al_2O_3-Al_2O_3$, (b) SiC-SiC e (c) SiC- Al_2O_3 (ANDERSSON, 1992)	32
Figura 22 - Coeficiente de atrito em função da distância deslizada para os pares similares de Si_3N_4 , SiC e Al_2O_3 deslizando em água nas condições de carga normal de 49 N e velocidade de deslizamento de 1,18 m/s (RANI et al., 2004)	33
Figura 23 - (a) Comportamento de μ para o par $Si_3N_4-Al_2O_3$ lubrificado a água, caracterizando e diferenciando os períodos de transição (A) e estacionário (B); (b) O modelo de modificação superficial que ocorre na superfície das cerâmicas no regime de UBCA (região B) (FERREIRA, 2008)	34
Figura 24 - A variação do coeficiente de atrito com os ciclos de deslizamento do par SiC-SiC em água, relacionando a rugosidade superficial com a duração período transitório (CHEN; KATO; ADACHI, 2001)	35
Figura 25 - O efeito da velocidade de deslizamento e carga normal para o nitreto de silício deslizando sobre ele mesmo em água. (1) 3 N, 120 mm/s; (2) 3 N, 60 mm/s; (3) 5 N, 120 mm/s; (4) 5 N, 60 mm/s (JAHANMIR; OZMEN; IVES, 2004)	35
Figura 26 - Detalhe dos materiais e adaptações destinadas à fixação dos mesmos: (a) Esfera de Si_3N_4 e o porta-esfera; (b) Esfera fixada no porta-esfera; (c) Porta disco (1), parafuso para fixação do disco no tribômetro (2), partes constituintes do porta-esfera (3) e anel de teflon (4); (d) Disco de Al_2O_3	43
Figura 27 - Vista superior de um disco de Al_2O_3 já montado no tribômetro	43
Figura 28 - Representação do batimento, h_2-h_1 , no disco após a montagem no tribômetro, sendo que a parte cinza corresponde aos suportes e eixo do tribômetro, enquanto a parte amarela representa o disco de Al_2O_3 (SANTOS, 2012)	44

Figura 29 - Representação do sistema de lubrificação empregado para a realização dos ensaios, sendo que as setas indicam a direção percorrida pela água no interior das mangueiras.....	45
Figura 30 - Foto da superfície de uma esfera de nitreto de silício contendo a superfície plana formada em decorrência de um ensaio tribológico.....	49
Figura 31 - Exemplo de um perfil extraído da pista de desgaste de um disco de alumina, sendo que a área preenchida em vermelho indica a área desgastada no ensaio.....	51
Figura 32 - Espectrômetro de Emissão Óptica empregado na análise de íons da água	52
Figura 33 - Leitura de área da superfície de um disco de alumina e exemplificação de um perfil de rugosidade extraído a partir desta própria área	55
Figura 34 - Leitura de área da superfície de uma esfera de nitreto de silício e um respectivo perfil extraído a partir da área em questão	57
Figura 35 - Micrografia do disco realizada no MEV com aumento de 2500 vezes e sua respectiva análise química via EDS.....	59
Figura 36 - Micrografia da esfera realizada no MEV com aumento de 2500 vezes e sua respectiva análise química via EDS.....	60
Figura 37 - Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no primeiro ensaio.....	61
Figura 38 - Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no segundo ensaio	62
Figura 39 - Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no terceiro ensaio.....	63
Figura 40 - Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no quarto ensaio.....	63

Figura 41 - Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no quinto ensaio	64
Figura 42 - Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no sexto ensaio	65
Figura 43 - Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no sétimo ensaio	66
Figura 44 - Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no oitavo ensaio	67
Figura 45 - Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no ensaio A	68
Figura 46 - Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no ensaio B	69
Figura 47 - Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido nos primeiros cinco minutos de deslizamento dos ensaios 7 e 8..	71
Figura 48 - Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido nos primeiros dez minutos de deslizamento dos ensaios 1, 2 e 5.	73
Figura 49 - Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água durante os primeiros 600 segundos de deslizamento para os ensaios de número 3 e 8.	73
Figura 50 - Relação entre a rugosidade superficial inicial dos discos de alumina e o valor inicial do pico de coeficiente de atrito	75
Figura 51 - Relação entre o valor inicial do pico de coeficiente de atrito e o tempo de transição.....	75
Figura 52 - Comportamento de μ durante um intervalo de tempo contido no período de transição (600 a 1800 segundos) para os ensaios de número 1, 2, 3 e 4.....	76

Figura 53 - Comportamento de μ durante um intervalo de tempo contido no período de transição (600 a 1800 segundos) para os ensaios de número 5, 6, 7 e 8.....	77
Figura 54 - Comportamento de μ durante um intervalo de tempo contido no período de transição (1800 a 3000 segundos) para os ensaios de número 1, 2, 3 e 4.....	78
Figura 55 - Comportamento de μ durante um intervalo de tempo contido no período de transição (1800 a 3000 segundos) para os ensaios de número 5, 6, 7 e 8.....	79
Figura 56 - Comportamento de μ para os ensaios 1, 2, 3 e 4, levando em consideração o intervalo de tempo contido a partir dos 50 minutos (3000 segundos) de deslizamento e o fim do período de transição.....	81
Figura 57 - Comportamento de μ para os ensaios 5, 6, 7 e 8, levando em consideração o intervalo de tempo contido a partir dos 50 minutos (3000 segundos) de deslizamento e o fim do período de transição.....	82
Figura 58 - Relação entre rugosidade superficial (R_a) dos discos antes dos ensaios e tempo de <i>running-in</i> para cada ensaio tribológico.....	83
Figura 59 - Relação entre batimento e tempo de <i>running-in</i> obtida nos ensaios tribológicos.....	85
Figura 60 - Exemplo de medição do ângulo σ para o ensaio de número 8.....	85
Figura 61 - Relação entre o coeficiente de variação do coeficiente de atrito normalizado (η) e o tempo de transição.....	88
Figura 62 - Relação entre o produto $R_q \times$ batimento (μm^2) e tempo de <i>running-in</i> (min).....	89
Figura 63 - Exemplo de pista de desgaste gerada após um ensaio tribológico.....	91
Figura 64 - Comparação entre as rugosidades superficiais dos discos, antes e após, os ensaios tribológicos.....	93
Figura 65 - Leitura da superfície plana formada na esfera após o ensaio de número seis.....	94

Figura 66 - Comparação entre as rugosidades superficiais das esferas, antes e após, os ensaios tribológicos	96
Figura 67 - Imagens via MEV das trilhas de desgaste dos discos de alumina com aumento de 60 vezes, sendo: (a) Ensaio 5; (b) Ensaio 3; (c) Ensaio 6 e (d) Ensaio B	98
Figura 68 - Imagens via MEV das trilhas de desgaste dos discos de alumina com aumento de 120 vezes, sendo: (a) Ensaio 5; (b) Ensaio 3; (c) Ensaio 6 e (d) Ensaio B.....	99
Figura 69 - Imagens via MEV das trilhas de desgaste dos discos de alumina com aumento de 400 vezes, sendo: (a) Ensaio 5; (b) Ensaio 3; (c) Ensaio 6 e (d) Ensaio B.....	100
Figura 70 - Imagens via MEV das trilhas de desgaste dos discos de alumina com aumento de 1000 vezes, sendo: (a) Ensaio 5; (b) Ensaio 3; (c) Ensaio 6 e (d) Ensaio B.....	101
Figura 71 - Imagem de MEV da trilha de desgaste do disco de alumina no ensaio 5 (ampliação de 1500 vezes) com sua respectiva análise química via EDS.....	102
Figura 72 - Imagem de MEV da trilha de desgaste do disco de alumina no ensaio 3 (ampliação de 1500 vezes) com sua respectiva análise química via EDS.....	104
Figura 73 - Imagem de MEV da trilha de desgaste do disco de alumina no ensaio 6 (ampliação de 1500 vezes) com sua respectiva análise química via EDS.....	105
Figura 74 - Imagem de MEV da trilha de desgaste do disco de alumina no ensaio B (ampliação de 1500 vezes) com sua respectiva análise química via EDS.....	106
Figura 75 - A parte superior exibe a superfície plana formada na esfera de nitreto de silício após um ensaio tribológico. Na parte inferior da figura, é exibido como é realizada a medição do raio da calota esférica gerada no respectivo ensaio.....	108
Figura 76 - Comparação entre as taxas de desgaste (10^{-5} mm ³ /N.m) dos discos e esferas.....	110

Figura 77 - Correlação entre a duração do período de transição e a taxa de desgaste (10^{-5} mm ³ /N.m) dos discos de alumina.....	111
Figura 78 - Evolução da concentração de íons de Si (mg/L) em função do tempo nos ensaios de número 2, 5 e 6. Os pontos indicados pelas letras a, b e c representam justamente a concentração de Si na transição do período de running-in para o regime permanente, sendo (a) Ensaio 5; (b) Ensaio 2 e (c) Ensaio 6	114
Figura 79 - Comportamento do coeficiente de atrito e da concentração de íons Si (mg/l) em função do tempo do par Si ₃ N ₄ -Al ₂ O ₃ lubrificado a água obtido no segundo ensaio.....	115
Figura 80 - Comportamento do coeficiente de atrito e da concentração de íons Si (mg/l) em função do tempo do par Si ₃ N ₄ -Al ₂ O ₃ lubrificado a água obtido no quinto ensaio.....	115
Figura 81 - Comportamento do coeficiente de atrito e da concentração de íons Si (mg/l) em função do tempo do par Si ₃ N ₄ -Al ₂ O ₃ lubrificado a água obtido no sexto ensaio.....	116
Figura 82 - Comportamento do coeficiente de atrito e da concentração de íons de Si e Al (mg/l) em função do tempo do par Si ₃ N ₄ -Al ₂ O ₃ lubrificado a água obtido no ensaio B	117
Figura 83 - Comportamento do coeficiente de atrito e da condutividade elétrica (μS) em função do tempo do par Si ₃ N ₄ -Al ₂ O ₃ lubrificado a água obtido no ensaio B.....	118

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Parâmetros das esferas de nitreto de silício (SANTOS, 2012).....	38
Tabela 2 - Composição dos discos de alumina (Fonte: Fabricante).....	38
Tabela 3 - Densidade geométrica dos discos de alumina	53
Tabela 4 - Dureza dos discos de alumina	54
Tabela 5 - Parâmetros de rugosidade dos discos antes dos ensaios tribológicos	56
Tabela 6 - Parâmetros de rugosidade das cinco esferas usadas nos ensaios tribológicos	58
Tabela 7 - Quantidade de picos e coeficiente de atrito médio obtido nos cinco primeiros minutos de deslizamento dos ensaios tribológicos	72
Tabela 8 - Coeficiente de atrito médio obtido durante o período de transição, coeficiente de variação de μ durante o running-in e tempo de transição para cada ensaio tribológico	86
Tabela 9 - Ângulo de decaimento (σ), coeficiente de variação do coeficiente de atrito normalizado (η) e tempo de transição para cada ensaio.....	88
Tabela 10 - Valores de coeficiente de atrito obtidos no regime estacionário para cada ensaio.....	90
Tabela 11 - Parâmetros de rugosidade dos discos após os ensaios tribológicos	92
Tabela 12 - Parâmetros de rugosidade das esferas após os ensaios tribológicos....	95
Tabela 13 - Volume desgastado e taxa de desgaste dos discos após os ensaios. .	107
Tabela 14 - Volume desgastado e taxa de desgaste das esferas após os ensaios	109
Tabela 15 - Concentração de íons de silício em função do tempo para os ensaios dois e cinco	112

Tabela 16 - Concentração de íons de silício em função do tempo para o ensaio de número seis.....	113
--	-----

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

μ	Coeficiente de atrito
μ_d	Coeficiente de atrito cinético ou dinâmico
μ_s	Coeficiente de atrito estático
μ_E	Coeficiente de atrito médio no regime estacionário
μ_M	Coeficiente de atrito médio durante um intervalo de tempo pré-determinado contido no período de <i>running-in</i>
μ_T	Coeficiente de atrito médio durante o período de transição
D	Distância de separação
E	Energia de interação
F	Força de atrito
HC	Hexagonal compacta
K_{IC}	Tenacidade à fratura
L	Distância de deslizamento ou deslizada
N	Número de ciclos
R_a	Rugosidade média
R_{RMS}	Desvio médio quadrático da rugosidade
UBCA	Ultra baixo coeficiente de atrito
UR	Umidade relativa
W	Carga normal
Δ	Distância entre a superfície e o centro dos contra-íons

Ψ_0	Potencial da superfície
Ψ_δ	Potencial a uma distância δ em relação à superfície
d_1	Medida de uma diagonal de uma impressão de ensaio de dureza Vickers
d_2	Medida de uma diagonal de uma impressão de ensaio de dureza Vickers
Ψ_m	Potencial mínimo entre duas superfícies
ΔG	Energia livre de Gibbs
$h_2 - h_1$	Erro de batimento axial
HV	Dureza Vickers
PTFE	Politetrafluoretileno
P	Carga aplicada no ensaio de dureza Vickers
d	Diagonal média
m_D	Massa do disco
h_D	Espessura do disco
D_i	Diâmetro do furo interno do disco
D_E	Diâmetro externo do disco
ρ_{GEO}	Densidade geométrica
h^*	Altura da calota esférica
R	Raio da esfera
r	Raio da calota formada na esfera
V_E	Volume desgastado na esfera

S_i	i-ésima área medida na pista de desgaste
R'	Raio medido do centro do disco até o centro da trilha
V_D	Volume desgastado nos discos
rpm	Rotações por minuto
ICP-OES	Espectrometria de Emissão Óptica por Plasma Acoplado Indutivamente
S	Siemens
h_0	Espessura mínima do filme hidrodinâmico
pH	Potencial hidrogeniônico
LCSM	Laboratório de Caracterização de Superfície de Materiais
LQA	Laboratório de Química Analítica
TRICORRMAT	Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais
UFES	Universidade Federal do Espírito Santo
USP	Universidade de São Paulo
ω	Velocidade angular
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
wt%	Porcentagem em peso
EDS	Espectroscopia de raios-X por dispersão de energia
σ	Ângulo de decaimento
η	Coefficiente de variação do coeficiente de atrito normalizado

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1. CERÂMICAS	3
2.1.1. Óxido de alumínio.....	4
2.1.2. Nitreto de silício.....	6
2.1.3. Sílica	8
2.2. ÁGUA.....	9
2.3. SISTEMAS COLOIDAIIS.....	10
2.3.1. Interação das partículas coloidais com a água.....	10
2.3.1.1. <i>Interação do óxido de alumínio com a água</i>	15
2.3.1.2. <i>Interação do nitreto de silício com a água</i>	16
2.3.1.3. <i>Interação da sílica com a água</i>	17
2.4. TRIBOLOGIA.....	18
2.4.1. Superfícies	18
2.4.2. Atrito	19
2.4.2.1. <i>Definição do coeficiente de atrito.....</i>	20
2.4.2.2. <i>Atrito em cerâmicas</i>	21
2.4.3. Lubrificação	24
2.4.3.1. <i>Lubrificação limite</i>	24
2.4.3.2. <i>Lubrificação hidrodinâmica</i>	25
2.4.4. Desgaste.....	26
2.4.4.1. <i>Desgaste em cerâmicas</i>	26

2.4.5. Ultra baixo coeficiente de atrito em cerâmicas.....	29
3. MATERIAIS E MÉTODOS	37
3.1. MATERIAIS	37
3.2. MÉTODOS.....	39
3.2.1. Determinação das propriedades físicas e mecânicas	39
3.2.1.1. <i>Densidade dos discos.....</i>	39
3.2.1.2. <i>Dureza dos discos</i>	40
3.2.2. Caracterização das superfícies antes dos ensaios	40
3.2.2.1. <i>Rugosidade superficial das amostras</i>	40
3.2.2.2. <i>Microestrutura e composição química das amostras.....</i>	41
3.2.3. Caracterização tribológica	42
3.2.3.1. <i>Preparação do tribômetro</i>	42
3.2.3.2. <i>Preparação das amostras.....</i>	45
3.2.3.3. <i>Ensaio preliminares</i>	46
3.2.3.4. <i>Ensaio tribológicos.....</i>	46
3.2.3.5. <i>Ensaio tribológicos adicionais</i>	47
3.2.4. Caracterização dos materiais ensaiados	48
3.2.4.1. <i>Determinação da rugosidade superficial.....</i>	48
3.2.4.2. <i>Determinação dos diâmetros das calotas formadas nas esferas.....</i>	48
3.2.4.3. <i>Determinação do volume desgastado nas amostras</i>	50
3.2.4.4. <i>Análise das superfícies dos discos via MEV.....</i>	51
3.2.5. Análise de íons formados na água durante os ensaios	52
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES	53
4.1. DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS	53

4.1.1. Densidade dos discos	53
4.1.2. Dureza dos discos	54
4.2. CARACTERIZAÇÃO DAS SUPERFÍCIES ANTES DOS ENSAIOS	54
4.2.1. Rugosidade superficial dos discos.....	54
4.2.2. Rugosidade superficial das esferas.....	56
4.2.3. Microestrutura e composição química dos discos.....	58
4.2.4. Microestrutura e composição química das esferas.....	59
4.3. RESULTADOS DOS ENSAIOS TRIBOLÓGICOS	60
4.4. RESULTADOS DOS ENSAIOS TRIBOLÓGICOS ADICIONAIS	68
4.5. DISCUSSÃO ACERCA DO PERÍODO DE TRANSIÇÃO.....	70
4.5.1. Descrição do <i>running-in</i> (0 – 10 minutos de deslizamento).....	70
4.5.2. Descrição do <i>running-in</i> (10 – 30 minutos de deslizamento).....	75
4.5.3. Descrição do <i>running-in</i> (30 – 50 minutos de deslizamento).....	78
4.5.4. Descrição do <i>running-in</i> (50 – fim do <i>running-in</i>).....	80
4.5.5. Considerações finais sobre o período de <i>running-in</i>	82
4.6. DISCUSSÃO ACERCA DO PERÍODO ESTACIONÁRIO	89
4.7. CARACTERIZAÇÃO DAS SUPERFÍCIES ENSAIADAS.....	91
4.7.1. Rugosidade superficial dos discos.....	91
4.7.2. Rugosidade superficial das esferas.....	94
4.7.3. Análise das superfícies dos discos via MEV.....	97
4.7.3.1. Análise química via EDS.....	101
4.8. TAXA DE DESGASTE DAS CERÂMICAS	107
4.8.1. Taxa de desgaste dos discos	107
4.8.2. Taxa de desgaste das esferas	108
4.8.3. Discussão acerca do desgaste das cerâmicas	109
4.8.3.1. Discussão acerca da taxa de desgaste e período de transição.....	111

4.9. ANÁLISE DOS ÍONS FORMADOS NA ÁGUA	112
4.10. DISCUSSÃO ACERCA DA RUGOSIDADE DOS MATERIAIS ENSAIADOS E O MODO DE LUBRIFICAÇÃO	118
4.11. DISCUSSÃO ACERCA DO MODO DE LUBRIFICAÇÃO ASSOCIADO COM OS ÍONS FORMADOS NA ÁGUA	122
5. CONCLUSÃO	124
6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	126
7. REFERÊNCIAS.....	127
ANEXOS.....	i
ANEXO A.....	i
ANEXO B.....	ii
ANEXO C.....	iv
ANEXO D.....	x
ANEXO E.....	xiii
ANEXO F.....	xviii
ANEXO G.....	xix
ANEXO H.....	xx
ANEXO I.....	xxi
ANEXO J.....	xxiv
ANEXO K.....	xxxvii
ANEXO L.....	xxxviii
ANEXO M.....	xlvi
ANEXO N.....	li

1. INTRODUÇÃO

Materiais cerâmicos que combinam elevada dureza (acima de 15 GPa) e razoável tenacidade à fratura (superior a $4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) são usualmente chamados de cerâmicas avançadas ou de engenharia (KATO; ADACHI, 2002). Estes materiais são empregados em diversos segmentos da engenharia, em função da combinação única de propriedades dos mesmos (ASKELAND; PHULÉ, 2008).

Nas últimas décadas, o estudo do comportamento tribológico destes materiais ganhou notoriedade, desde que Tomizawa e Fischer (1987) estimaram coeficientes de atrito (μ) tão baixos quanto 0,002 entre o nitreto de silício (Si_3N_4) deslizando sobre ele mesmo em água. Neste contexto, valores de coeficiente de atrito da ordem dos milésimos ($\mu < 0,01$) podem ser usualmente chamados de ultra baixo coeficiente de atrito (UBCA) (FERREIRA, 2008; FERREIRA; YOSHIMURA; SINATORA, 2012).

Em adição, valores reduzidos de μ também foram observados para pares compostos por carbeto de silício (SiC-SiC) lubrificados com água (SASAKI, 1989; WONG; KATO; UMEHARA, 1993; CHEN; KATO; ADACHI, 2001; MATSUDA; KATO; HASHIMOTO, 2011), enquanto que para pares similares de alumina ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$) deslizando em água, o coeficiente de atrito atingiu valores bem superiores (da ordem dos décimos) no regime estacionário, mesmo após grandes distâncias deslizadas (ANDERSSON, 1992; RANI *et al.*, 2004). Em contradição, outros autores, ao trabalharem com o par dissimilar $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado com água, obtiveram valores de μ da ordem dos milésimos (FERREIRA, 2008; SANTOS *et al.*, 2010; OLIVEIRA; SANTOS; SINATORA, 2011; ALVARENGA *et al.*, 2012; SANTOS, 2012; OLIVEIRA, 2012; FERREIRA; YOSHIMURA; SINATORA, 2012).

Em princípio, valores de μ desta magnitude são de grande interesse tecnológico e ambiental, pois representam baixa perda de energia a partir de sistemas lubrificados com água, a qual é isenta de qualquer efeito nocivo ao meio ambiente (RABINOWICZ, 1995; LUDEMA, 2001; FISCHER, 2001).

Até o momento, é bastante difundido que as reações triboquímicas possuem participação crucial para o estabelecimento do regime de UBCA entre cerâmicas

lubrificadas com água (TOMIZAWA, 1987; FISCHER, 1997; XU; KATO, 2000; XU; KATO; HIRAYAMA, 1997; RANI **et al.**, 2004; FERREIRA; YOSHIMURA; SINATORA, 2012). Entretanto, algumas questões ainda seguem não consolidadas entre os principais pesquisadores da área, como por exemplo, o modo de lubrificação responsável por valores de atrito tão reduzidos durante o regime estacionário. Em geral, alguns autores (TOMIZAWA; FISCHER, 1987; JORDI; FISCHER; ILIEV, 2004) defendem a hipótese de lubrificação puramente hidrodinâmica, enquanto outros (XU; KATO; HIRAYAMA, 1997; XU; KATO, 2000) entendem que é necessário um regime de lubrificação misto – hidrodinâmico e limítrofe – para a obtenção dos valores de UBCA.

Além disso, apesar de mais de três décadas de pesquisa nesta área, o período de *running-in*, isto é, o período transiente que antecede o regime de UBCA, segue incompreendido e praticamente inexplorado. Este fato é sustentado pela complexidade de entendimento do que ocorre durante os instantes iniciais de deslizamento, devido ao caráter bastante heterogêneo e oscilatório dos valores de μ durante este período. No entanto, a compreensão do que realmente ocorre durante o período transitório pode, possivelmente, sanar dúvidas referentes ao comportamento do atrito e desgaste ao longo de ensaios tribológicos (BLAU, 2005), o que, de certa forma, motivou a construção deste trabalho.

Portanto, este trabalho possui como objetivo a investigação do período de *running-in* em ensaios de UBCA, nos quais foi empregado o par dissimilar $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ deslizando em água. Uma vez alcançado valores de μ da ordem dos milésimos em sete dos dez ensaios realizados, uma série de comparações acerca do comportamento do coeficiente de atrito no período transitório, para diferentes intervalos de tempo e ensaios, foram efetuadas. Em adição, o período de *running-in* foi correlacionado com a rugosidade superficial das cerâmicas, erros de batimento axial, concentração de íons formados durante o deslizamento e taxa de desgaste.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Esta revisão da literatura está dividida em três partes: Na primeira etapa são apresentados os materiais cerâmicos, que são os materiais de interesse neste estudo, com ênfase para o óxido de alumínio, nitreto de silício e a sílica. Na sequência, são apresentados os sistemas coloidais e a interação entre partículas coloidais e a água. Por fim, é feita uma breve revisão sobre tribologia, envolvendo os conceitos básicos, atrito, lubrificação e desgaste, além de uma abordagem final acerca do estado da arte do fenômeno do UBCA.

2.1. CERÂMICAS

As cerâmicas são compostos formados entre elementos metálicos e não metálicos, para os quais as ligações interatômicas são, simultaneamente, iônicas e covalentes, podendo ser predominantemente iônicas ou majoritariamente covalentes, dependendo da cerâmica (CALLISTER, 2008; ASKELAND; PHULÉ, 2008).

As cerâmicas de maior interesse em engenharia são conhecidas como cerâmicas avançadas ou de engenharia, as quais combinam baixa densidade com excelentes propriedades mecânicas mesmo em altas temperaturas (HUTCHINGS, 1992; DANTE; KAJDAS, 2012). Na maioria das vezes, estas cerâmicas consistem em óxidos, nitretos e carbeto (CALLISTER, 2008; ASKELAND; PHULÉ, 2008; DANTE; KAJDAS, 2012).

A seguir, serão apresentadas informações mais detalhadas sobre as cerâmicas de maior interesse neste trabalho: O óxido de alumínio (Al_2O_3), o nitreto de silício (Si_3N_4) e a sílica (SiO_2). A razão pela qual esta última está incluída nesta revisão bibliográfica será abordado posteriormente.

2.1.1. Óxido de alumínio

O óxido de alumínio (ou alumina, Al_2O_3) é uma cerâmica predominantemente iônica. Na forma cristalina, apesar da existência de diversos polimorfos, pode ser comumente encontrado na sua fase mais estável, conhecida como corundun ou α -alumina. Na forma monocristalina é denominado safira (CHIANG; BIRNIE III; KINGERY, 1997).

O corundun vem sendo largamente estudado, em função de suas exclusivas propriedades mecânicas, elétricas, químicas, magnéticas e tribológicas (KATO, 1990).

A estrutura do corundun é hexagonal compacta (HC) e, baseado na proporção estequiométrica de dois cátions para três ânions, os cátions devem preencher dois terços dos espaços disponíveis. Para entender como isto funciona de uma maneira ordenada com a máxima separação entre cátions, a localização de interstícios octaédricos entre duas camadas subsequentes do empacotamento de íons de oxigênio é mostrada na Figura 1 (apenas uma camada é mostrada) (CHIANG; BIRNIE III; KINGERY, 1997).

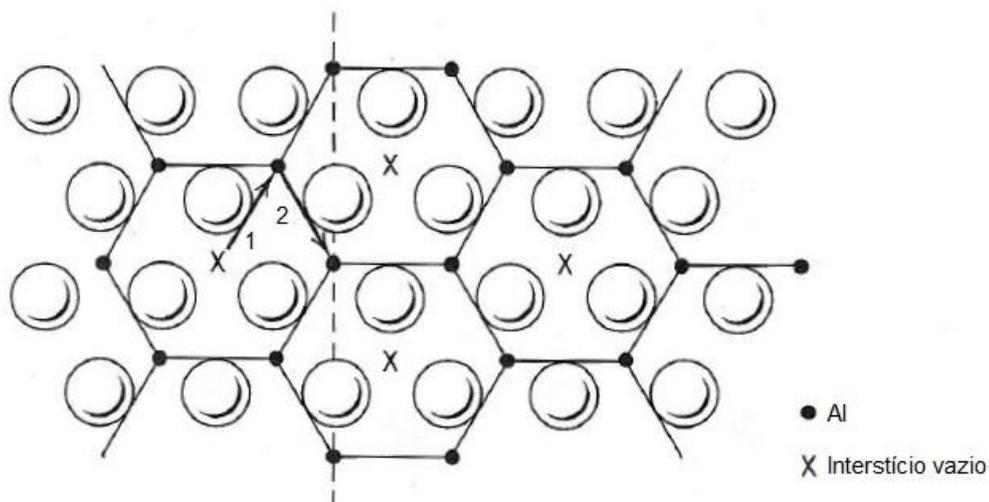


Figura 1 – Preenchimento de 2/3 dos sítios octaédricos no plano basal do corundun. Apenas um plano de ânions do empacotamento é mostrado (CHIANG; BIRNIE III; KINGERY, 1997).

Pela Figura 1, pode ser observado que os interstícios octaédricos são arranjados de forma hexagonal no corundum, sendo que dois terços dos interstícios são ocupados por íons de alumínio (pontos pretos) e um terço permanece vazio (indicados pela letra "x"). A próxima camada possui a mesma configuração, porém está deslocada por um espaço atômico na direção do vetor "1", como exibido na Figura 1. Na sequência, a próxima camada também está deslocada em relação à anterior, porém, desta vez por um vetor "2" (CHIANG; BIRNIE III; KINGERY, 1997).

Para uma melhor compreensão do arranjo dos átomos, a Figura 2 exibe a vista lateral da estrutura do corundum, no plano indicado pela linha pontilhada da Figura 1. Após uma análise criteriosa, considerando ânions e cátions, foi concluído que a estrutura se repete a cada seis camadas, dando um comprimento da célula unitária, c_0 , de aproximadamente 1,299 nm. Na Figura 3 é apresentada a estrutura espacial do corundum, considerando apenas os cátions (CHIANG; BIRNIE III; KINGERY, 1997).

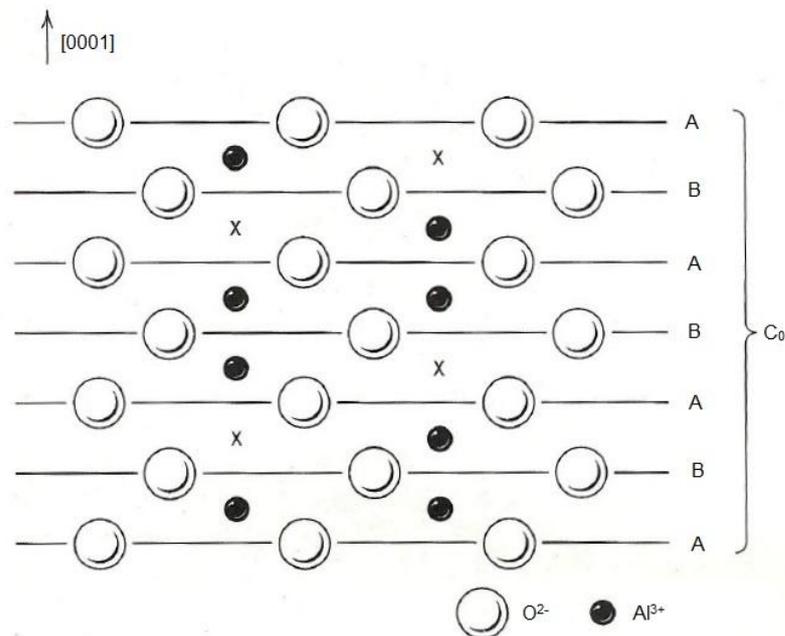


Figura 2 – Vista do plano mostrado pela linha pontilhada da figura 3 (CHIANG; BIRNIE III; KINGERY, 1997).

A alumina, juntamente com a sílica, está entre as cerâmicas com a mais ampla gama de aplicações. Este composto é comumente utilizado como refratário de fornos de fusão de metais e em outras aplicações sujeitas a altas temperaturas, e onde uma alta resistência mecânica também seja necessária. O óxido alumínio

também é aplicado como substrato de baixa constante dielétrica em circuitos eletrônicos de silício semiconductor. A alumina possui ainda aplicações especiais na medicina e odontologia (ASKELAND; PHULÉ, 2008).

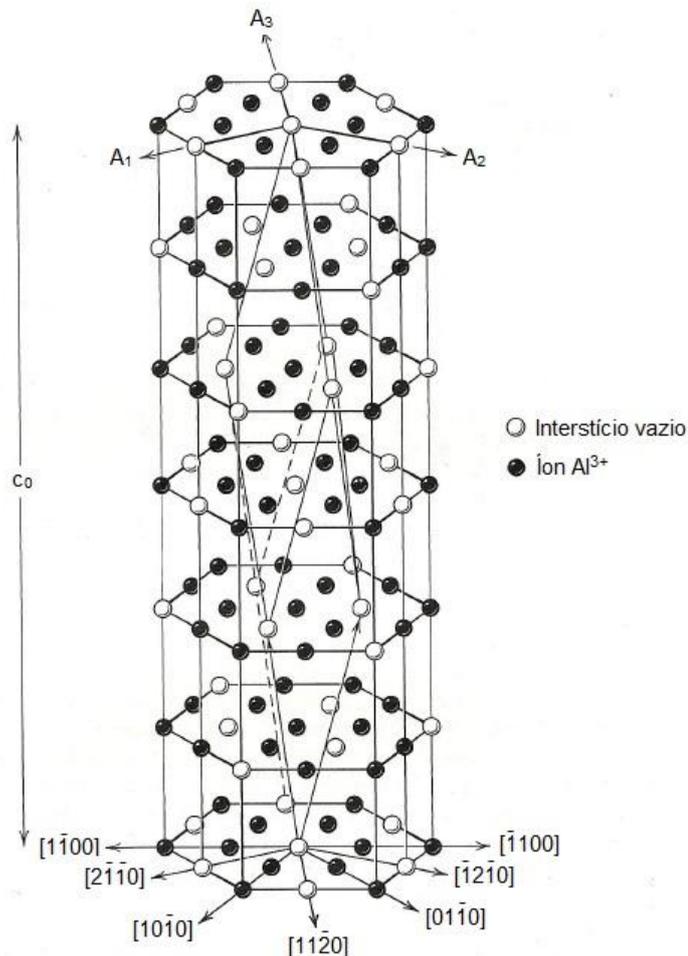


Figura 3 – Estrutura da célula unitária do corundum (Al_2O_3), mostrando apenas o arranjo dos cátions (CHIANG; BIRNIE III; KINGERY, 1997).

2.1.2. Nitreto de silício

O nitreto de silício (Si_3N_4) é uma cerâmica predominantemente covalente. O conjunto de suas propriedades, dentre elas o baixo peso específico e elevada dureza se comparado aos metais e ligas metálicas, sua elevada tenacidade se comparado às demais cerâmicas, somadas a sua boa resistência ao choque térmico e a corrosão, justifica o fato do nitreto de silício ser aplicado como componentes de

motores à combustão interna, componentes de turbinas a gás, ferramentas de corte, anéis de vedação em ambientes corrosivos, entre outros (ENOMOTO, 1995; CHIANG; BIRNIE III; KINGERY, 1997; CALLISTER, 2008; FERREIRA, 2008).

No nitreto de silício, a coordenação do nitrogênio ao redor do silício é tetraédrica (Figura 4a), e os tetraedros são unidos de tal forma que cada nitrogênio seja coordenado por três átomos de silício. Portanto, é uma estrutura com grandes interstícios. Na Figura 4 são apresentadas as diferentes estruturas cristalinas do nitreto de silício (CHIANG; BIRNIE III; KINGERY, 1997).

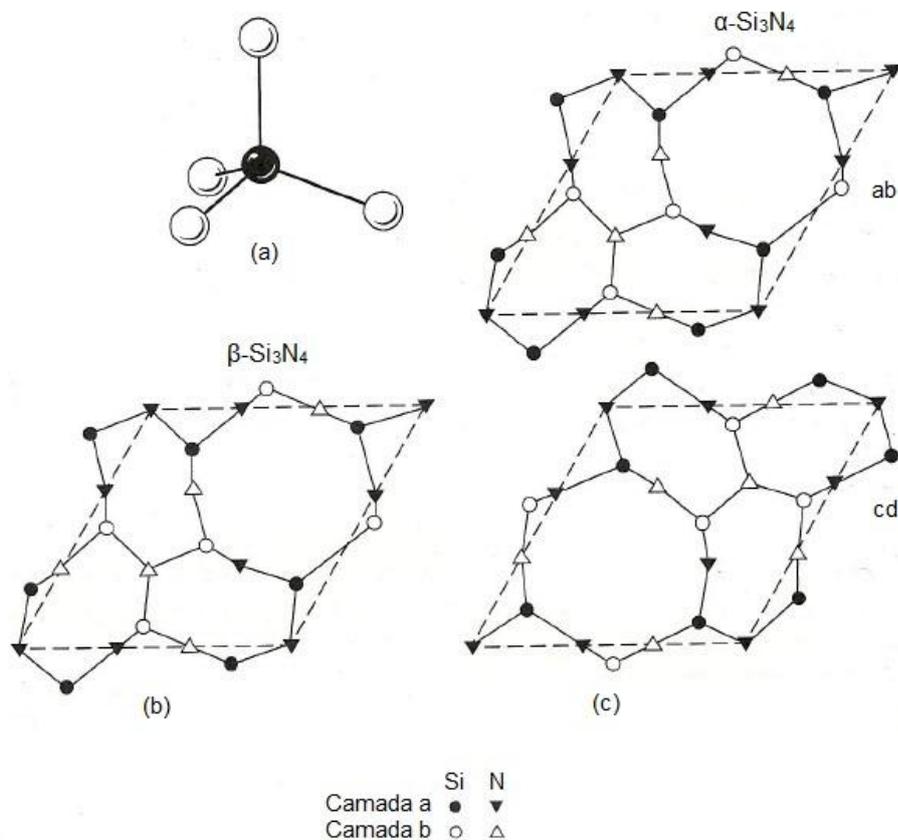


Figure 4 – Estruturas cristalinas para o nitreto de silício. (a) O tetraédrico SiN_4 , a base da estrutura cristalina do Si_3N_4 . (b) Camada “ab” da sequência do empacotamento do $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$. (c) Camadas “ab” e “cd” que são alternadas na sequência do empacotamento que formam o $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ (CHIANG; BIRNIE III; KINGERY, 1997).

O nitreto de silício pode formar duas fases cristalinas hexagonais diferentes: A alfa e a beta. A diferença básica entre estas duas fases consiste no comprimento da célula unitária (c_0). O $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ possui empacotamento do tipo “abab” (Figura 4b) e fórmula química Si_6N_8 , enquanto que o $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ possui empacotamento do tipo “abcdabcd” (Figura 4c) e fórmula química com o dobro de átomos ($\text{Si}_{12}\text{N}_{16}$). Como

consequência, o comprimento da célula unitária da fase alfa do nitreto de silício é quase o dobro em relação à fase beta, sendo $c_0 = 0,5618$ nm para a fase alfa contra $c_0 = 0,2909$ nm para a fase beta (não é exatamente o dobro devido a distorções do arranjo tetragonal) (CHIANG; BIRNIE III; KINGERY, 1997).

2.1.3. Sílica

Os silicatos são materiais compostos principalmente por silício e oxigênio, os dois elementos mais abundantes na crosta terrestre. Logo, a maior parte dos solos, rochas, argilas e areia se enquadram na classificação de silicatos (CALLISTER, 2008).

Quimicamente, o silicato mais simples é o dióxido de silício (ou sílica, SiO_2). Estruturalmente, este material consiste em uma rede tridimensional gerada quando todos os átomos de oxigênio localizados nos vértices de cada tetraedro são compartilhados por tetraedros adjacentes. Dessa forma, o material é eletricamente neutro e todos os átomos possuem estruturas eletrônicas estáveis (CALLISTER, 2008).

A estrutura básica da sílica é formada pela ligação Si-O, que é caracterizada como sendo a mais estável de todas as ligações do tipo Si-X. O tamanho da ligação é aproximadamente 0,162 nm, e é considerado pequeno comparado a soma dos raios covalentes do oxigênio (73 pm) e do silício (111 pm). Logo, estas ligações são direcionais e relativamente fortes, o que reflete em uma temperatura de fusão relativamente elevada, de 1710 °C (CALLISTER, 2008; FERREIRA, 2008).

A sílica é provavelmente o material cerâmico de uso mais amplo e que constitui a base de muitos vidros e vidro-cerâmicas. Os materiais a base de sílica são muito usados como isolantes térmicos, refratários ou abrasivos. Com o formato de fibras longas e contínuas, a sílica também é usada na fabricação de fibras ópticas para comunicações (ASKELAND; PHULÉ, 2008).

A grande razão pela qual a sílica está incluída nesta revisão bibliográfica é o fato de que a mesma é o principal produto das reações triboquímicas entre o nitreto de

silício e a água, o que possui relação direta com a obtenção do regime de UBCA no par em estudo no presente trabalho (XU; KATO; HIRAYAMA, 1997; XU; KATO, 2000; RANI **et al.**, 2004; FERREIRA; YOSHIMURA; SINATORA, 2012).

2.2. ÁGUA

A água pura é formada por moléculas de H_2O , íons H_3O^+ e íons OH^- . O aumento da concentração de íons H_3O^+ conduz a diminuição do pH. Adicionalmente, a maior concentração de íons promove o aumento da condutividade elétrica específica da água (REED, 1995).

Devido a sua alta constante dielétrica, a água é um bom solvente para íons. Por este motivo, existe uma grande tendência para uma superfície sólida em contato com a água se tornar eletricamente carregada (BUTT; KAPPL, 2010; ISRAELACHVILI, 2011).

No presente estudo, a água é componente fundamental, uma vez que, durante o deslizamento relativo entre os materiais cerâmicos, a mesma possibilita a ocorrência de reações triboquímicas, as quais possuem efeito notável em relação à transformação das superfícies e, conseqüentemente, no atrito e desgaste (TOMIZAWA; FISCHER, 1987; ANDERSSON, 1992; HUTCHINGS, 1992; FISCHER, 1997; XU; KATO; HIRAYAMA, 1997; XU; KATO, 2000; BHUSHAN, 2002; RANI **et al.**, 2004; FERREIRA, 2008; FERREIRA; YOSHIMURA; SINATORA, 2012).

Logo, nas próximas seções, será realizado um estudo mais detalhado em relação às interações entre as cerâmicas de interesse neste trabalho e a água, além de uma abordagem introdutória acerca dos sistemas coloidais.

2.3.SISTEMAS COLOIDAIS

O termo “colóide”, que possui origem grega e significa “cola”, foi introduzido por Graham em 1861. Uma dispersão coloidal pode ser definida como um sistema de duas fases que é dito homogêneo em uma escala macroscópica, mas não em uma escala microscópica (BUTT; KAPPL, 2010).

Alternativamente, um colóide ou sistema coloidal é um sistema disperso no qual uma fase apresenta dimensão entre 1 μm e 1 nm. As fases que compõem um sistema coloidal podem ser classificadas como sendo contínuas ou dispersas, e podem estar na forma de sólido, líquido ou gás (BUTT; KAPPL, 2010).

Como a dimensão de pelo menos uma das fases é em geral submicrométrica, pode-se concluir que uma característica dos colóides é a grande superfície específica. É interessante salientar que o movimento da partícula coloidal não é alterado pela ação gravitacional e suas interações são controladas por forças de curto alcance, como por exemplo, as forças de van der Waals e as forças de dupla camada elétrica (FERREIRA, 2008; BUTT; KAPPL, 2010).

2.3.1. Interação das partículas coloidais com água

Em geral, partículas coloidais imersas em um solvente polar como a água, tendem a apresentar superfícies eletricamente carregadas. Diferentes processos podem levar a estes carregamentos, sendo que os principais são a adsorção de íons da solução na superfície da partícula ou a dissociação de íons da própria partícula. Os íons dispersos no meio polar que apresentam carga oposta em relação à superfície do corpo são atraídos pelo mesmo. No entanto, devido a razões entrópicas do sistema, alguns destes íons permanecem em solução, formando uma camada difusa de carga adjacente ao corpo. A superfície carregada somada a camada difusa constituem a dupla camada elétrica (BUTT; KAPPL, 2010; HORN, 1990). Como pode ser observado na Figura 5, existem dois principais modelos para caracterizar a

dupla camada elétrica: O modelo de Helmholtz e o modelo de Gouy-Chapman (BUTT; KAPPL, 2010).

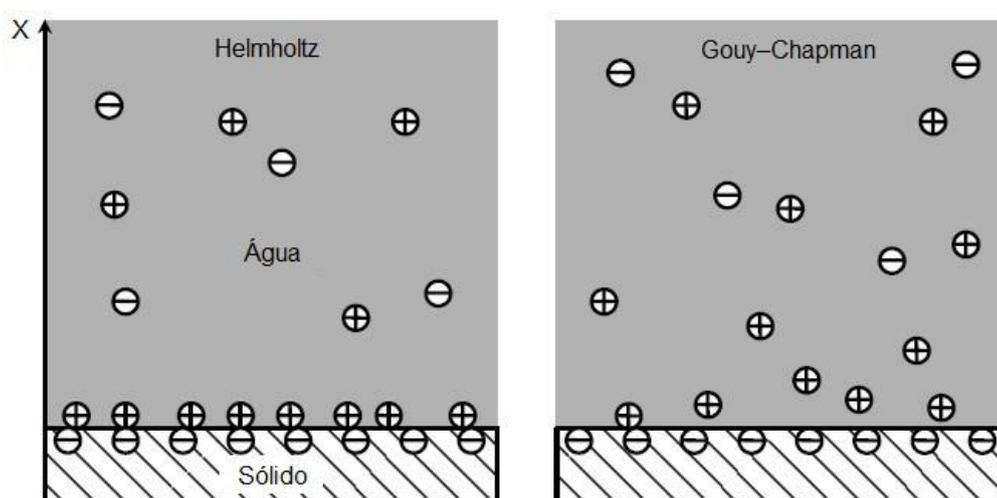


Figura 5 – Modelos de dupla camada elétrica propostos por Helmholtz e Gouy-Chapman (BUTT; KAPPL, 2010).

O primeiro modelo, conhecido como modelo de Helmholtz, é considerado o mais simples modelo de dupla camada elétrica (BUTT; KAPPL, 2010). Este modelo tem como principal característica a simplificação de que cada carga da superfície carregada é neutralizada por uma carga de polaridade oposta fornecida pelo sistema. Posteriormente, foi criado o modelo de Gouy-Chapman que, ao contrário do modelo de Helmholtz, considerava as flutuações térmicas dos íons. Devido à inclusão do movimento térmico dos íons, foi observado um comportamento mais heterogêneo das partículas carregadas do meio, com a tendência de algumas destas se manterem afastadas da superfície carregada. Segundo Butt e Kappl (2010), este comportamento é responsável pela formação de uma camada difusa.

Na literatura, em geral, a camada de íons e contra-íons juntos à superfície do corpo recebe o nome de camada fixa, camada de Stern ou camada de Helmholtz. Por apresentar uma camada de íons adsorvidos à superfície, a camada de Stern é caracterizada como sendo uma camada imóvel. Em contraste, a camada difusa, que também pode ser chamada de camada de Gouy-Chapman, é constituída por íons móveis que obedecem as distribuições de Poisson-Boltzmann (BUTT; KAPPL, 2010; ISRAELACHVILI, 1991).

Na Figura 6, é exibido um modelo simplista para a camada de Stern. Nesta figura, a distância δ compreendida entre a superfície e o centro dos contra-íons é conhecida como plano de Helmholtz, enquanto que ψ_0 e ψ_δ são o potencial da superfície e o potencial em um ponto afastado δ em relação a superfície, respectivamente. Como pode ser observado, o potencial na superfície (ψ_0) decresce com o aumento da distância da superfície até, a uma distância suficientemente grande, onde atinge o potencial da solução (também conhecido como potencial zero). A Figura 7 exhibe a distribuição do potencial quando duas superfícies, supostamente planas, são aproximadas entre si (BUTT; KAPPL, 2010).

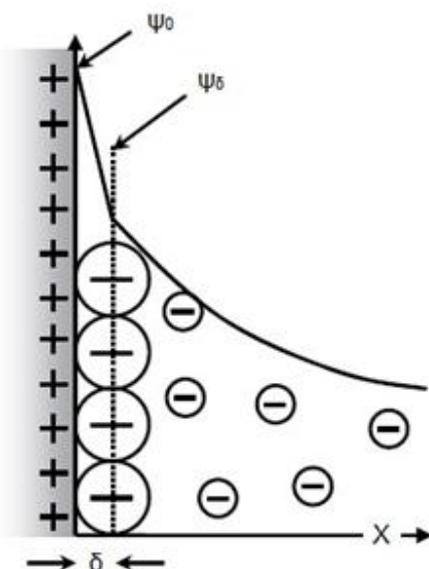


Figura 6 – Modelo simples para a camada de Stern (BUTT; KAPPL, 2010).

Outro importantíssimo parâmetro oriundo das teorias de dupla camada elétrica é o potencial Zeta. Este potencial é definido como o potencial no ponto onde a camada de Stern termina e a camada difusa começa (BUTT; KAPPL, 2010). Normalmente, o potencial Zeta é usado para estimar o grau de carga da dupla camada elétrica e pode ser usado para prever e controlar a estabilidade de sistemas coloidais, uma vez que o mesmo indica o grau de repulsão entre as partículas carregadas em uma dispersão (ISRAELACHVILI, 1991; BUTT; KAPPL, 2010).

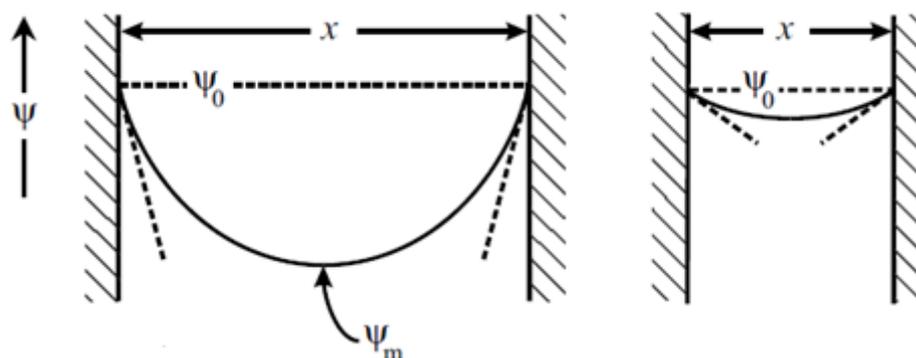


Figura 7 – Variação da distribuição de potencial (ψ) quando duas superfícies planas são colocadas em contato próximo (BUTT; KAPPL, 2010).

O mecanismo físico que é usado para estabilizar a maioria dos sistemas coloidais aquosos é a repulsão eletrostática. Para moléculas e partículas que são pequenas o suficiente, um potencial Zeta elevado confere estabilidade, ou seja, a fase submicrométrica do colóide permanece dispersa na fase contínua. Entretanto, em sistemas coloidais com baixo potencial Zeta, as forças atrativas de van der Waals tendem a exceder as forças de caráter repulsivo de dupla camada elétrica, logo as partículas coloidais tenderão a se agregar, formar flocos, ganhar massa e afundar. Assim, colóides com potencial Zeta elevado (positivos ou negativos) são eletricamente estabilizados, enquanto colóides com potencial Zeta baixo são instáveis (BUTT; KAPPL, 2010).

A estabilidade de um colóide também pode ser descrita pela teoria DLVO, formulada pelos estudos conjuntos de Derjaguin, Landau, Verwey e Overbeek. A teoria DLVO assume que a energia resultante entre partículas imersas em um líquido polar é dada pela soma algébrica das contribuições dadas pelas forças repulsivas de dupla camada elétrica e pelas forças atrativas de van der Waals que atuam sobre as partículas. A teoria DLVO usualmente prevê uma repulsão eletrostática a uma distância intermediária e uma atração de van der Waals para distâncias pequenas (HORN, 1990; BUTT; KAPPL, 2010; ISRAELACHVILI, 1991, 2011).

De uma forma geral, a energia de interação (E) oriunda das forças repulsivas de dupla camada fornece uma contribuição positiva que decresce exponencialmente com a distância de separação entre as superfícies, enquanto que as forças atrativas de van der Waals fornecem um termo negativo inversamente proporcional a uma potência da distância (i.e., $E \propto -1/D^n$) (HORN, 1990; ISRAELACHVILI, 1991). A

Figura 8 exhibe esquematicamente a variação da energia de interação (E) em relação à distância de separação (D) entre duas superfícies ou partículas coloidais, considerando a ação combinada das forças repulsivas de dupla camada elétrica e das forças atrativas de van der Waals (ISRAELACHVILI, 1991).

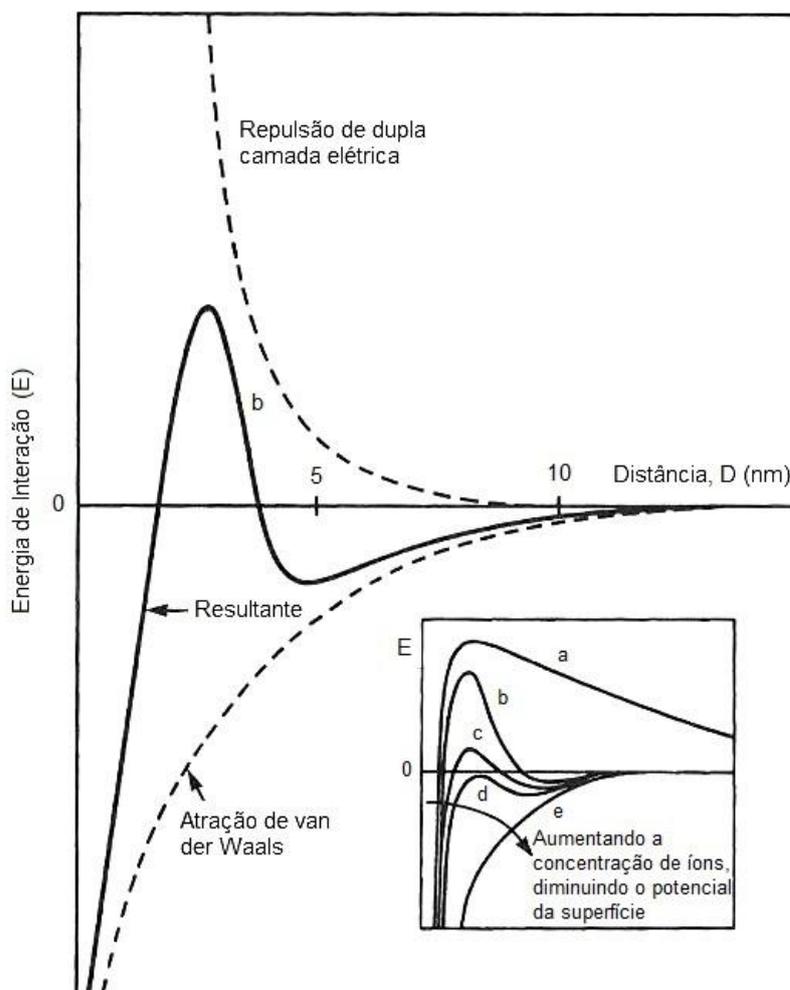


Figura 8 – Esquema relacionando energia de interação (E) e distância (D), conforme previsto pela teoria DLVO, sendo que em (a) as pequenas partículas coloidais estão predominantemente estáveis; (b) Colóides permanecem estáveis em uma ampla faixa de distâncias; (c) Colóides coagulam lentamente; (d) Colóides coagulam rapidamente; (e) Colóides coalescem rapidamente (ISRAELACHVILI, 1991).

É importante destacar que a Figura 8 exhibe apenas um esboço comparativo entre as contribuições energéticas das forças de dupla camada elétrica e van der Waals de acordo com a distância de separação (D), contudo estas curvas variam em função de alguns fatores. No canto inferior da mesma figura, é representada a variação das curvas no sentido do aumento da concentração do eletrólito e da diminuição do potencial da superfície. Fazendo uma comparação entre os extremos, na curva “a” o

eletrólito contém uma baixa concentração de íons, o que mantém o domínio das forças de dupla camada elétrica sobre as forças de van der Waals desde separações intermediárias até distâncias de separação relativamente elevadas. Isto ocorre, pois com uma menor concentração de íons, menor a probabilidade dos íons serem adsorvidos a superfície carregada, o que gera uma maior dispersão dos íons na camada difusa e conseqüentemente, uma maior espessura da dupla camada elétrica. Por fim, quanto mais espessa a dupla camada elétrica, mais paulatino será o decaimento da contribuição energética proveniente das forças repulsivas com o aumento da distância e, conseqüentemente, a repulsão é superior à atração para uma ampla faixa de distâncias de separação. Portanto, nestes casos de baixa concentração de íons (curvas “a” e “b”), espera-se que o colóide apresente boa estabilidade (ISRAELACHVILI, 1991; HORN, 1990).

Em contradição, as curvas “c” e “d” retratam justamente o oposto, ou seja, eletrólito altamente concentrado. Por este motivo, é possível afirmar que a tendência da dupla camada elétrica é ser menos espessa que no caso anterior, o que resulta em uma queda muito acentuada da contribuição energética das forças de dupla camada elétrica com o aumento da distância. Portanto, mesmo para distâncias intermediárias, as forças atrativas de van der Waals podem exceder as forças repulsivas de dupla camada elétrica, aumentando a tendência das partículas se atraírem, o que caracteriza a instabilidade coloidal. A curva “e” demonstra uma situação na qual as forças atrativas de van der Waals são dominantes para todas as faixas de separações, o que faz com que o sistema coloidal seja altamente instável (partículas coloidais coalescem rapidamente) (ISRAELACHVILI, 1991).

2.3.1.1. *Interação do óxido de alumínio com a água*

Andersson (1992) relatou que durante o deslizamento de Al_2O_3 - Al_2O_3 em água, ocorrem reações triboquímicas, as quais formam alguns hidróxidos de alumínio. O hidróxido de alumínio se forma em temperaturas da ordem de 200°C, enquanto que o tri-hidróxido é formado à aproximadamente 100°C. Estas reações estão associadas às transformações de fase da α -alumina para a γ -alumina, as quais

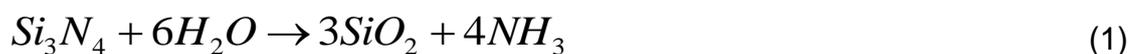
dependem da pressão e da temperatura nas regiões de contato (KATO; ADACHI, 2002).

Rani e colaboradores (2004) forneceram os valores da energia livre de Gibbs (ΔG) de formação calculada para estas reações e, desta forma, comprovou o quão baixa é a espontaneidade da reação entre o óxido de alumínio e a água ($\Delta G = -25,9$ kJ/mol e $\Delta G = -21,6$ kJ/mol para a formação do tri-hidróxido de alumínio e hidróxido de alumínio, respectivamente) quando comparada, por exemplo, com as reações triboquímicas entre carbetos de silício e água ($\Delta G = -369,1$ kJ/mol).

Em adição, 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 por estes compostos, os quais são menos reativos com a água que o óxido de alumínio (ENG *et al.*, 2000).

2.3.1.2. Interação do nitreto de silício com a água

Atualmente, é bastante difundido na literatura que sistemas compostos por nitreto de silício deslizando em água estão sujeitos a reações triboquímicas (FISCHER; TOMIZAWA, 1985; TOMIZAWA; FISCHER, 1987; XU; KATO, 2000; RANI *et al.*, 2004). Segundo Fischer (1997), o desgaste triboquímico do Si_3N_4 , em água, é dado pela dissolução do material no contato das asperezas através da formação de sílica (SiO_2) e amônia (NH_3), conforme mostrado abaixo (Equação 1):



Rani e colaboradores (2004) apresentaram um valor de $\Delta G = -566,5$ kJ/mol para esta reação. É válido destacar que se o sistema não for fechado, a amônia produzida é expelida para a atmosfera, caso contrário poderá alterar o pH do meio (FERREIRA, 2008). A sílica formada, por sua vez, também pode reagir com a água, conforme será descrito no próximo tópico.

2.3.1.3. Interação da sílica com a água

A sílica, resultado do desgaste triboquímico do nitreto de silício durante o deslizamento em água, pode reagir com a mesma e se estabilizar em um estado hidratado (Equação 2):



O produto formado, $\text{Si}(\text{OH})_4$, classificado na literatura como um grupo silanol ($\text{Si}-\text{OH}$), apresenta a tendência de ficar adsorvido à superfície das cerâmicas e formar um filme lubrificante (XU; KATO, 2000). Zhuravlev (2000) propôs um modelo amplamente aceito para descrever o comportamento da superfície da sílica em água. A Figura 9 ilustra a superfície da sílica totalmente hidroxilada, a qual é recoberta com múltiplas camadas de moléculas de água adsorvidas.

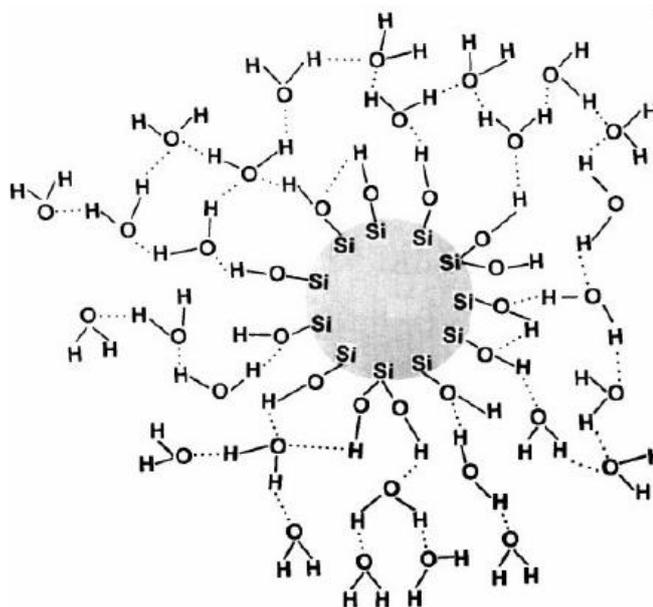


Figura 9 – Modelo da estrutura da sílica totalmente hidroxilada (ZHURAVLEV, 2000).

Neste contexto, é importante salientar que os grupos silanol são os principais responsáveis pela adsorção de moléculas de água na superfície da sílica (ZHURAVLEV, 1993, 2000; PENG *et al.*, 2009). Adicionalmente, é válido mencionar que o modelo proposto por Zhuravlev (2000) para explicar o comportamento da sílica amorfa em água, de certa forma, corrobora com o modelo molecular da sílica

proposto por Xu e Kato (2000), no qual estes mesmos autores destacam que existe uma contribuição de lubrificação limítrofe e conseqüente redução do atrito, conferida pela quebra de ligações do tipo O-H em grupos silanol adsorvidos na superfície do nítreto de silício deslizando sobre ele mesmo em água. Este comportamento será melhor discutido ao decorrer do trabalho.

2.4. TRIBOLOGIA

O termo tribologia, definido por Jost em 1966, é referente à ciência que estuda a interação de superfícies em movimento relativo e envolve o estudo do atrito, desgaste e lubrificação (HUTCHINGS, 1992; BHUSHAN, 2002; ZUM GAHR, 1987; GOHAR, R.; RAHNEJAT, H., 2008).

O estudo do atrito, sobretudo nos materiais cerâmicos, será abordado a seguir. Entretanto, um prévio conhecimento sobre as superfícies dos materiais é necessário para uma melhor compreensão dos assuntos que serão abordados futuramente neste trabalho.

2.4.1. Superfícies

As propriedades das superfícies sólidas são fundamentais para a interação superficial, pois as mesmas afetam a área real de contato, atrito, desgaste e lubrificação. As superfícies sólidas, independentemente do método de formação, contêm irregularidades ou desvios em relação à sua forma geométrica prescrita. Mesmo as superfícies mais lisas, incluindo aquelas obtidas pela clivagem de alguns cristais, contêm irregularidades de altura que excedem as distâncias interatômicas (BHUSHAN, 2001a, 2002).

Quando duas superfícies consideravelmente planas são colocadas em contato, devido às rugosidades, o contato ocorre apenas em alguns poucos pontos

(BHUSHAN, 2002; BUTT; KAPPL, 2010). A soma das áreas de todos os pontos de contato constitui a área real de contato ou, simplesmente, área de contato. Para a maioria dos materiais, mesmo com uma carga normal aplicada, a área real de contato será apenas uma pequena fração da área aparente ou nominal (Figura 10). Em geral, a área real de contato é função da textura da superfície, propriedades do material e carga normal (BHUSHAN, 2002).

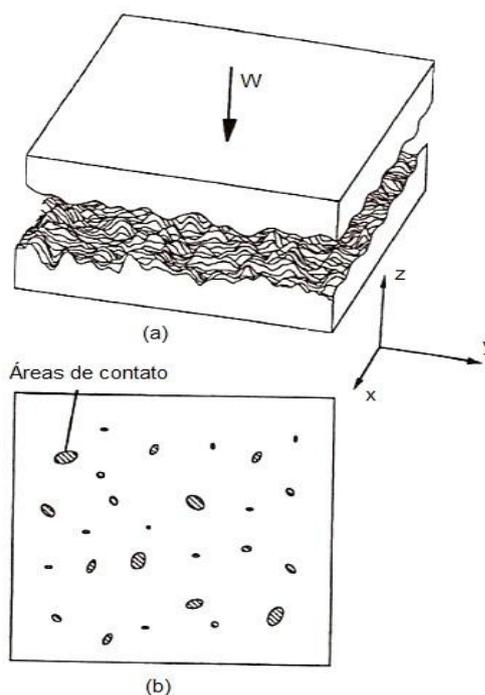


Figura 10 – Esquema de (a) duas superfícies tridimensionais em contato, e (b) as correspondentes áreas de contato (BHUSHAN, 2002).

A compreensão das superfícies é imprescindível para entender as principais variáveis do tribossistema, o que não surpreende, uma vez que tribologia está diretamente ligada ao movimento relativo entre superfícies em contato e, sobretudo, o atrito é um fenômeno superficial.

2.4.2. Atrito

Atrito é a resistência ao movimento durante o deslizamento ou rolamento que é experimentado quando um corpo sólido se move, ou tende a se mover,

tangencialmente sobre outro com o qual está em contato. A força tangencial resistiva, que atua na direção oposta à direção do movimento (ou, à tendência do movimento), é chamada força de atrito (HUTCHINGS, 1992; RABINOWICZ, 1995). A Figura 11 ilustra um esquema da força de atrito para os casos de deslizamento (a) e rolamento (b), sendo W a carga normal e F a força de atrito (BHUSHAN, 2002).

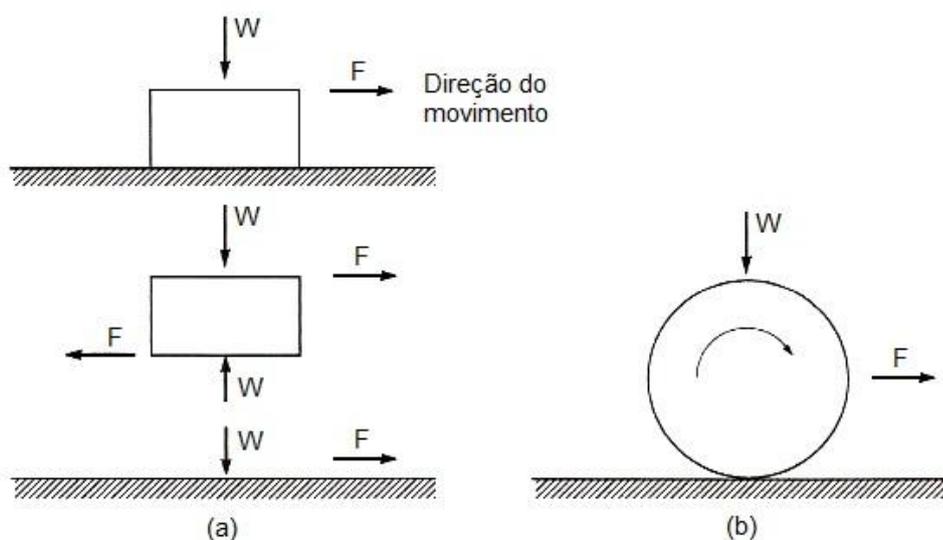


Figura 11 – Ilustração esquemática de (a) um corpo deslizando sobre uma superfície com o respectivo diagrama de corpo livre e (b) um corpo rolando sobre uma superfície horizontal (BHUSHAN, 2002).

2.4.2.1. Definição do coeficiente de atrito

A relação adimensional entre a força de atrito (F) entre dois corpos e a força normal (W) que comprime estes corpos é conhecida por coeficiente de atrito, sendo usualmente denotado pela letra grega μ , conforme a Equação 3 (HUTCHINGS, 1992; BHUSHAN, 2002).

$$\mu = \frac{F}{W} \quad (3)$$

Existem dois tipos de coeficiente de atrito: O coeficiente de atrito estático (μ_s) e o coeficiente de atrito cinético ou dinâmico (μ_d). O primeiro é relacionado com a força

tangencial requerida para iniciar o movimento de um corpo, enquanto o segundo é função da força necessária para manter o corpo em movimento (BLAU, 2001). É importante salientar que o coeficiente de atrito estático é maior ou igual ao coeficiente de atrito dinâmico (HUTCHINGS, 1992; BHUSHAN, 2002). Por motivos de simplificação, ao longo deste trabalho, coeficiente de atrito cinético ou dinâmico será chamado apenas de coeficiente de atrito (μ).

Assim como o atrito, o coeficiente de atrito não é uma propriedade do material, e sim uma resposta do sistema. Portanto, inúmeras variáveis podem afetar o coeficiente de atrito (BLAU, 2009). Por este motivo, a magnitude deste parâmetro pode variar bastante, desde 0,001 para rolamentos levemente carregados para valores tão altos quanto 10 para metais puros em deslizando relativo no vácuo (HUTCHINGS, 1992; BHUSHAN, 2002).

2.4.2.2. *Atrito em cerâmicas*

Materiais cerâmicos apresentam plasticidade limitada à temperatura ambiente, o que caracteriza uma ductilidade muito inferior aos metais e ligas metálicas. Segundo Hutchings (1992), no deslizamento de pares metálicos no ar, o coeficiente de atrito apresenta valores consideravelmente superiores quando comparado com pares cerâmicos. De imediato, uma explicação plausível para este comportamento é que as cerâmicas são duras e frágeis por natureza, ou seja, estes materiais não apresentam grande plasticidade e, conseqüentemente, os mecanismos de adesão e crescimento de junções não são efetivamente pronunciados como nos metais e ligas (HUTCHINGS, 1992; BHUSHAN, 2002).

Além disso, como as cerâmicas possuem caráter frágil, o aparecimento de microtrincas na superfície pode levar a uma alteração no comportamento do atrito. Por conseguinte, a tenacidade à fratura, que mede a resistência à propagação de trincas no material, é uma importante propriedade no atrito entre cerâmicas. A Figura 12 ilustra o coeficiente de atrito em função da tenacidade à fratura para um pino com

ponta angulosa de diamante deslizando sobre discos de SiC, Si₃N₄, Al₂O₃ e ZrO₂ (BHUSHAN, 2002).

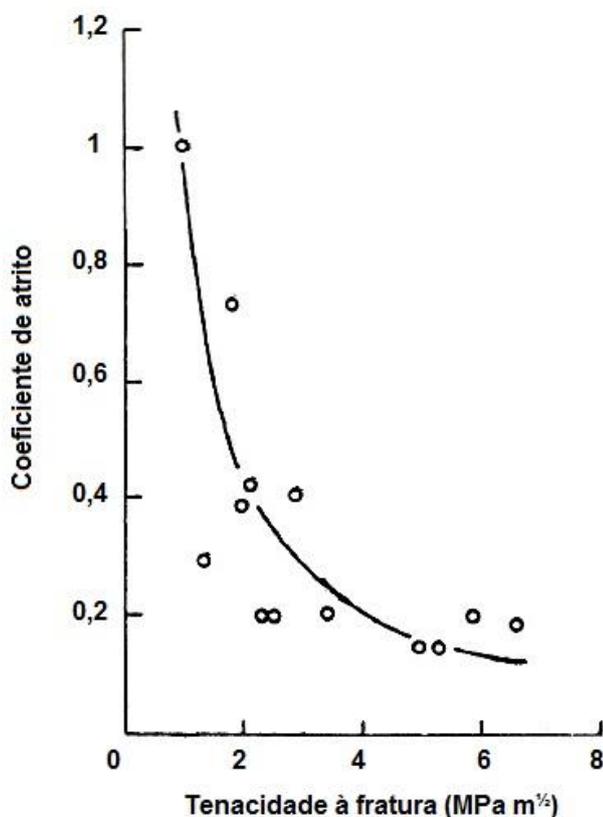


Figura 12 – Coeficiente de atrito em função da tenacidade à fratura para um pino pontiagudo de diamante (ponta com raio de curvatura de 5 µm) sobre discos feitos de SiC, Si₃N₄, Al₂O₃ e ZrO₂ produzidos por prensagem à quente (BHUSHAN, 2002).

Pela figura acima, pode ser observado que o coeficiente de atrito diminui com o aumento da resistência a propagação de trincas do material (tenacidade à fratura). Hutchings (1992) explica que a ocorrência de microtrincas causa um aumento do atrito, uma vez que promove um mecanismo adicional para dissipação de energia no deslizamento (formação de duas novas superfícies).

Além disso, grandes variações de atrito entre cerâmicas podem ser ocasionados por fatores ambientais. Apesar de estes materiais possuírem uma reputação de serem muito estáveis quimicamente, a superfície da maioria dos materiais cerâmicos são susceptíveis a reações triboquímicas. Estas reações, na maioria das vezes, são responsáveis pela formação de filmes superficiais que estão diretamente ligados ao comportamento do atrito (FISCHER; TOMIZAWA, 1985; FISCHER *et al.*, 2000; LANCASTER, 1990; HUTCHINGS, 1992; GANT; GEE, 2009; DANTE; KAJDAS,

2012). A Figura 13 ilustra o efeito do ambiente no coeficiente de atrito em um teste pino-disco empregando o nitreto de silício deslizando sobre ele mesmo (HUTCHINGS, 1992).

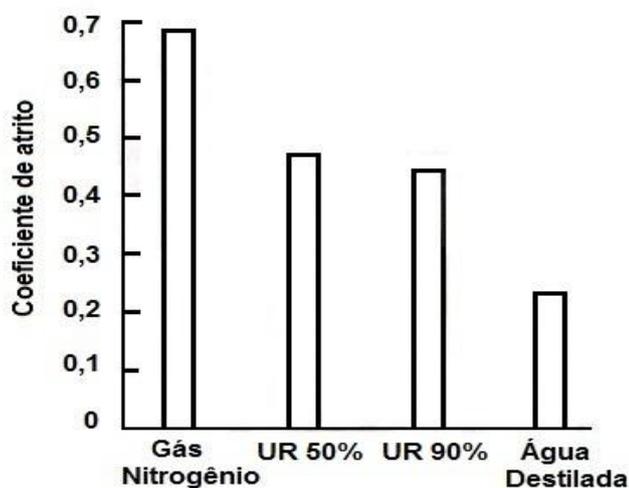


Figura 13 – Ilustração do efeito do ambiente sobre o atrito do nitreto de silício fabricado por prensagem à quente. Os valores do coeficiente de atrito são provenientes de um teste pino-disco com o par similar $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$ com velocidade de deslizamento de 150 mm/s (HUTCHINGS, 1992).

Como exibido na figura acima, para o nitreto de silício deslizando contra ele mesmo em diferentes condições ambientes (gás nitrogênio, umidade relativa de 50%, umidade relativa de 90% e água líquida), o coeficiente de atrito diminui com o aumento da disponibilidade de água no ambiente. Este comportamento é atribuído a reações triboquímicas que, entre o nitreto de silício e a água, promovem a formação de uma camada de sílica hidratada na interface de deslizamento que atua na redução do coeficiente de atrito (SASAKI, 1989; HUTCHINGS, 1992; XU; KATO; HIRAYAMA, 1997; MUARATOV; LUANGVARANUNT; FISCHER, 1998; XU; KATO, 2000).

Os efeitos da carga normal, velocidade de deslizamento e temperatura no contexto do atrito entre cerâmicas podem ser interpretados em termos da mudança da cinética das reações triboquímicas das cerâmicas e da ocorrência de fraturas na região de contato (HUTCHINGS, 1992; BHUSHAN, 2002; RANI *et al.*, 2004).

2.4.3. Lubrificação

Neste tópico, serão abordados os dois modos de lubrificação de maior interesse neste trabalho. São eles: Regime de lubrificação limite (ou, limítrofe) e hidrodinâmica.

2.4.3.1. *Lubrificação limite*

Este regime de lubrificação é caracterizado por conter muitos contatos sólido-sólido entre as superfícies em movimento. Isto acontece porque, neste tipo de lubrificação, as superfícies são separadas por um fino filme lubrificante (geralmente composto por algumas moléculas ou pequenas partículas), cuja espessura é inferior à soma da rugosidade das superfícies em deslizamento. Por conseguinte, este filme limítrofe não é capaz de gerar uma força suficiente para separar totalmente as superfícies, o que possibilita algum contato entre as asperezas (STACHOWIAK; BATCHELOR, 1993; BUTT; KAPPL, 2010).

Hutchings (1992) ainda destaca a importância de forças de caráter repulsivo presentes nos filmes limítrofes, os quais são responsáveis por suportar parte da carga normal e reduzir mecanismos de adesão e crescimento de junções nas superfícies.

Em se tratando de atrito e desgaste, é válido destacar que o atrito é efetivamente inferior que o gerado no caso de deslizamento à seco. Analogamente, o desgaste é inferior quando comparado à condição com ausência de qualquer tipo de lubrificante (BHUSHAN, 2001b).

2.4.3.2. Lubrificação hidrodinâmica

Um filme lubrificante capaz de suportar totalmente o carregamento entre duas superfícies em movimento relativo entre si, de modo a mantê-las integralmente separadas – isto é, isentas de qualquer contato sólido-sólido – caracteriza um regime de lubrificação hidrodinâmica (HUTCHINGS, 1992; STACHOWIAK; BATCHELOR, 2005).

Neste regime de lubrificação, as superfícies em deslizamento devem possuir geometrias conformes e um determinado ângulo de inclinação uma em relação à outra (Figura 14) (STACHOWIAK; BATCHELOR, 1999; BHUSHAN, 2001b).

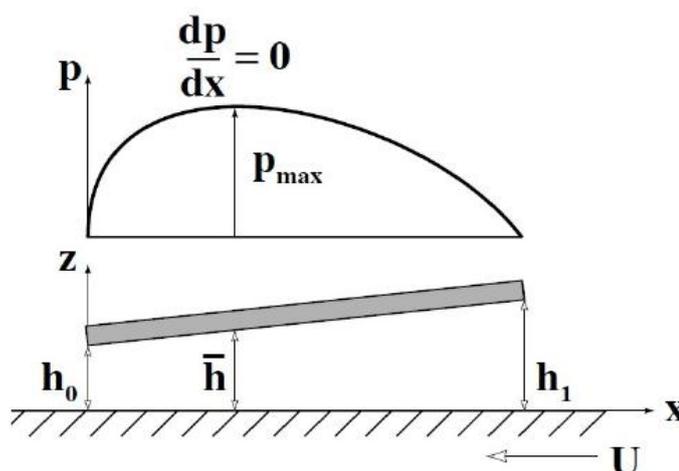


Figura 14 – Esquema da pressão gerada entre duas superfícies em movimento relativo sujeitas a um regime de lubrificação hidrodinâmica (STACHOWIAK; BATCHELOR, 1999).

A conformidade das superfícies deve ser suficiente o bastante para possibilitar um filme hidrodinâmico capaz de suportar o carregamento normal entre as superfícies e mantê-las integralmente separadas durante o deslizamento (HUTCHINGS, 1992). Já o ângulo de inclinação – também conhecido como efeito cunha – formado entre as superfícies é atribuído a forças de cisalhamento viscosas no próprio filme lubrificante (BUTT, KAPPL, 2010).

Neste tipo de lubrificação, o coeficiente de atrito é consideravelmente baixo, podendo atingir valores na faixa de 0,001 para mancais levemente carregados. O

desgaste, por sua vez, é teoricamente nulo (ausência de contato mecânico entre as superfícies) (HUTCHINGS, 1992).

2.4.4. Desgaste

Desgaste é a superfície danificada ou a remoção de material de uma ou de ambas as superfícies sólidas em movimento relativo de deslizamento, rolamento ou impacto (BHUSHAN, 2002).

Assim como o atrito, o desgaste não é uma propriedade do material, e sim uma resposta do sistema de engenharia (tribossistema) (ZUM GAHR, 1987; KATO, 2000; BHUSHAN, 2002). Erroneamente, alguns autores assumem que alto atrito é sinônimo de elevado desgaste. Isto não é necessariamente verdade, como por exemplo, na interface com lubrificantes sólidos, alguns polímeros exibem baixo atrito e relativamente elevado desgaste. Mais um caso são as cerâmicas que usualmente apresentam atrito moderado e baixo desgaste (BHUSHAN, 2002).

2.4.4.1. Desgaste em cerâmicas

Os modos de desgaste das cerâmicas podem ser sucintamente classificados como moderado ou severo. O desgaste moderado está relacionado à formação de tribofilmes e a subsequente destruição dos mesmos, ao passo que o desgaste severo está diretamente ligado aos mecanismos associados à fratura frágil (KATO, 2000; KATO; ADACHI, 2002). A Figura 15 ilustra um desgaste mecânico (severo) induzido pelo atrito de dois materiais cerâmicos (KATO, 1990).

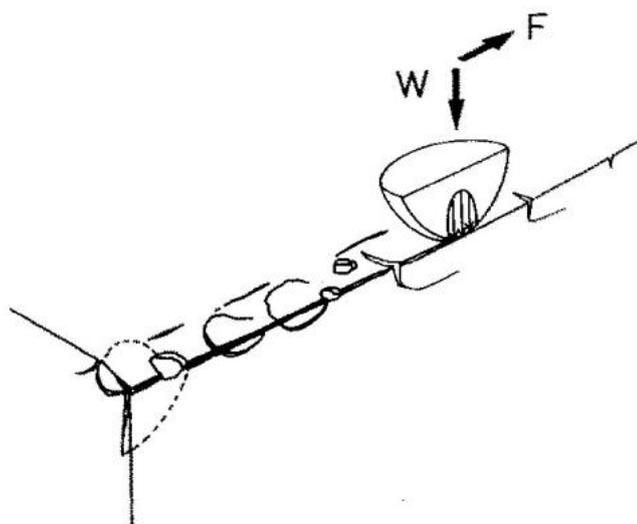


Figura 15 – Trincas induzidas por atrito, o que caracteriza um desgaste predominantemente mecânico (KATO, 1990).

A formação de filmes superficiais devido às reações triboquímicas – reflexo das condições ambientais – reduzem significativamente o desgaste das cerâmicas avançadas a base de silício (p.ex., Si_3N_4 e SiC) na presença de vapor d'água (Figura 16) (TOMIZAWA; FISCHER, 1987; FISCHER *et al.*, 2000; KATO, 2000; BHUSHAN, 2002).

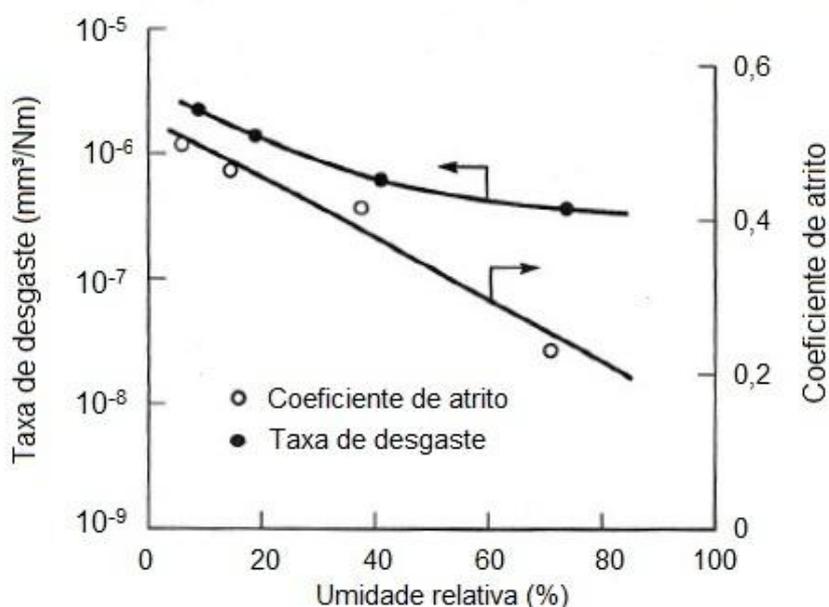


Figura 16 – Coeficiente de atrito e taxa de desgaste de carreto de silício deslizando sobre ele mesmo em função da umidade relativa a uma carga normal de 10 N e velocidade de deslizamento de 0,1 m/s, após uma distância deslizada de 1 km, na configuração esfera-disco (BHUSHAN, 2002).

Em contrapartida, cerâmicas óxidas em deslizamento relativo (p.ex., Al_2O_3 e ZrO_2), na presença de água, usualmente apresentam uma elevação da taxa de desgaste (FISCHER; TOMIZAWA, 1985; ISHIGAKI; NAGATA; IWASA, 1988; HUTCHINGS, 1992). Este aumento do desgaste pode ser atribuído a um efeito chamado *Rebinder* (Figura 17), o qual pode ser definido como um enfraquecimento entre as ligações entre a parte metálica e a parte óxida destas cerâmicas, o que resulta em um aumento de plasticidade e, conseqüentemente, aumento dos mecanismos associados à deformação plástica (adesão e crescimento de junções), o que leva a maiores taxas de desgaste (HUTCHINGS, 1992; BHUSHAN, 2002).

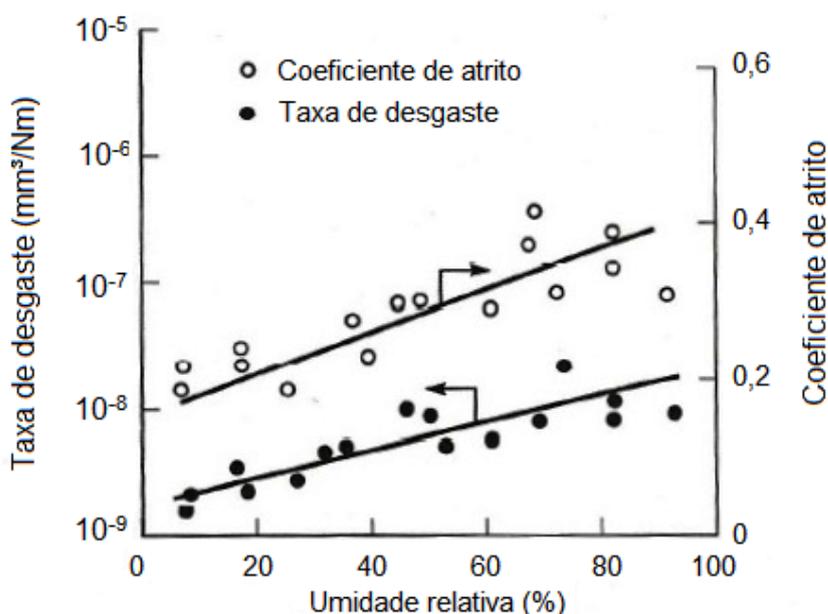


Figura 17 – Coeficiente de atrito e desgaste do par $\text{SiC-Al}_2\text{O}_3$ em função da umidade relativa a uma carga normal de 10 N e velocidade de deslizamento de 0,1 m/s, após uma distância deslizada de 1 km, na configuração esfera-disco (BHUSHAN, 2002).

Em oposição, no caso particular do par $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$, Sasaki (1989), Kato e Adachi (2002) e Lancaster (1990) observaram uma redução do desgaste tanto para condições de deslizamento em água quanto em ambientes com presença de umidade. Segundo estes autores, esta redução da taxa de desgaste é consequência da formação de filmes superficiais devido às reações triboquímicas entre a alumina e a água (seção 2.3.1.1). O comportamento do desgaste de pares similares compostos por óxido de alumínio foi amplamente discutido por Ferreira (2001).

2.4.5. Ultrabaixo coeficiente de atrito entre cerâmicas

Desde que Tomizawa e Fischer (1987) constataram $\mu < 0,002$ durante o deslizamento do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$ lubrificado com água, muito interesse científico e tecnológico se instaurou no contexto dos materiais cerâmicos lubrificados a água.

Tomizawa e Fischer (1987) atribuíram estes valores de coeficiente de atrito muito reduzidos a um regime de lubrificação hidrodinâmico (obtido em velocidades de deslizamento superiores a 6,5 cm/s), possibilitado pela formação de superfícies altamente lisas entre as cerâmicas após uma determinada distância deslizada.

A formação dessas superfícies lisas está associada com a ocorrência de reações triboquímicas entre estas cerâmicas e a água (TOMIZAWA; FISCHER, 1987). Neste contexto, diversos autores – apesar de alguns discordarem uns dos outros em relação ao modo de lubrificação instaurado durante o regime de UBCA – concordam com o fato de que estas reações são essenciais para a obtenção do regime de UBCA (TOMIZAWA; FISCHER, 1987; FISCHER, 1997; XU; KATO; HIRAYAMA, 1997; XU; KATO, 2000).

Conforme já mostrado na seção 2.3.1.2, o desgaste triboquímico do nitreto de silício, na presença de água, resulta na formação de sílica (SiO_2). Esta última, por sua vez, também pode reagir com a água (seção 2.3.1.3). Através da análise dos íons em solução, Xu, Kato e Hirayama (1997) comprovaram a ocorrência das reações triboquímicas entre o nitreto de silício e a água (Equação 1). Inclusive, neste aspecto, a medida da condutividade elétrica (C) pode ser usada para estimar as variações das concentrações de íons formados durante o deslizamento e, por conseguinte, a dinâmica da ocorrência das reações triboquímicas (Figura 18) (XU; KATO, 2000).

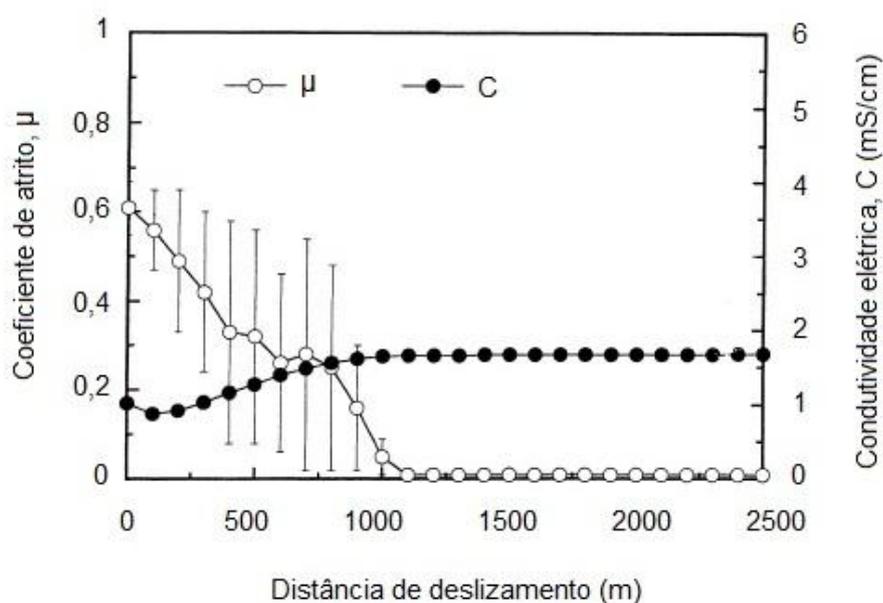


Figura 18 – Coeficiente de atrito e condutividade elétrica em função da distância de deslizamento a 20 °C (XU; KATO, 2000).

Em relação ao modo de lubrificação durante o regime estacionário, alguns autores (XU; KATO; HIRAYAMA, 1997; XU; KATO, 2000) concluíram que a lubrificação do par Si_3N_4 - Si_3N_4 em água acontecia não puramente de forma hidrodinâmica – conforme previamente apresentado por Tomizawa e Fischer (1987) – mas sim de forma mista. Mais especificamente, para o estabelecimento do fenômeno de UBCA, o regime de lubrificação era composto por uma parcela hidrodinâmica (associada a superfícies muito lisas após certo tempo de deslizamento) combinada com uma contribuição limítrofe (conferida por uma camada de sílica adsorvida na superfície das cerâmicas). A Figura 19 exhibe este modelo de lubrificação mista, proposto por Xu e Kato (2000).

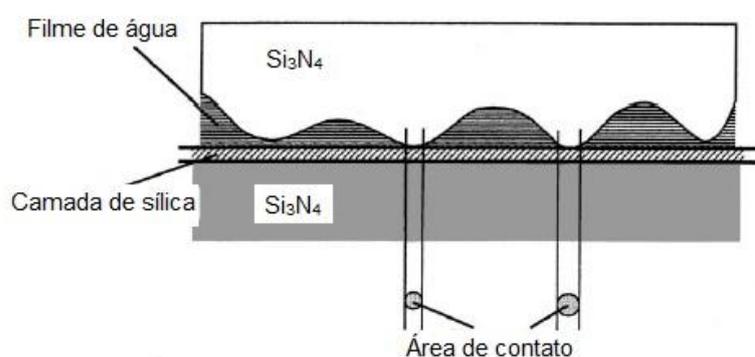


Figura 19 – Modelo de contato sugerido para a lubrificação mista do par Si_3N_4 - Si_3N_4 deslizando em água (XU; KATO, 2000).

Segundo Xu e Kato (2000), a camada de sílica adsorvida pode funcionar como um lubrificante limítrofe e, mesmo que a camada seja localmente removida, a uniformidade da camada é recuperada pelas partículas de sílica coloidal dispersas na água (Figura 20a) e, portanto, o atrito permanece baixo. Na Figura 20b é exibido um esquema do modelo molecular da sílica amorfa hidratada. Como principal característica, as ligações de hidrogênio são facilmente quebradas, o que leva a baixa resistência ao cisalhamento na superfície da sílica hidratada. Este fato é, supostamente, o mais importante motivo pelo qual a sílica coloidal forma um excelente filme lubrificante (XU; KATO, 2000). Mais uma vez, é válido mencionar que os modelos de hidroxilação da sílica propostos por Xu e Kato (2000) e Zhuravlev (2000) – sucintamente discutidos na seção 2.3.1.3 – são equivalentes.

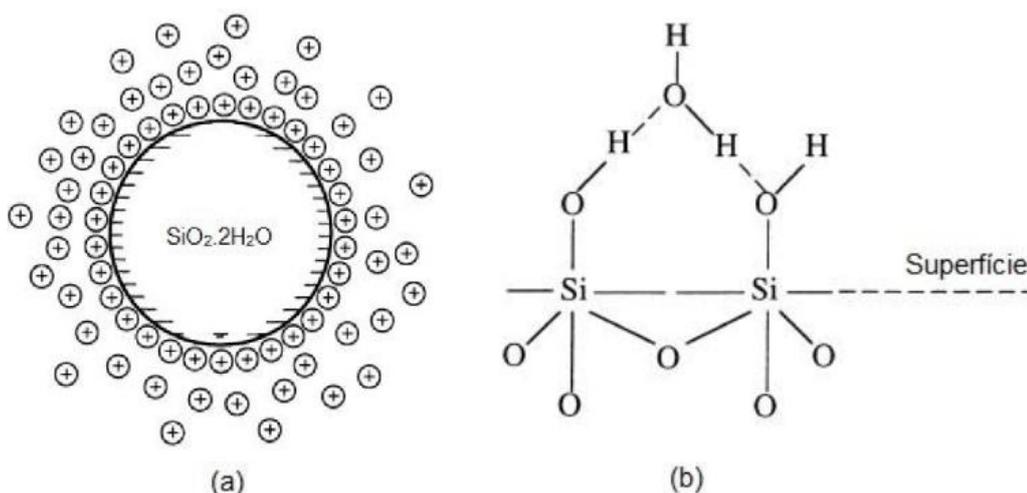


Figura 20 – (a) Partícula de sílica coloidal hidratada com uma dupla camada elétrica; (b) Representação molecular de um grupo hidroxila na superfície da sílica amorfa hidratada (XU; KATO, 2000).

Alguns autores, ao trabalhar com pares SiC-SiC em água, também constataram a ocorrência de reações triboquímicas e coeficientes de atrito muito baixos após um período de *running-in* (SASAKI, 1989; ANDERSSON, 1992; CHEN; KATO; ADACHI, 2001; MATSUDA; KATO; HASHIMOTO, 2011). No entanto, em ensaios com pares $Al_2O_3-Al_2O_3$ lubrificadas com água, apesar da interação entre a alumina e a água, coeficientes de atrito se mantiveram na casa dos décimos (da ordem de 0,3), mesmo após grandes distâncias deslizadas (ANDERSSON, 1992; RANI *et al.*, 2004). A Figura 21 demonstra o comportamento do atrito de alguns pares cerâmicos lubrificadas à água (ANDERSSON, 1992).

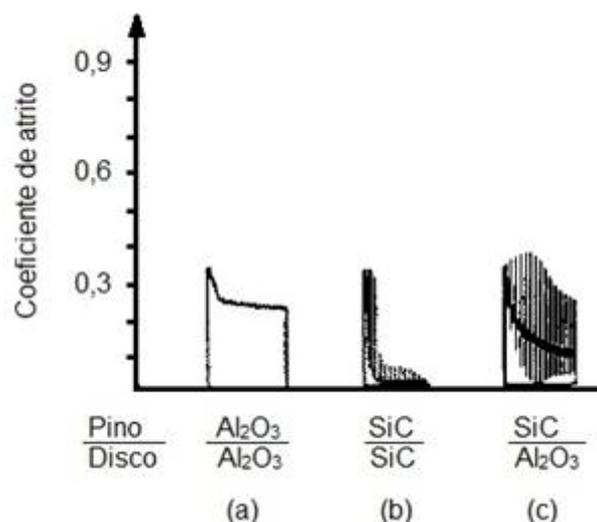


Figura 21 – Coeficiente de atrito entre pares cerâmicos deslizando por uma distância de 2500 metros em água com carga normal de 10 N e velocidade de deslizamento de 0,1 m/s, sendo (a) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$, (b) SiC-SiC e (c) $\text{SiC-Al}_2\text{O}_3$ (ANDERSSON, 1992).

Andersson (1992) relatou a ocorrência de reações triboquímicas entre a alumina e a água, conforme discutido anteriormente no tópico 2.3.1.1. Os produtos destas reações (no caso, hidróxido e tri-hidróxido de alumínio), por sua vez, promovem a formação de tribofilmes capazes de atuar na redução do atrito e desgaste destas cerâmicas (LANCASTER, 1990). Entretanto, a taxa de reação entre alumina e água é relativamente baixa quando comparada com o nitreto de silício ou carбето de silício, ambos em água (RANI *et al.*, 2004). Por este motivo, é possível perceber uma nítida diferença entre o comportamento de μ durante o deslizamento dos pares $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$, SiC-SiC e $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$ (Figura 22).

Andersson (1992) também investigou o comportamento do par dissimilar $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ e, no entanto, o coeficiente de atrito não se estabilizou e manteve-se oscilando bastante até o fim do ensaio (conforme já apresentado na Figura 21).

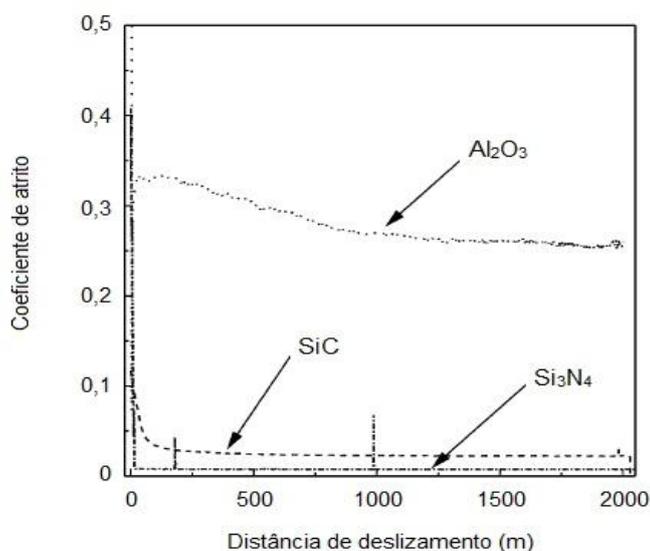


Figura 22 – Coeficiente de atrito em função da distância deslizada para os pares similares de Si₃N₄, SiC e Al₂O₃ deslizantes em água nas condições de carga normal de 49 N e velocidade de deslizamento de 1,18 m/s (RANI et al., 2004).

De modo a buscar uma inovação neste contexto, ao trabalhar com outro par dissimilar, Ferreira (2008) investigou o comportamento do par tribológico Si₃N₄-Al₂O₃ lubrificado com água. Apesar de nenhum relato na literatura sobre a obtenção do regime de UBCA com pares compostos por cerâmicas óxidas, Ferreira (2008) relatou valores de μ na faixa de 0,002 a 0,006 no regime estacionário.

Assim como em pares SiC-SiC e Si₃N₄-Si₃N₄, Ferreira (2008) observou um comportamento do coeficiente de atrito constituído por duas regiões bastante distintas: Um regime de transição (A) e um regime estacionário (B) (Figura 23a). Na mesma figura, é importante destacar a diferença no modo de contato das cerâmicas que ocorre entre as referidas regiões A e B. Em complemento, a Figura 23b exibe o modelo teórico de deslizamento obtido no regime estacionário para o par Si₃N₄-Al₂O₃, incluindo a noção das transformações que ocorrem nas superfícies das cerâmicas, proposto por Ferreira (2008).

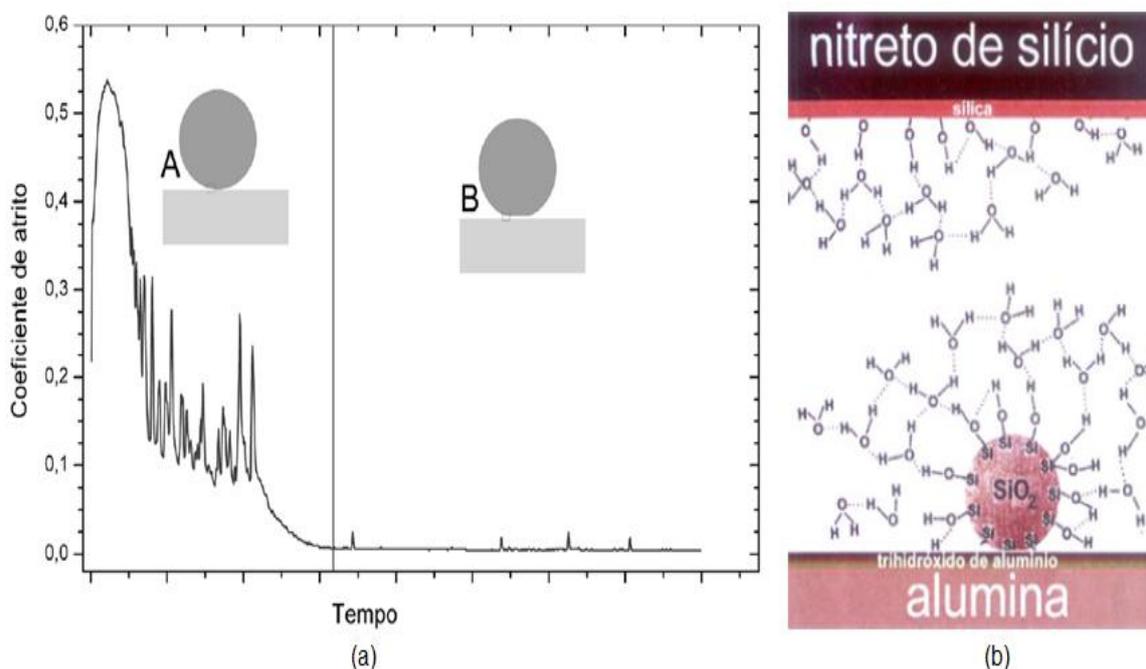


Figura 23 – (a) Comportamento de μ para o par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água, caracterizando e diferenciando os períodos de transição (A) e estacionário (B); (b) O modelo de modificação superficial que ocorre na superfície das cerâmicas no regime de UBCA (região B) (FERREIRA, 2008).

Segundo Xu e Kato (2000), o período de transição é influenciado pela redução da pressão de contato entre as superfícies, isto porque a pressão de contato inicial é muito alta, porém é reduzida significativamente após o início do deslizamento (normalização das superfícies) e alcança um valor constante. Chen, Kato e Adachi (2001) investigaram a influência da rugosidade superficial inicial no período de transição para pares SiC-SiC (Figura 24).

Estes autores concluíram que quanto menor a rugosidade inicial, tanto para pares similares de nitreto de silício e carbeto de silício, menor é a duração do período de transição (CHEN; KATO; ADACHI, 2001). Este resultado também corrobora com o obtido por Gates e Hsu (2004) para pares SiC-SiC em água. Adicionalmente, para o par tribológico $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$, Ferreira (2008) também obteve uma redução significativa da duração do período de *running-in* – de 53 para 6 minutos – ao reduzir a rugosidade superficial – de 350 para 10 nm – dos discos de Al_2O_3 .

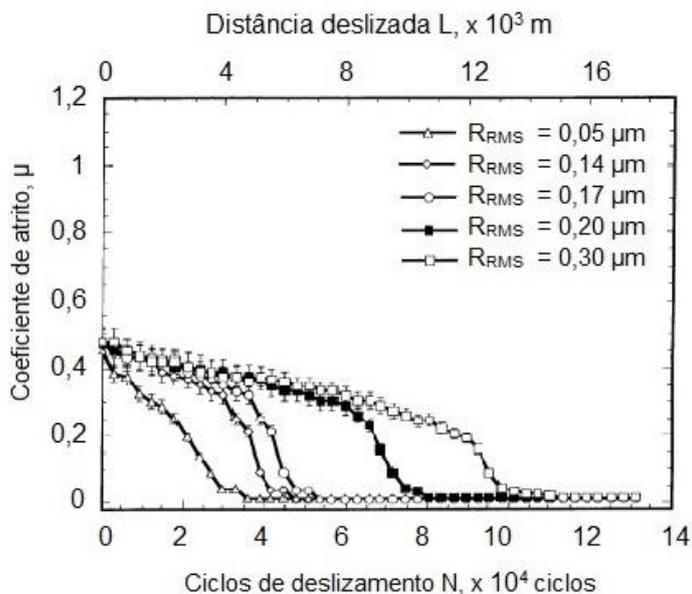


Figura 24 – A variação do coeficiente de atrito com os ciclos de deslizamento do par SiC-SiC em água, relacionando a rugosidade superficial com a duração período transitório (CHEN; KATO; ADACHI, 2001).

Outros fatores que influenciam o regime de UBCA, sobretudo o período de transição, são as variáveis tribológicas de ensaio. Jahanmir, Ozmen e Ives (2004) testaram diferentes combinações de carga normal e velocidade de deslizamento para o nitreto de silício deslizando sobre ele mesmo (Figura 25). Como resultado, foi obtido que os menores períodos de transição aconteceram para as situações de maior carga normal aliadas com os maiores valores de velocidade tangencial (JAHANMIR; OZMEN; IVES, 2004).

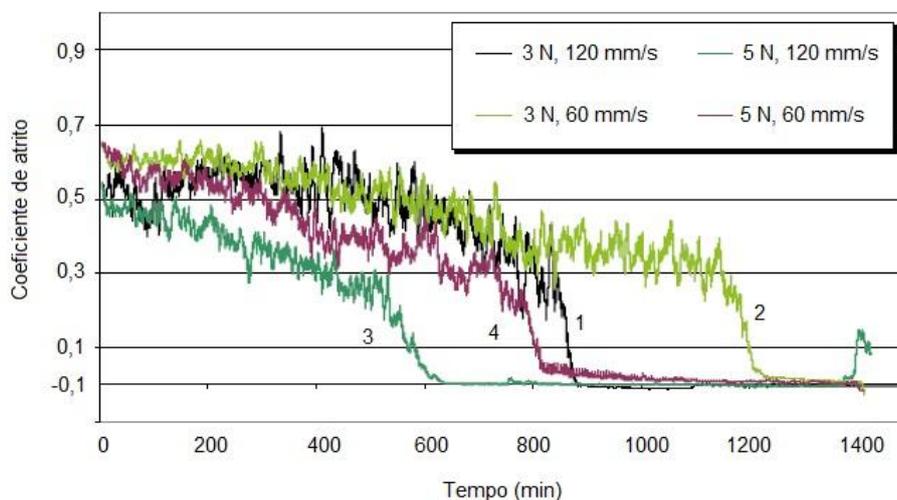


Figura 25 – O efeito da velocidade de deslizamento e carga normal para o nitreto de silício deslizando sobre ele mesmo em água. (1) 3 N, 120 mm/s; (2) 3 N, 60 mm/s; (3) 5 N, 120 mm/s; (4) 5 N, 60 mm/s (JAHANMIR; OZMEN; IVES, 2004).

Santos (2012) também investigou o efeito de variáveis mecânicas em relação à obtenção do regime de UBCA. Após calcular a espessura mínima do filme hidrodinâmico e comparar com a soma combinada da rugosidade média quadrática do corpo e contra-corpo, utilizando abordagens propostas por Hutchings (1992) e também por Jordi, Fischer e Iliev (2004), este autor confirmou a hipótese de lubrificação mista para o par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$, a qual foi proposta inicialmente por Ferreira (2008) e confirmada posteriormente por Ferreira, Yoshimura e Sinatora (2012).

Finalmente, apesar de diversos trabalhos destinados a investigar o fenômeno de UBCA, a grande maioria dos resultados não foi embasada em relacionar prioritariamente as variáveis estudadas com o período de transição. Na verdade, muito pouco foi estudado sobre o que ocorre nos instantes iniciais do deslizamento que antecedem o regime estacionário de valores de μ muito reduzidos. Portanto, o período transitório, em particular, segue praticamente inexplorado.

Logo, o objetivo do presente trabalho é efetuar uma investigação inicial acerca do período de *running-in*. Em adição, o estudo do regime estacionário, das superfícies desgastadas e do modo de lubrificação (responsável pelo fenômeno de UBCA) também foram abordados. Por fim, será feita uma correlação entre o comportamento do atrito, concentração de íons medidos na água para diferentes tempos de ensaio e o modo de lubrificação resultante no regime estacionário.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Os procedimentos experimentais referentes aos ensaios tribológicos foram desenvolvidos no Laboratório de Tribologia, Corrosão e Materiais (TRICORRMAT) do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES). A análise das superfícies através de microscópio estereoscópico, analisador tridimensional de superfícies e microscópio eletrônico de varredura (MEV) foram efetuadas no Laboratório de Caracterização de Superfície de Materiais (LCSM) da UFES. A água empregada como lubrificante foi cedida pelo Laboratório de Química Analítica (LQA) da mesma universidade. Por fim, a análise de íons da água, realizada via espectrometria de emissão óptica, foi efetuada no Laboratório de Espectrometria Atômica do Núcleo de Competências em Química do Petróleo (LABPETRO/UFES).

3.1. MATERIAIS

No presente trabalho, para todos os ensaios, foi adotada a configuração tribológica esfera sobre disco, onde foram usadas esferas de nitreto de silício (Si_3N_4) e discos de óxido de alumínio (Al_2O_3). É importante salientar que todas as amostras, sem exceção, foram recebidas já nas dimensões e com acabamento superficial compatíveis com o necessário para a realização dos ensaios.

As esferas, adquiridas no mercado com o diâmetro de 7/16" (11,112 mm), são idênticas às usadas por Santos (2012) e Oliveira (2012). Inclusive, a escolha das mesmas, neste trabalho, foi sugestão destes próprios autores. A Tabela 1 exibe a densidade medida pelo método geométrico (ρ_{GEO}), dureza Vickers (HV) e tenacidade à fratura (K_{IC}) das esferas de Si_3N_4 .

Analogamente, os discos de alumina, de diâmetro de 54 mm, também foram adquiridos por meio de um fornecedor externo. A Tabela 2 traz a composição química do pó empregado na sinterização dos discos (em adição, algumas

propriedades fornecidas pelo fabricante estão no Anexo A). Entretanto, em função do fato de este fornecedor ser desconhecido, pelo menos até então, os discos foram caracterizados quanto à densidade e dureza. Por fim, todas as amostras foram caracterizadas quanto aos parâmetros de rugosidade superficial e morfologia/composição química das amostras através de microscopia eletrônica de varredura. A água utilizada como lubrificante ($\text{pH} = 7$), por sua vez, era destilada e deionizada.

Tabela 1 – Parâmetros das esferas de nitreto de silício (SANTOS, 2012).

Esferas de Si_3N_4	
ρ_{GEO} (g/cm^3)	$3,248 \pm 0,001$
HV (GPa)	$14,61 \pm 0,23$
K_{IC} ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	$6,0 \pm 1,3$

Tabela 2 – Composição dos discos de alumina (Fonte: Fabricante).

Composto	Quantidade (%)
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	99,8
MgO	0,07
Na_2O	0,02
Fe_2O_3	0,05
SiO_2	0,03
CaO	0,02
B_2O_3	0,05

3.2. MÉTODOS

3.2.1. Determinação das propriedades físicas e mecânicas

3.2.1.1. Determinação da densidade dos discos

Os discos de alumina foram caracterizados em relação a sua densidade via método geométrico (ρ_{GEO}). Para isto, foi utilizada uma balança de precisão da marca *Sartorius*, modelo CP 225 D, com precisão de 0,00001 gramas, e um micrômetro *Mitutoyo*, modelo 293-230.

A massa dos discos e suas respectivas dimensões foram medidas cinco vezes cada uma. Dessa forma, através da equação 4, é possível calcular a densidade dos discos de Al_2O_3 :

$$\rho_{GEO} = \frac{4 \times m_D}{h_D \times \pi \cdot (D_E^2 - D_I^2)} \quad (4)$$

Onde: m_D é a massa do disco; D_E é o diâmetro externo do disco; D_I é o diâmetro interno do furo do disco; e h_D é a espessura do disco.

É importante mencionar que a densidade calculada via método de Arquimedes não foi efetuada neste trabalho. A justificativa é baseada na variação relativamente pequena entre o valor da densidade obtida através do método geométrico e o de Arquimedes, conforme constatado por Oliveira (2012). Além do mais, a densidade do material, no contexto de estudo, não apresenta notável relevância nos resultados.

3.2.1.2. Determinação da dureza dos discos

A medição da dureza dos discos de alumina foi executada em um microdurômetro fabricado pela *Pantec*, modelo HXD 1000 TM, segundo a norma ASTM C 1327-99, a qual fornece a metodologia padrão para a obtenção da dureza Vickers (HV) de cerâmicas avançadas. No presente trabalho, foi utilizado uma carga normal de 1 kgf aplicada durante o espaço de tempo de 30 segundos.

De uma forma geral, pela norma ASTM E92, a medida de HV é dada pela relação entre a carga aplicada (P) e a área da impressão (dada pela média das diagonais geradas: d_1 e d_2), conforme as equações abaixo:

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (5)$$

$$HV = \frac{1,8544 \times P}{d^2} \quad (6)$$

É importante ressaltar que, nas equações acima, as medidas das diagonais são inseridas na unidade de metro (m) e a carga em Newton (N), resultando em valores de dureza em Pascal (Pa).

3.2.2. Caracterização das superfícies antes dos ensaios

3.2.2.1. Rugosidade superficial das amostras

Para a caracterização da superfície das amostras antes dos ensaios, as mesmas passaram por uma análise junto ao analisador tridimensional de superfícies da fabricante *Taylor-Robson*, modelo *Talysurf* CLI 1000. Cada disco, sem ensaio, teve duas leituras de área de dois por dois milímetros cada e com espaçamento de um micrometro entre traços e pontos, totalizando mais de um milhão de pontos por área

analisada. Em seguida, para cada área em questão, foram extraídos – de forma aleatória – dez perfis de rugosidade, resultando em um total de vinte perfis por superfície analisada. Logo, a média dos valores dos parâmetros R_a e R_q , fornecidos pelo *software* do equipamento a partir de cada perfil extraído, resultaram nos valores de rugosidade de cada superfície dos discos empregados nos ensaios.

Assim como os discos, as esferas também foram analisadas neste mesmo equipamento. Com o objetivo de estimar os parâmetros de rugosidade da superfície de todas as esferas usadas nos ensaios, em cada esfera foi feita uma análise de área antecedendo os ensaios tribológicos. No caso das esferas, foi utilizado um filtro específico para formas esféricas, fornecido pelo próprio *software* controlador do equipamento (*TalyMap Gold* v. 4.1.2.4621). A rugosidade das esferas foi feita através da média de vinte perfis de rugosidade extraídos de cada área analisada.

3.2.2.2. *Microestrutura e composição química das amostras*

Esta etapa do trabalho foi conduzida por um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) da marca ZEISS, modelo EVO 40 XVP. Uma vez revestidas por uma fina camada de platina, através de um aparato da fabricante EMITECH (modelo K550X *Sputter Coater*), as cerâmicas foram observadas no MEV e analisadas via espectroscopia de raios-X por dispersão de energia (EDS), resultando em micrografias e valores de percentagem em peso (wt%) dos elementos químicos constituintes das amostras.

As imagens dos equipamentos mencionados neste tópico, inclusive a de um disco de alumina revestido por uma fina camada de platina, estão inclusas no Anexo B.

3.2.3. Caracterização tribológica

3.2.3.1. Preparação do tribômetro

Os ensaios foram executados em um tribômetro da marca *Plint*, modelo TE 67, na configuração esfera sobre disco, à temperatura ambiente (23 ± 2 °C). Em todos os ensaios, o par estudado era constituído de uma esfera de nitreto de silício (Si_3N_4), fixa, deslizando contra um disco de alumina (Al_2O_3) provido de uma velocidade angular (ω) constante. Os discos e esferas eram fixados no tribômetro através de suportes específicos, confeccionados em aço inoxidável. Em adição, a fixação dos discos era garantida por meio de um parafuso de aço inoxidável protegido por uma arruela de politetrafluoretileno (PTFE) (Figuras 26 e 27). Esta etapa de montagem dos discos exigiu a utilização de um relógio comparador *Mitutoyo Absolute* ID-S112, modelo 543-691, para monitorar erros de paralelismo, objetivando mensurar 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, conforme exibido na Figura 28 (SANTOS, 2012; NETO, 2012).

Adicionalmente, sobre o batimento, é importante salientar que o mesmo foi medido pelo seguinte procedimento: Para cada ensaio, após a montagem do disco no tribômetro, a ponta do relógio comparador foi fixada em posição próxima ao raio (R') utilizado no respectivo ensaio. Na sequência, o disco foi colocado lentamente em movimento de rotação, numa velocidade angular muito reduzida ($\omega = 2$ rpm), sendo que o valor do batimento foi obtido pela subtração entre os valores extremos de altura, isto é, pela diferença entre o valor máximo (h_2) e mínimo (h_1), respectivamente, indicados pelo relógio comparador.



Figura 26 – Detalhe dos materiais e adaptações destinadas à fixação dos mesmos: (a) Esfera de Si_3N_4 e o porta-esfera; (b) Esfera fixada no porta-esfera; (c) Porta disco (1), parafuso para fixação do disco no tribômetro (2), partes constituintes do porta-esfera (3) e anel de teflon (4); (d) Disco de Al_2O_3 .

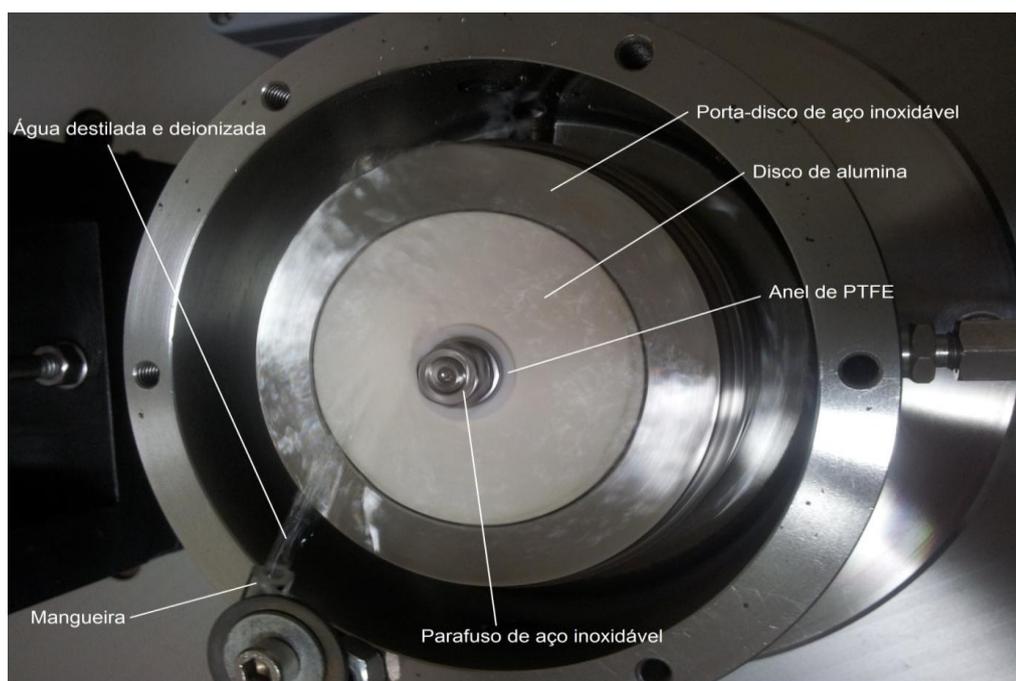


Figura 27 – Vista superior de um disco de Al_2O_3 já montado no tribômetro.

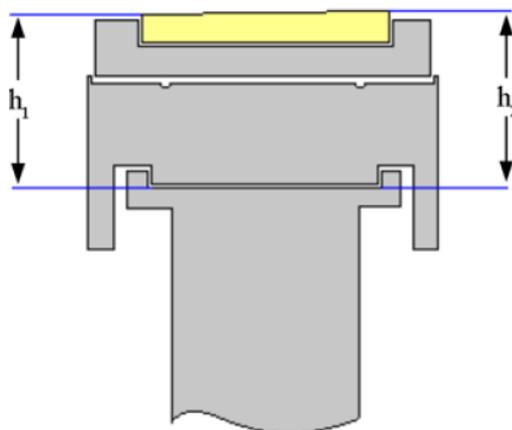


Figura 28 – Representação do batimento, h_2-h_1 , no disco após a montagem no tribômetro, sendo que a parte cinza corresponde aos suportes e eixo do tribômetro, enquanto a parte amarela representa o disco de Al_2O_3 (SANTOS, 2012).

Para possibilitar a lubrificação à água, foi feito uso de uma cuba de aço inoxidável (originalmente construída para realizar ensaios tribológicos nos quais o material em estudo estaria totalmente imerso no lubrificante presente na cuba), sendo que uma bomba peristáltica foi empregada para levar o fluido lubrificante – neste caso, água destilada e deionizada - até a interface de contato dos materiais no interior da cuba. Com o auxílio de mangueiras, a água que se acumulava no interior da cuba era retornada a um *erlenmeyer* por gravidade, sendo que este volume presente no *erlenmeyer* era continuamente bombeado para a interface esfera/disco, finalizando assim o ciclo e, deste modo, concedendo a lubrificação através de um circuito fechado (Figura 29).

A esfera, fixada através de um porta-esfera, era pressionada contra o disco em movimento, por um sistema de peso morto. A condutividade elétrica da água, ao longo dos ensaios, foi monitorada por um condutivímetro digital de bancada microprocessado da fabricante *BEL Engineering*, modelo W12D, com precisão de 0,1 microsiemens (μS). A força de atrito foi medida por uma célula de carga, aderida ao próprio tribômetro, com precisão de 0,1 N e a aquisição de dados foi feita na frequência de 1 Hz através do *software* controlador do tribômetro (*COMPEND 2000*).

Maiores detalhes acerca dos principais equipamentos, componentes e adaptações necessárias para a realização dos ensaios estão disponíveis no Anexo C.

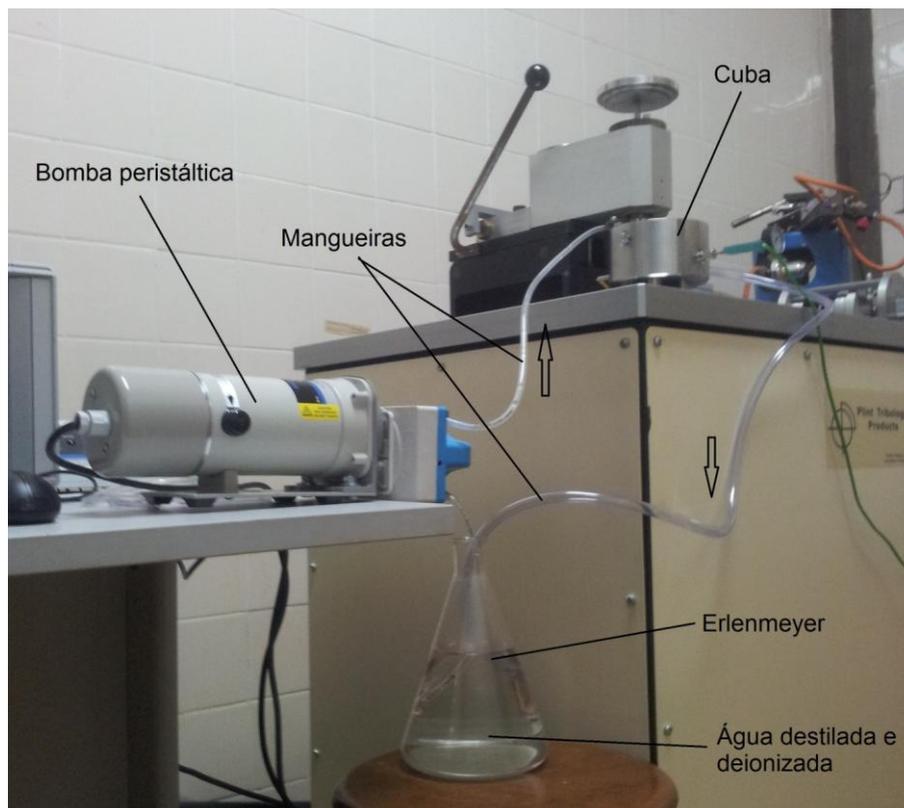


Figura 29 – Representação do sistema de lubrificação empregado para a realização dos ensaios, sendo que as setas indicam a direção percorrida pela água no interior das mangueiras.

3.2.3.2. *Preparação das amostras*

Uma tarefa crucial para a obtenção do regime de UBCA é a limpeza das amostras e do tribômetro antes e após a realização dos ensaios (OLIVEIRA, 2012). Tendo conhecimento desta informação, a limpeza foi feita de forma rigorosa para retirar possíveis resíduos e contaminantes provenientes de ensaios anteriores e/ou condições de condicionamento dos materiais. Antes de cada ensaio, a cuba foi lavada criteriosamente com sabão neutro e água corrente, assim como demais componentes do tribômetro que teriam contato direto com a água utilizada na lubrificação (mangueiras, parafusos, porta-esfera, porta-disco, entre outros).

As esferas e discos também foram lavadas com esponja e sabão neutro sob água corrente e, em seguida, foram secas. Após a secagem, as amostras passaram por um banho ultrassônico, imerso em acetona, de duração de 30 minutos. A partir deste

procedimento, as amostras e demais componentes que teriam contato direto com o lubrificante empregado, foram manipulados apenas por luvas de látex, isentos de qualquer contato manual.

3.2.3.3. *Ensaio preliminares*

Primeiramente, ensaios exploratórios foram realizados para verificar a possibilidade de se atingir o regime de ultra baixo coeficiente de atrito no deslizamento do par nitreto de silício-alumina lubrificado à água no laboratório TRICORRMAT. Além disso, estes ensaios preliminares foram importantes para testar diferentes parâmetros de teste, realizar pequenos ajustes, adquirir experiência para ensaios futuros e, principalmente, definir qual o valor das variáveis a serem usadas nos ensaios tribológicos.

Devido aos excelentes resultados obtidos nesta etapa do trabalho, no que tange à obtenção do regime de UBCA, todos os ensaios seguintes foram conduzidos com velocidade de deslizamento constante e igual a 1 m/s e carga normal de 34,4 N. A descrição completa do procedimento adotado nos ensaios será apresentada no tópico seguinte.

3.2.3.4. *Ensaio tribológicos*

Após diversos ensaios preliminares e pesquisas na literatura, foi instituído um modelo padrão para a realização dos ensaios neste trabalho. Primeiramente, todos os ensaios foram realizados a temperatura ambiente (23 ± 2 °C). Antes de começar cada ensaio ou qualquer tipo de contato entre o par cerâmico em estudo, o disco foi colocado em movimento e a bomba peristáltica foi ligada, sendo que a vazão de água via bombeamento peristáltico foi mantida constante durante os ensaios (20 ± 2 l/h).

O ensaio era iniciado com o disco sendo colocado em rotação ($\omega = 455$ rpm), até a velocidade de deslizamento se estabilizar em 1 m/s. A partir deste momento, a esfera era colocada suavemente em contato com o disco, em um raio (R') de 21 mm medido à partir do centro do disco, isenta de qualquer tipo de impacto. Na sequência, a carga normal, em forma de peso morto, foi adicionada ao sistema. No total, a carga normal, constituída pelo peso morto somado com o peso de componentes internos do próprio tribômetro que exerciam força sobre a esfera, era de aproximadamente 34,4 N.

Para cada ensaio foi usado um volume de água inicial de aproximadamente 800 ml. Cada ensaio tinha duração total de 6000 segundos e, após este tempo, de forma cronológica, o peso morto era retirado do equipamento, a esfera retirada do contato com o disco, a bomba peristáltica era desligada e, por fim, a velocidade do disco era diminuída até que o mesmo alcançasse o repouso.

Esta etapa foi composta por oito ensaios, referenciados pelos números de um a oito, sendo que os dados coletados em cada ensaio eram salvos em planilhas do *Microsoft Excel*, já no formato padrão do programa, para posterior análise dos resultados.

3.2.3.5. *Ensaio tribológicos adicionais*

Dois ensaios adicionais foram executados com a mesma metodologia descrita acima, com as únicas distinções de que foi utilizado um raio menor (17 mm) e uma velocidade de rotação do disco de alumina maior (562 rpm) para satisfazer a mesma condição de velocidade de deslizamento dos ensaios tribológicos descritos no tópico anterior (1 m/s).

Portanto, no total, foram realizados dez ensaios, todos com as mesmas variáveis mecânicas de teste, isto é, velocidade de 1 m/s e carga de 34,4 N. O objetivo desta metodologia era possibilitar comparações entre ensaios semelhantes, buscando investigar – principalmente – o comportamento de μ durante o período de *running-in*. Adicionalmente, foi possível correlacionar o período de transição com a rugosidade

superficial dos discos, batimento, taxa de desgaste dos materiais e concentração de íons formados durante o deslizamento.

É importante salientar que estes ensaios adicionais, chamados neste trabalho de ensaios A e B, foram executados na mesma face dos discos empregados nos ensaios de número 5 e 3, respectivamente. Sendo assim, neste trabalho, os parâmetros de rugosidade superficial de ensaios realizados sobre uma mesma face de um mesmo disco foram considerados equivalentes.

3.2.4. Caracterização dos materiais ensaiados

Após os ensaios, os materiais foram caracterizados via analisador tridimensional de superfícies em relação às superfícies dos discos e esferas, de modo a obter a rugosidade da trilha formada nos discos e da superfície plana gerada nas esferas. Além disso, o volume desgastado, tanto das esferas quanto dos discos, foi calculado para cada ensaio. Por fim, foi realizada uma análise por microscopia eletrônica de varredura nas trilhas de desgaste formadas nos discos.

3.2.4.1. Determinação da rugosidade superficial

Ao final de cada ensaio, as amostras passaram por uma análise no analisador tridimensional de superfícies do LCSM. Mais uma vez, é imprescindível citar que a determinação das rugosidades das superfícies ensaiadas, tanto dos discos quanto das esferas, foi feita com o auxílio do *software* controlador do equipamento.

No caso das esferas, foi feita uma leitura de área na superfície das calotas resultantes dos ensaios. Com o objetivo de obter boa precisão na determinação da rugosidade nas superfícies planas formadas nas esferas, foram extraídos vinte perfis de rugosidade para cada ensaio. Feito isso, foi realizado o cálculo da média e desvio padrão dos valores de R_a e R_q .

Nos discos de alumina, para cada ensaio, duas áreas (2x2 mm, cada) foram analisadas em uma mesma pista de desgaste. Após esta etapa, foram extraídos dez perfis de cada área analisada – totalizando vinte perfis – e, análogo ao que foi feito para as esferas, foi realizado o cálculo da média e desvio padrão dos valores das variáveis de rugosidade.

3.2.4.2. Determinação dos diâmetros das calotas formadas nas esferas

Com o auxílio de um microscópio estereoscópico da fabricante *Carl Zeiss*, modelo *SteREO Discovery V12*, foram geradas imagens das calotas das esferas formadas após o deslizamento relativo das cerâmicas em questão. Em posse do *software* de imagem do próprio microscópio estereoscópico, o *AxioVision v. 4.8.2.0*, foi possível estimar, aproximadamente, o diâmetro da calota formada. Em cada ensaio, foram realizadas três medições de diâmetro para uma mesma calota com a finalidade de calcular um valor médio para esta variável. A Figura 30 exibe uma foto real de uma calota esférica via microscópio estereoscópico (ou, lupa estereoscópica).



Figura 30 – Foto da superfície de uma esfera de nitreto de silício contendo a superfície plana formada em decorrência de um ensaio tribológico.

3.2.4.3. Determinação do volume desgastado nas amostras

O volume desgastado nas esferas foi calculado através de uma formulação matemática relacionando o raio da calota formada (r) com a altura da calota esférica (h^*) correspondente, conforme previsto pela norma ASTM G 99. Portanto, sendo R o raio da esfera, o volume desgastado nas esferas (V_E) pode ser calculado pelas expressões abaixo:

$$h^* = R - \sqrt{R^2 - r^2} \quad (7)$$

$$V_E = \frac{\pi h^*}{6} \times (3r^2 + h^{*2}) \quad (8)$$

Em contrapartida, o volume desgastado nos discos foi determinado através da análise de perfis de rugosidades extraídos a partir da leitura de áreas da pista de desgaste dos discos, sendo que esta leitura de áreas da região de desgaste foi descrita na seção 3.2.4.1.

Através de recursos oriundos do próprio *software* do analisador tridimensional de superfícies, é possível reproduzir perfis contidos em cada área analisada (obtidos previamente através da perfilometria de contato) e quantificar a área desgastada. Para cada ensaio foi escolhido, de forma aleatória, vinte perfis objetivando obter vinte diferentes áreas de desgaste para cada ensaio. A Figura 31 exemplifica a imagem de um perfil extraído e que teve a sua área, indicada em vermelho, quantificada.

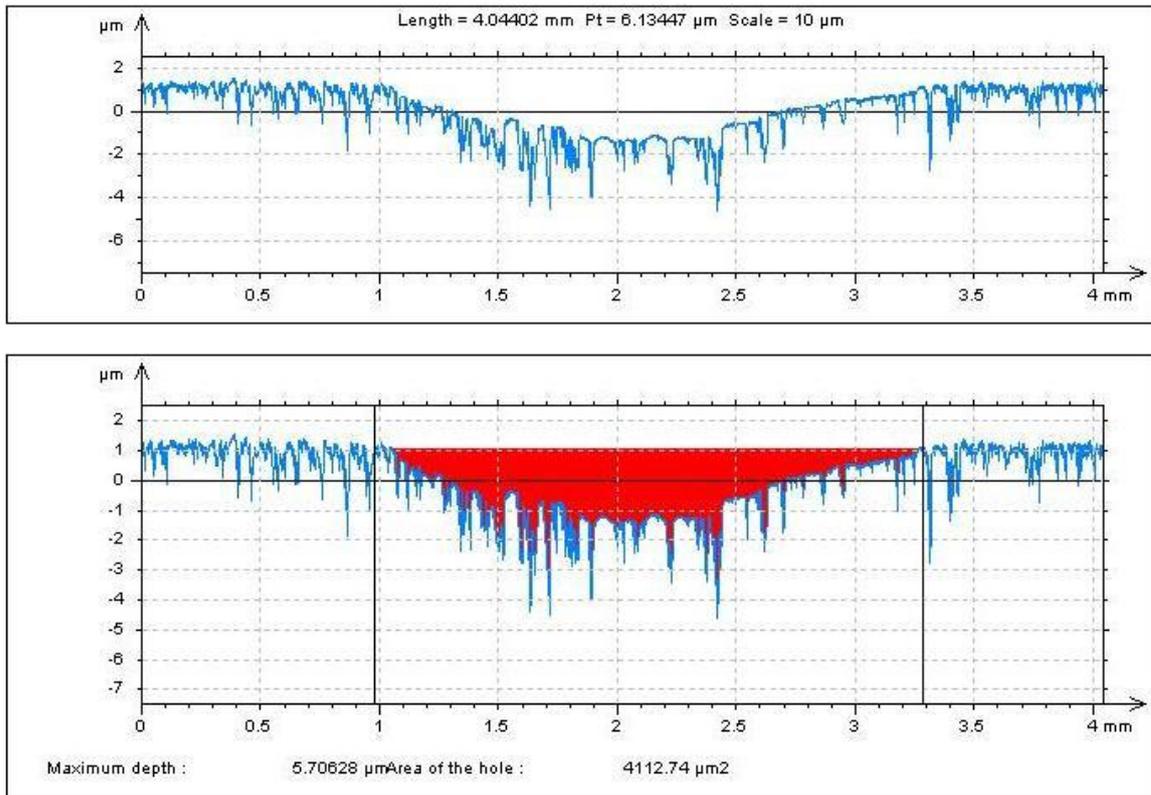


Figura 31 – Exemplo de um perfil extraído da pista de desgaste de um disco de alumina, sendo que a área preenchida em vermelho indica a área desgastada no ensaio.

Após obter vinte áreas para cada condição pelo método descrito acima, o volume desgastado nos discos (V_D) foi calculado pela expressão:

$$V_D = \frac{2\pi R'}{20} \left(\sum_{i=1}^{i=20} S_i \right) \quad (9)$$

Sendo R' o raio medido do centro do disco até o centro da trilha de desgaste, enquanto que S_i representa a i ésima medida de área desgastada obtida a partir de um perfil extraído da trilha de desgaste.

3.2.4.4. Análise das superfícies dos discos via MEV

Ao final dos ensaios, as trilhas de desgaste formadas nos discos foram observadas e analisadas pelo MEV. Esta etapa, de caráter exploratório, teve o objetivo de

investigar características físico-químicas e morfológicas das trilhas de desgaste, uma vez que, para o par dissimilar $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$, este tipo de abordagem não consta na literatura.

3.2.5. Análise de íons formados na água durante os ensaios

Com o objetivo de acompanhar a taxa das reações triboquímicas entre as cerâmicas e a água, esta última foi coletada – e armazenada em microtubos de plástico com capacidade máxima de 20 ml cada – em diferentes tempos de ensaio ($t = 0, 20, 40, 60, 80$ e 100 minutos de ensaio). Após a coleta, os tubos foram armazenados em ambiente refrigerado com temperaturas da ordem de 10°C para posterior análise de íons. Para a referida análise, foi utilizada a técnica de Espectrometria de Emissão Óptica por Plasma Acoplado Indutivamente (ICP-OES) aplicada por um Espectrômetro de Emissão Óptica da fabricante *PerkinElmer*, modelo *Optima 7000 DV* (Figura 32). O tempo de análise foi de 30 segundos para cada tempo de ensaio investigado, sendo que foram realizadas três medições para cada condição.



Figura 32 – Espectrômetro de Emissão Óptica empregado na análise de íons da água.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta seção, serão apresentados os resultados obtidos para o deslizamento do par tribológico em estudo. Conforme já citado anteriormente, todos os ensaios, sem exceção, foram realizados a temperatura ambiente, com carregamento normal de 34,4 N e velocidade de deslizamento igual a 1 m/s. Assim, uma vez fixadas estas variáveis, foi possível investigar as variações do comportamento de μ em função do tempo entre ensaios distintos, sobretudo enfatizando o período de *running-in*.

4.1. DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS

4.1.1. Densidade dos discos

A Tabela 3 mostra o valor da densidade mensurada via método geométrico dos discos de óxido de alumínio.

Tabela 3 – Densidade geométrica dos discos de alumina.

Discos de Al₂O₃	
ρ_{GEO} (g/cm ³)	3,919 ± 0,024

Para a alumina de alta pureza (porcentagens em peso superiores a 99% de Al₂O₃), valores de densidade da faixa de 3,8 a 3,9 g/cm³ foram reportados na literatura (RANI *et al.*, 2004; JENG; YAN, 1993; EPOSITO; TUCCI, 1997; KALIN; NOVAK; VIŽINTIN, 2003; SANTOS, 2012), o que está de acordo com o medido neste trabalho. Além disso, este valor está compatível com o fornecido pelo fabricante dos discos (Anexo A).

4.1.2. Dureza dos discos

O valor de dureza Vickers (HV) dos discos de Al_2O_3 é exibido na Tabela 4.

Tabela 4 – Dureza dos discos de alumina.

Discos de Al_2O_3	
HV (GPa)	$15,85 \pm 0,83$

Baseado em alguns trabalhos (RANI *et al.*, 2004; ADACHI; KATO; TAKIZAWA, 1996; JENG; YAN, 1993; PEREZ-UNZUETA; BEYNON; GEE, 1991; EPOSITO; TUCCI, 1997; KALIN; NOVAK; VIŽINTIN, 2003), uma ampla gama de valores de HV pode ser encontrado para a alumina (14 a 21 GPa), dependendo, por exemplo, da composição, pureza, método de sinterização, entre outros. O valor medido neste trabalho está dentro do intervalo mencionado e, portanto, condizente com a literatura.

É importante ressaltar que o valor medido neste trabalho foi inferior ao fornecido pelo fabricante (Anexo A), porém o fabricante não explicita qual o procedimento adotado pelo mesmo para a medição desta propriedade.

4.2. CARACTERIZAÇÃO DAS SUPERFÍCIES ANTES DOS ENSAIOS

4.2.1. Rugosidade superficial dos discos

A Figura 33 exibe a leitura de uma área (2x2 mm) da superfície de um disco de alumina e um respectivo perfil de rugosidade extraído a partir da área analisada.

Imagens adicionais de perfis de rugosidade dos discos empregados neste trabalho estão incluídas no anexo D.

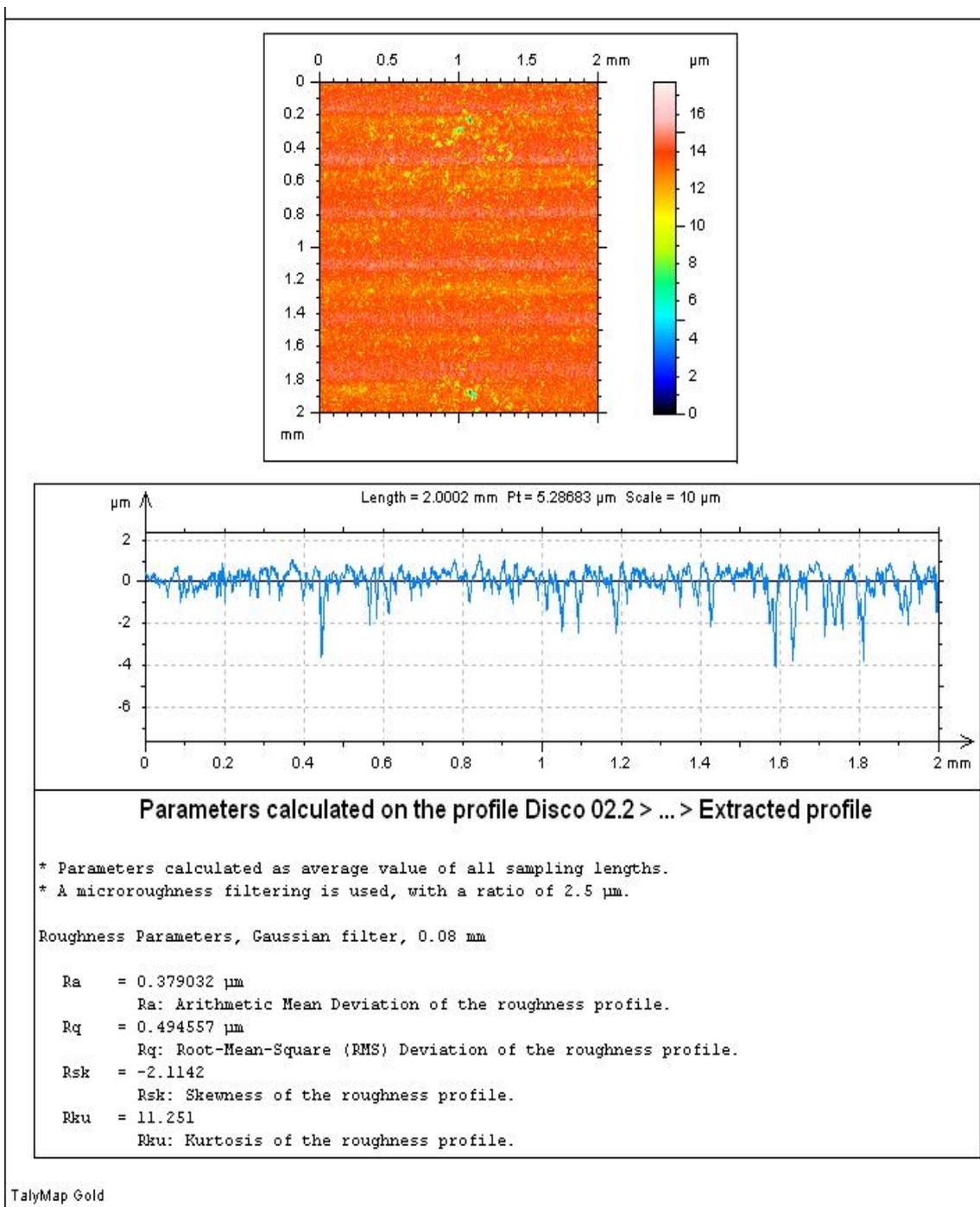


Figura 33 – Leitura de área da superfície de um disco de alumina e exemplificação de um perfil de rugosidade extraído a partir desta própria área.

A Tabela 5 reúne os valores dos principais parâmetros retirados da análise das superfícies dos discos realizada antes dos ensaios. Apenas com o intuito de reforçar o que foi previamente esclarecido no tópico 3.2.3.5, neste trabalho, o ensaio A

apresenta a mesma rugosidade do ensaio cinco, ao passo que o ensaio B possui os valores de R_a e R_q equivalentes aos do ensaio de número 3.

Tabela 5 – Parâmetros de rugosidade dos discos antes dos ensaios tribológicos.

	R_a (μm)	R_q (μm)
Ensaio 01	$0,255 \pm 0,077$	$0,328 \pm 0,061$
Ensaio 02	$0,322 \pm 0,039$	$0,425 \pm 0,049$
Ensaio 03	$0,388 \pm 0,040$	$0,504 \pm 0,052$
Ensaio 04	$0,372 \pm 0,042$	$0,485 \pm 0,056$
Ensaio 05	$0,279 \pm 0,038$	$0,378 \pm 0,055$
Ensaio 06	$0,329 \pm 0,048$	$0,437 \pm 0,068$
Ensaio 07	$0,384 \pm 0,050$	$0,503 \pm 0,054$
Ensaio 08	$0,188 \pm 0,029$	$0,265 \pm 0,045$

4.2.2. Rugosidade superficial das esferas

Um espectro da leitura de uma área obtida da superfície esférica de uma das esferas usadas neste trabalho é exibido a seguir (Figura 34). Outros perfis, extraídos a partir da leitura das áreas em questão, estão disponíveis no Anexo E.

É importante salientar que, neste trabalho, todas as esferas apresentaram excelente precisão em relação aos parâmetros obtidos via analisador tridimensional de superfícies, isto é, pouca ou quase nenhuma discrepância foi encontrada para valores de R_a e R_q para as cinco diferentes esferas usadas nos ensaios. Este fato

pode ser observado na Tabela 6, que traz os valores dos parâmetros de rugosidade de cada esfera testada.

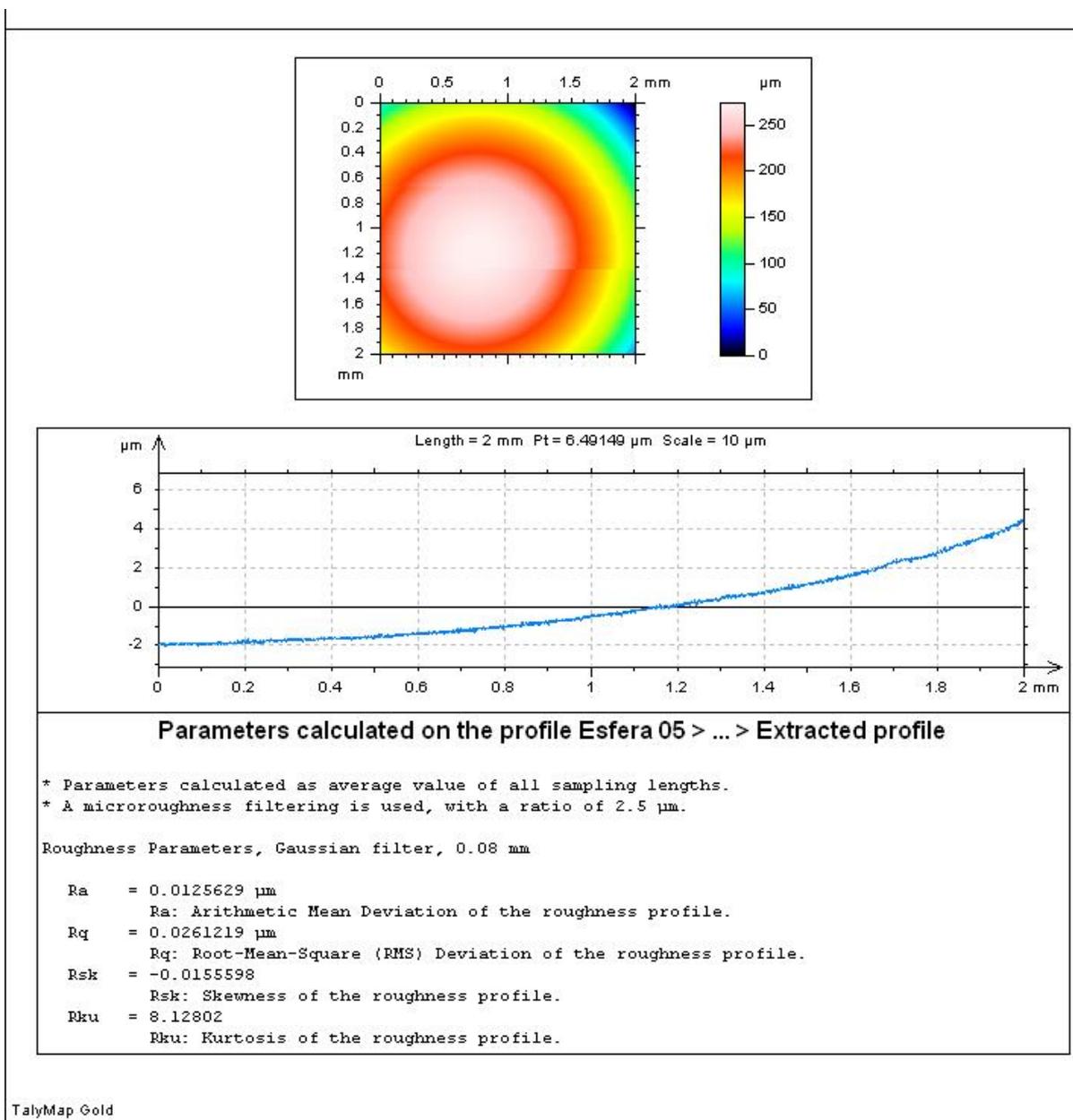


Figura 34 – Leitura de área da superfície de uma esfera de nitreto de silício e um respectivo perfil extraído a partir da área em questão.

Notavelmente, pela Tabela 6, é possível perceber que os valores dos parâmetros de rugosidade superficial da esfera apresentaram valores muito próximos uns dos outros, o que pode estar relacionado com o excelente controle das variáveis de fabricação das esferas. Por este motivo, a rugosidade das mesmas, antes dos ensaios, foi negligenciada de qualquer análise referente ao comportamento do coeficiente de atrito.

Tabela 6 – Parâmetros de rugosidade das cinco esferas usadas nos ensaios tribológicos.

	R_a (μm)	R_q (μm)
Esfera 01	$0,0118 \pm 0,0011$	$0,0243 \pm 0,0012$
Esfera 02	$0,0119 \pm 0,0007$	$0,0250 \pm 0,0021$
Esfera 03	$0,0105 \pm 0,0004$	$0,0228 \pm 0,0006$
Esfera 04	$0,0124 \pm 0,0009$	$0,0262 \pm 0,0013$
Esfera 05	$0,0130 \pm 0,0009$	$0,0261 \pm 0,0016$

4.2.3. Microestrutura e composição química dos discos

Uma micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura de um dos discos de alumina é mostrada abaixo (Figura 35). Presente nesta imagem, a área 1, limitada pelo retângulo vermelho, indica o local onde foi feita uma análise química global via espectroscopia de raios-X por dispersão de energia (EDS), cujo resultado pode ser observado do lado direito da mesma figura.

Em resumo, o resultado da análise química indica que o magnésio, estabilizado na forma de óxido (MgO), foi o principal dopante empregado na sinterização dos discos de alumina, conforme antecipadamente informado pelo fabricante.

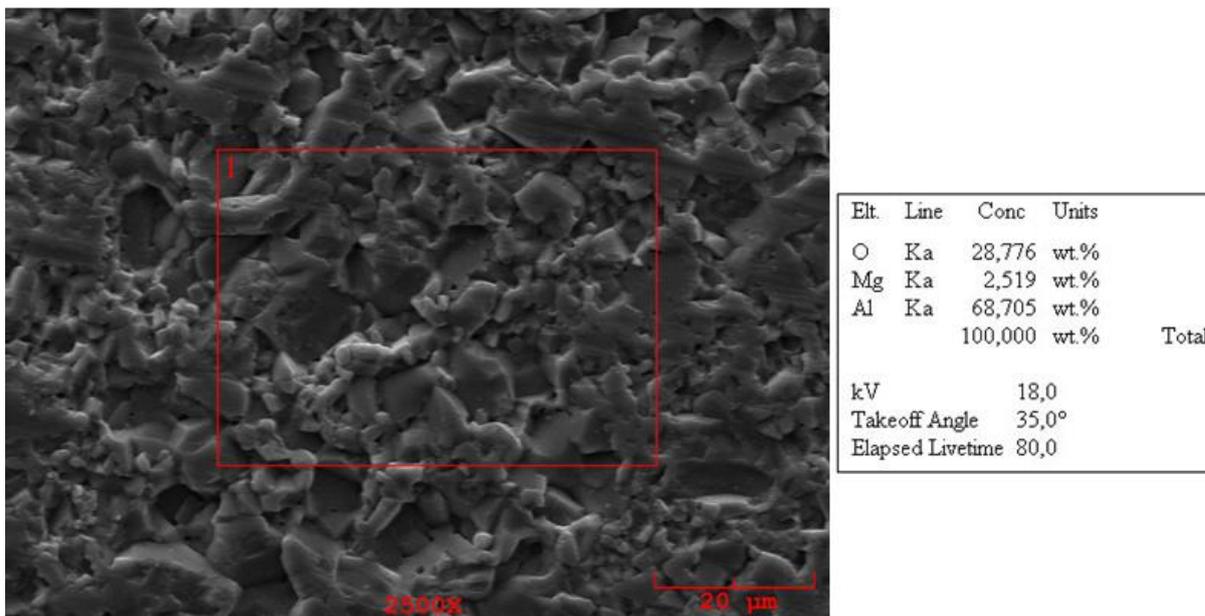


Figura 35 – Micrografia do disco realizada no MEV com aumento de 2500 vezes e sua respectiva análise química via EDS.

4.2.4. Microestrutura e composição química das esferas

Análogo ao apresentado no tópico anterior, a Figura 36 ilustra uma imagem de MEV da superfície de uma esfera de nitreto de silício e sua respectiva análise quantitativa global dos elementos químicos – via EDS – presentes na área analisada.

De acordo com o resultado obtido, é sugerido que as esferas de nitreto de silício possuem pequenas adições de alguns compostos para a sinterização, tais como óxido de magnésio (MgO), óxido de ítrio (Y_2O_3) e alumina (Al_2O_3).

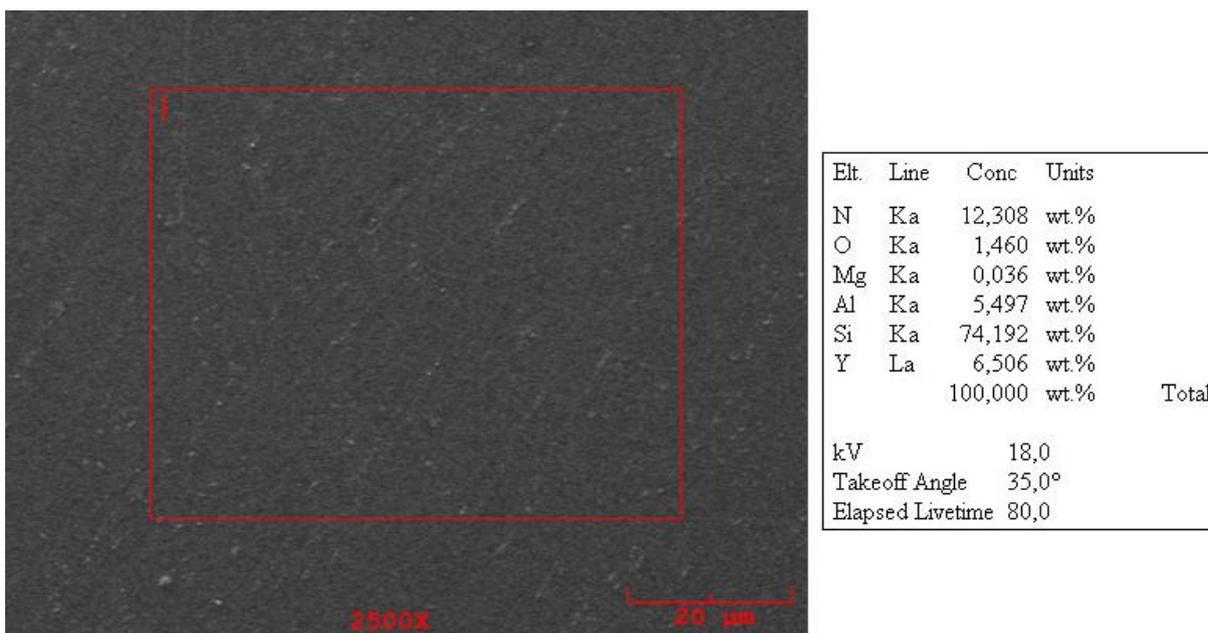


Figura 36 – Micrografia da esfera realizada no MEV com aumento de 2500 vezes e sua respectiva análise química via EDS.

4.3. RESULTADOS DOS ENSAIOS TRIBOLÓGICOS

A Figura 37 demonstra a curva do coeficiente de atrito em função do tempo obtida no primeiro ensaio. De imediato, é importante ressaltar a ocorrência de dois regimes bastante distintos: Um regime transitório, caracterizado por muitas oscilações no valor de μ , e um regime estacionário, caracterizado por coeficientes de atrito muito reduzidos e praticamente constantes em relação ao tempo. Este espectro de curva de atrito, no contexto do UBCA em cerâmicas lubrificadas à água, é bastante difundido na literatura e já havia sido relatado por diversos autores (XU; KATO, 2000; CHEN; KATO; ADACHI, 2001; FERREIRA, 2008; MATSUDA; KATO; HASHIMOTO, 2011; FERREIRA; YOSHIMURA; SINATORA, 2012). Neste ensaio, após um período de *running-in* de aproximadamente 3700 segundos, o coeficiente de atrito alcançou valores abaixo da resolução da célula de carga empregada nos ensaios, isto é, $\mu < 0,003$. Em ensaios anteriores, com o mesmo par tribológico, resultados similares já haviam sido obtidos por Ferreira (2008), Alvarenga e colaboradores (2012), Ferreira, Yoshimura e Sinatora (2012), Oliveira (2012) e Santos (2012).

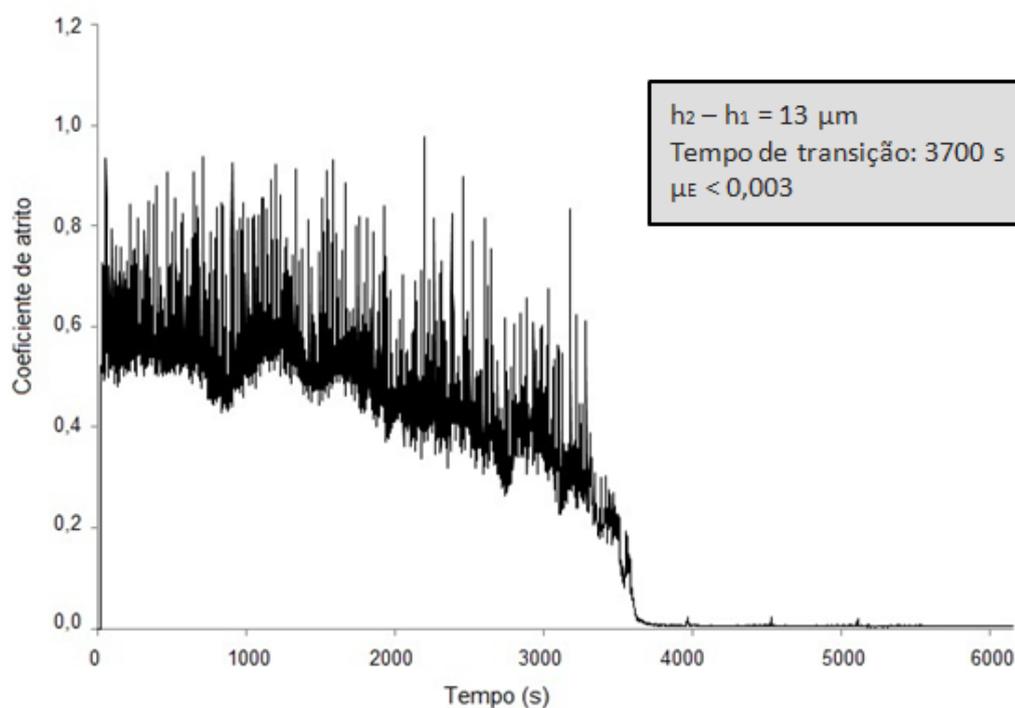


Figura 37 – Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no primeiro ensaio.

Alvarenga e colaboradores (2012) trabalharam com o mesmo par tribológico em condições similares. No primeiro ensaio exibido no trabalho dos mesmos, foi obtido um tempo de *running-in* de 3500 segundos e um coeficiente de atrito da ordem de 0,006 no regime estacionário. Apesar de a velocidade tangencial ser a mesma que a empregada no presente trabalho, Alvarenga e colaboradores (2012) utilizaram uma carga normal superior quando comparada com a usada neste trabalho (53,85 contra 34,4 N). Segundo Jahanmir, Ozmen e Ives (2004), em pares $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$ lubrificadas com água, o aumento da carga normal resulta em uma diminuição do período transitório. Adicionalmente, ao se fazer uma análise sobre a frequência e amplitude dos picos de μ durante o regime transitório, é possível notar que o ensaio da Figura 37 apresenta oscilações de amplitude bem superiores ao ensaio correspondente realizado por Alvarenga e colaboradores (2012).

Xu e Kato (2000) afirmam que tais oscilações são reflexo das grandes pressões de contato nos instantes iniciais do deslizamento. No caso particular da configuração tribológica empregada neste trabalho (esfera sobre disco), uma explicação plausível para estas elevadas pressões seria que, durante o período inicial de ensaio, a superfície plana na esfera ainda não está totalmente formada.

No ensaio de número 2 (Figura 38), o período de transição foi superior ao encontrado no primeiro ensaio (4300 segundos) e o coeficiente de atrito no regime estacionário, mais uma vez, alcançou valores abaixo de 0,003. Xu, Kato e Hirayama (1997) obtiveram períodos de transição consideravelmente inferiores quando trabalharam com o par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$ deslizando em água. Este fato pode ser explicado pela diferença de espontaneidade das reações triboquímicas entre nitreto de silício e água e, alumina e água. Em outras palavras, o nitreto de silício reage com água de forma mais espontânea que a alumina reage com a mesma. Conforme já apresentado (seções 2.3.1.1 e 2.3.1.2), Rani e colaboradores (2004) comprovaram isto por meio do cálculo da energia livre de Gibbs para estas reações.

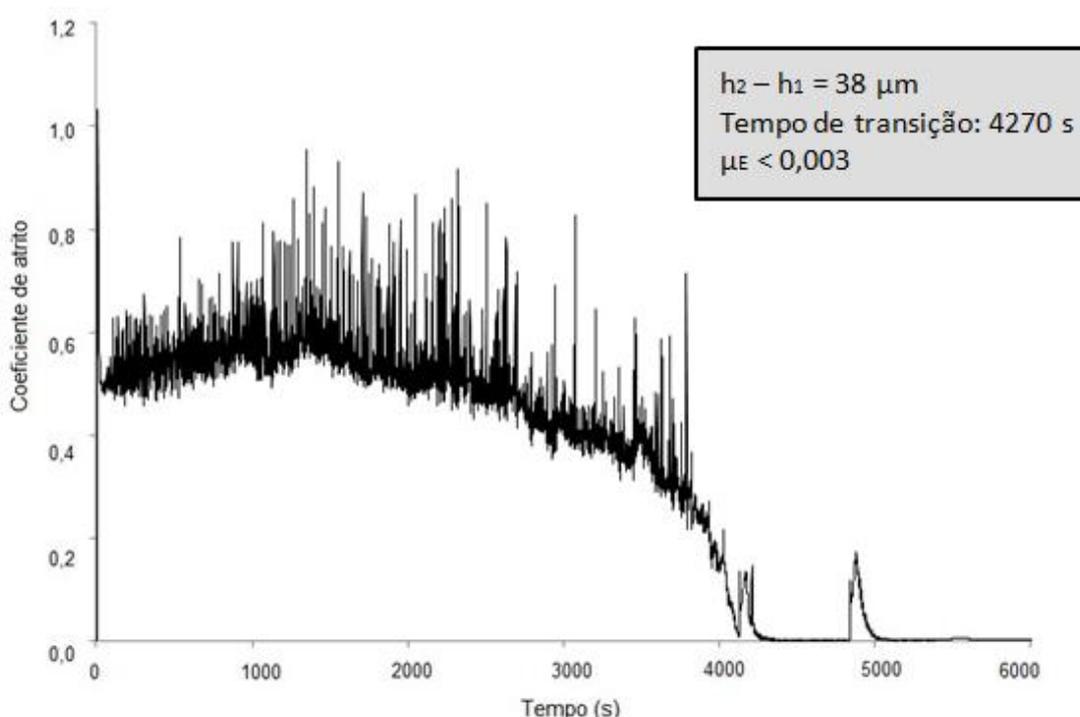


Figura 38 – Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no segundo ensaio.

No terceiro ensaio (Figura 39), o tempo necessário até a estabilização do coeficiente de atrito foi da ordem de 4800 segundos. Logo, este tempo de *running-in* é superior se comparado com os dois ensaios apresentados anteriormente. Após a estabilização do regime estacionário, o valor de μ atingiu aproximadamente 0,01. Ainda sobre este ensaio, é possível notar que o regime de transição foi composto por oscilações de menor amplitude dos valores de μ quando comparado com os dois

ensaios citados anteriormente. Este comportamento é similar ao obtido no ensaio de número 4 (Figura 40).

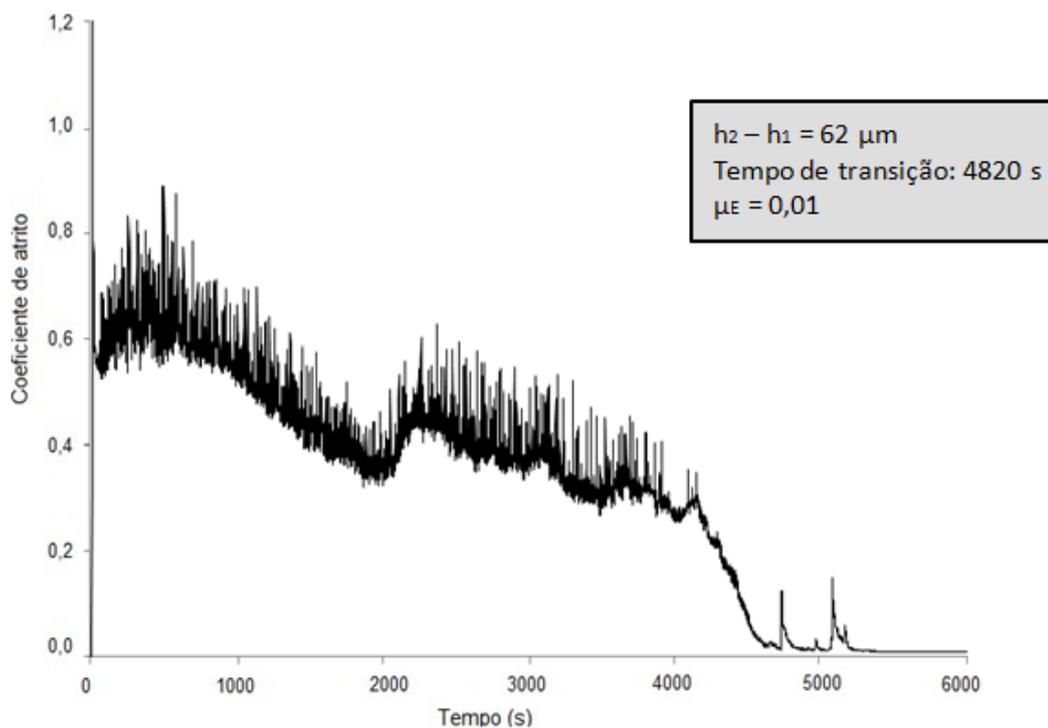


Figura 39 – Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no terceiro ensaio.

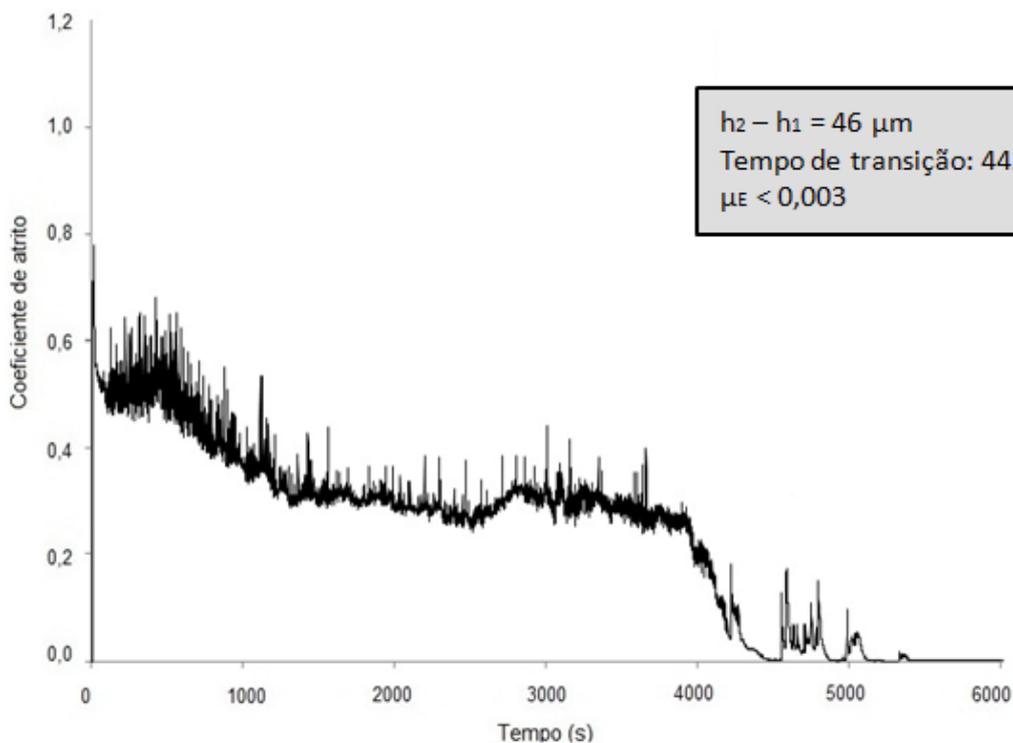


Figura 40 – Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no quarto ensaio.

No ensaio 5, o coeficiente de atrito atingiu valores inferiores a 0,003 no regime estacionário, após um tempo de transição de 4000 segundos (Figura 41). A curva de atrito obtida no quinto ensaio apresenta um período de *running-in* caracterizado por uma grande densidade e amplitude de picos de μ , seguido por um período estacionário sem oscilações dos valores de coeficiente de atrito. Segundo Xu e Kato (2000), o comportamento bastante distinto do coeficiente de atrito nestas duas regiões do gráfico está relacionado com o modo de desgaste: Durante o regime de transição, o desgaste é predominantemente mecânico, enquanto que o regime estacionário é governado pelo desgaste triboquímico.

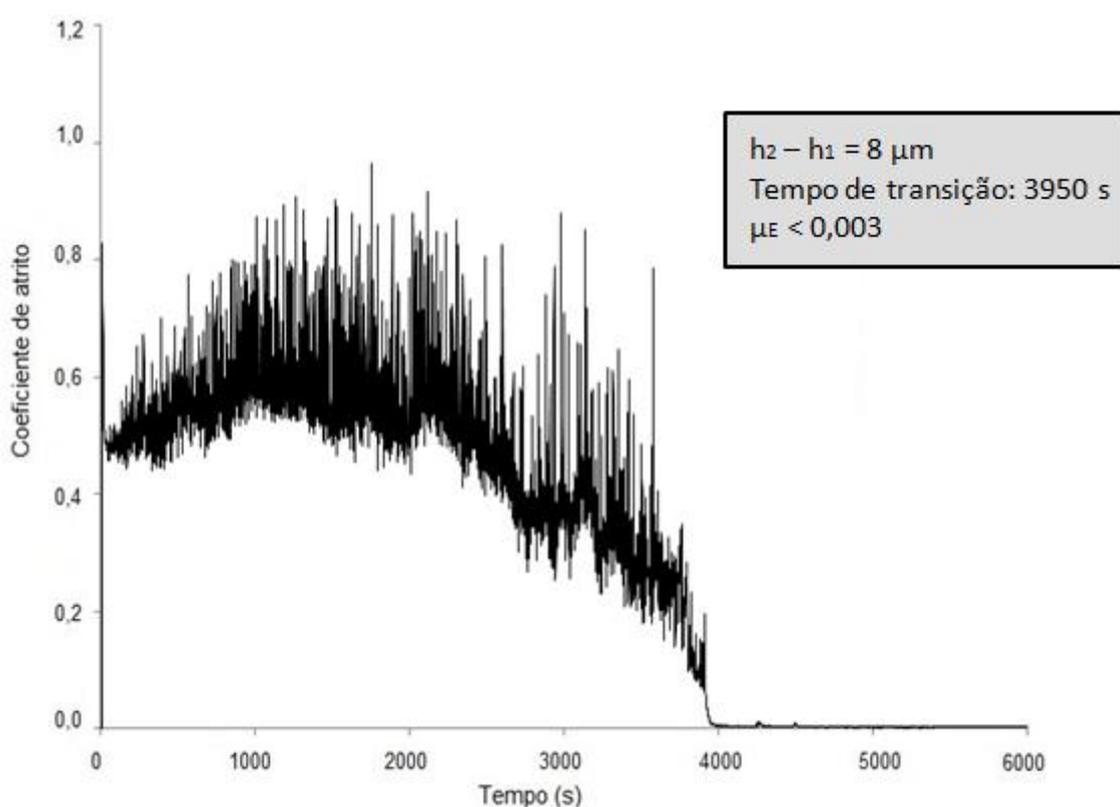


Figura 41 – Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no quinto ensaio.

Ainda em relação ao quinto ensaio, é válido destacar que o mesmo apresentou comportamento similar ao dos ensaios de número um e dois, no que tange a elevada frequência e amplitude dos picos de μ durante o regime de transição (o caráter oscilatório de μ será discutido na seção 4.5.5).

Na sequência, no sexto ensaio, a variação do coeficiente de atrito ao longo do tempo teve um comportamento distinto se comparado com os resultados obtidos até então,

sendo que o tempo de *running-in* foi notavelmente superior a todos os outros ensaios realizados neste trabalho (Figura 42). De acordo com a figura, é possível notar um decaimento pouco acentuado e contínuo do atrito ao longo do tempo, seguido por um decaimento mais acentuado em aproximadamente 5800 segundos de ensaio, resultando em $\mu = 0,008$ no regime permanente. As curvas de atrito de Ferreira (2008) e Xu e Kato (2000) já haviam apresentado este comportamento de decaimento lento e contínuo, o que contrasta com a queda brusca do coeficiente de atrito durante a transição para o regime de UBCA, conforme constatado por Santos (2012) e Oliveira (2012).

Segundo Santos (2012), durante o período de *running-in*, o coeficiente de atrito leva cerca de uma hora para diminuir alguns décimos e, em seguida, os valores de μ são reduzidos para centésimos seguidos de valores da ordem dos milésimos em questão de poucos minutos. Esta queda abrupta do coeficiente de atrito durante a transição para o regime de UBCA, considerando apenas o par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$, se mostrou muito mais comum na literatura (ALVARENGA *et al.*, 2012; SANTOS, 2012; OLIVEIRA, 2012), assim como também neste trabalho.

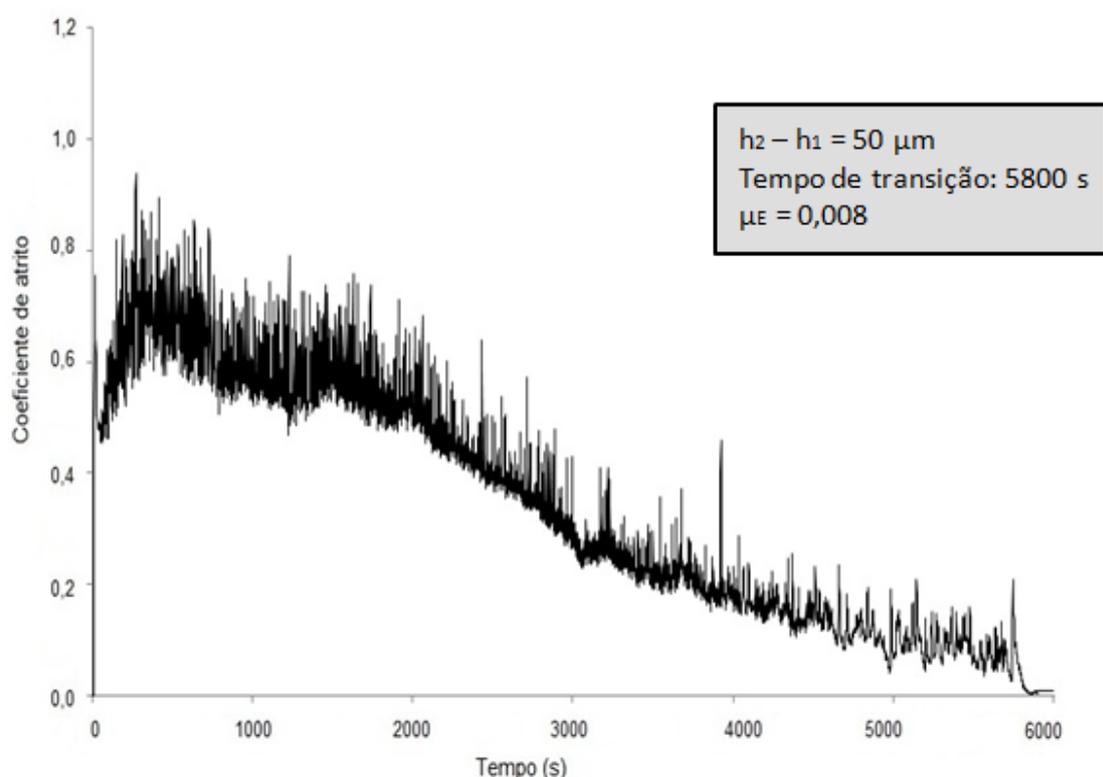


Figura 42 – Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no sexto ensaio.

No sétimo ensaio, o regime de UBCA foi atingido após o tempo de deslizamento de 4700 segundos, resultando em um coeficiente de atrito inferior a 0,003 no regime estacionário (Figura 43). Este ensaio, em relação à magnitude dos picos de μ , apresenta certa semelhança com o ensaio de número quatro. É possível notar que, nestes dois ensaios em questão, o coeficiente de atrito apresentou oscilações de menor amplitude e em menor quantidade. Além disso, nos ensaios de número quatro e sete, os tempos de *running-in* foram próximos (74 e 79 minutos, respectivamente) e a taxa de desgaste das esferas, conforme será apresentado posteriormente, resultaram em valores praticamente iguais e consideravelmente inferiores em relação aos demais ensaios.

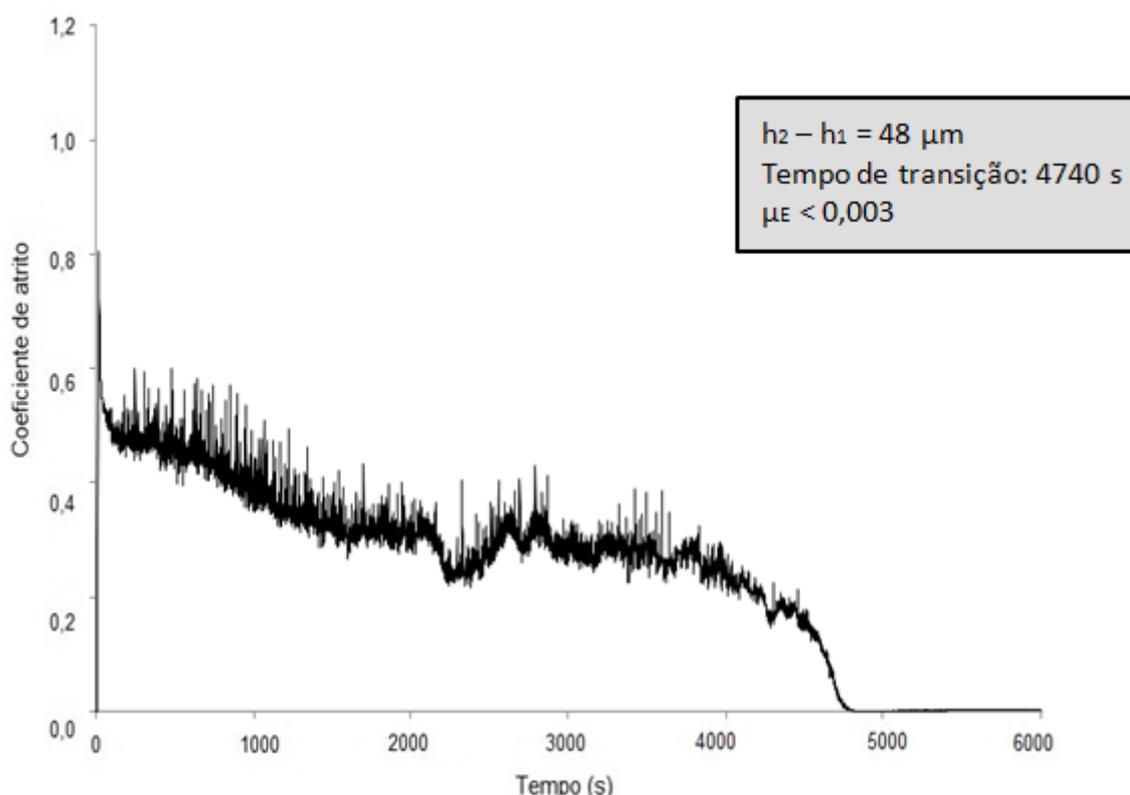


Figura 43 – Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no sétimo ensaio.

Por fim, no ensaio de número oito (Figura 44), um coeficiente de atrito inferior a 0,003 foi alcançado após um período de transição consideravelmente curto (3500 segundos). Este ensaio foi caracterizado por alguns picos de atrito após o regime de UBCA ser estabelecido. Sobre este último fato, picos de coeficiente de atrito durante o regime estacionário também podem ser notados nos ensaios de número dois, três e quatro. Este comportamento pode estar relacionado com a não total conformidade das superfícies para um regime de lubrificação hidrodinâmica, além da possível

presença de debris e/ou contato sólido-sólido durante o período estacionário. Por conseguinte, além do desgaste triboquímico, algum dano mecânico pode estar associado com o desgaste no período estacionário. Alguns picos de atrito, mesmo depois de transcorrido o regime transitório, também foram observados no trabalho de Alvarenga e colaboradores (2012).

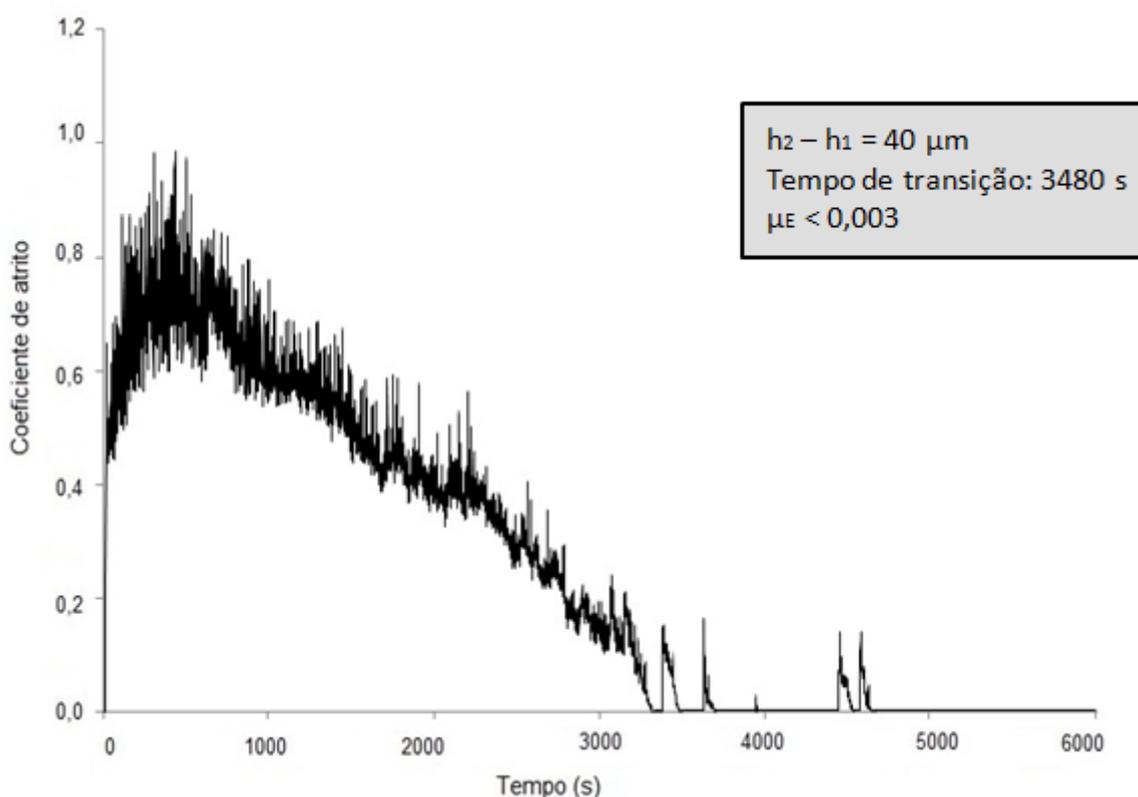


Figura 44 – Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par Si₃N₄-Al₂O₃ lubrificado a água obtido no oitavo ensaio.

É importante destacar que, no ensaio de número oito, o comportamento do coeficiente de atrito apresenta um decaimento contínuo ao longo do tempo, conforme também foi observado no sexto ensaio. No entanto, comparando estes dois ensaios, a taxa de decaimento do último é mais acentuada em relação ao primeiro. Este comportamento pode ser explicado pela mais baixa rugosidade superficial do disco empregado na realização do ensaio oito. Em adição, existe ainda a contribuição do fato do batimento durante o ensaio de número seis ser superior ao do ensaio de número oito. Os efeitos da rugosidade superficial e do batimento sobre o período de transição serão discutidos nos tópicos seguintes.

4.4. RESULTADO DOS ENSAIOS TRIBOLÓGICOS ADICIONAIS

As Figuras 45 e 46 exibem o comportamento de μ em função do tempo obtido em dois ensaios adicionais (Ensaio A e B). Conforme já discutido na seção 3.2.3.5, os ensaios em questão possuem, em contraste com os oito ensaios apresentados no tópico anterior, um raio inferior (17 mm) e uma maior velocidade angular do disco (562 rpm), objetivando manter a uniformidade das velocidades tangenciais adotadas nos demais ensaios deste trabalho: 1 m/s.

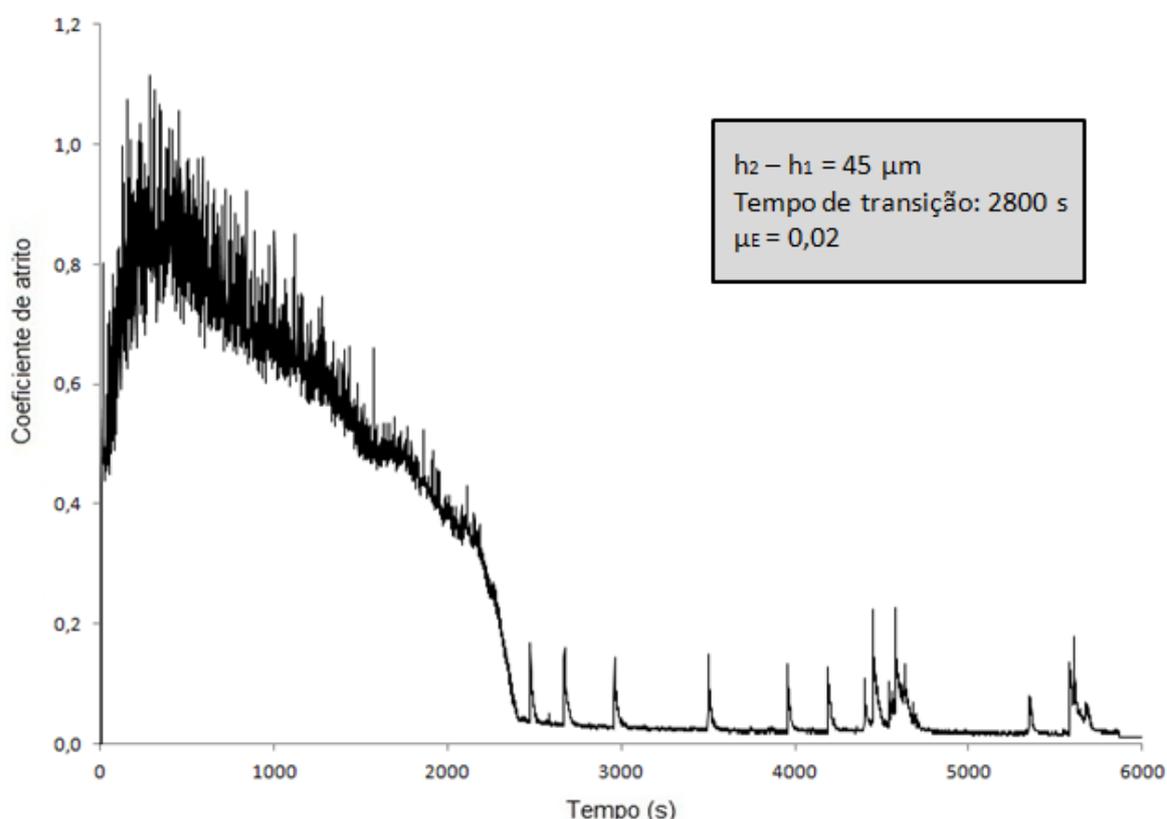


Figura 45 – Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no ensaio A.

Como pode ser observado nestas figuras, em ambos os ensaios, os tempos de transição foram substancialmente mais baixos quando comparados aos ensaios apresentados no tópico anterior e, além disso, vários picos de valores de μ foram notados mesmo depois de transcorrido o período transitório. Em relação à ocorrência de picos de atrito periódicos durante o regime estacionário, Alvarenga e colaboradores (2012) observaram comportamento similar em um ensaio com carga

normal semelhante (34,27 N) e velocidade tangencial igual a 0,5 m/s. Por fim, é interessante destacar que, em todos os três ensaios em comparação, os valores de coeficiente de atrito se estabilizaram em aproximadamente 0,02.

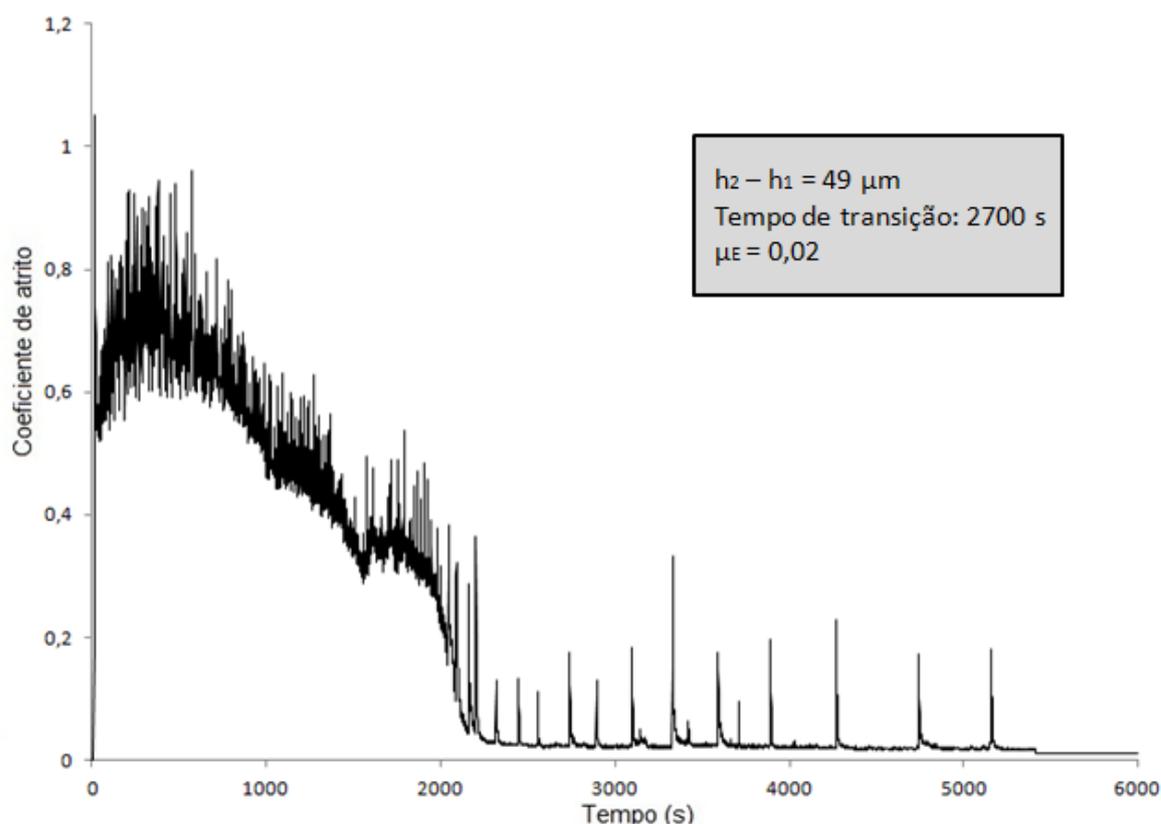


Figura 46 – Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no ensaio B.

Outros ensaios preliminares com esta configuração de raio (17 mm) e velocidade angular (562 rpm) já haviam sido testados durante a construção deste trabalho e, apesar da velocidade de deslizamento ser idêntica à dos oito ensaios apresentados previamente, o regime de UBCA não foi atingido em nenhuma das tentativas efetuadas com a configuração adotada nestes ensaios adicionais (A e B).

Portanto, acredita-se que o aumento da velocidade de rotação do disco e/ou a redução do raio resultou em algum efeito preponderante que, no presente trabalho, fez com que o coeficiente de atrito se comportasse totalmente fora dos padrões em relação aos resultados obtidos até então. Por este motivo, os ensaios A e B foram negligenciados de todas as análises a seguir, com exceção do ensaio B, o qual será incluso na discussão acerca da superfície dos discos observados via MEV após os

ensaios e também na análise de íons formados na água durante o deslizamento relativo.

Com o único objetivo de sanar qualquer dúvida sobre todos os ensaios realizados, o Anexo F apresenta uma tabela resumindo os dez ensaios realizados neste trabalho, contendo suas respectivas nomenclaturas, variáveis de teste e alguns resultados.

4.5. DISCUSSÃO ACERCA DO PERÍODO DE TRANSIÇÃO

Apesar de mais de vinte anos de pesquisa no campo do UBCA entre cerâmicas avançadas lubrificadas a água, investigações com ênfase no período de *running-in* são extremamente escassas na literatura. Blau (2005) afirma que trabalhos destinados a interpretar o regime de transição são extremamente raros e que a maioria dos autores, ao trabalhar com atrito e desgaste, tende a ignorar o período de transição e investigar apenas o regime estacionário.

Entretanto, a compreensão do que ocorre nos instantes iniciais do deslizamento pode, possivelmente, explicar questões referentes ao comportamento do atrito e desgaste em ensaios tribológicos (BLAU, 2005). Por este motivo, o período de *running-in* foi abordado de maneira sistemática neste trabalho.

4.5.1. Descrição do *running-in* (0 – 10 minutos de deslizamento)

Como a frequência de aquisição de dados foi de 1 Hz, os picos de coeficiente de atrito em função do tempo de ensaio representam justamente as variações da força de atrito nesta frequência (FERREIRA, 2008). Por conseguinte, é possível contabilizar o número de picos de μ por simples observação dos gráficos. A Figura 47 ilustra os cinco primeiros minutos (300 segundos) de deslizamento de dois ensaios distintos (Ensaio 7 e 8). Pela própria figura, é imediato observar e quantificar as oscilações dos valores de coeficiente de atrito em função do tempo.

Adicionalmente, a Tabela 7 exibe a quantidade de picos de atrito e o respectivo coeficiente de atrito médio durante os cinco minutos iniciais de cada ensaio realizado.

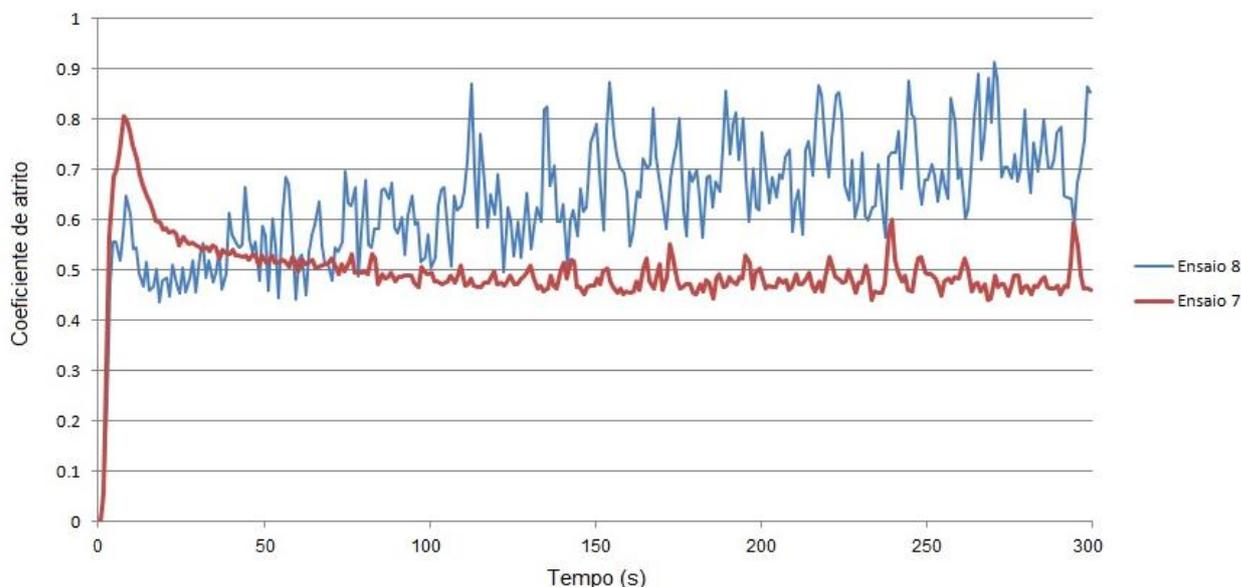


Figura 47 – Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido nos primeiros cinco minutos de deslizamento dos ensaios 7 e 8.

Em condições de ensaio similares às adotadas neste trabalho, Ferreira (2008) observou aproximadamente 50 picos de μ durante os cinco primeiros minutos de ensaio. Em ensaios na mesma faixa de rugosidade adotada por Ferreira (2008), isto é, nos ensaios de número um e cinco, foram contabilizados 47 e 42 picos de coeficiente de atrito, respectivamente. Logo, o número de picos para rugosidades similares apresentou valores compatíveis com os obtidos por Ferreira (2008).

Em contradição, Ferreira (2008) percebeu uma diminuição do número de picos de atrito ao reduzir a rugosidade superficial dos discos de 350 para 10 nm. No entanto, neste trabalho, ao reduzir a rugosidade (R_q) dos discos, de 378 para 265 nm, o número de picos aumentou consideravelmente (42 para 69 picos de μ). Este resultado contradiz a tendência proposta por Ferreira (2008), porém rugosidades mais baixas deveriam ser testadas para comprovar este efeito.

Em relação ao coeficiente de atrito médio obtido nos primeiros 300 segundos de ensaio, Ferreira (2008) obteve valores de μ da faixa de $0,28 \pm 0,03$. Portanto, pela Tabela 7, é imediato notar que o coeficiente de atrito médio foi superior ao obtido por Ferreira (2008) no mesmo intervalo de tempo. Além do mais, ao fazer uma

comparação entre a magnitude das oscilações de μ nos dois trabalhos em questão, Ferreira (2008) observou, proporcionalmente, uma menor variação dos valores de μ durante este mesmo período. Um estudo mais aprofundado sobre a oscilação do coeficiente de atrito será discutida em breve neste mesmo tópico.

Tabela 7 – Quantidade de picos e coeficiente de atrito médio obtido nos cinco primeiros minutos de deslizamento dos ensaios tribológicos.

	Quantidade de picos (0 – 300 segundos)	Coeficiente de atrito médio, μ_M (0 – 300 segundos)
Ensaio 01	~47	0,581 \pm 0,093
Ensaio 02	~40	0,526 \pm 0,070
Ensaio 03	~41	0,617 \pm 0,091
Ensaio 04	~37	0,519 \pm 0,064
Ensaio 05	~42	0,502 \pm 0,062
Ensaio 06	~38	0,597 \pm 0,109
Ensaio 07	~30	0,498 \pm 0,068
Ensaio 08	~69	0,639 \pm 0,119

A Figura 48 mostra os primeiros dez minutos de deslizamento para três ensaios distintos com valores de rugosidade superficial da mesma faixa (ensaios de número 1, 2 e 5). Através da figura, é possível notar a robustez do tribômetro e a boa repetibilidade dos resultados.

Por outro lado, a Figura 49 contrasta os primeiros dez minutos do período de *running-in* do ensaio de menor e maior rugosidade superficial dos discos (ensaios 8 e 3, respectivamente). Apesar da considerável diferença entre a rugosidade superficial dos discos de óxido de alumínio nestes dois ensaios, os valores de coeficiente de atrito se mantiveram oscilando na mesma faixa durante os primeiros dez minutos de deslizamento. No ensaio com o disco de maior rugosidade (ensaio

3), o pico inicial de μ foi substancialmente superior – aproximadamente, o dobro – quando comparado com o ensaio de número oito. Este comportamento pode estar associado com as maiores pressões de contato decorrentes das maiores rugosidades superficiais do disco empregado no ensaio três.

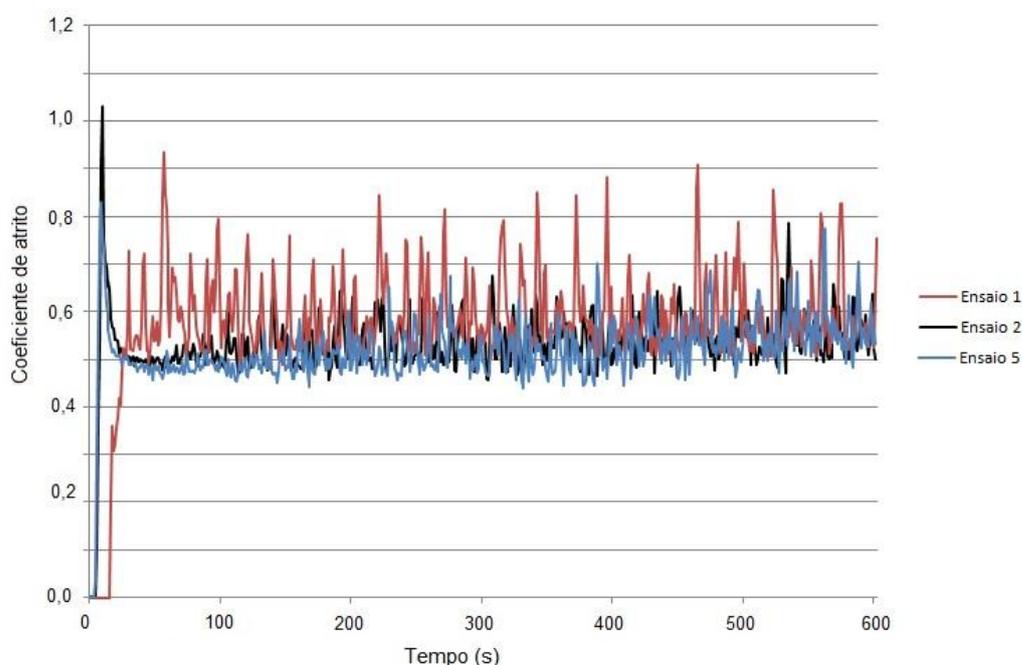


Figura 48 – Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido nos primeiros dez minutos de deslizamento dos ensaios 1, 2 e 5.

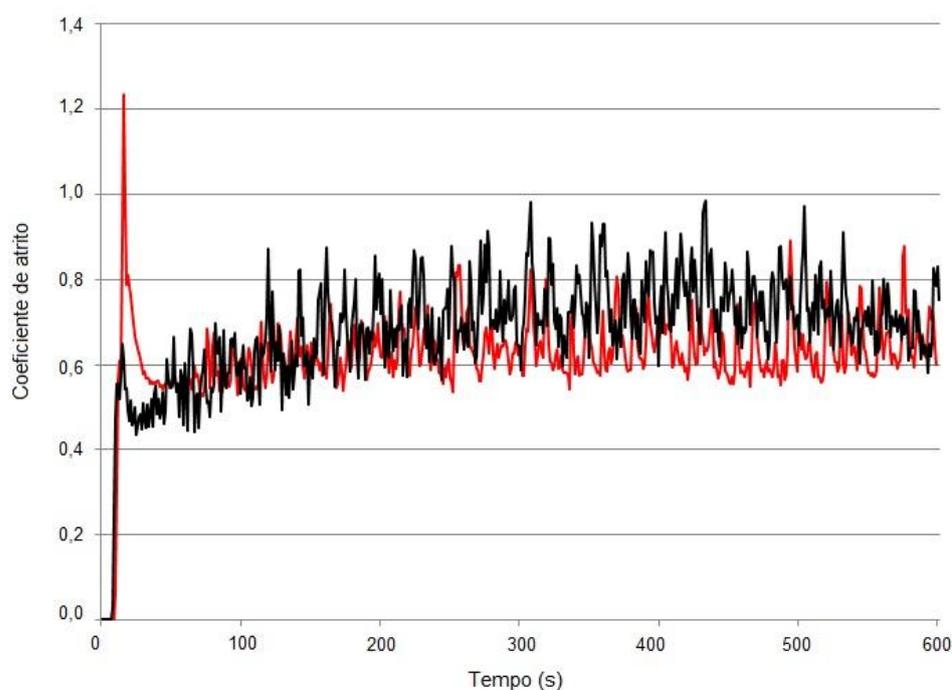


Figura 49 – Comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água durante os primeiros 600 segundos de deslizamento para os ensaios de número 3 e 8.

Chen, Kato e Adachi (2001) relataram uma dependência entre o coeficiente de atrito inicial e a rugosidade superficial inicial para pares $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$. Para valores de R_q da faixa de $0,3 \mu\text{m}$, estes autores observaram um valor inicial de coeficiente de atrito de aproximadamente 1, o que está de acordo com o observado neste trabalho para valores de rugosidade semelhantes.

Com o intuito de expandir esta análise, a Figura 50 relaciona os valores iniciais de pico de coeficiente de atrito com o parâmetro R_q , enquanto que a influência da magnitude do pico inicial de μ sobre o tempo de transição é mostrada na Figura 51. Conforme pode ser observado nas figuras citadas acima, não foi possível estabelecer uma boa relação entre as variáveis investigadas em ambos os casos. Em geral, estes resultados são de difícil assimilação, uma vez que o peso morto, apesar de ser aplicado com ausência de impacto, é inserido manualmente no sistema. É importante salientar que devido ao caráter atípico do ensaio 6, relacionado ao tempo de *running-in* muito aquém dos demais ensaios e referências na literatura (neste ensaio, o tempo de estabilização foi muito elevado quando comparado aos demais: 97 minutos), o mesmo foi negligenciado nas Figuras 50, 51, 58, 59 e 62.

Além disso, é válido destacar que apesar de, no presente estudo, o tempo de transição ser a variável dependente nas análises referentes às Figuras 51, 58, 59, 61, 62 e 77, o mesmo foi inserido no eixo das abscissas ao invés de ser colocado no eixo das ordenadas. Neste trabalho, esta metodologia foi adotada com o objetivo de tornar a análise gráfica mais simples e imediata. Em adição, é importante ressaltar que, caso os eixos fossem invertidos, as equações das retas de ajuste seriam diferentes, porém a qualidade do ajuste da reta em relação aos pontos experimentais – estimada pela variável R^2 – permaneceria inalterada.

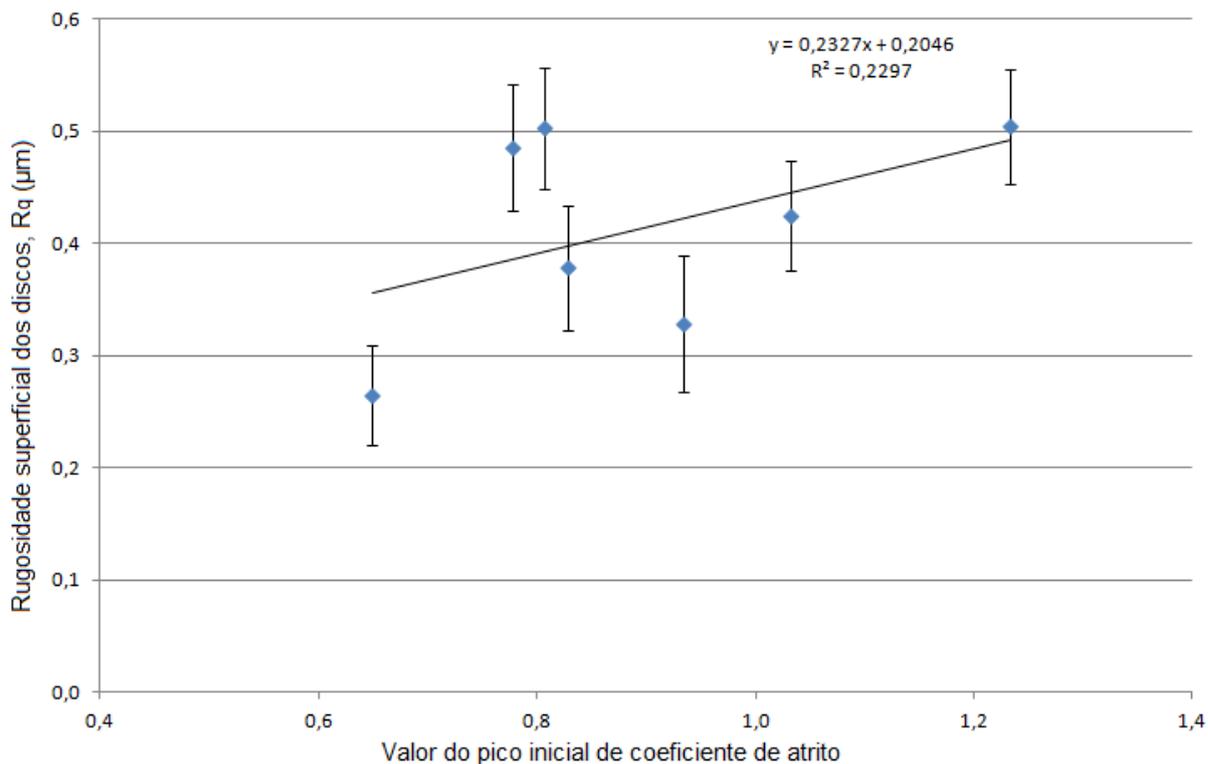


Figura 50 – Relação entre a rugosidade superficial inicial dos discos de alumina e o valor inicial do pico de coeficiente de atrito.

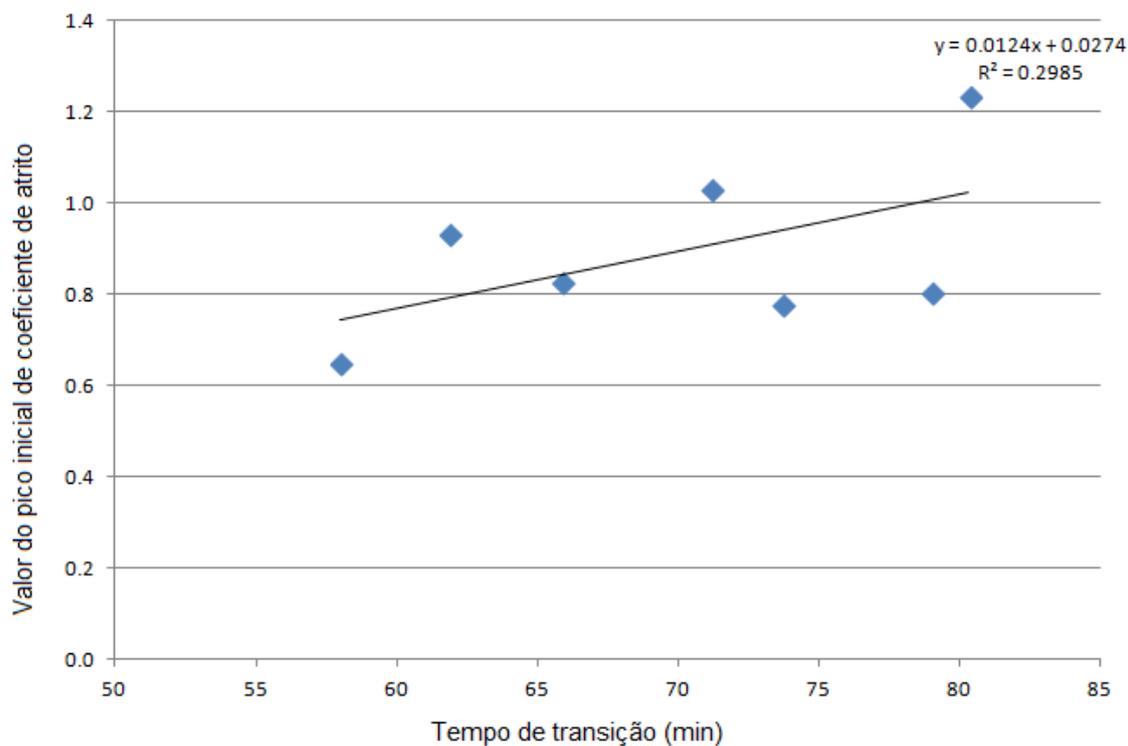


Figura 51 – Relação entre o valor inicial do pico de coeficiente de atrito e o tempo de transição.

4.5.2. Descrição do *running-in* (10 – 30 minutos de deslizamento)

As Figuras 52 e 53 ilustram o comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo para um intervalo de tempo específico (10 a 30 minutos) contido inteiramente no período de *running-in*. É importante destacar que o eixo das ordenadas - que indica justamente os valores de μ - foi mantido na mesma escala para todos os gráficos inseridos neste tópico e nos demais que objetivam o tratamento do comportamento do coeficiente de atrito no período de *running-in* (seções 4.5.3 e 4.5.4). Este artifício, intencional, foi usado com o intuito de facilitar comparações entre a magnitude de oscilações do coeficiente de atrito.

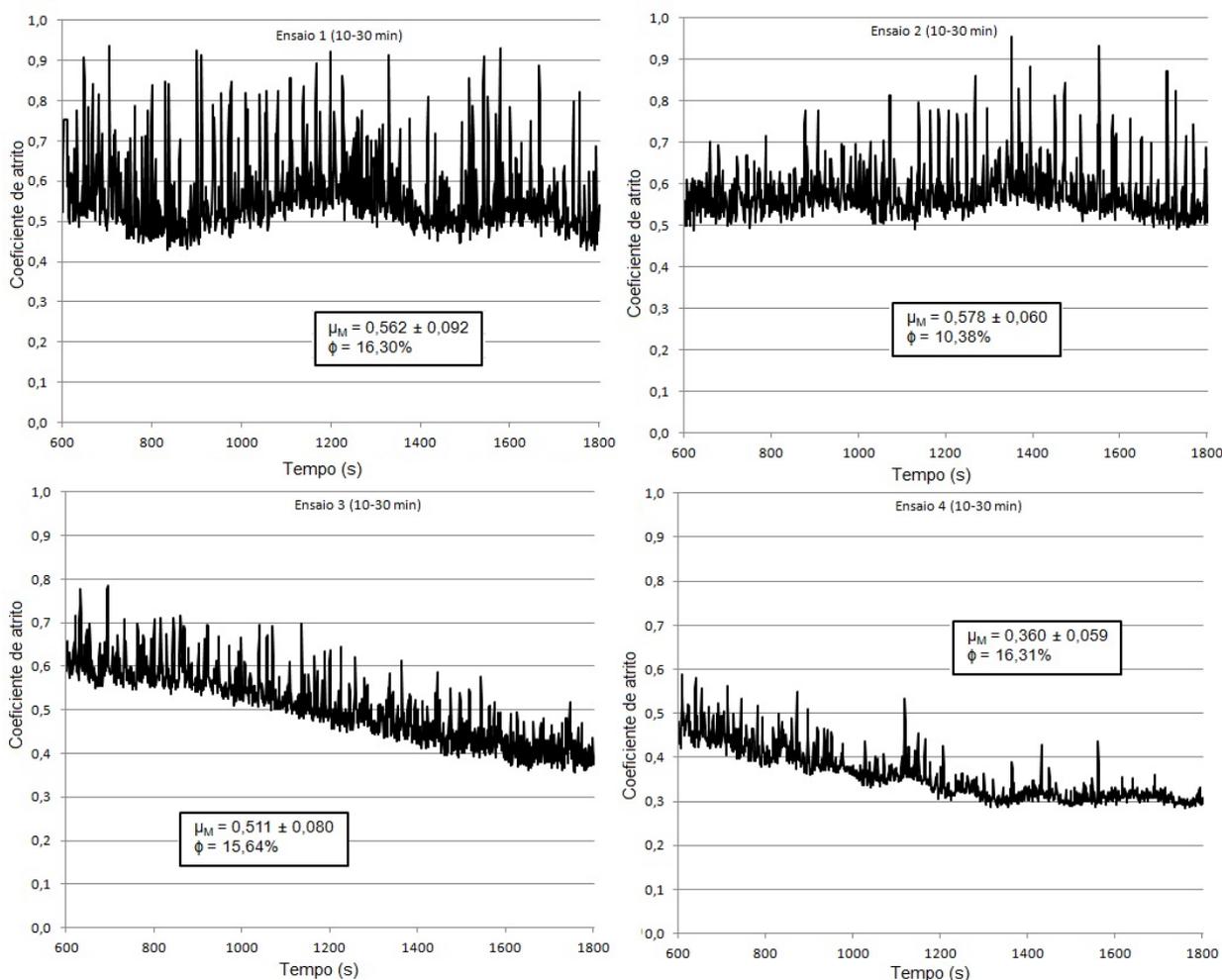


Figura 52 – Comportamento de μ durante um intervalo de tempo contido no período de transição (600 a 1800 segundos) para os ensaios de número 1, 2, 3 e 4.

Em adição, cada ensaio, traz o seu respectivo valor de coeficiente de atrito médio (μ_M) e coeficiente de variação do coeficiente de atrito (ϕ) para o intervalo investigado.

Este último, definido como o quociente entre o desvio padrão e o valor médio de coeficiente de atrito correspondente para cada ensaio, descreve justamente o caráter oscilatório do coeficiente de atrito durante o intervalo de tempo analisado.

Como já era de se esperar, o comportamento bastante oscilatório dos valores de μ durante os instantes iniciais de teste (600 a 1800 segundos de tempo de deslizamento) estão presentes em todos os oito ensaios.

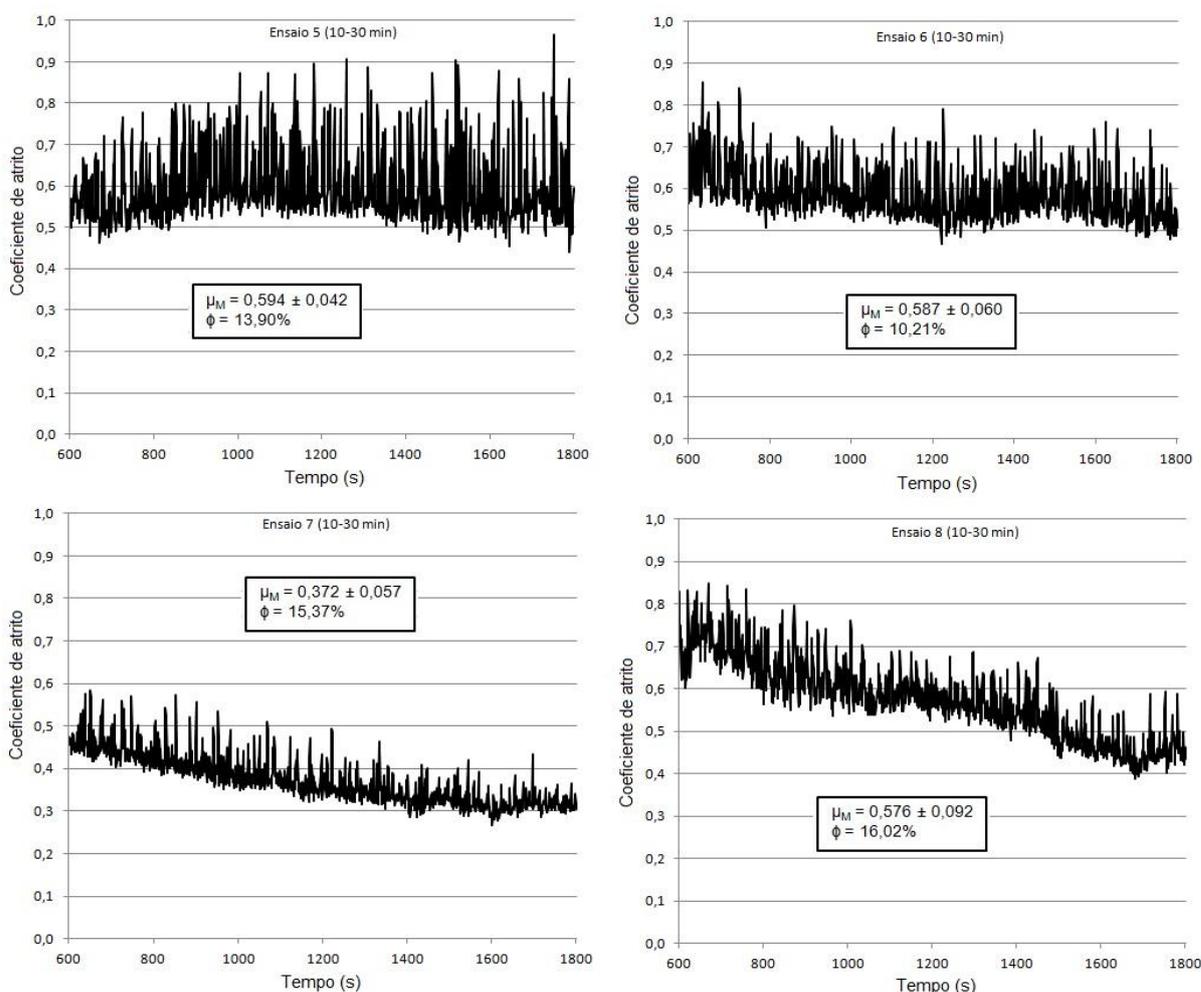


Figura 53 – Comportamento de μ durante um intervalo de tempo contido no período de transição (600 a 1800 segundos) para os ensaios de número 5, 6, 7 e 8.

É notório que, durante o intervalo de tempo em questão, os ensaios de número 1, 2, 5 e 6 apresentaram oscilações de atrito num patamar praticamente paralelo ao eixo das abscissas (no caso, o eixo que representa o tempo de ensaio), ao passo que nos demais ensaios – ensaios de número 3, 4, 7 e 8 – os valores de μ apresentaram caráter decrescente no referido intervalo de tempo.

Os valores de coeficiente de atrito médio (μ_M) variaram da faixa de 0,5 a 0,6 para praticamente todos os ensaios. Em oposição, os ensaios de número 4 e 7 apresentaram valores de μ_M consideravelmente mais baixos durante este intervalo de tempo (da ordem de 0,3). É válido adiantar que estes mesmos ensaios, de número 4 e 7, apresentaram taxas de desgaste próximas e consideravelmente mais baixas quando comparados aos demais ensaios tribológicos.

4.5.3. Descrição do *running-in* (30 – 50 minutos de deslizamento)

As Figuras 54 e 55 exibem o comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo para um intervalo de tempo específico (30 a 50 minutos) contido inteiramente no período de *running-in*. Analogamente, para cada ensaio, o valor de coeficiente de atrito médio (μ_M) e o coeficiente de variação do coeficiente de atrito (ϕ) são mostrados nas referidas figuras.

Com o decorrer dos ensaios, agora comparando o comportamento do atrito no intervalo descrito nesta seção (30 a 50 minutos) com o descrito na seção anterior (4.5.2), pode ser observada uma diferença do espectro das curvas de μ para quase todos os ensaios, com a exceção dos ensaios de número 1, 2 e 8. Nos dois primeiros, o comportamento do atrito se manteve oscilando quase que paralelamente ao eixo das abscissas. Já no ensaio 8, em particular, o coeficiente de atrito permaneceu reduzindo-se rapidamente em função do tempo, em proporção similar à observada no intervalo investigado anteriormente.

No ensaio de número 3, o padrão decrescente da curva de coeficiente de atrito por tempo, observado no intervalo de 10 a 30 minutos de deslizamento, não se manteve nos vinte minutos subsequentes de ensaio (30 – 50 minutos). Pelo gráfico referente ao ensaio três, mostrado na Figura 54, é possível notar que o valor médio de coeficiente de atrito foi da ordem de 0,4 durante todo o intervalo de tempo em questão.

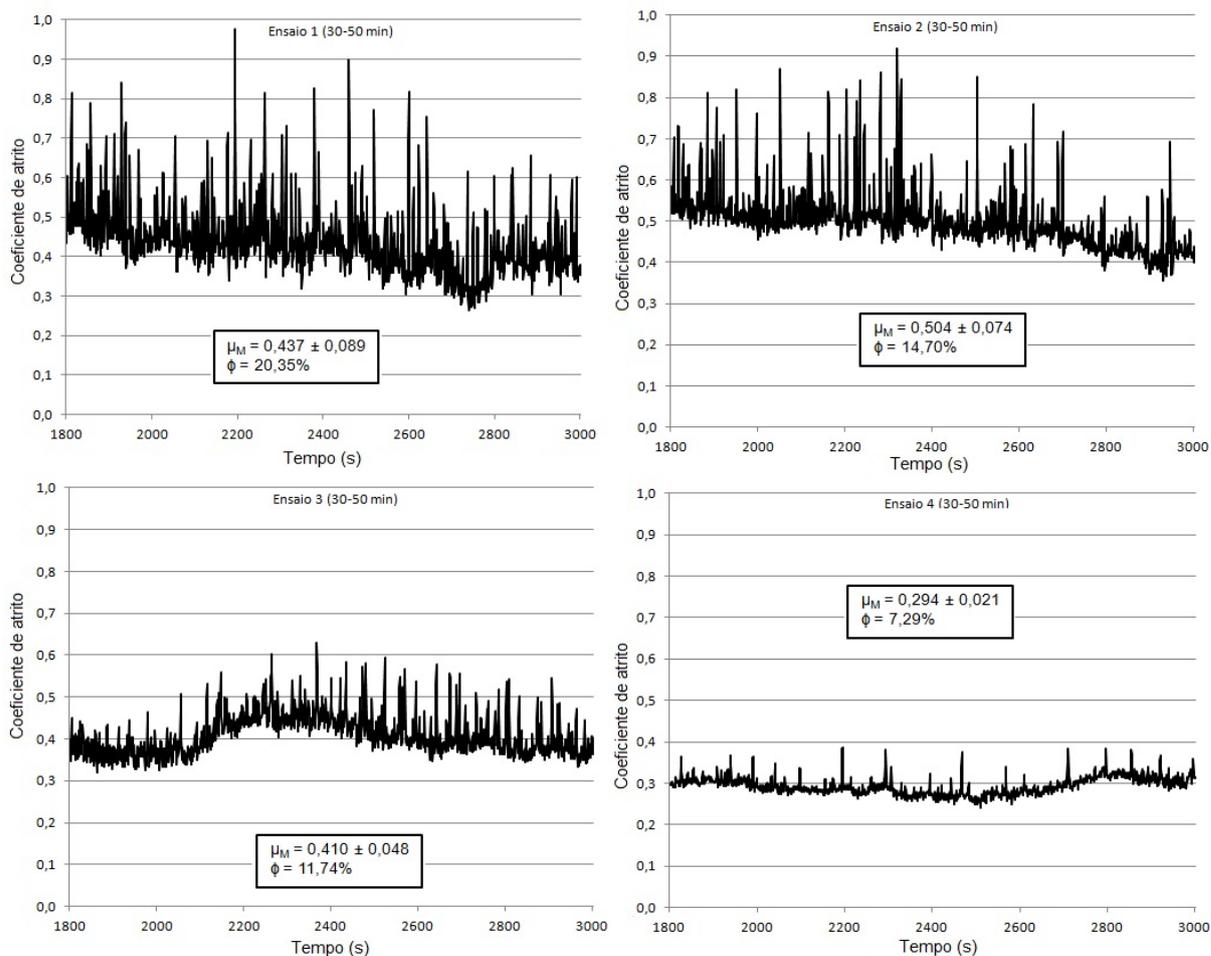


Figura 54 – Comportamento de μ durante um intervalo de tempo contido no período de transição (1800 a 3000 segundos) para os ensaios de número 1, 2, 3 e 4.

Alternativamente, no quarto ensaio, a curva de atrito seguiu a tendência exibida ao final do intervalo descrito na seção anterior (10 – 30 minutos) e se estabilizou em um valor de μ de aproximadamente 0,3 durante todo o intervalo de tempo analisado nesta seção. Como consequência, o valor de ϕ foi drasticamente reduzido em relação ao apresentado na seção anterior (de 16,31% para 7,29%).

Ainda acerca do parâmetro ϕ , no intervalo contido entre 30 e 50 minutos de deslizamento, é importante destacar os elevados valores obtidos para os ensaios 1, 5, 6 e 8 (20,35%, 21,86%, 19,03% e 29,18%, respectivamente). Além do mais, estes mesmos valores de ϕ excedem os obtidos nos gráficos equivalentes – para os mesmos ensaios – apresentados no intervalo de tempo anterior (10-30 minutos).

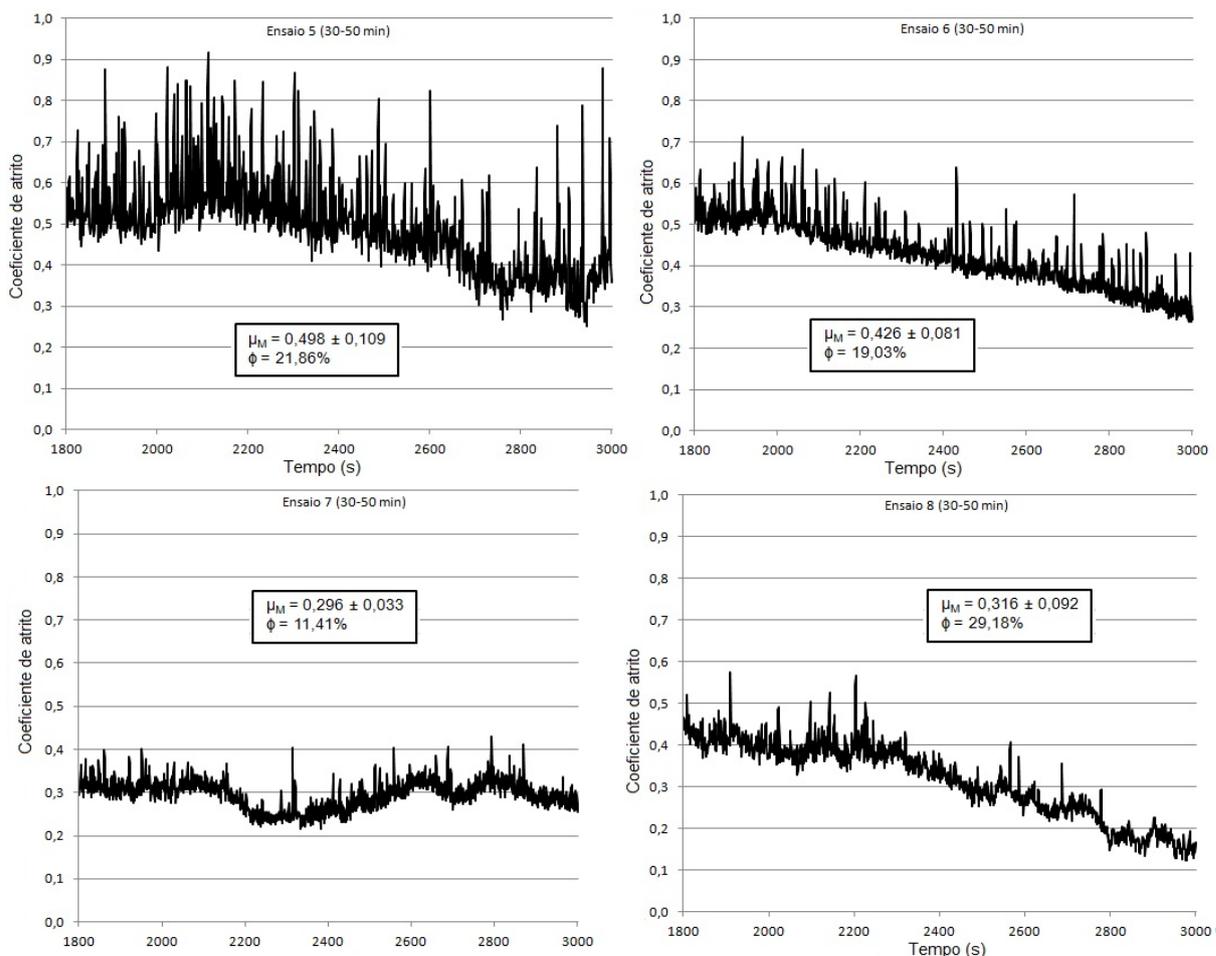


Figura 55 – Comportamento de μ durante um intervalo de tempo contido no período de transição (1800 a 3000 segundos) para os ensaios de número 5, 6, 7 e 8.

4.5.4. Descrição do *running-in* (50 minutos – fim do *running-in*)

Na sequência, as Figuras 56 e 57 mostram o comportamento do coeficiente de atrito em função do tempo para um intervalo de tempo iniciado em 50 minutos de deslizamento (3000 segundos) e que se estende até o final do período de *running-in*. Logo, é válido destacar que a escala do eixo que representa o tempo de ensaio é variável para cada ensaio.

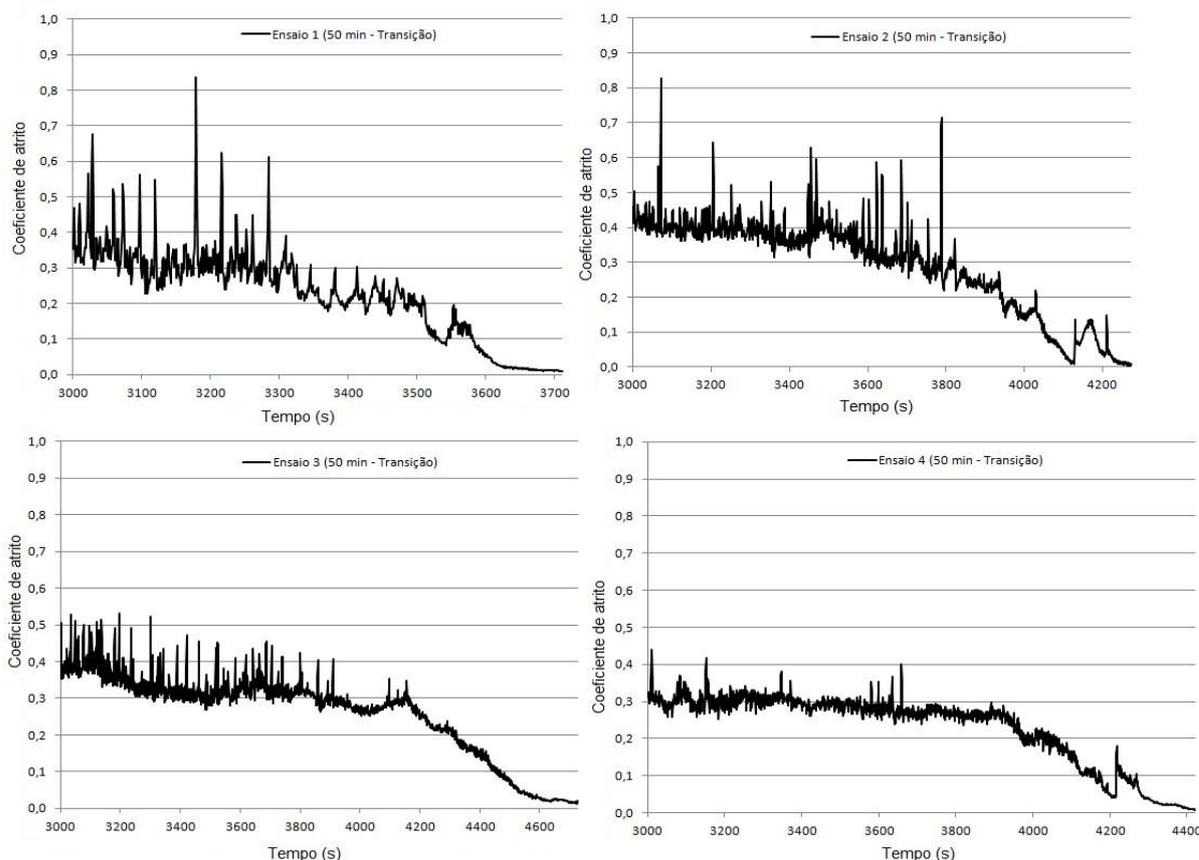


Figura 56 – Comportamento de μ para os ensaios 1, 2, 3 e 4, levando em consideração o intervalo de tempo contido a partir dos 50 minutos (3000 segundos) de deslizamento e o fim do período de transição.

Em contradição aos tópicos anteriores, os valores de μ_M e ϕ não foram calculados nesta seção, uma vez que os valores de coeficiente de atrito são reduzidos em aproximadamente 100 vezes no intervalo de tempo em análise, o que os tornaria incongruentes para as comparações de interesse. Neste contexto, é possível justificar ainda que comparações seriam inadequadas, pois o número de pontos de coeficiente de atrito durante o período de tempo analisado, neste tópico, é função da duração do período de *running-in* e, portanto, difere para cada ensaio.

Esta seção, de difícil análise, por si só, indica o quanto é complexo estudar o regime de transição, sobretudo o que ocorre minutos antes do coeficiente de atrito ser reduzido de valores da casa dos décimos para os milésimos. Os picos de atrito de maior magnitude são observados nos ensaios 1, 2 e 5, ao passo que oscilações de menor magnitude dos valores de μ podem ser notadas nos ensaios 4, 7 e 8. Neste aspecto, os ensaios 3 e 6 apresentaram um comportamento intermediário.

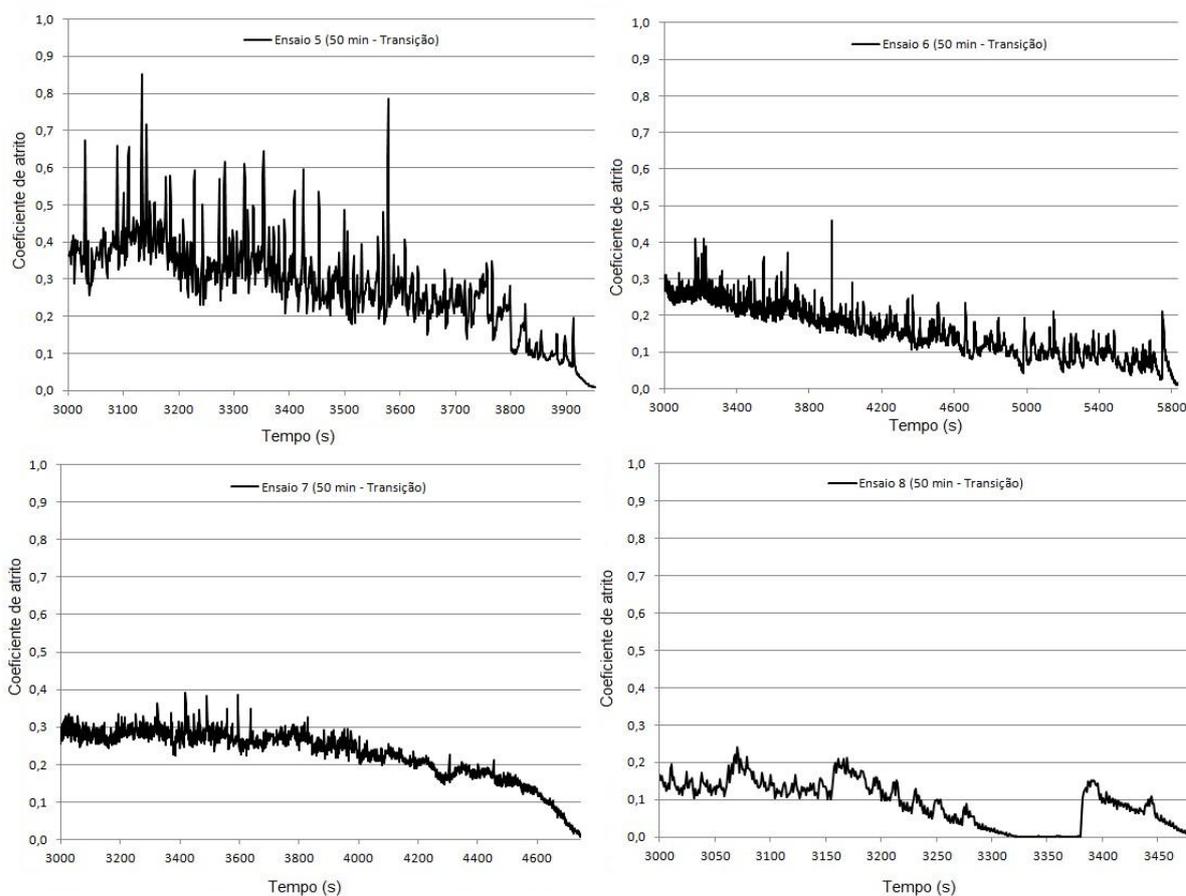


Figura 57 – Comportamento de μ para os ensaios 5, 6, 7 e 8, levando em consideração o intervalo de tempo contido a partir dos 50 minutos (3000 segundos) de deslizamento e o fim do período de transição.

4.5.5. Considerações finais sobre o período de *running-in*

Após os ensaios tribológicos, foi possível estabelecer uma relação entre a rugosidade superficial inicial dos discos e o tempo de *running-in* (Figura 58). É importante destacar que, conforme já justificado, o ensaio 6 não foi considerado nesta figura. De uma maneira geral, o aumento da rugosidade inicial contribuiu para um maior tempo de estabilização do regime de UBCA. Este resultado está coerente com o de diversos trabalhos da literatura (WONG; UMEHARA; KATO, 1998; CHEN; KATO; ADACHI, 2001; JAHANMIR; OZMEN; IVES, 2004; FERREIRA, 2008).

Uma explicação aceita é que superfícies menos rugosas necessitam de um espaço de tempo menor para se adequarem e assim possibilitar, em termos de lubrificação,

a obtenção do regime de UBCA. Conforme já esclarecido, a adequação das superfícies está intimamente relacionada com as reações triboquímicas. Chen, Kato e Adachi (2001) elaboraram uma análise interessante entre a rugosidade superficial inicial e as reações triboquímicas: Com o aumento da rugosidade inicial, a pressão de contato de Hertz nas asperezas aumenta, o desgaste aumenta e a pressão principal de contato é reduzida, o que leva a um aumento do tempo necessário para que as reações triboquímicas ocorram (CHEN; KATO; ADACHI, 2001).

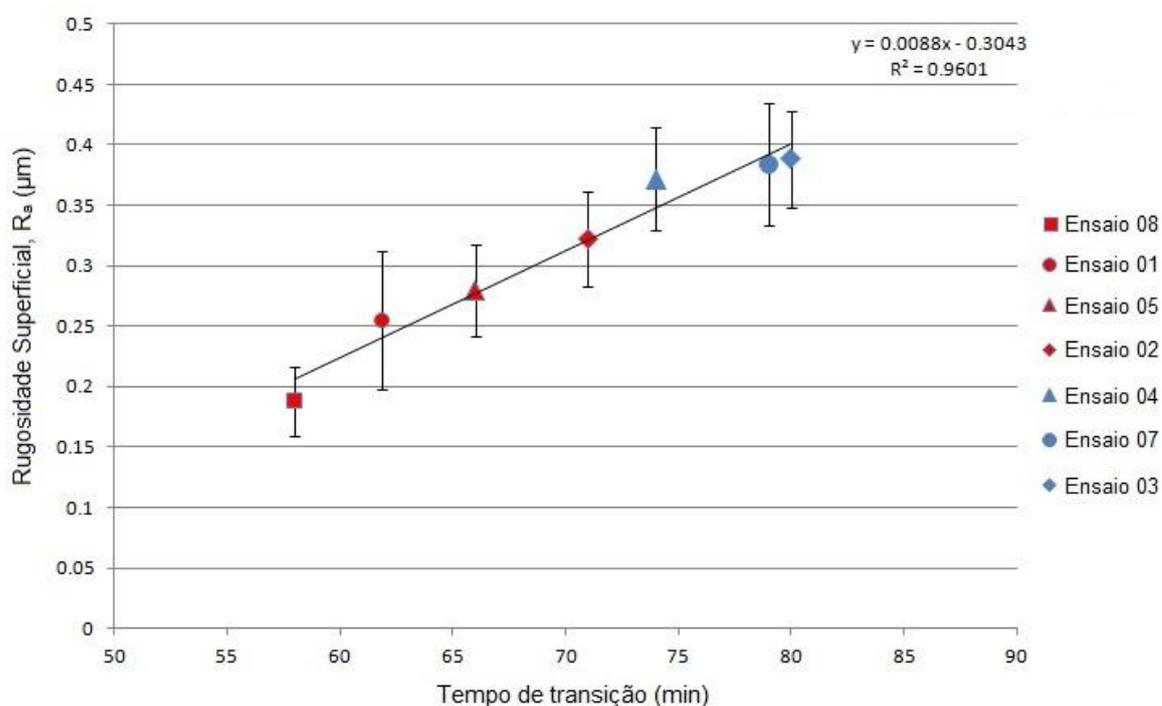


Figura 58 – Relação entre rugosidade superficial (R_a) dos discos antes dos ensaios e tempo de running-in para cada ensaio tribológico.

Ferreira (2008) obteve, ao trabalhar com discos de valores de R_q da ordem de 350 nm, tempos de transição inferiores – da ordem de 53 minutos – quando comparados com os deste trabalho. Neste aspecto, o menor tempo demandado até a estabilização do regime de UBCA pode ser explicado pelo efeito sinérgico da consideravelmente baixa rugosidade superficial dos discos combinada com a carga normal superior à adotada neste trabalho. No contexto do UBCA entre cerâmicas lubrificadas a água, o aumento da carga normal – assim como da velocidade de deslizamento – pode favorecer o aumento da taxa das reações triboquímicas entre estes materiais e a água. Jahanmir, Ozmen e Yves (2004) obtiveram, entre o par Si_3N_4 - Si_3N_4 , períodos de *running-in* consideravelmente mais curtos para a condição de mais alta carga aliada com a de maior velocidade de deslizamento.

O batimento, por sua vez, também teve relação direta com a duração do período de *running-in* (Figura 59). Através de uma análise da figura em questão é possível notar que maiores erros de paralelismo durante a montagem do disco no tribômetro favoreceram períodos de transição mais duradouros. Em acordo, Santos (2012) também obteve períodos transitórios mais longos para ensaios efetuados com maiores valores de batimento.

Uma possível explicação para este comportamento pode ser a tendência de que maiores valores de batimento, dado um ω constante, induzem vibrações mecânicas de maior amplitude, considerando a configuração tribológica adotada (esfera-disco). Como resposta ao caráter oscilatório da altura do disco (em relação a um plano de referência situado na base de encaixe do porta-disco no tribômetro) em função do movimento de rotação do mesmo, existe a possibilidade destas vibrações – potencializadas por valores de batimento elevados – resultarem em mudanças frequentes da pressão de contato nas asperezas dos materiais, o que pode influenciar na cinética das reações triboquímicas e, conseqüentemente, causar perturbações no estabelecimento do filme lubrificante (inclusive, pode resultar em eventuais quebras do filme hidrodinâmico). Este último fato é supostamente o que sustenta a relação de maiores valores de batimento resultarem em períodos transitórios mais extensos. A influência da rigidez e das vibrações de um sistema em relação ao comportamento do atrito foram citadas por Blau (2001).

Ainda em relação à Figura 59, os ensaios de número 6 e 8 foram negligenciados. O primeiro foi descartado por ter sido considerado atípico (conforme já destacado anteriormente), enquanto que o último não foi incluído por, no contexto da referida análise, possuir um efeito antagônico de baixa rugosidade superficial combinada com batimento relativamente alto. Conforme recém-constatado neste trabalho, valores baixos de rugosidade superficial favorecem tempos de *running-in* mais curtos, enquanto que o aumento do batimento acarreta em um aumento do tempo de transição. Portanto, a combinação de batimento com rugosidade superficial do ensaio oito, resultou em um período de *running-in* impróprio para comparação. Por este motivo, este ensaio foi ocultado na figura em questão. Porém, de qualquer forma, o gráfico completo – incluindo o ensaio 8 – é exibido no Anexo G.

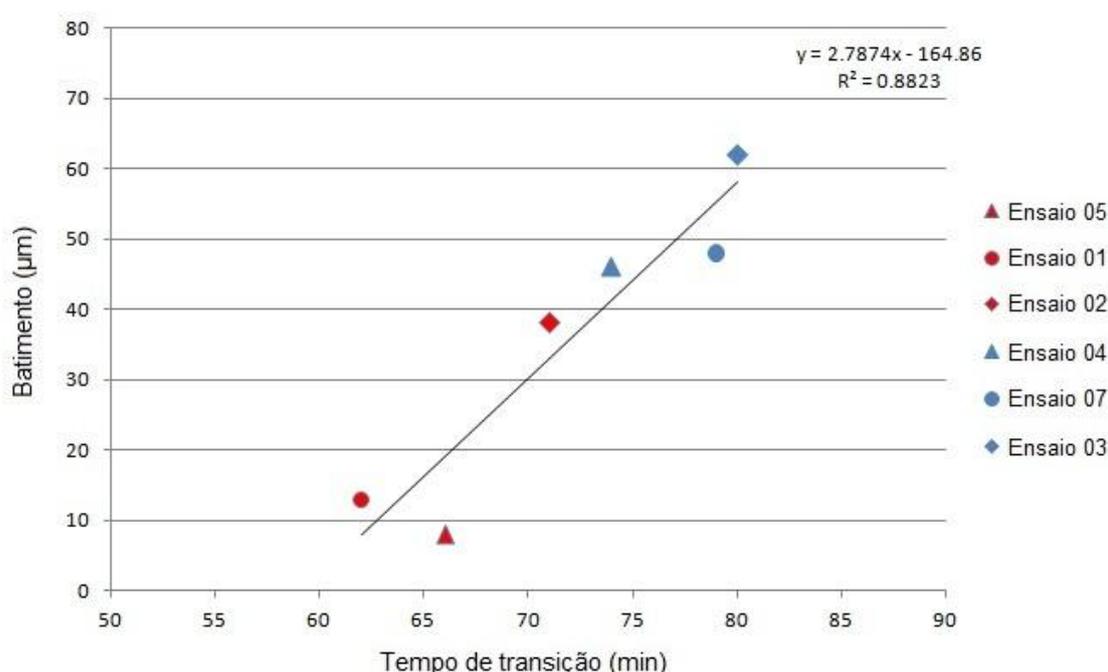


Figura 59 – Relação entre batimento e tempo de *running-in* obtida nos ensaios tribológicos.

Na sequência, agora considerando toda a extensão do período de *running-in*, foram calculados – para todos os ensaios – os valores médios de coeficiente de atrito durante o regime transitório (μ_T) e o respectivo coeficiente de variação do coeficiente de atrito (ϕ), conforme mostrado na Tabela 8.

De imediato, é possível notar que os ensaios de número 6 e 8, os quais foram os únicos a apresentarem as curvas de atrito de decaimento progressivo dos valores de μ ao longo do tempo, apresentaram os maiores valores de ϕ (60,26% e 49,81%, respectivamente). Em contradição, curvas de atrito caracterizadas por valores de μ oscilando quase que paralelamente ao eixo das abscissas (por exemplo, o ensaio de número 4) seguidas por uma transição caracterizada por uma queda abrupta dos valores de coeficiente de atrito (da ordem dos décimos para os milésimos) em poucos minutos – conforme observado por Santos (2012), Oliveira (2012) e na maioria dos ensaios realizados neste trabalho – apresentaram valores de ϕ mais reduzidos. Logo, devido aos diferentes modos de decaimento do coeficiente de atrito em função do tempo de ensaio, não foi possível obter uma boa relação entre o caráter oscilatório do coeficiente de atrito, medido pela variável ϕ , e o tempo de transição.

Tabela 8 – Coeficiente de atrito médio obtido durante o período de transição, coeficiente de variação de μ durante o *running-in* e tempo de transição para cada ensaio tribológico.

	Coeficiente de atrito médio durante o <i>running-in</i> (μ_T)	Coeficiente de variação de μ_T (ϕ)	Tempo de transição (min)
Ensaio 01	0,461 \pm 0,160	34,85%	62
Ensaio 02	0,465 \pm 0,150	32,31%	71
Ensaio 03	0,401 \pm 0,163	40,76%	80
Ensaio 04	0,321 \pm 0,114	35,66%	74
Ensaio 05	0,479 \pm 0,153	31,90%	66
Ensaio 06	0,351 \pm 0,212	60,26%	97
Ensaio 07	0,314 \pm 0,102	32,64%	79
Ensaio 08	0,438 \pm 0,218	49,81%	58

Portanto, neste trabalho, devido à disparidade entre o modo de decaimento dos valores de μ durante o regime transitório e, objetivando normalizar as comparações em relação ao caráter oscilatório do coeficiente de atrito, foi instituído um parâmetro de correção dependente da inclinação de uma reta média dos valores de coeficiente de atrito durante o *running-in*, caracterizado por um ângulo de decaimento (σ). A Figura 60 exemplifica o método de obtenção de σ para um dos ensaios tribológicos efetuados neste trabalho (no caso, o ensaio de número 8).

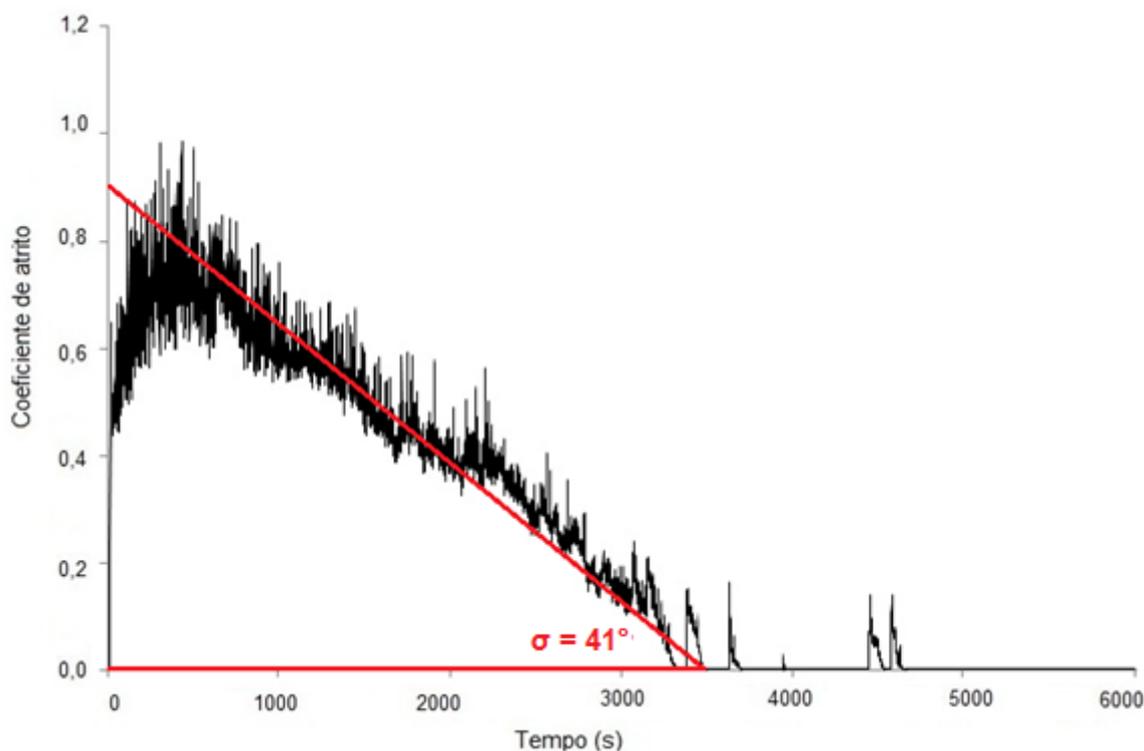


Figura 60 – Exemplo de medição do ângulo σ para o ensaio de número 8.

Uma vez obtido o ângulo σ , foi introduzido um fator de correção relacionado ao cosseno deste ângulo, de modo a normalizar os resultados referentes ao caráter oscilatório do coeficiente de atrito. Este artifício trigonométrico possibilitou a obtenção do coeficiente de variação do coeficiente de atrito normalizado (η), o qual é definido como sendo o produto entre ϕ e o $\cos(\sigma)$. A Tabela 9 exibe os valores dos ângulos de decaimento e o respectivo valor de η , calculado para cada ensaio.

A partir dos valores do coeficiente de variação do coeficiente de atrito normalizado (η), foi possível estabelecer uma boa correlação entre esta variável e o tempo de transição (Figura 61). Através desta figura, em geral, quanto maior são os valores de η , maior é o tempo demandado para o estabelecimento do período estacionário dos coeficientes de atrito muito baixos. Em outras palavras, quanto mais o coeficiente de atrito oscila (em relação à amplitude e frequência dos picos de μ) durante o período de *running-in*, maior é a duração do mesmo.

Tabela 9 – Ângulo de decaimento (σ), coeficiente de variação do coeficiente de atrito normalizado (η) e tempo de transição para cada ensaio.

	σ	η	Tempo de transição (min)
Ensaio 01	19°	32,95%	62
Ensaio 02	10°	31,82%	71
Ensaio 03	15°	39,37%	80
Ensaio 04	9°	35,22%	74
Ensaio 05	15°	30,80%	66
Ensaio 06	28°	52,97%	97
Ensaio 07	10°	32,24%	79
Ensaio 08	41°	33,97%	58

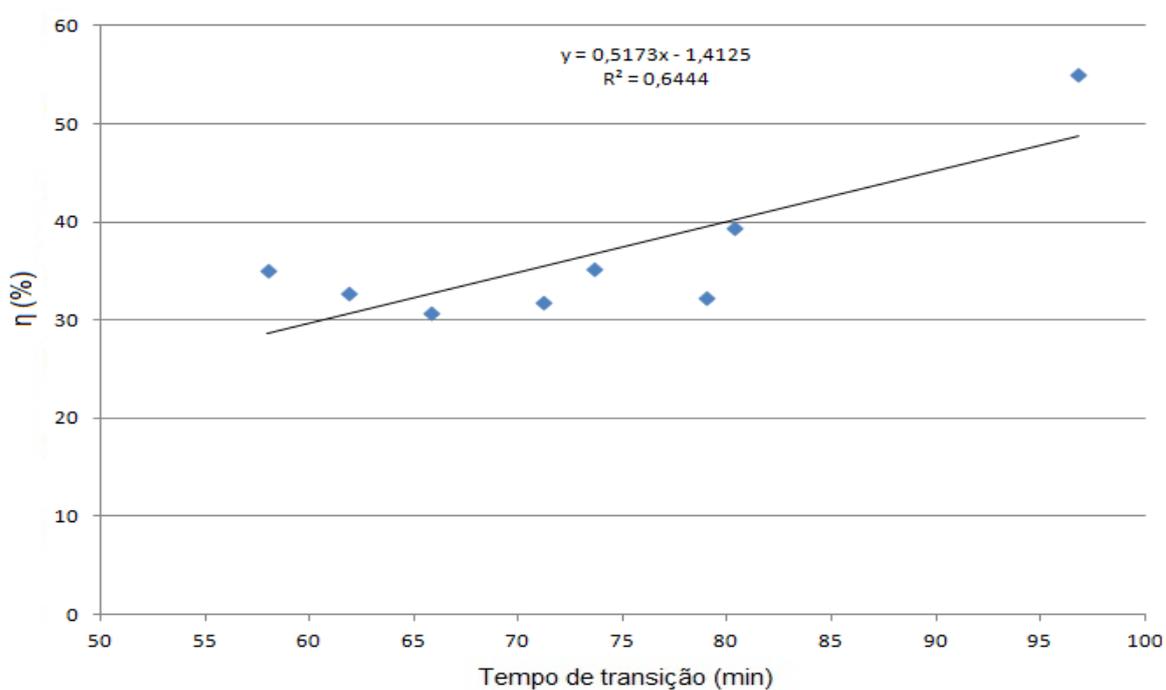


Figura 61 – Relação entre o coeficiente de variação do coeficiente de atrito normalizado (η) e o tempo de transição.

Por fim, a rugosidade superficial dos discos em conjunto com o batimento durante a montagem dos mesmos podem estar associados ao tempo demandado até a estabilização do período estacionário. Neste trabalho, acredita-se que pode existir um efeito sinérgico, entre o valor de R_q e o batimento, em relação ao tempo de transição. Esta hipótese é sustentada pela Figura 62, a qual relaciona o produto do batimento pela rugosidade R_q (μm^2) com o tempo de *running-in* (min) dos ensaios. Conforme já justificado anteriormente, os ensaios 6 e 8 não foram considerados na análise em questão. De qualquer forma, o gráfico completo, contendo todos os ensaios tribológicos, está disponível no Anexo H.

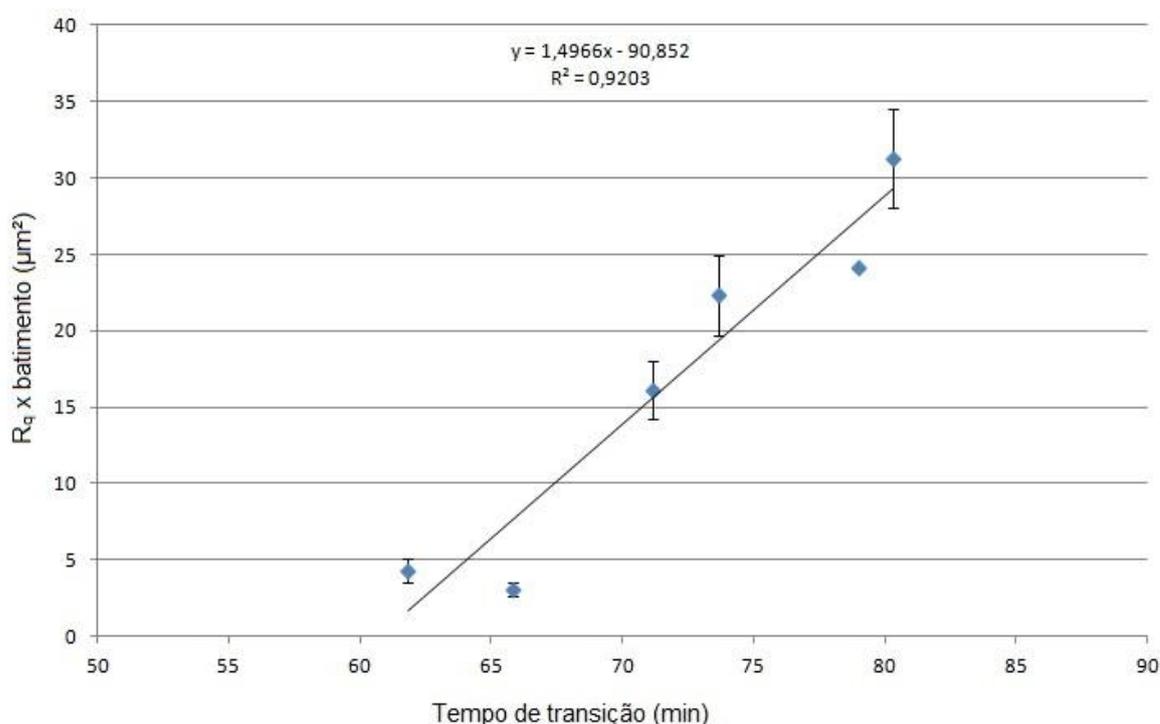


Figura 62 – Relação entre o produto R_q x batimento (μm^2) e tempo de *running-in* (min).

4.6. DISCUSSÃO ACERCA DO REGIME ESTACIONÁRIO

Decorrido o período transitório de coeficientes de atrito elevados, um período de coeficiente de atrito muito baixo – O regime de UBCA, propriamente dito – é estabelecido. Até o momento, na literatura, nenhuma correlação entre o que acontece no *running-in* e o valor final de atrito obtido no regime estacionário foi

estabelecida. De qualquer forma, a Tabela 10 contém os valores de μ obtidos no regime estacionário dos ensaios tribológicos.

Tabela 10 – Valores de coeficiente de atrito obtidos no regime estacionário para cada ensaio.

	Valor de μ no regime estacionário
Ensaio 01	< 0,003
Ensaio 02	< 0,003
Ensaio 03	0,010
Ensaio 04	< 0,003
Ensaio 05	< 0,003
Ensaio 06	0,008
Ensaio 07	< 0,003
Ensaio 08	< 0,003

É importante salientar que em sete dos oito ensaios realizados, o coeficiente de atrito atingiu valores inferiores aos centésimos, sendo que dentre estes sete ensaios, seis resultaram em valores de $\mu < 0,003$ no regime estacionário.

Estes resultados corroboram com os obtidos por Tomizawa e Fischer (1987) ao trabalhar com o par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$. Além do mais, em trabalhos envolvendo o mesmo par cerâmico empregado neste trabalho ($\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$), coeficientes de atrito da ordem dos milésimos, durante o regime estacionário, também já haviam sido relatados (FERREIRA, 2008; ALVARENGA *et al.*, 2012; SANTOS *et al.*, 2010; OLIVEIRA; SANTOS; SINATORA, 2011; SANTOS, 2012; OLIVEIRA, 2012; FERREIRA; YOSHIMURA; SINATORA, 2012).

4.7. CARACTERIZAÇÃO DAS SUPERFÍCIES ENSAIADAS

4.7.1. Rugosidade superficial dos discos

As superfícies dos discos foram analisadas após a realização dos ensaios. A Figura 63 mostra a imagem tridimensional da pista de desgaste gerada após o ensaio de número oito.

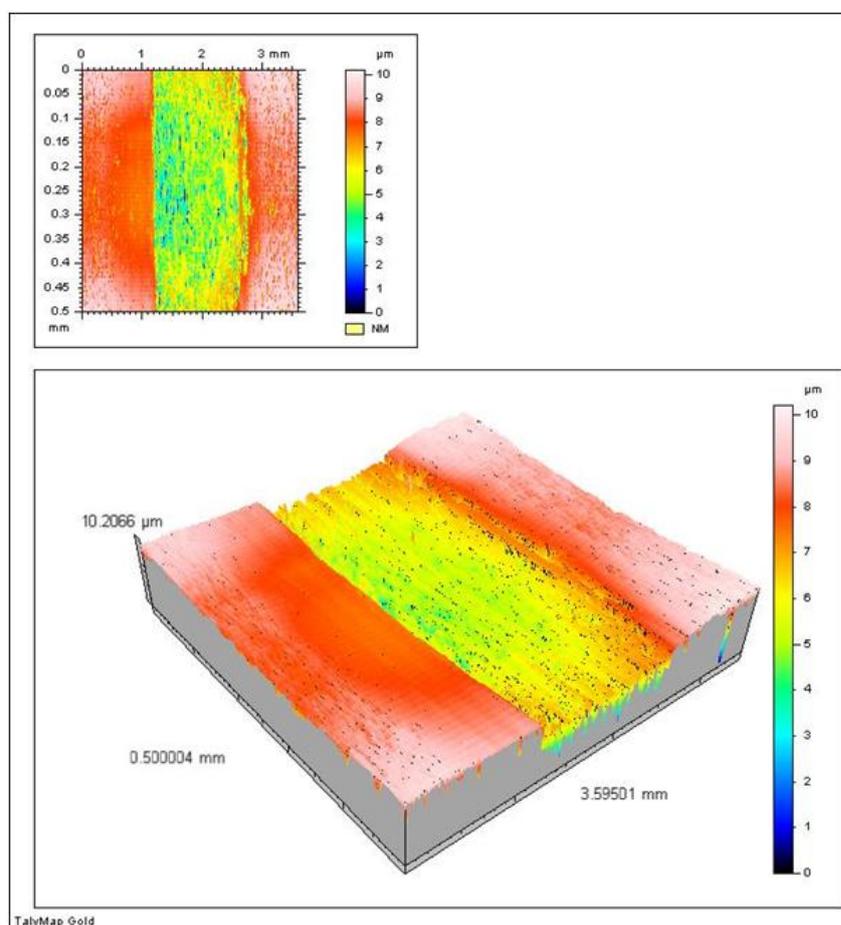


Figura 63 – Exemplo de pista de desgaste gerada após um ensaio tribológico.

A Tabela 11 exibe os parâmetros de rugosidade obtidos nas pistas de desgaste dos discos após o tempo total de ensaio. Vale ressaltar que estes valores foram obtidos através da análise de áreas inteiramente contidas dentro da pista de desgaste de cada ensaio. Alguns perfis de rugosidade (extraídos a partir das referidas áreas contidas nas pistas de desgaste) estão disponíveis no Anexo I. Em adição, a Figura

64 ilustra a comparação entre a rugosidade superficial (R_a) dos discos antes e após os ensaios tribológicos.

Tabela 11 – Parâmetros de rugosidade dos discos após os ensaios tribológicos.

	R_a (μm)	R_q (μm)
Ensaio 01	$0,242 \pm 0,070$	$0,337 \pm 0,099$
Ensaio 02	$0,286 \pm 0,111$	$0,383 \pm 0,099$
Ensaio 03	$0,345 \pm 0,143$	$0,404 \pm 0,110$
Ensaio 04	$0,215 \pm 0,055$	$0,314 \pm 0,073$
Ensaio 05	$0,235 \pm 0,078$	$0,328 \pm 0,092$
Ensaio 06	$0,279 \pm 0,112$	$0,428 \pm 0,142$
Ensaio 07	$0,205 \pm 0,086$	$0,335 \pm 0,061$
Ensaio 08	$0,198 \pm 0,072$	$0,300 \pm 0,117$

Pela Figura 64 é possível notar, em geral, uma redução da rugosidade dos discos após os mesmos serem ensaiados. Tomizawa e Fischer (1987) afirmaram que para a obtenção de coeficientes de atrito da ordem de 0,002, entre o par Si_3N_4 - Si_3N_4 lubrificado à água, é necessária a formação de superfícies altamente lisas após determinado tempo de deslizamento, isto é, com rugosidade superficial da ordem de alguns poucos nanômetros. Esta afirmação foi sustentada por Xu e Kato (2000) que, ao medirem coeficientes de atrito abaixo da resolução da célula de carga empregada em seus ensaios ($\mu < 0,03$), concluíram que o valor de R_q dos pinos e discos de Si_3N_4 empregados pelos mesmos, somados, não poderia ultrapassar 75 nm. Adicionalmente, Jahanmir, Ozmen e Yves (2004) limitaram o filme hidrodinâmico de água como sendo de, no máximo, 100 nm. Entretanto, neste trabalho, apenas a rugosidade superficial da trilha formada nos discos apresentou valores bem

superiores aos citados anteriormente e que, de certa forma, contradizem um regime de lubrificação puramente hidrodinâmico.

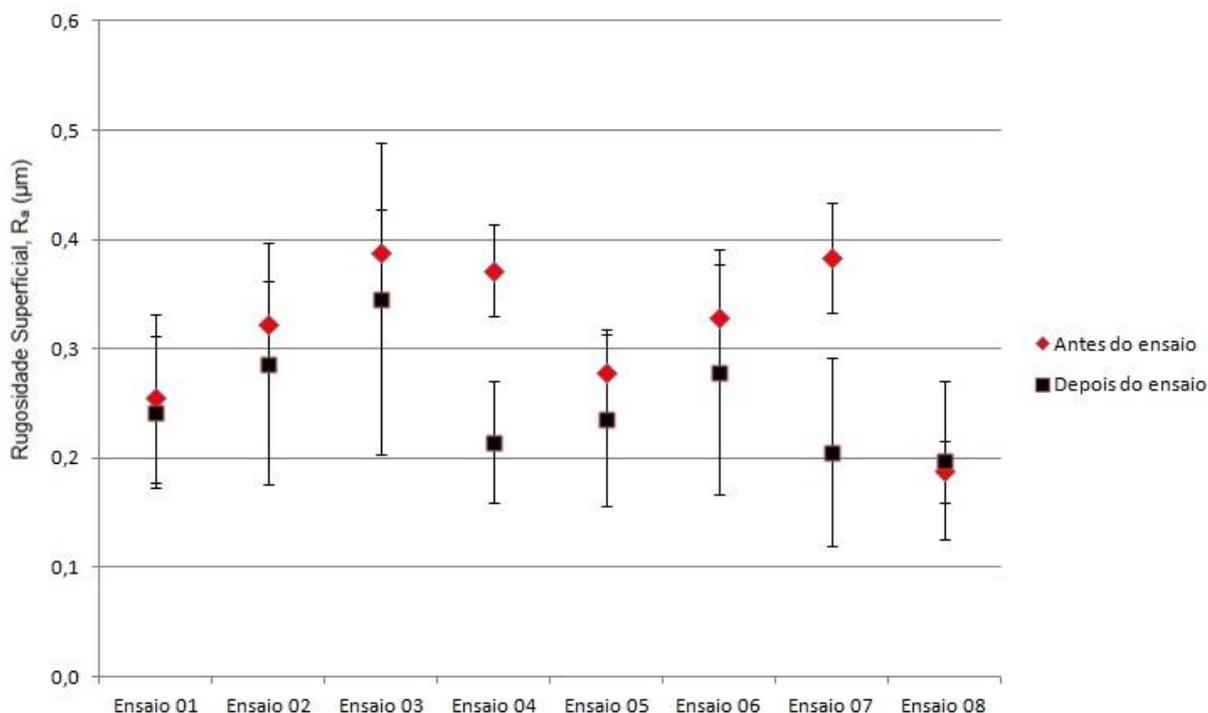


Figura 64 – Comparação entre as rugosidades superficiais dos discos, antes e após, os ensaios tribológicos.

Mais especificamente, no presente trabalho, apesar de valores de R_q – medidos na pista de desgaste – superiores a 300 nm, coeficientes de atrito da ordem dos milésimos foram obtidos em sete dos oito ensaios tribológicos realizados. Além do mais, no único ensaio em que o coeficiente de atrito não foi da ordem de 10^{-3} , o valor de μ no regime estacionário foi consideravelmente baixo ($\mu = 0,01$).

Desse modo, é possível concluir que no deslizamento entre $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ em água, superfícies altamente lisas, isto é, com rugosidades na casa de alguns décimos de nanômetros, são menos requeridas para a obtenção do regime de UBCA em comparação com o par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$. Por conseguinte, este valor impossibilita a hipótese de que o fenômeno de UBCA é resultado de um filme hidrodinâmico capaz de separar integralmente as superfícies.

Ferreira, Yoshimura e Sinatora (2012), ao alcançarem valores de μ da faixa de 0,004, observaram uma redução da rugosidade R_q dos discos de alumina de 350 para 30 nm, aproximadamente. Apesar da rugosidade relativamente baixa medida

na pista de desgaste, estes mesmos autores relataram a importância do tribofilme para a obtenção do UBCA, opondo-se, de certa forma, à teoria de lubrificação puramente hidrodinâmica proposta inicialmente por Tomizawa e Fischer (1987). Uma discussão mais aprofundada sobre o modo de lubrificação será feita no tópico 4.10.

4.7.2. Rugosidade superficial das esferas

A Figura 65 ilustra a leitura da superfície plana formada na esfera após o tempo total de 6000 segundos de ensaio. Em adição, a Tabela 12 exhibe os valores de rugosidade das esferas na área plana formada nas mesmas após os ensaios. Maiores informações sobre a topografia superficial das esferas ensaiadas estão contidas no Anexo J.

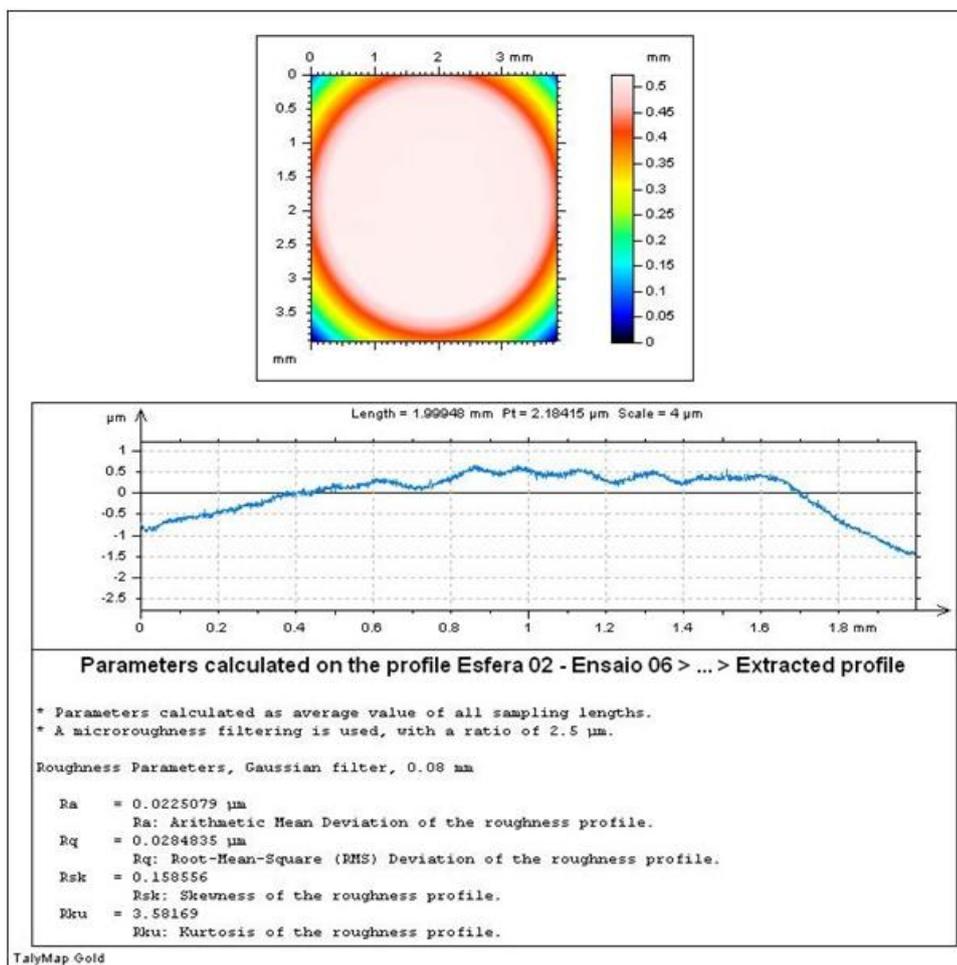


Figura 65 – Leitura da superfície plana formada na esfera após o ensaio de número seis.

Ferreira (2008) obteve rugosidades (R_q) da ordem de 5 nm nas calotas formadas nas esferas de nitreto de silício após ensaios com água destilada e deionizada, o que é aproximadamente quatro vezes inferior aos valores correspondentes obtidos neste trabalho.

Além disso, Ferreira (2008) trabalhou com duas faixas de rugosidade inicial dos discos (R_q igual a 10 e 350 nm) e, em ambas as condições, os valores de rugosidade das superfícies formadas nas esferas foram os mesmos (5 nm). Em outras palavras, Ferreira (2008) constatou que a rugosidade inicial dos discos de alumina não possuía, aparentemente, relação com a rugosidade final das calotas formadas nas esferas. Neste contexto, no presente trabalho, ao comparar os dois extremos em relação à rugosidade inicial dos discos de alumina que, no caso, são os ensaios três e oito (R_a igual a 0,388 e 0,188 μm , respectivamente), é possível notar que a rugosidade final das superfícies planas formadas nas esferas permaneceu, em ambos os ensaios, na faixa de 24 nm (Tabela 12). Neste aspecto, este resultado corrobora com o proposto por Ferreira (2008).

Tabela 12 – Parâmetros de rugosidade das esferas após os ensaios tribológicos.

	R_a (μm)	R_q (μm)
Ensaio 01	0,0175 \pm 0,0016	0,0241 \pm 0,0018
Ensaio 02	0,0240 \pm 0,0040	0,0294 \pm 0,0029
Ensaio 03	0,0240 \pm 0,0048	0,0244 \pm 0,0032
Ensaio 04	0,0174 \pm 0,0037	0,0220 \pm 0,0025
Ensaio 05	0,0220 \pm 0,0035	0,0251 \pm 0,0031
Ensaio 06	0,0254 \pm 0,0036	0,0279 \pm 0,0026
Ensaio 07	0,0228 \pm 0,0034	0,0263 \pm 0,0024
Ensaio 08	0,0249 \pm 0,0045	0,0255 \pm 0,0029

Ainda neste contexto, Ferreira, Yoshimura e Sinatora (2012) mediram, após seus ensaios, valores de R_q extremamente reduzidos – iguais a 3 nm – nas superfícies planas formadas nas esferas de nitreto de silício. Em contraste, Santos (2012) obteve, para ensaios em condições semelhantes, valores de R_q da ordem de 46 nm. Em comparação, no presente trabalho, os valores de rugosidade superficial das calotas formadas nas esferas atingiram valores intermediários, da faixa de 25 nm. Sobre esta variável, é válido ressaltar que a Tabela 12 retrata a boa repetibilidade dos resultados para os oito ensaios investigados neste trabalho.

Finalmente, a Figura 66 exibe a comparação entre a rugosidade superficial das esferas antes e após os ensaios. Em todos os ensaios, sem exceção, é possível concluir que houve um aumento da rugosidade das esferas após os ensaios.

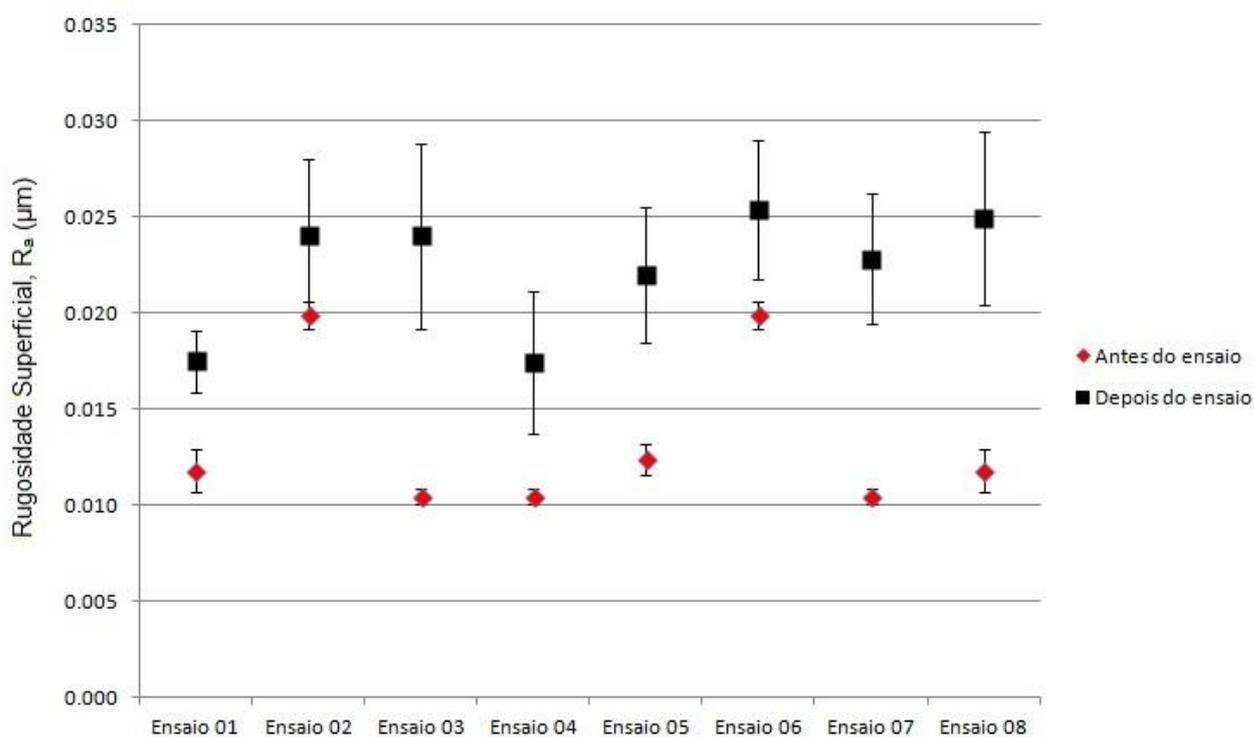


Figura 66 – Comparação entre as rugosidades superficiais das esferas, antes e após, os ensaios tribológicos.

4.7.3. Análise da superfície dos discos via MEV

Através de imagens capturadas pelo MEV, foram analisadas as trilhas de desgaste formadas nos discos de óxido de alumínio em quatro ensaios distintos, sendo que foram escolhidos dois ensaios que resultaram em coeficientes de atrito da ordem dos milésimos no regime estacionário (Ensaio 5: $\mu < 0,003$; Ensaio 6: $\mu = 0,008$) e dois ensaios nos quais os valores de μ , após o período transitório, se estabilizaram em valores da ordem dos centésimos (Ensaio 3: $\mu = 0,01$; Ensaio B: $\mu = 0,02$).

As Figuras 67, 68, 69 e 70 exibem as imagens das trilhas para aumentos de 60, 120, 400 e 1000 vezes, respectivamente. Apenas para frisar, nas figuras mencionadas neste parágrafo, os ensaios de número 5, 3, 6 e o ensaio B são referenciados, respectivamente, pelas letras a, b, c e d.

Para ampliações de 60 vezes (Figura 67) é possível perceber que as trilhas apresentam duas regiões bem distintas: Uma região escura e outra mais clara. Alvarenga e colaboradores (2012) relataram este mesmo aspecto heterogêneo das trilhas dos discos de alumina com o auxílio de uma lupa estereoscópica. Analogamente, Santos (2012) também observou duas regiões distintas nas trilhas formadas nos discos e, em complemento, mediu os valores de R_q destas regiões distintas. Logo, este autor constatou que uma região era mais lisa (região escura), enquanto a outra era mais rugosa (região clara), sendo que a última poderia ser até três vezes mais rugosa que a primeira (SANTOS, 2012).

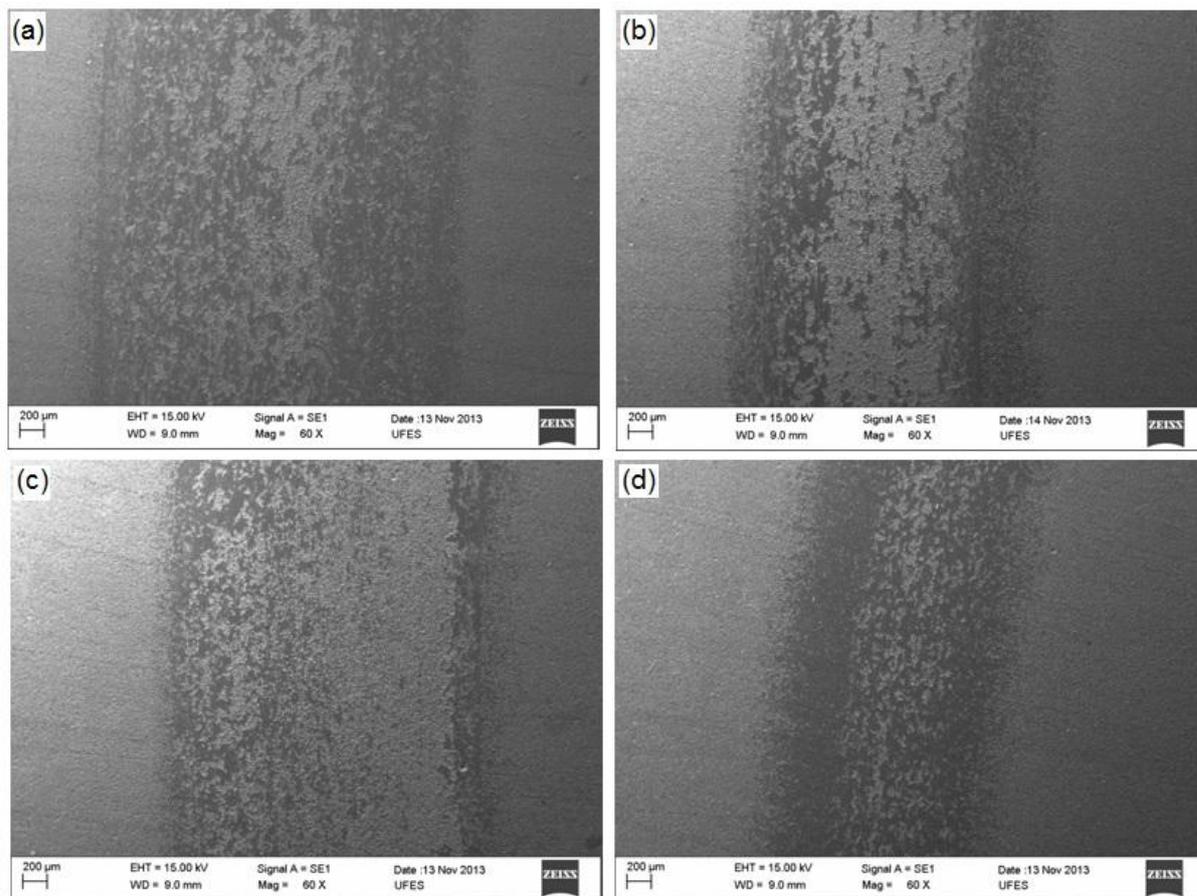


Figura 67 – Imagens via MEV das trilhas de desgaste dos discos de alumina com aumento de 60 vezes, sendo: (a) Ensaio 5; (b) Ensaio 3; (c) Ensaio 6 e (d) Ensaio B.

Ao contrastar as pistas obtidas para diferentes ensaios realizados neste trabalho, é notável que a proporção entre as regiões escuras e claras variou bastante entre os ensaios investigados. No ensaio de número 6, caracterizado pelo maior período de transição dentre todos os ensaios, a região de coloração mais clara foi mais pronunciada que a região escura. Em contrapartida, na figura referente ao ensaio B, exatamente o oposto foi observado. Ao se empregar ampliações de 400 e 1000 vezes (Figuras 69 e 70, respectivamente), as diferenças entre estas regiões se tornam ainda mais nítidas.

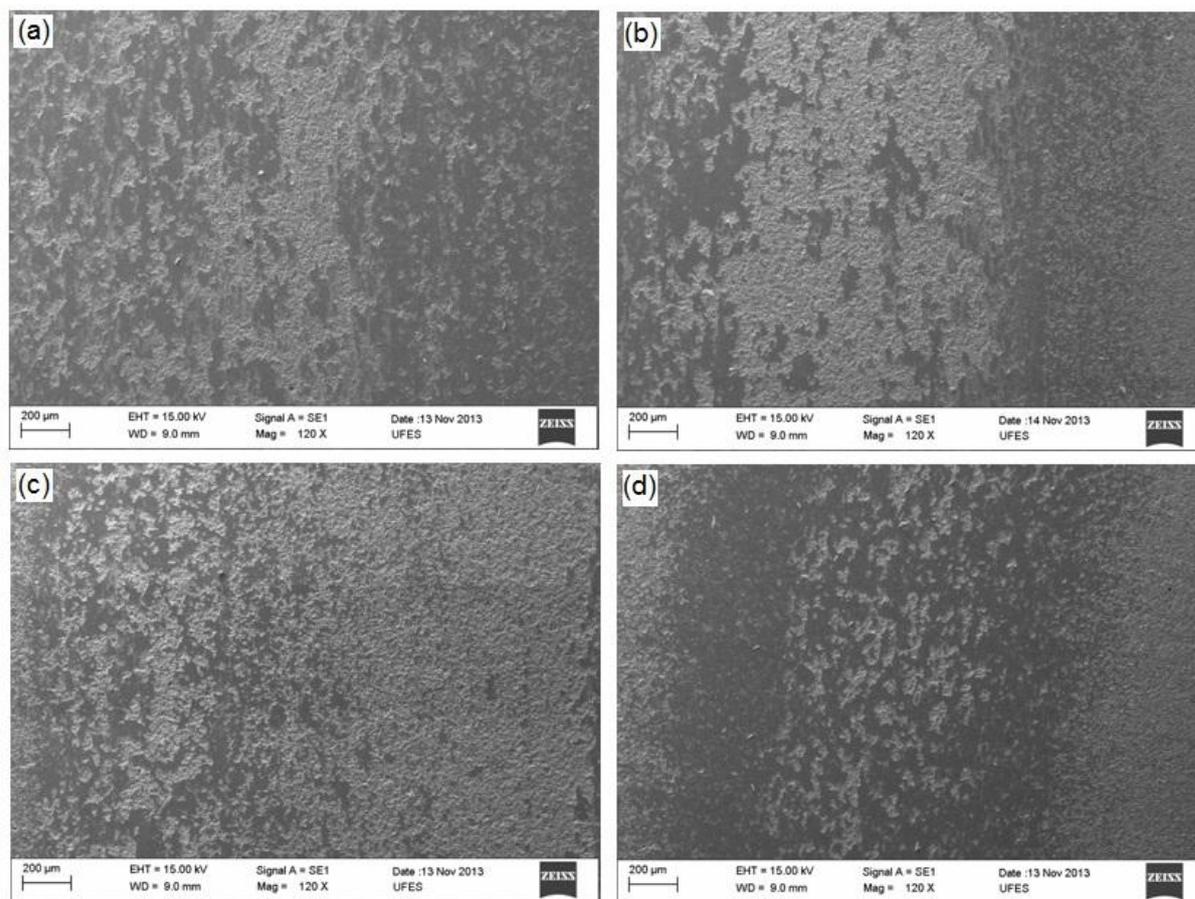


Figura 68 – Imagens via MEV das trilhas de desgaste dos discos de alumina com aumento de 120 vezes, sendo: (a) Ensaio 5; (b) Ensaio 3; (c) Ensaio 6 e (d) Ensaio B.

De uma maneira geral, é importante salientar que, em todas as regiões observadas, as pistas de desgaste se mostraram bastante lisas, o que caracteriza o desgaste predominantemente triboquímico após a estabilização do regime estacionário.

Em adição, mesmo após investigações em diversas regiões das trilhas, mecanismos de desgaste predominantemente frágil não foram observados. Já em ensaios com variação da carga normal, Santos (2012) observou trincas contidas nas trilhas de desgaste dos discos. No entanto, neste trabalho, é válido reforçar que nenhuma trinca foi detectada. Em pares compostos por nitrato de silício deslizando sobre ele mesmo em água, Chen, Kato e Adachi (2001) observaram que os baixos valores de coeficiente de atrito são resultado unicamente de um desgaste triboquímico.

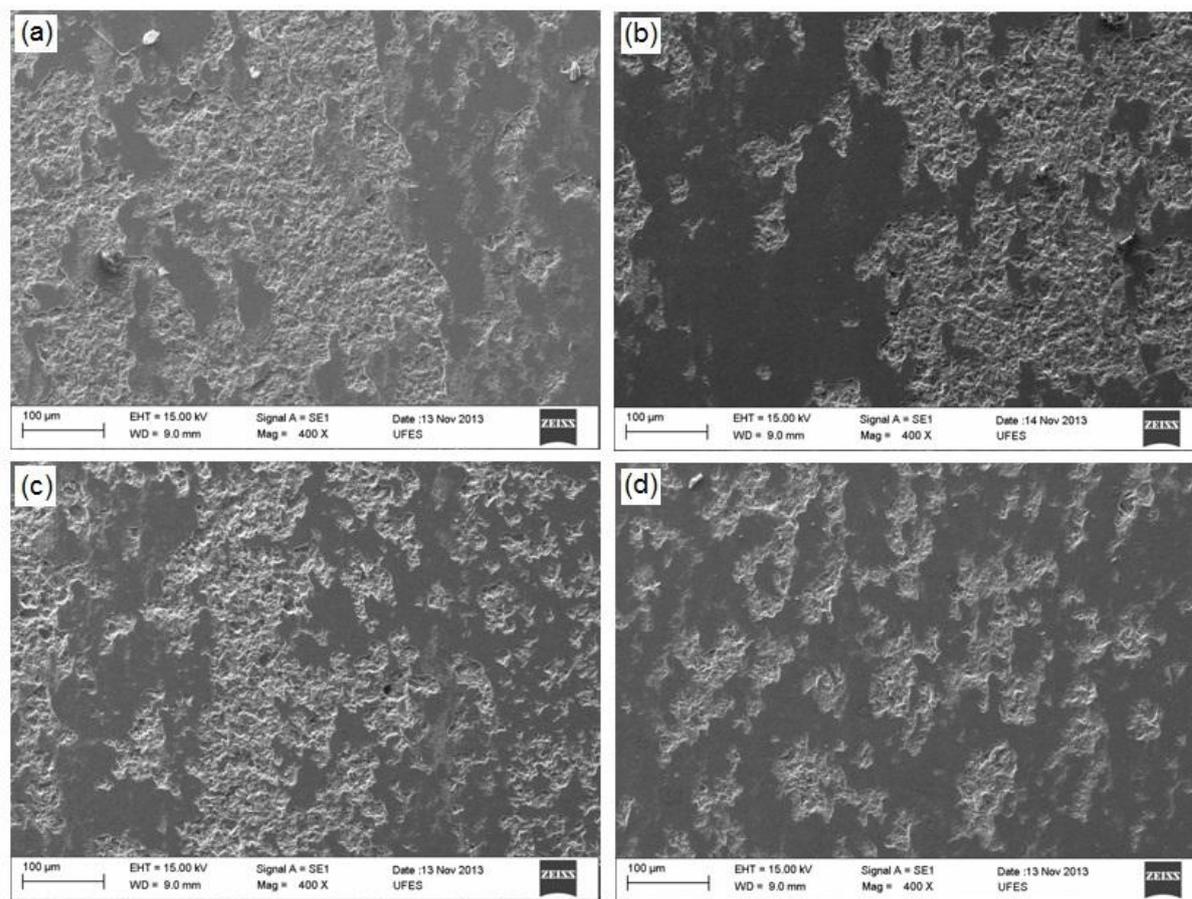


Figura 69 – Imagens via MEV das trilhas de desgaste dos discos de alumina com aumento de 400 vezes, sendo: (a) Ensaio 5; (b) Ensaio 3; (c) Ensaio 6 e (d) Ensaio B.

Através da análise de debris coletados para diferentes tempos de ensaio, Xu e Kato (2000) concluíram que, para o par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$, o mecanismo de desgaste foi predominantemente mecânico durante os instantes iniciais de deslizamento, passando de fraturas transgranulares (0 a 100 metros de deslizamento) para intergranulares (100 a 300 metros de distância deslizada). A partir deste ponto, Xu e Kato (2000) observaram uma transição no modo de desgaste: Predominantemente mecânico para triboquímico. Por conseguinte, as superfícies observadas ao final dos ensaios apresentaram valores de rugosidade da ordem dos décimos de nanômetros (XU; KATO, 2000).

Em investigações acerca do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$ deslizando em água, Chen, Kato e Adachi (2001) observaram, através de imagens de MEV, que as superfícies sofreram uma redução da rugosidade com o aumento da distância deslizada, sendo que, em acordo com o publicado por Xu e Kato (2000), superfícies altamente lisas no regime de baixo atrito foram constatadas. Em geral, neste trabalho, as superfícies observadas ao final dos ensaios também se apresentaram bastante lisas.

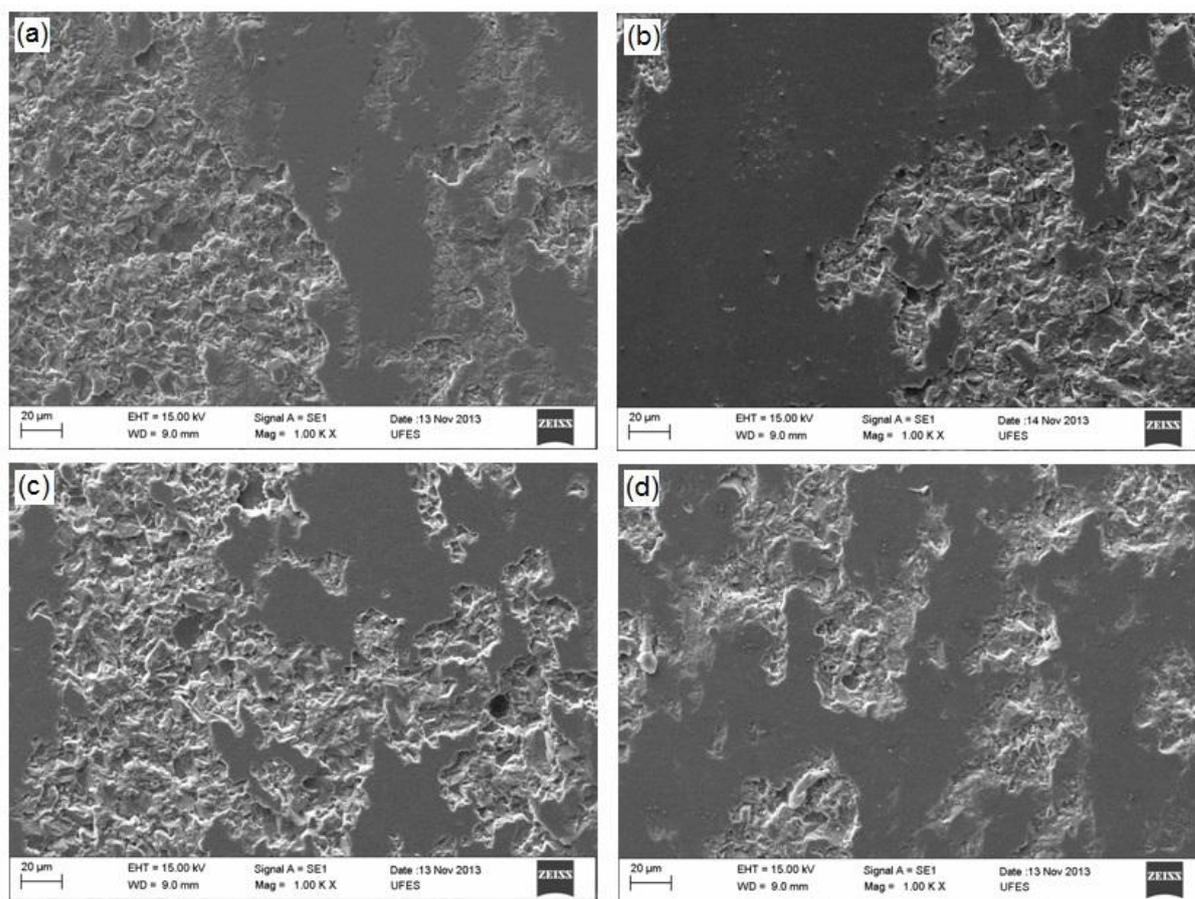


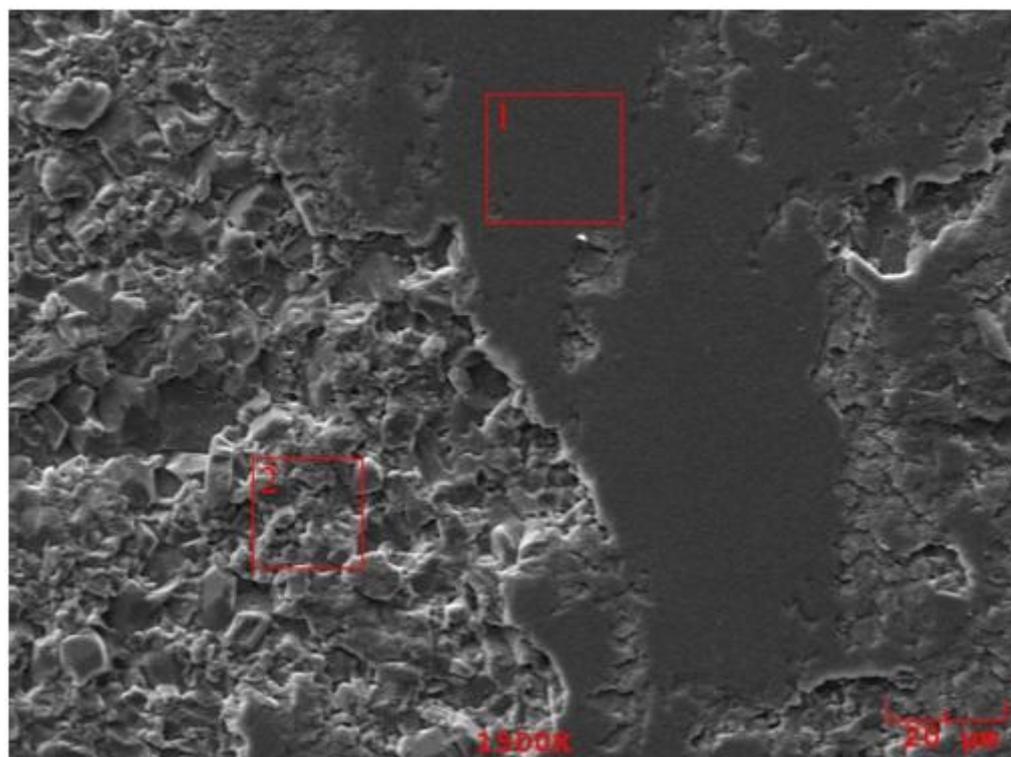
Figura 70 – Imagens via MEV das trilhas de desgaste dos discos de alumina com aumento de 1000 vezes, sendo: (a) Ensaio 5; (b) Ensaio 3; (c) Ensaio 6 e (d) Ensaio B.

Além do mais, Chen, Kato e Adachi (2001) observaram algumas poucas partículas de desgaste aderidas nas superfícies das cerâmicas, uma vez que a grande maioria das partículas geradas por desgaste triboquímico tende a se dissolver na água. Neste trabalho, algumas partículas, aderidas às superfícies das cerâmicas, também foram observadas. Em contradição, Tomizawa e Fischer (1987) relataram que nenhuma partícula desgastada foi observada nos pares de Si_3N_4 empregados no trabalho dos mesmos.

4.7.3.1. Análise química via EDS

Uma vez confirmada a ocorrência de regiões distintas contidas nas superfícies desgastadas dos discos, foi realizada uma análise química de área via EDS acoplado ao MEV. A Figura 71 mostra, para o ensaio 5, uma imagem de MEV,

indicando as áreas analisadas (delimitadas pelos retângulos em vermelho) e as respectivas concentrações em peso dos elementos encontrados em cada área. De forma análoga, as Figuras 72, 73 e 74 representam os resultados obtidos via EDS para os ensaios de número 3, 6 e o ensaio B, respectivamente.



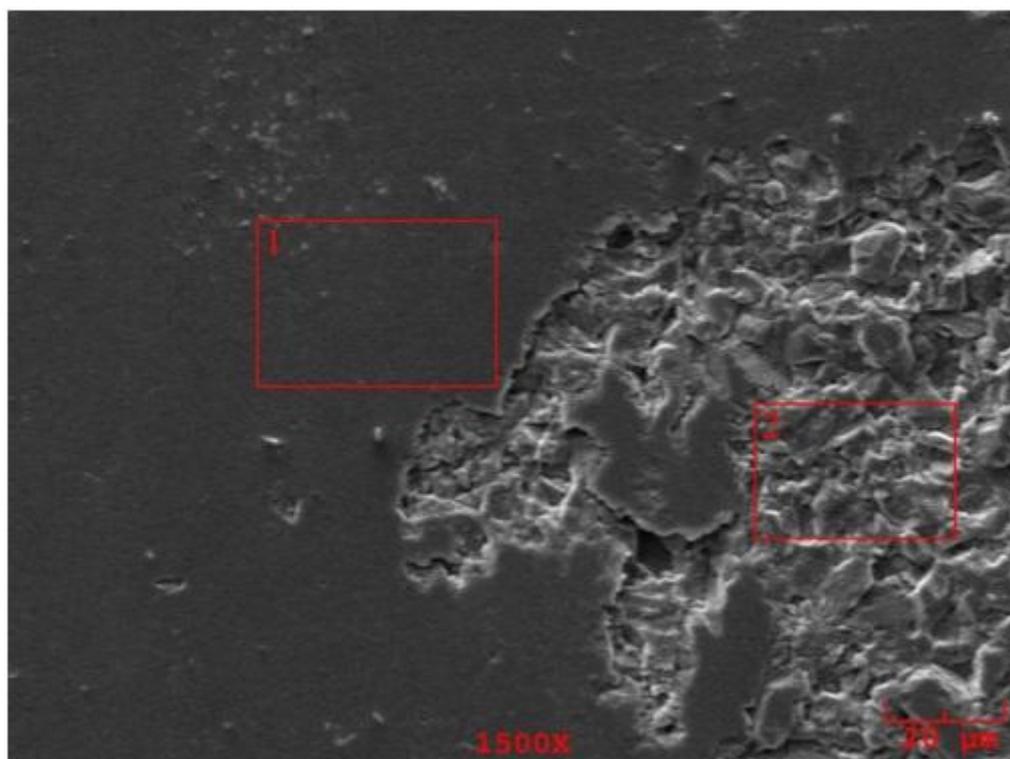
Área 1			Área 2		
Component	Conc.	Units	Component	Conc.	Units
Si	10,214	wt.%	Si	0,051	wt.%
Al	53,619	wt.%	Al	60,569	wt.%
Y	0,682	wt.%	Y	0,786	wt.%
Mg	0,433	wt.%	Mg	0,615	wt.%
Ca	0,064	wt.%	Ca	0,113	wt.%
O	30,428	wt.%	O	31,082	wt.%
N	4,462	wt.%	N	6,633	wt.%
K	0,033	wt.%	K	0,029	wt.%
Na	0,065	wt.%	Na	0,123	wt.%
	100,000	wt.%		100,000	wt.%
kV	20,0		kV	20,0	
Takeoff Angle	35,0°		Takeoff Angle	35,0°	

Figura 71 – Imagem de MEV da trilha de desgaste do disco de alumina no ensaio 5 (ampliação de 1500 vezes) com sua respectiva análise química via EDS.

Como já era esperado, elevadas concentrações em peso foram observadas para os elementos químicos Al e O. No entanto, a concentração de silício apresentou variações tanto em relação às diferentes regiões das pistas em um mesmo ensaio quanto entre ensaios distintos. Em pares similares de nitreto de silício, Dong e Jahanmir (1993) observaram regiões polidas formadas pela aglomeração de várias partículas de sílica, as quais eles atribuíram às reações triboquímicas entre o nitreto de silício e a umidade relativa presente no ambiente de ensaio. Além disso, através dos resultados obtidos nesta seção, acredita-se que a concentração em peso de Si, observada na região mais polida das trilhas de desgaste, pode estar associada com o coeficiente de atrito final obtido nos ensaios.

Numa análise química realizada na superfície do disco empregado no ensaio 3 (Figura 72), no qual o coeficiente de atrito se estabilizou em valores da faixa de 0,01 no regime estacionário, foi observado uma região mais polida (área 1), contendo aproximadamente 5,8% de Si, e uma região mais rugosa, na qual foi medida uma concentração praticamente nula de silício (área 2). Já no ensaio B, no qual é possível notar uma distribuição mais uniforme e menos espaçada entre áreas escuras e claras – as quais Santos (2012) se refere como mais polidas e menos polidas, respectivamente – a concentração de Si foi praticamente igual para ambas as áreas analisadas (aproximadamente, 5%). É importante destacar que, assim como no ensaio de número 3, o ensaio B alcançou valores da ordem dos centésimos (0,02) após o fim do *running-in*.

Em contradição, nos ensaios de número 5 e 6, nos quais os valores de UBCA foram obtidos, as regiões das pistas de desgaste dos discos com o aspecto de placas lisas (regiões escuras) apresentaram concentrações de Si da faixa de 10 a 11%, aproximadamente. Em outras palavras, ao comparar ensaios nos quais os valores de coeficiente de atrito atingiram o regime de UBCA com outros ensaios nos quais os valores finais de μ se estabilizaram na ordem dos centésimos, é possível observar uma grande diferença entre a concentração de Si mensurada na parte mais polida/escura das trilhas de desgaste. Para ser mais preciso, nas referidas regiões escuras, foi observado, aproximadamente, o dobro de silício (wt%) em ensaios nos quais os valores de μ foram da ordem dos milésimos em comparação com ensaios nos quais o coeficiente de atrito final se manteve da ordem dos centésimos no regime estacionário.

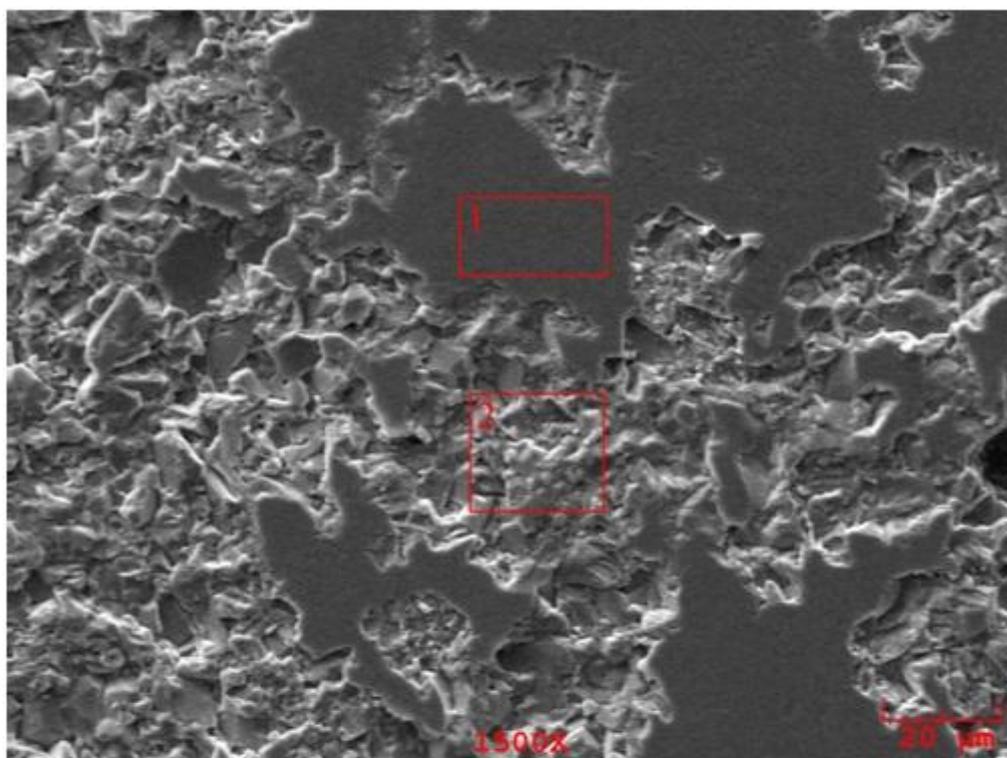


Área 1			Área 2		
Component	Conc.	Units	Component	Conc.	Units
Si	5,762	wt. %	Si	0,113	wt. %
Al	58,405	wt. %	Al	64,174	wt. %
N	5,439	wt. %	N	4,040	wt. %
O	28,759	wt. %	O	29,762	wt. %
Mg	0,496	wt. %	Mg	0,683	wt. %
Y	1,139	wt. %	Y	1,227	wt. %
	100,000	wt. %		100,000	wt. %
kV	20,0		kV	20,0	
Takeoff Angle	35,0°		Takeoff Angle	35,0°	

Figura 72 – Imagem de MEV da trilha de desgaste do disco de alumina no ensaio 3 (ampliação de 1500 vezes) com sua respectiva análise química via EDS.

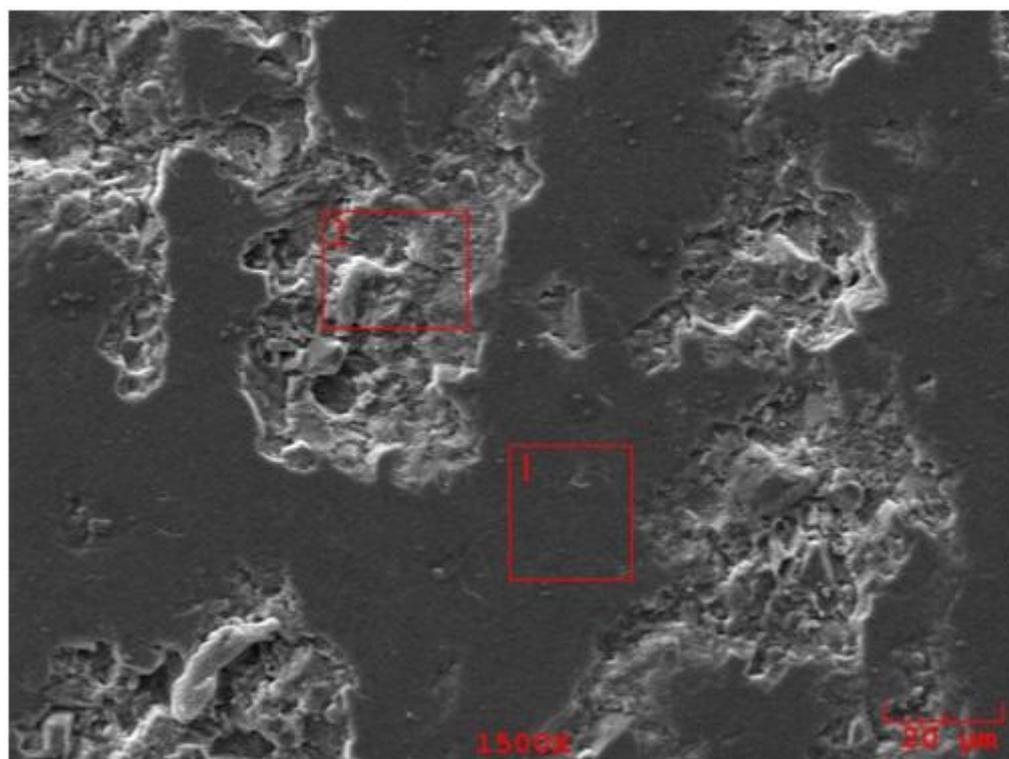
Estes valores indicam que material removido da esfera foi transferido para os discos e, além disso, apontam favoravelmente para a hipótese de que, os produtos oriundos das reações triboquímicas entre as cerâmicas e a água, podem ficar aderidos aos vales das rugosidades, o que possibilita superfícies ainda mais planas, conforme sugerido no trabalho de Ferreira, Yoshimura e Sinatora (2012). Adicionalmente, a partir das concentrações medidas via EDS, é possível afirmar, hipoteticamente, que regiões polidas com teores de Si variando entre 10 e 12%, em peso, podem ser fundamentais para fornecerem superfícies planas o suficiente para

possibilitar a obtenção do fenômeno de UBCA, em termos de regime de lubrificação, entre o par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ deslizando em água.



Área 1			Área 2		
Component	Conc.	Units	Component	Conc.	Units
Si	10,794	wt.%	Si	1,017	wt.%
Al	53,351	wt.%	Al	60,163	wt.%
Y	1,167	wt.%	Y	0,902	wt.%
Mg	0,439	wt.%	Mg	0,561	wt.%
Ca	0,115	wt.%	Ca	0,058	wt.%
O	28,949	wt.%	O	31,368	wt.%
N	5,080	wt.%	N	5,749	wt.%
K	0,044	wt.%	K	0,072	wt.%
Na	0,062	wt.%	Na	0,110	wt.%
	100,000	wt.%		100,000	wt.%
kV	20,0		kV	20,0	
Takeoff Angle	35,0°		Takeoff Angle	35,0°	

Figura 73 – Imagem de MEV da trilha de desgaste do disco de alumina no ensaio 6 (ampliação de 1500 vezes) com sua respectiva análise química via EDS.



Área 1			Área 2		
Component	Conc.	Units	Component	Conc.	Units
Si	5,117	wt.%	Si	5,436	wt.%
Al	64,802	wt.%	Al	58,150	wt.%
Y	1,203	wt.%	Y	1,501	wt.%
Mg	0,663	wt.%	Mg	0,555	wt.%
Ca	0,355	wt.%	Ca	0,373	wt.%
O	27,859	wt.%	O	29,582	wt.%
N	0,000	wt.%	N	4,403	wt.%
	100,000	wt.%		100,000	wt.%
kV	20,0		kV	20,0	
Takeoff Angle	35,0°		Takeoff Angle	35,0°	

Figura 74 – Imagem de MEV da trilha de desgaste do disco de alumina no ensaio B (ampliação de 1500 vezes) com sua respectiva análise química via EDS.

Apenas como complemento, o Anexo K apresenta a análise química de áreas contidas em diferentes regiões da trilha de desgaste do disco usado no ensaio de número 2. Antes de qualquer coisa, é imprescindível lembrar que, assim como nos ensaios 5 e 6, o regime de UBCA também foi alcançado no ensaio dois. Mais uma vez, é válido mencionar que, nestes três ensaios em questão, concentrações de Si superiores a 10% nas regiões mais polidas da trilha de desgaste foram observados.

4.8. TAXA DE DESGASTE DAS CERÂMICAS

4.8.1. Taxa de desgaste dos discos

A taxa de desgaste dos discos para cada um dos ensaios é demonstrado pela Tabela 13. O Anexo L disponibiliza algumas áreas desgastadas dos discos após a realização dos ensaios tribológicos.

Tabela 13 – Volume desgastado e taxa de desgaste dos discos após os ensaios.

	Volume desgastado (mm³)	Taxa de desgaste (10⁻⁵ mm³/N.m)
Ensaio 01	0,282 ± 0,044	0,137 ± 0,021
Ensaio 02	0,407 ± 0,057	0,197 ± 0,029
Ensaio 03	0,364 ± 0,060	0,176 ± 0,029
Ensaio 04	0,240 ± 0,044	0,116 ± 0,021
Ensaio 05	0,287 ± 0,088	0,139 ± 0,043
Ensaio 06	0,395 ± 0,052	0,191 ± 0,025
Ensaio 07	0,328 ± 0,105	0,159 ± 0,051
Ensaio 08	0,233 ± 0,176	0,113 ± 0,019

4.8.2. Taxa de desgaste das esferas

A Figura 75 ilustra uma superfície plana formada na esfera de nitreto de silício após um ensaio de UBCA. Além disso, na mesma figura, é demonstrado como é feita a medição do raio da calota esférica, o qual é variável fundamental para possibilitar o cálculo do volume de material removido da esfera no respectivo ensaio. Imagens adicionais das superfícies planas formadas nas esferas (inclusive, dos ensaios A e B) e uma tabela contendo os raios das calotas formadas em cada ensaio estão disponíveis nos Anexos M e N, respectivamente.

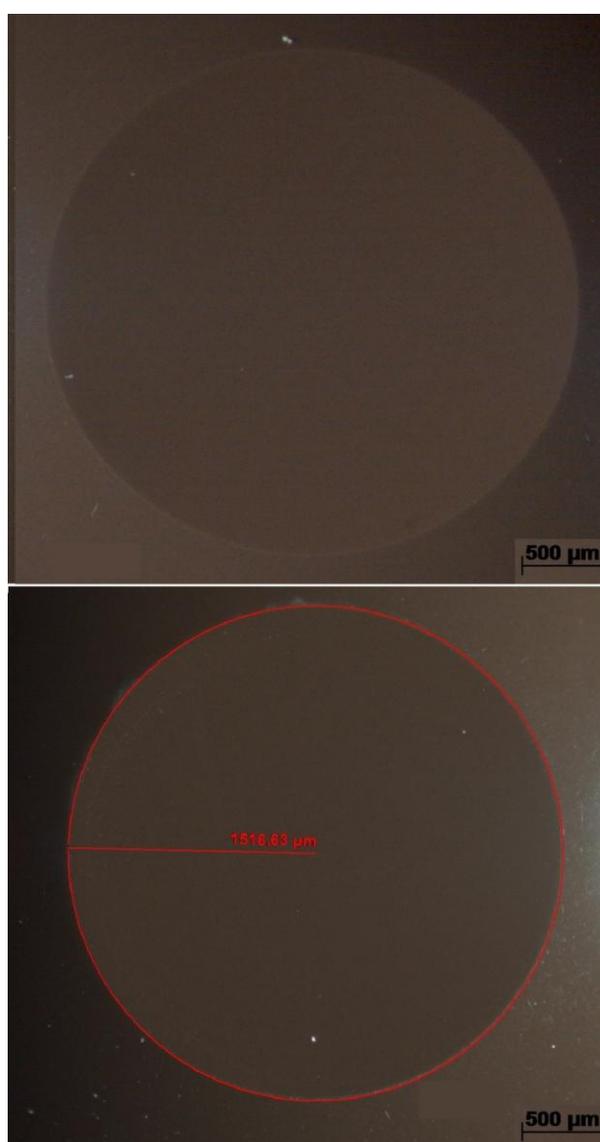


Figura 75 – A parte superior exhibe a superfície plana formada na esfera de nitreto de silício após um ensaio tribológico. Na parte inferior da figura, é exibido como é realizada a medição do raio da calota esférica gerada no respectivo ensaio.

A Tabela 14 mostra o volume removido e a correspondente taxa de desgaste calculada para cada ensaio realizado.

Tabela 14 – Volume desgastado e taxa de desgaste das esferas após os ensaios.

	Volume desgastado (mm³)	Taxa de desgaste (10⁻⁵ mm³/N.m)
Ensaio 01	1,092 ± 0,075	0,529 ± 0,036
Ensaio 02	1,142 ± 0,050	0,553 ± 0,024
Ensaio 03	1,026 ± 0,021	0,497 ± 0,010
Ensaio 04	0,741 ± 0,015	0,359 ± 0,007
Ensaio 05	1,067 ± 0,021	0,517 ± 0,010
Ensaio 06	1,132 ± 0,053	0,549 ± 0,025
Ensaio 07	0,764 ± 0,025	0,370 ± 0,012
Ensaio 08	0,902 ± 0,043	0,437 ± 0,021

4.8.3. Discussão acerca do desgaste das cerâmicas

A Figura 76 apresenta uma comparação entre a taxa de desgaste dos discos e esferas para cada um dos ensaios realizados. É possível observar que, para todos os ensaios, foi obtido um maior desgaste das esferas se comparado aos discos. Ferreira (2008), Santos (2012), Oliveira (2012) e Ferreira, Yoshimura e Sinatora (2012) também observaram esta tendência em seus respectivos trabalhos.

Neste trabalho, é possível observar que, para um ensaio particular escolhido ao acaso, a taxa de desgaste das esferas é cerca de 3 a 4 vezes superior que a taxa de desgaste dos discos. Uma possível explicação é dada por questões geométricas do

próprio contato da configuração tribológica esfera sobre disco e, além do mais, o contato da esfera é contínuo durante todo o ensaio, enquanto que o do disco é intermitente (SANTOS, 2012).

Em ensaios na mesma faixa de temperatura (21°C), Santos (2012) obteve calotas esféricas de diâmetro semelhante às obtidas neste trabalho, porém constatou taxas de desgaste das esferas de aproximadamente duas ordens de grandeza acima. Adicionalmente, Oliveira (2012) obteve valores de volume desgastado (para pH igual a 7), tanto para as esferas quanto para os discos, da mesma faixa dos encontrados neste trabalho.

Em oposição, os volumes desgastados apresentados por Ferreira, Yoshimura e Sinatora (2012) foram substancialmente menores que os obtidos neste trabalho. Mais especificadamente, as esferas apresentaram um volume desgastado de apenas 0,42 mm³, enquanto os discos apresentaram perda volumétrica de cerca de uma ordem de grandeza inferior à observada neste trabalho.

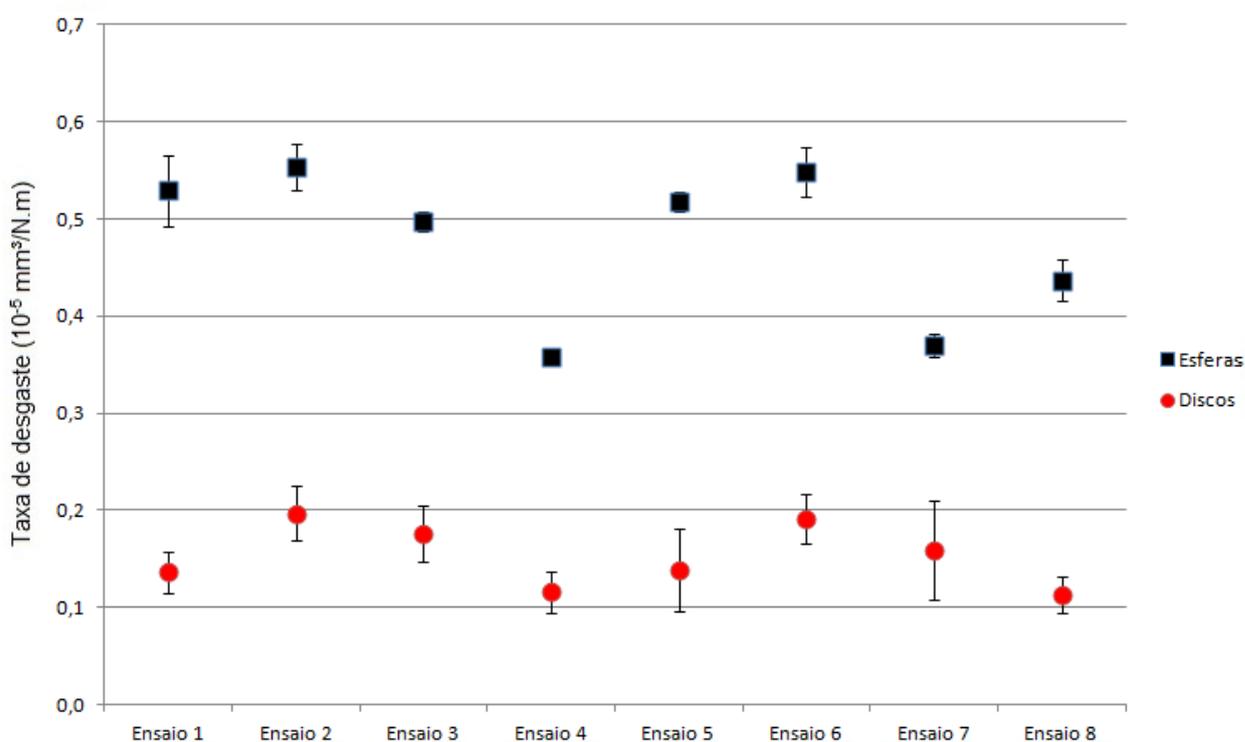


Figura 76 – Comparação entre as taxas de desgaste ($10^{-5} \text{ mm}^3/\text{N.m}$) dos discos e esferas.

4.8.3.1. Discussão acerca da taxa de desgaste e período de transição

A Figura 77 relaciona a taxa de desgaste das cerâmicas com o tempo de *running-in* de cada ensaio. De uma maneira geral, é possível perceber uma tendência de aumento da taxa de desgaste com o aumento do tempo de transição.

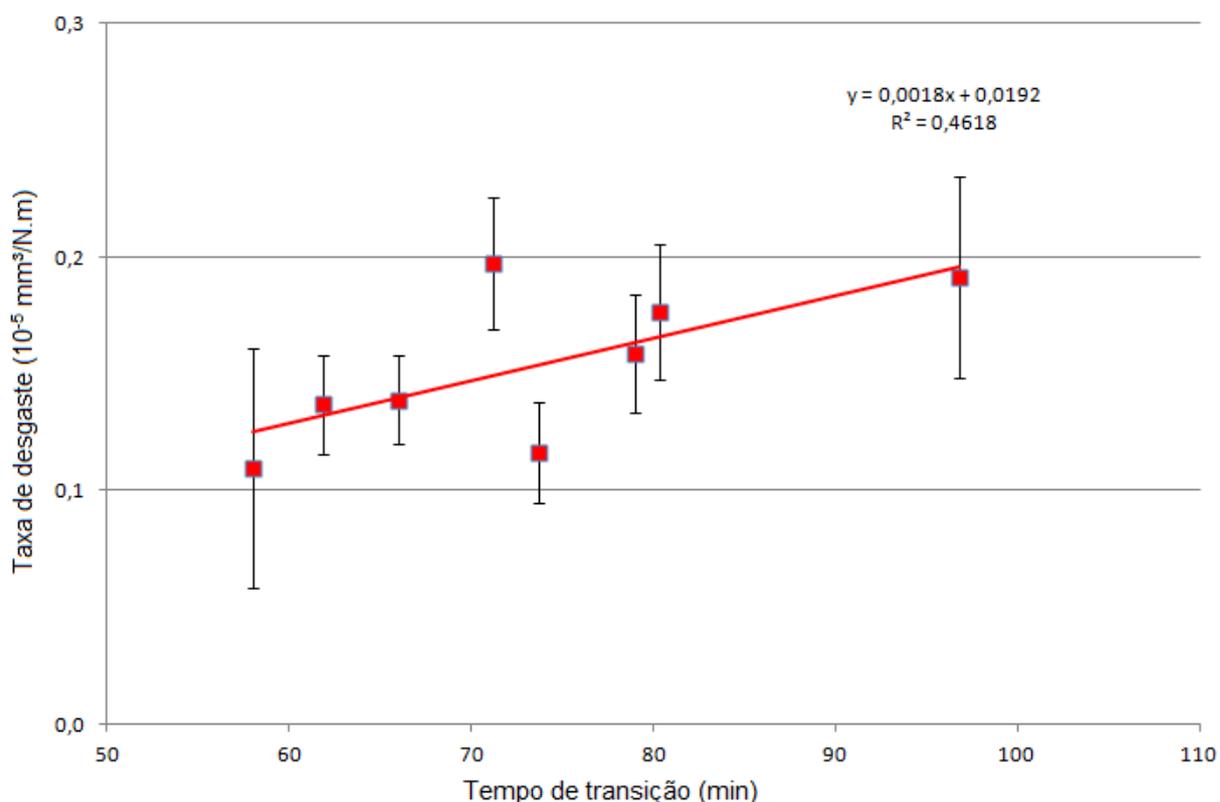


Figura 77 – Correlação entre a duração do período de transição e a taxa de desgaste ($10^{-5} \text{ mm}^3/\text{N.m}$) dos discos de alumina.

Este resultado é consequência do desgaste durante o período de transição ser predominantemente mecânico, enquanto que o desgaste após o regime de UBCA ser quase que totalmente triboquímico (DANTE; KAJDAS, 2012). Chen, Kato e Adachi (2001) e Kato e Adachi (2002) relataram que o desgaste mecânico (caracterizado por mecanismos associados à fratura frágil) possui maior severidade quando comparado com o desgaste triboquímico. Diversos autores relataram que a maior parte do desgaste ocorre durante o regime transitório (XU; KATO, 2000; JAHANMIR; OZMEN; IVES, 2004; GATES; HSU, 2004; JORDI; ILIEV; FISCHER, 2004). Em adição, Santos (2012) afirma que o desgaste das cerâmicas praticamente cessa após o fim do período de *running-in*.

4.9. ANÁLISE DE ÍONS FORMADOS NA ÁGUA

A Tabela 15 exibe a concentração de íons de silício contidos na água, para diferentes tempos de ensaio, durante os ensaios de número 2 e 5. É válido destacar que todos os valores contidos na tabela foram obtidos pela técnica ICP-OES, com exceção dos valores da quantidade de íons Si calculados para o tempo de *running-in* (destacados, na própria tabela, em negrito). Estes últimos foram obtidos matematicamente, através de interpolação linear. O objetivo por trás disto foi o de atribuir uma quantidade de íons de silício limite, a partir da qual é possível alcançar o regime de UBCA.

Tabela 15 – Concentração de íons de Si em função do tempo para os ensaios dois e cinco.

Tempo de ensaio	Ensaio 02	Ensaio 05
	Concentração de Si (mg/l)	Concentração de Si (mg/l)
t = 0 min	0,000 ± 0,000	0,000 ± 0,000
t = 20 min	0,982 ± 0,006	0,591 ± 0,010
t = 40 min	1,310 ± 0,014	1,029 ± 0,019
t = 60 min	1,317 ± 0,005	1,257 ± 0,024
t = tempo de transição*	1,321 ± 0,023	1,283 ± 0,051
t = 90 min	1,324 ± 0,007	1,385 ± 0,025

*Calculado matematicamente por interpolação linear.

Em adição, a Tabela 16 traz as concentrações de íons Si para o ensaio seis. Este ensaio particular, que apesar de ter resultado em um período de transição muito extenso, apresentou um comportamento similar em relação à quantidade de íons de silício calculada na transição entre o regime de *running-in* e o estacionário. Em

forma de gráfico, a Figura 78 mostra a progressão dos íons de Si ao longo do tempo para os ensaios de número 2, 5 e 6.

Tabela 16 – Concentração de íons de Si em função do tempo para o ensaio de número seis.

Tempo de ensaio	Ensaio 06
	Concentração de Si (mg/l)
t = 0 min	0,000 ± 0,000
t = 20 min	0,504 ± 0,003
t = 40 min	0,916 ± 0,017
t = 60 min	1,122 ± 0,029
t = 90 min	1,113 ± 0,010
t = tempo de transição*	1,362 ± 0,044
t = 100 min	1,469 ± 0,018

*Calculado matematicamente por interpolação linear.

Ao analisar as Tabela 15 e 16 em conjunto com o gráfico da Figura 67, é possível estimar, aproximadamente, um valor de concentração limite de íons de Si da ordem de 1,3 mg/l capaz de possibilitar a obtenção do regime de UBCA (nas condições testadas neste trabalho). É importante salientar que, apesar dos tempos de *running-in* bastante diferentes para os três ensaios em questão (Ensaio 02: 71 minutos; Ensaio 05: 66 minutos e Ensaio 06: 97 minutos), o coeficiente de atrito, em todos estes ensaios, alcançou valores da ordem de 10^{-3} .

As Figuras 79, 80 e 81 exibem o comportamento do atrito e da concentração de íons de silício ao longo do tempo para os ensaios dois, cinco e seis, respectivamente.

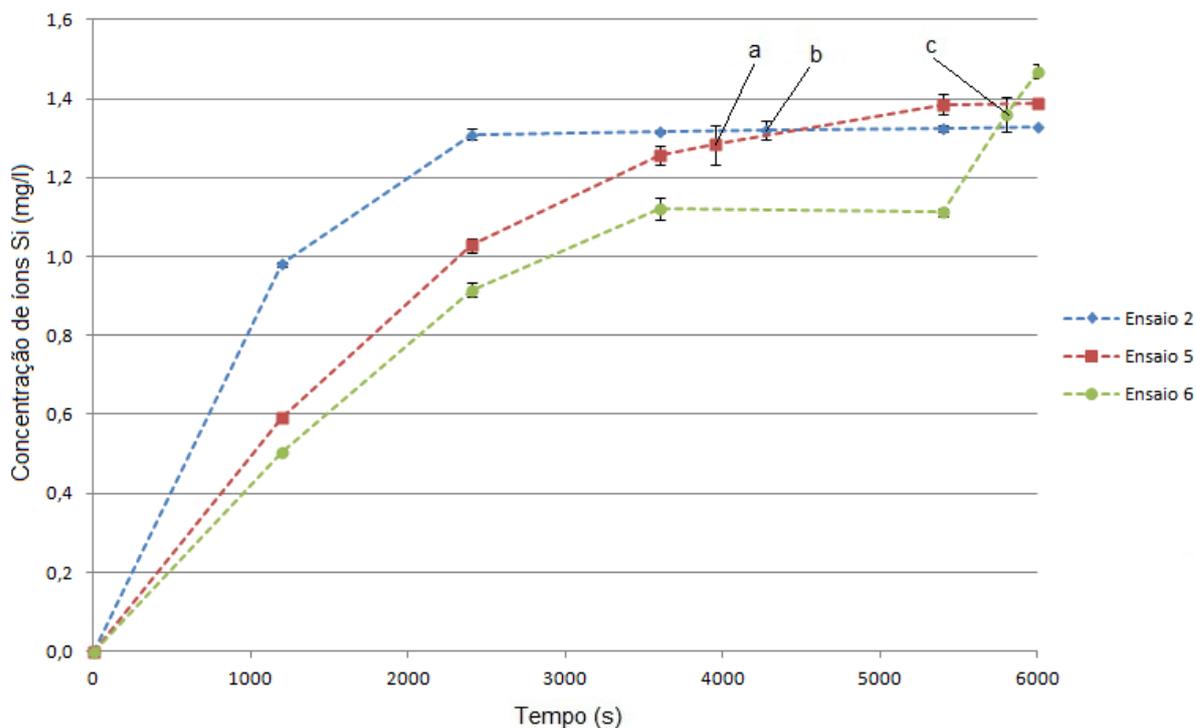


Figura 78 – Evolução da concentração de íons de Si (mg/l) em função do tempo nos ensaios de número 2, 5 e 6. Os pontos indicados pelas letras a, b e c representam justamente a concentração de Si na transição do período de *running-in* para o regime permanente, sendo (a) Ensaio 5; (b) Ensaio 2 e (c) Ensaio 6.

Ao empregar o par SiC-SiC em seus ensaios, Matsuda, Kato e Hashimoto (2011) mediram a concentração de íons de silício contidos na água deionizada, após aproximadamente 3000 metros de distância deslizada (é importante ressaltar que neste trabalho a distância deslizada foi de 6000 metros). Como resultado, estes autores, além de confirmarem as reações triboquímicas entre o SiC e a H₂O, mensuraram uma concentração de íons Si de aproximadamente 0,290 mg/l após os ensaios. Apesar da concentração bem abaixo da medida no presente trabalho, Matsuda, Kato e Hashimoto (2011) apontam que esta concentração de íons de Si foi responsável pela formação de um tribofilme à base de sílica fundamental no sentido de reduzir o atrito, bastante semelhante ao observado para o par Si₃N₄-Al₂O₃ lubrificando com água.

A concentração bem inferior de íons Si medida por Matsuda, Kato e Hashimoto (2011) em relação às medidas neste trabalho pode estar associada, principalmente, com a diferença entre as distâncias deslizadas e à taxa de reação superior do nitreto de silício em relação ao carbeto de silício, ambos submetidos à lubrificação com água (CHEN; KATO; ADACHI, 2001; RANI *et al.*, 2004). Apenas a título de curiosidade, os valores de energia livre de Gibbs de formação destas reações,

apresentadas por Rani e colaboradores (2004), estão presentes na revisão bibliográfica (seções 2.3.1.1 e 2.3.1.2).

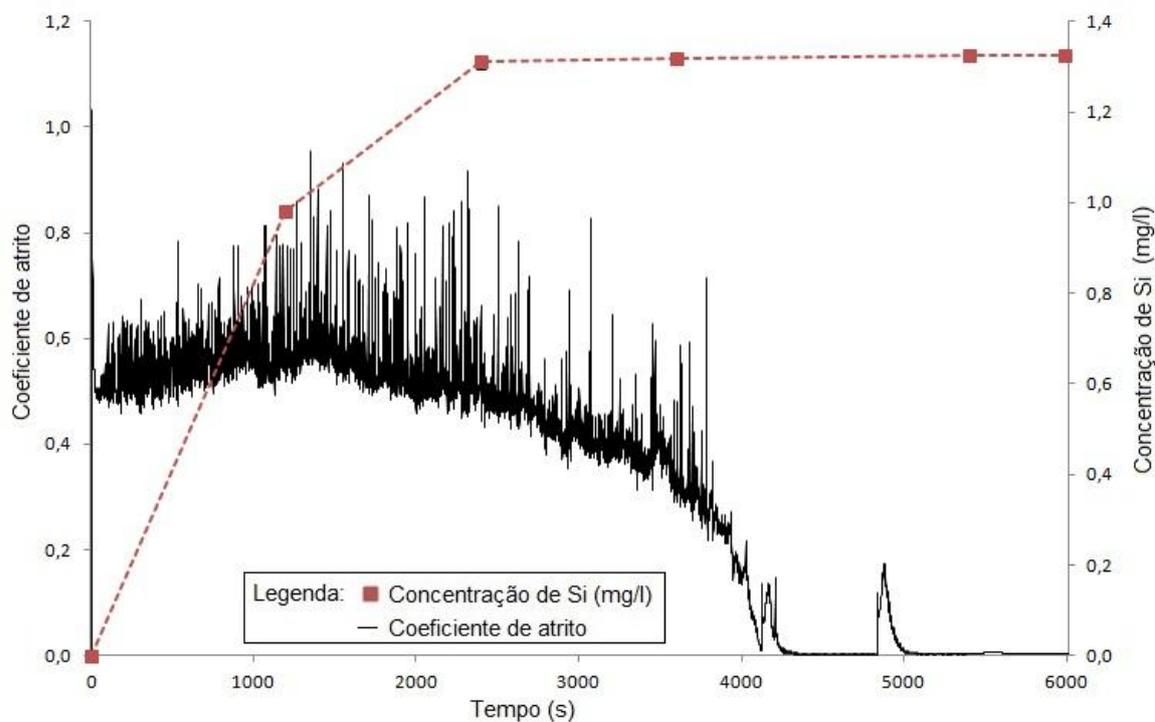


Figura 79 – Comportamento do coeficiente de atrito e da concentração de íons Si (mg/l) em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no segundo ensaio.

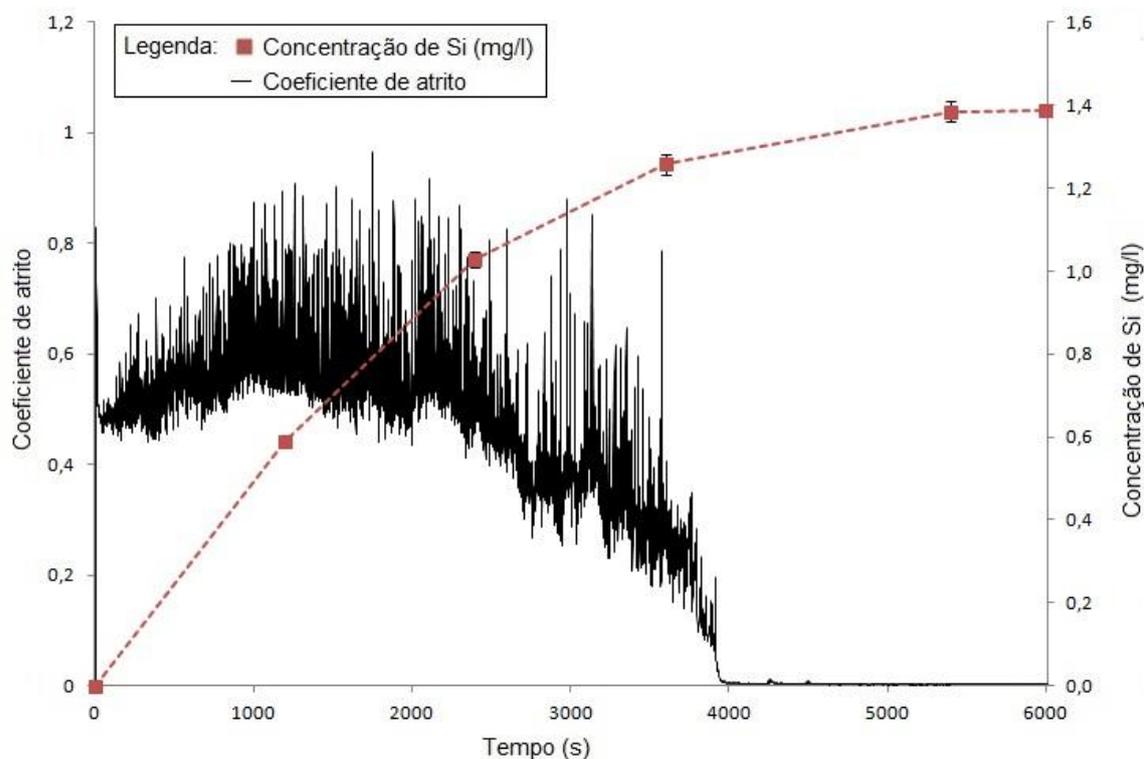


Figura 80 – Comportamento do coeficiente de atrito e da concentração de íons Si (mg/l) em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no quinto ensaio.

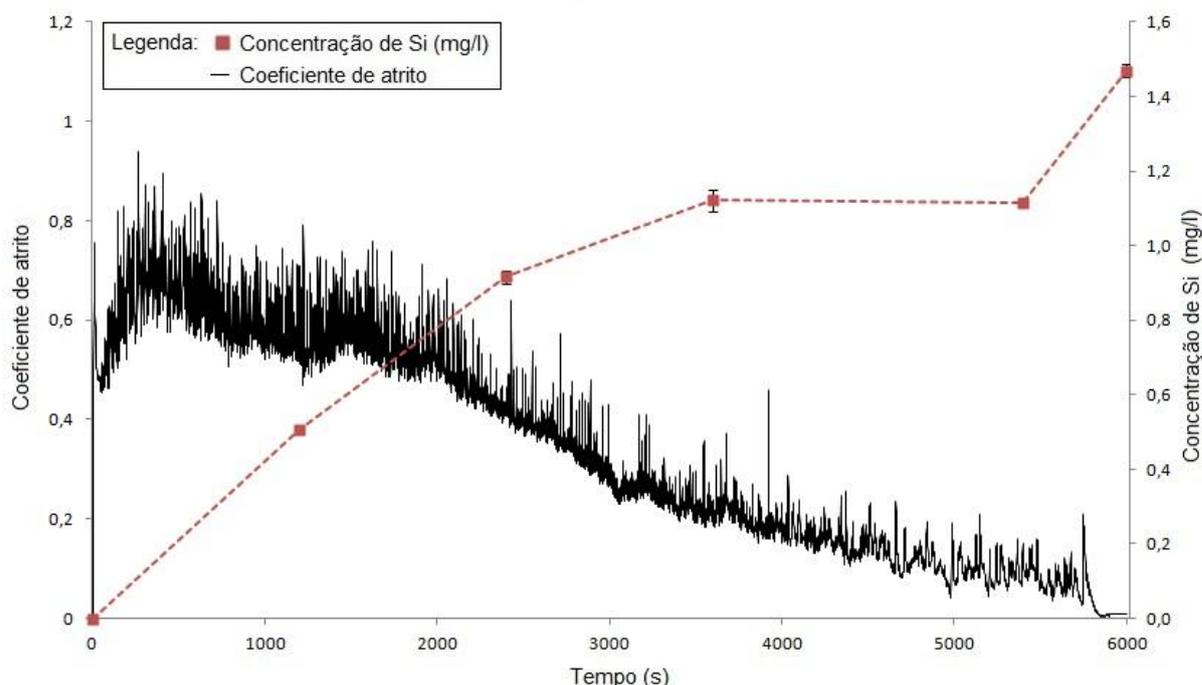


Figura 81 – Comportamento do coeficiente de atrito e da concentração de íons Si (mg/l) em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no sexto ensaio.

Em adição, a Figura 82 demonstra a concentração dos íons Si e Al para um dos ensaios adicionais (Ensaio B), obtida a partir de coletas de água realizadas a cada dez minutos subsequentes de ensaio. É válido lembrar que, apesar de um tempo de transição bastante reduzido, o valor de coeficiente de atrito no regime estacionário foi de aproximadamente 0,02.

Além disso, a concentração de íons silício não ultrapassou o patamar de 1,0 mg/l em momento algum do deslizamento durante o ensaio B. Este fato pode indicar o motivo pelo qual o coeficiente de atrito não alcançou os valores da ordem dos milésimos após o período de transição, conforme observado nos ensaios de número 2, 5 e 6.

Por outro lado, como esperado, a concentração de íons de Al manteve-se bem inferior (entre 0,3 e 0,4 mg/l até o fim do teste) quando comparado à de íons Si durante todo o tempo de ensaio. Sobre esta diferença, uma justificativa plausível seria a considerável diferença entre os valores de ΔG para as reações triboquímicas do nitreto de silício e óxido de alumínio, ambos deslizando em água (RANI *et al.*, 2004). Mais uma vez, este último fato foi discutido nos tópicos 2.3.1.1 e 2.3.1.2.

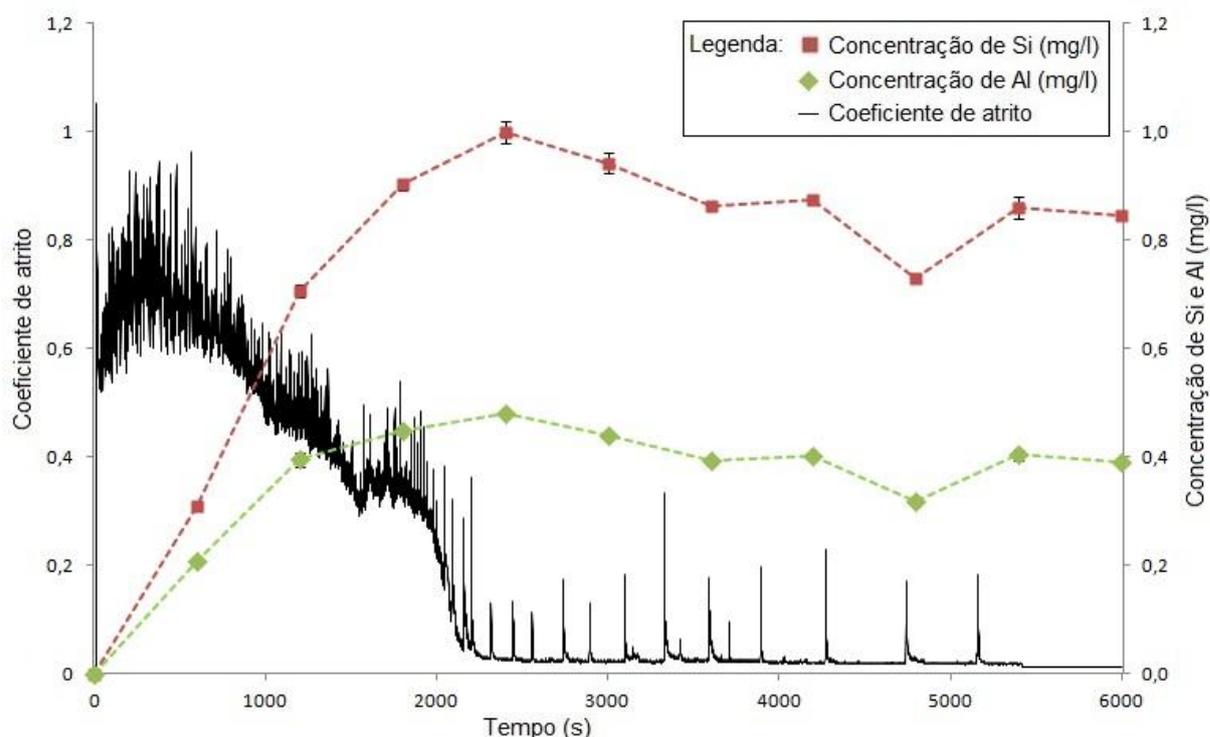


Figura 82 – Comportamento do coeficiente de atrito e da concentração de íons de Si e Al (mg/l) em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no ensaio B.

Segundo Xu e Kato (2000), uma forma alternativa de entender a variação na concentração dos íons é através de medições da condutividade elétrica (C) durante os ensaios. Logo, a Figura 83 relaciona o comportamento do coeficiente de atrito e da condutividade elétrica durante o ensaio B. Através da referida figura, é possível notar uma pequena queda seguida de um crescimento da condutividade elétrica nos instantes iniciais de teste, sendo que, após um determinado tempo de ensaio (2500 segundos), o valor de C se estabiliza, em aproximadamente $14,5 \mu\text{S}$, e se mantém constante até o fim do teste.

Ao trabalhar com o par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$, Xu e Kato (2000) também observaram uma queda inicial na condutividade elétrica seguida por um crescimento gradual até a estabilização em um valor limite de C, o que está coerente com o obtido no presente trabalho.

Os valores praticamente constantes de C depois de transcorrido o período transiente conotam que o desgaste triboquímico – dissolução do Si_3N_4 nas asperezas e formação da sílica – é mínimo durante o período estacionário. Caso contrário, a tendência seria de que os valores de C (influenciados pela ocorrência das reações

triboquímicas) permaneceriam aumentando indefinidamente durante o progresso do ensaio (XU; KATO, 2000).

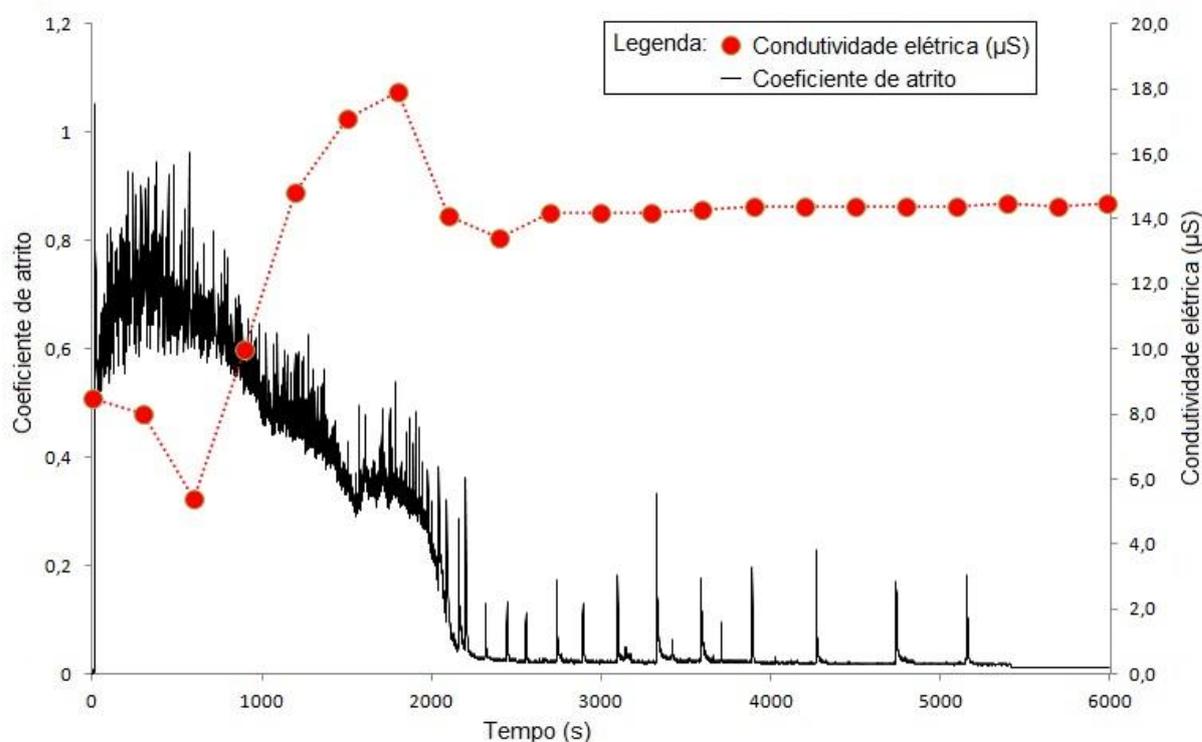


Figura 83 – Comportamento do coeficiente de atrito e da condutividade elétrica (μS) em função do tempo do par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água obtido no ensaio B.

4.10. DISCUSSÃO ACERCA DA RUGOSIDADE DOS MATERIAIS ENSAIADOS E O MODO DE LUBRIFICAÇÃO

De uma maneira geral, na literatura, é consenso a vital importância das reações triboquímicas para a obtenção do regime de UBCA. Os resultados apresentados no tópico anterior, de certa forma, demonstram esta importância.

Tomizawa e Fischer (1987) defendem a hipótese de que as reações triboquímicas desempenham o papel de promover superfícies de baixíssima rugosidade a ponto de suportar um filme hidrodinâmico. Ao trabalhar com o mesmo par, Kato (2000) também observou uma redução significativa de μ acompanhada por uma diminuição considerável da rugosidade superficial. Fischer (1997) reforça esta hipótese ao afirmar que a dissolução do material nas asperezas – durante o deslizamento de

nitreto de silício em água – é capaz de formar superfícies com rugosidades da ordem de poucos nanômetros. Adicionalmente, Jordi, Iliev e Fischer (2004), ao estudar a influência do aumento e diminuição da velocidade de deslizamento no coeficiente de atrito durante o ensaio, comprovaram que os valores de μ muito reduzidos eram resultado de uma lubrificação integralmente hidrodinâmica, descartando qualquer contribuição química para a manutenção dos coeficientes de atrito, no caso do trabalho dos mesmos, inferiores a 0,02 no regime permanente.

Por outro lado, outros autores (XU; KATO; HIRAYAMA, 1997; XU; KATO, 2000; CHEN; KATO; ADACHI, 2001; MATSUDA; KATO; HASHIMOTO, 2011) formularam outra hipótese: Lubrificação mista (hidrodinâmica e limítrofe) em detrimento da lubrificação puramente hidrodinâmica. O modelo de lubrificação mista propõe um regime de lubrificação hidrodinâmica, associada à formação de superfícies muito lisas durante o deslizamento, combinada com um regime de lubrificação limítrofe resultante de uma camada de sílica hidratada adsorvida na superfície dos materiais cerâmicos.

Segundo Xu e Kato (2000), isto ocorre porque a sílica, principal produto da reação triboquímica entre o Si_3N_4 e H_2O , ao combinar-se com a água durante o deslizamento, pode ficar em estado hidratado e tende a ficar adsorvida à superfície dos materiais cerâmicos. Uma vez que isto acontece, estas partículas de sílica podem atuar como um lubrificante limítrofe em meio a um regime de lubrificação misto. Em nível molecular, em função da baixa energia das ligações de hidrogênio da sílica amorfa hidratada, estas ligações são facilmente quebradas, o que leva a uma baixa resistência ao cisalhamento na camada de sílica hidratada. Por este motivo, este filme de sílica resulta em um tribofilme com propriedades condizentes com as de um excelente lubrificante limítrofe (XU; KATO; HIRAYAMA, 1997; XU; KATO, 2000).

Portanto, além da hipótese de lubrificação puramente hidrodinâmica (TOMIZAWA; FISCHER, 1987; JORDI; ILIEV; FISCHER, 2004), existe ainda a hipótese do regime de lubrificação misto, proposto pioneiramente por Xu, Kato e Hirayama (1997), e uma especulação – porém, em nível de aceitação no contexto do UBCA, menos expressiva – de que os coeficientes de atrito da ordem dos milésimos são resultado de superfícies recobertas com filmes óxidos (principalmente, SiO) com terminações

de hidrogênio (JAHANMIR; OZMEN; IVES, 2004). Adicionalmente, existe um modelo introdutório que relaciona os reduzidos valores de μ com a formação de uma dupla camada elétrica em torno da sílica (WONG; HUANG; MENG, 2003). Mais recentemente, Ferreira, Yoshimura e Sinatora (2012) formularam a hipótese de que, os produtos oriundos das reações triboquímicas, podem ficar aderidos aos vales das rugosidades, o que possibilita superfícies ainda mais planas (com rugosidades da ordem dos décimos de nanômetros) e adequadas para lubrificação hidrodinâmica.

Em adição, neste trabalho, a partir de análises das trilhas de desgaste dos discos de Al_2O_3 via EDS, foi constatada a presença de silício – possivelmente na forma de sílica e/ou grupos silanol – aderido em extensas regiões das trilhas formadas. Em ensaios nos quais o regime de UBCA foi alcançado, foi observada a presença de grandes regiões em formas de placa com concentrações em peso de Si superiores a 10%. Além do efeito lubrificante, relatado por Xu e Kato (2000), a aderência destas partículas possivelmente atuam no sentido de reduzir a rugosidade superficial dos discos de Al_2O_3 . Este último fato corrobora com a hipótese formulada por Ferreira, Yoshimura e Sinatora (2012), na qual a sílica e demais produtos oriundos das reações triboquímicas, podem ficar aderidos aos vales das rugosidades, o que possibilita superfícies muito lisas de tal modo a possibilitar uma parcela hidrodinâmica dentro de um regime misto de lubrificação.

Ainda nesta discussão, comparando as duas teorias mais aceitas (regime de lubrificação hidrodinâmico e lubrificação mista), Xu e Kato (2000) calcularam, através de formulações matemáticas propostas por Reynolds para lubrificação hidrodinâmica, que para um filme lubrificante ser capaz de suportar totalmente o carregamento normal e separar integralmente as superfícies, a viscosidade do lubrificante (no caso, a água) deveria ser, no mínimo, uma ordem de grandeza acima do valor de viscosidade da água usada. Este último fato foi também confirmado no trabalho de Santos (2012). Logo, este fato, por si só, já contradiz o modelo proposto puramente hidrodinâmico elaborado por Tomizawa e Fischer (1987).

Adicionalmente, a lubrificação mista pode ser justificada pela investigação da soma da rugosidade da calota esférica com o da pista de desgaste formada nos discos. Conforme uma análise prévia, no tópico 4.3.1, foi estimada que esta soma dos valores de rugosidade, no presente trabalho, alcançou valores de R_q superiores a

300 nm. Apesar de este valor ser consideravelmente alto, ao ponto de impossibilitar um filme hidrodinâmico capaz de separar integralmente as duas superfícies, é válido lembrar que o regime de UBCA foi alcançado na maioria dos ensaios realizados.

Conseqüentemente, este fato sustenta a hipótese de que, além do regime hidrodinâmico, uma parcela de lubrificação limítrofe está atuando à favor da obtenção de coeficientes de atrito da ordem dos milésimos.

Com o objetivo de reforçar ainda mais esta hipótese, foram usadas as equações propostas por Jordi, Iliev e Fischer (2004) para estimar a espessura mínima hipotética do filme lubrificante nos ensaios tribológicos do presente trabalho. A partir de integrações das equações de Reynolds e artifícios algébricos para possibilitar aplicar as equações originalmente usadas para o caso geral (geometria retangular e de placas paralelas) para o caso particular do presente trabalho (geometria de superfície plana circular contra um plano), é possível calcular a espessura mínima aproximada do filme lubrificante dos ensaios tribológicos. Neste trabalho, a espessura mínima (h_0) calculada resultou em valores da faixa de 270 a 290 nm.

Apesar de um filme hidrodinâmico consideravelmente espesso, quando comparado com outros trabalhos da literatura, o mesmo não é capaz de separar completamente as rugosidades somadas do corpo e contra corpo (neste trabalho, para todos os ensaios, os valores de R_q combinados ultrapassam 300 nm). Logo, este resultado elucida o fato de que em um dado momento do deslizamento possivelmente ocorrerá contato entre os picos das asperezas e, por conseguinte, a hipótese de que é realmente necessária uma contribuição de lubrificação limítrofe para a obtenção dos valores de UBCA é mais uma vez reforçada. Portanto, estes argumentos, em conjunto, afastam a possibilidade de um regime de lubrificação puramente hidrodinâmico e, para o par em estudo nas condições estudadas, reforçam a hipótese de lubrificação mista.

4.11. DISCUSSÃO ACERCA DO MODO DE LUBRIFICAÇÃO ASSOCIADO COM OS ÍONS FORMADOS NA ÁGUA

Em ensaios tribológicos envolvendo o par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado com água, com o aumento da distância deslizada, os materiais sofrem desgaste mecânico e triboquímico, sendo que a quantidade de íons de Si e Al, na água, aumenta continuamente com o decorrer do ensaio. No caso das esferas de Si_3N_4 , em especial, o desgaste contínuo favorece tanto a formação da superfície plana gerada na esfera quanto à formação de tribofilmes à base de silício (tópicos 2.3.1.2 e 2.3.1.3). Em outras palavras, a superfície plana formada nas esferas associada com a trilha de desgaste gerada nos discos de alumina resultam em um contato conforme (lubrificação hidrodinâmica), enquanto que os tribofilmes favorecem a ocorrência da lubrificação limite. Logo, em acordo com o discutido no tópico anterior, os regimes de lubrificação hidrodinâmico e limite, atuando em conjunto, resultam em um regime de lubrificação suficiente para a ocorrência do regime de UBCA.

No deslizamento do nitreto de silício em água, a sílica formada, ao combinar-se com a água, pode ficar em estado hidratado e, devido ao carregamento negativo na superfície da mesma, em um meio neutro, ela passa a atrair cargas opostas e forma uma dupla camada elétrica, a qual é composta pela camada de Stern e por uma camada difusa. Os íons e contra-íons, característicos da camada de Stern, são considerados fixos devido à elevada força de adesão. No entanto, os íons presentes na camada difusa podem se deslocar com facilidade. Em um dado potencial afastado a uma determinada distância das superfícies, conhecido como potencial Zeta, existe um plano de escorregamento favorável ao deslocamento dos íons, o qual é determinante nas propriedades lubrificantes da sílica coloidal (XU; KATO, 2000; BUTT; KAPPL, 2010; KITAHARA; FURUSAWA, 1990).

Em pares $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Si}_3\text{N}_4$, as partículas de sílica coloidal formadas, circundadas por uma dupla camada elétrica, por razões entrópicas relacionadas ao processo de polarização, possuem a tendência de serem adsorvidas à superfície do nitreto de silício. Após esta etapa, as mesmas tendem a serem pressionadas contra a

superfície do Si_3N_4 , o que forma um filme superficial à base de sílica com uma dupla camada elétrica (XU; KATO, 2000).

Ferreira (2008) formulou a hipótese de que, para o par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$, tribofilmes à base de silício e alumínio são formados nas superfícies do nitreto de silício e óxido de alumínio, respectivamente. Com o contínuo aumento da distância deslizada, conforme constatado neste trabalho, a concentração de íons Si e Al é aumentada, o que, de uma maneira geral, resulta em um aumento na concentração de sílica coloidal ao longo do ensaio.

Zhu e colaboradores (2001) concluíram que a alumina, em meio aquoso e na presença de sílica coloidal, apresenta comportamento semelhante ao da superfície da sílica na presença de um meio contendo sílica coloidal. Este fato suporta a hipótese de que a superfície do nitreto de silício apresenta comportamento similar ao da alumina durante o deslizamento em água, o que possibilita a obtenção do UBCA entre o par dissimilar $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ (FERREIRA, 2008). Por conseguinte, acredita-se que tanto a superfície do nitreto de silício (recoberto com tribofilmes à base de silício), quanto à superfície da alumina (recoberta por filmes constituídos por hidróxidos e tri-hidróxidos de alumínio) apresentam a tendência de atrair partículas de sílica coloidal e constituir tribofilmes com propriedades lubrificantes.

De acordo com os modelos de hidroxilação propostos por Zhuravlev (2000) e Xu e Kato (2000), a sílica coloidal adsorvida à superfície das cerâmicas apresenta a tendência de atrair moléculas de água, formando diversas ligações do tipo O-H. Xu e Kato (2000) afirmaram que a facilidade com a qual estas ligações são rompidas justifica, em partes, a eficiência do efeito lubrificante proporcionado em pares similares de nitreto de silício deslizando em água.

Portanto, conforme observado neste trabalho, valores de UBCA ($\mu < 0,01$) só foram obtidos após a concentração de íons silício na água alcançarem, aproximadamente, o valor de 1,3 mg/l. Nas condições de ensaio estudadas, este número é, supostamente, o valor limite a partir do qual suficientes ligações O-H são formadas, frequentemente rompidas e refeitas, numa proporção adequada para proporcionar o efeito de lubrificação capaz de manter os valores de coeficiente de atrito na ordem dos milésimos após a estabilização do regime estacionário.

5. CONCLUSÃO

Conclusões relacionadas aos ensaios tribológicos (1 a 8):

- O regime de UBCA foi obtido entre o par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ lubrificado a água, sendo que valores de μ inferiores a 0,01 foram obtidos em sete dos oito ensaios realizados. Entre estes sete ensaios, seis resultaram em valores de $\mu < 0,003$;
- Através de comparações entre a medida da soma das rugosidades das superfícies desgastadas com a espessura mínima do filme lubrificante, este trabalho confirma a hipótese de que é necessário um regime de lubrificação misto (hidrodinâmico e limítrofe) para a obtenção do regime de UBCA;
- Para o par $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$, nas condições estudadas, não foi comprovado que maiores valores de rugosidade superficial resultam em maiores valores de picos de atrito no contato inicial esfera-disco;
- Neste trabalho, o valor do pico inicial de μ não apresentou relação concreta com a duração do período transitório;
- Quanto maior a rugosidade superficial dos materiais, maior o tempo de *running-in*;
- Quanto maior o caráter oscilatório do coeficiente de atrito, em relação à frequência e amplitude, maior o tempo demandado até a estabilização do regime estacionário;
- Em todos os ensaios, foi constatada uma diminuição dos valores de rugosidade dos discos após os ensaios;
- Em contradição, todas as esferas sofreram um aumento de rugosidade após a realização dos ensaios;
- As trilhas formadas nas superfícies dos discos apresentaram desgaste predominantemente triboquímico;
- Duas regiões distintas foram observadas nas trilhas formadas nos discos (via MEV), sendo que em ensaios onde o regime de UBCA foi alcançado, a região mais polida (escura) apresentou valores de percentagem em peso de silício da faixa de 10

a 12%, enquanto que a outra região (mais clara) apresentou valores de Si, em peso, inferiores a 1%, aproximadamente;

- A taxa de desgaste das esferas de Si_3N_4 é cerca de 3 a 4 vezes superior que a taxa de desgaste dos discos de Al_2O_3 ;
- Existe uma tendência de aumento de desgaste com o aumento do tempo de transição;
- Nas variáveis de ensaio investigadas, o regime de UBCA foi estabelecido para concentrações de íons de Si superiores a 1,3 mg/l.

Conclusões relacionadas aos ensaios tribológicos adicionais (A e B):

- O regime de UBCA não foi alcançado, sendo que, em ambos os ensaios, valores de $\mu = 0,02$ foram obtidos no regime estacionário;
- Estes ensaios apresentaram tempo de transição semelhantes (2700 e 2800 segundos), os quais são substancialmente inferiores quando comparados com os tempos de *running-in* obtidos nos oito ensaios realizados previamente;
- Mesmo após o estabelecimento do período estacionário, o mesmo foi marcado por diversos picos de μ , o que pode indicar algum contato sólido-sólido mesmo após transcorrido o período transitório;
- No ensaio adicional B, em nenhum momento, durante o deslizamento, a concentração de íons Si ultrapassou o valor de 1,0 mg/l. Logo, neste ensaio, o regime de UBCA não foi estabelecido;
- A concentração de íons Al foi, aproximadamente, metade da mesma variável medida para os íons Si durante o ensaio B;
- A medida da condutividade elétrica apresenta uma pequena queda inicial no deslizamento seguido por um aumento gradual até alcançar um valor constante que se mantém até o final do teste.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Imediatamente após um ensaio de UBCA, submeter o disco empregado no ensaio, sem qualquer procedimento de limpeza do mesmo, para uma medição de rugosidade superficial, objetivando investigar se a adsorção de camadas à base de sílica e/ou hidróxidos de alumínio na superfície da cerâmica funcionam no sentido de reduzir a rugosidade da pista de desgaste formada no disco;
- Investigar o comportamento da concentração de íons na água ao longo dos ensaios para diferentes condições de carga normal e velocidade de deslizamento;
- Analisar as superfícies planas formadas nas esferas por microscopia eletrônica de varredura;
- Empregar novas cerâmicas avançadas, objetivando obter o regime de UBCA entre pares jamais estudados na literatura;
- Analisar, por microscopia eletrônica de varredura, a pista de desgaste formada nos discos para diferentes tempos de ensaio;
- Realizar ensaios com o par Al_2O_3 - Al_2O_3 lubrificado com uma solução de água contendo determinada concentração de sílica coloidal;
- Efetuar ensaios com água desaerada, comparar com os resultados obtidos neste trabalho e, por conseguinte, investigar o efeito do oxigênio dissolvido na água em relação às reações triboquímicas (se houver);
- Medir e monitorar o potencial Zeta ao longo dos ensaios (através de um Zetâmetro), objetivando relacionar o mesmo com a concentração de íons medidos na água usada para lubrificação;
- Uma vez obtido o regime de UBCA em um dado ensaio, trocar a água usada como lubrificante por água pura (sem interromper o ensaio), de modo a observar o que ocorrerá nos instantes seguintes de teste e, desta forma, buscar um melhor entendimento sobre os efeitos triboquímicos no fenômeno de ultrabaixo coeficiente de atrito.

7. REFERÊNCIAS

ADACHI, K.; KATO, K.; TAKIZAWA, R. Smoothing effect of the third body compaction on alumina surface in sliding contact. **The Third Body Concept**. Edited by D. Dowson et al., 1996.

ALVARENGA, H. C. A.; BALARINI, R.; SCANDIAN, C.; SINATORA, A. Sobre o estudo do ultra-baixo coeficiente de atrito em materiais cerâmicos. **CONEM**, 2012.

ANDERSSON, P. Water-lubricated pin-on-disc tests with ceramics. **Wear**, v. 154, 1992, p. 37–47.

ASKELAND, D. R.; PHULÉ, P. P. **Ciência e Engenharia de Materiais**. Ed. CENGAGE Learning, 2008.

BHUSHAN, B. **Introduction to Tribology**. Ed. John Wiley & Sons, Inc., 2002.

BHUSHAN, B. **Modern tribology handbook**. Boundary Lubrication and Boundary Lubricating Films, cap. 12. Ed. Bharat Bhushan, CRC Press, 2001 (b).

BHUSHAN, B. **Modern tribology handbook**. Surface Roughness Analysis and Measurement Techniques, cap. 2. Ed. Bharat Bhushan, CRC Press, 2001 (a).

BHUSHAN, B. **Principles and Applications of Tribology**. Ed. John Wiley & Sons, New York, 1999.

BLAU, P. Embedding wear models into friction models. **Tribology Letters**, v. 34, 2009, p. 75–79.

BLAU, P. On the Nature of Running-in. **Tribology International**, v. 38, 2005, p. 1007–1012.

BLAU, P. The significance and use of the friction coefficient. **Tribology International**, v. 34, 2001, p. 585–591.

BUTT, H.; KAPPL, M. **Surface and Interfacial Forces**. Ed. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2010.

CALLISTER Jr., W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. Editora LTC. 7ª edição, 2008.

CHEN, M.; KATO, K.; ADACHI, K. Friction and Wear in Self-Mated Sic and Si₃N₄ Sliding in Water. **Wear**, v. 250, 2001, p. 246–255.

CHIANG, Y.; BIRNIE III, D.; KINGERY, W. D. **Physical Ceramics; Principles for Ceramic Science and Engineering**. Ed. John Wiley & Sons, Inc., 1997.

DANTE, R. C.; KAJDAS, C. K. A review and a fundamental theory of silicon nitride tribochemistry. **Wear**, v. 288, 2012, p. 27–38.

DONG, X.; JAHANMIR, S. Wear transition diagram for silicon nitride. **Wear**, v. 165, 1993, p. 169–180.

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**, v. 288, 2000, p. 1029–1033.

ENOMOTO, Y. Ceramic Tribology in Japan. **Tribology International**, v. 28, 1995, p. 1–6.

EPOSITO, L; TUCCI, A. Microstructural dependence of friction and wear behaviours in low purity alumina ceramics. **Wear**, v. 205, 1997, p. 88–96.

FERREIRA, V. **Processamento, Caracterização Mecânica e Tribológica do Compósito Al₂O₃-NbC**. Dissertação de Mestrado, IPEN-USP, 2001.

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

FERREIRA, V.; YOSHIMURA, H. N.; SINATORA, A; Ultra-low friction coefficient in alumina–silicon nitride pair lubricated with water. **Wear**, v. 296, 2012, p. 656–659.

FISCHER, J. **Modern tribology handbook**. Biomedical applications, cap. 41. Ed. Bharat Bhushan, CRC Press, 2001.

FISCHER, T. E. Tribochemistry of ceramics: science and applications. **New Directions in Tribology**. Edited by I. M. Hutchings, 1997, p. 211–215.

FISCHER, T.E; TOMIZAWA, H. Interaction of tribochemistry and microfracture in the friction and wear of silicon nitride. **Wear**, v. 105, 1985, p. 29–45.

FISCHER, T.E; ZHU, T.; KIM, H.; SHIN, D. S. Genesis and role of wear debris in sliding wear of ceramics. **Wear**, v. 245, 2000, p. 53–60.

GANT, A. J.; GEE, M. G. Sliding wear corrosion of ceramics. **Wear**, v. 267, 2009, p. 599–607.

GATES, R. S.; HSU, S. M. Tribochemistry between water and Si_3N_4 and SiC : Induction time analysis. **Tribology Letters**, v. 17, 2004.

GOHAR, R.; RAHNEJAT, H. **Fundamentals of Tribology**. Imperial College Press, 2008.

HORN, R. G. Surface Forces and Their Actions in Ceramic Materials. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 73, 1990, p. 1117–1135.

HUTCHINGS, I. M. **Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials**; Metallurgy & Materials Science Series. Ed. Edward Arnold, 1992.

ISHIGAKI, H.; NAGATA, R.; IWASA, M.; Effect of Adsorbed Water on Friction of Hot-pressed Silicon Nitride and Silicon Carbide at Slow Speed Sliding. **Wear**, v. 121, 1988, p. 107–116.

ISRAELACHVILI, J. **Intermolecular & Surface Forces**. Ed. Elsevier, AP, Second Edition, 1991.

ISRAELACHVILI, J. N. **Intermolecular and Surface Forces**. Ed. Elsevier, AP, Third Edition, 2011.

JAHANMIR, S.; OZMEN, Y.; IVES, L. K. Water lubrication of silicon nitride in sliding. **Tribology Letters**, v. 17, 2004, p. 409–417.

JENG, M.; YAN, L. Environmental effects on wear behavior of alumina. **Wear**, v. 161, 1993, p. 111–119.

JORDI, L.; ILIEV, C.; FISCHER, T. E. Lubrification of silicon nitride and silicon carbide by water: Running in, wear and operation of sliding bearings. **Tribology Letters**, v. 17, 2004, p. 367–376.

KALIN, M.; NOVAK, S.; VIŽINTIN, J. Wear and friction behavior of alumina ceramics in aqueous solutions with different pH. **Wear**, v. 254, 2003, p. 1141–1146

KATO, K. Tribology of ceramics. **Wear**, v. 136, 1990, p. 117–133.

KATO, K. Wear in relation to friction – a review. **Wear**, v. 241, 2000, p. 151–157.

KATO, K.; ADACHI, K. **Modern tribology handbook**. Wear Mechanisms, cap. 7. Ed. Bharat Bhushan, CRC Press, 2001.

KATO, K.; ADACHI, K. Wear of advanced ceramics. **Wear**, v. 253, 2002, p. 1097–1104.

KITAHARA, B.; FURUSAWA, K. New Chemistry Colloid. **Koudansya Scientific**, Tokyo, 1990, p. 50–70.

LANCASTER, J. K.; A review of the influence of environmental humidity and water on friction, lubrication and wear. **Tribology International**, v. 23, 1990.

LUDEMA, K. C. **Modern tribology handbook**. Friction, cap. 5. Ed. Bharat Bhushan, CRC Press, 2001.

MATSUDA, M.; KATO, K.; HASHIMOTO, A. Friction and Wear Properties of Silicon Carbide in Water from Different Sources. **Tribology Letters**, v. 43, 2011, p. 33–41.

MURATOV, V. A.; LUANGVARANUNT, T.; FISCHER, T.E. The tribochemistry of silicon nitride: effects of friction, temperature and sliding velocity. **Tribology International**, v. 31, 1998, p. 60–611.

NETO, J. C. S. **Metrologia e Controle Dimensional: Conceitos, Normas e Aplicações**. Ed. Elsevier, Rio de Janeiro, 2012.

OLIVEIRA, R. P. **Ultra Baixo Coeficiente de Atrito No Deslizamento de Al₂O₃-Si₃N₄: Efeito das Variáveis Químicas (pH e Concentração de Sílica Coloidal)**. Dissertação de Mestrado, Escola Politécnica da USP, 2012.

OLIVEIRA, R. P.; SANTOS, E.; SINATORA, A. Influence of pH lubricant (water) in the friction coefficient in sliding of $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$. **COBEM**, 2011.

PENG, L.; QISUI, W.; XI, L.; CHAOCAN, C. Investigation of the states of water and OH groups on the surface of silica. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 334, 2009, p. 112–115.

PEREZ-UNZUETA, A. J.; BEYNON, J. H.; GEE, PEREZ, M. G. Effects of surrounding atmosphere on the wear of sintered alumina. **Wear**, v. 146, 1991, p. 179–196.

RABINOWICZ, E. **Friction and wear of materials**. Ed. John Wiley & Sons, Inc., Second Edition, 1995.

RANI, D. A.; YOSHIZAWA, Y.; HYUGA, H.; HIRAO, K; YAMAUCHI, Y. Tribological behavior of ceramic materials (Si_3N_4 , SiC and Al_2O_3) in aqueous medium. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 24, 2004, p. 3279–3284.

REED, J. S. **Introduction to the principles of ceramics**. Ed. John Wiley & Sons, Inc., 1995.

SANTOS, E. **Ultra Baixo Coeficiente de Atrito No Deslizamento de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Si}_3\text{N}_4$: Efeitos da Força Aplicada, Velocidade de Deslizamento e Temperatura de Ensaio**. Dissertação de Mestrado, Escola Politécnica da USP, 2012.

SANTOS, E.; OLIVEIRA, R. P.; FERREIRA, V.; SINATORA, A. Effect of water temperature on the ultra low friction coefficient of $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ sliding pair. **TriboBR**, 2010.

SASAKI, S. The effects of the surrounding atmosphere on the friction and wear os alumina, zirconia, silicon carbide and silicon nitride. **Wear**, v. 134, 1989, p. 185–200.

STACHOWIAK, G. W.; BATCHELOR, A. W. **Engineering Tribology**. Butterwth Heinemann, Second Edition ,1999.

STACHOWIAK, G. W.; BATCHELOR, A. W. **Engineering Tribology**. Butterwth Heinemann, Third Edition, 2005.

STACHOWIAK, G. W.; BATCHELOR, A. W. **Engineering Tribology**. Team LRN, Elsevier, 1993.

TOMIZAWA, H.; FISCHER, T.E. Friction and wear of silicon nitride and silicon carbide in water: hydrodynamic lubrication at low sliding velocity obtained by tribochemical wear. **STLE Trans.**, v. 30, 1987, p. 41–46.

WONG, H. C.; KATO, K.; UMEHARA, N. Water lubrication of ceramics. **EUROTRIB'93**, v. 3, 1993. p. 149.

WONG, H. C.; UMEHARA, N.; KATO, K. Frictional characteristics of ceramics under water-lubricated conditions. **Tribology Letters**, v. 5, 1998, p. 303–308.

WONG, H. C.; UMEHARA, N.; KATO, K. The Effect of Surface Roughness on Friction of Ceramics Sliding in Water. **ITC**, Yokohama, 1995, p. 457–462.

WONG, P. L.; HUANG, P.; MENG, Y. The Effect of the Electric Double Layer on a Very Thin Water Lubricating Film. **Tribology Letters**, v. 14, 2003, p. 197–203.

XU, J.; KATO, K. Formation of tribochemical layer of ceramics sliding in water and its role for low friction. **Wear**, v. 245, 2000, p. 61–75.

XU, J.; KATO, K.; HIRAYAMA, T. The transition of wear mode during the running-in process of silicon nitride sliding in water. **Wear**, v. 205, 1997, p. 55–63.

ZHU, X.; JIANG, D.; TAN, S.; ZHANG, Z. Dispersion properties of alumina powders in silica sol. **Journal of the European Ceramic Society.**, v. 21, 2001, p. 2879–2885.

ZHURAVLEV, L. T. Surface and characterization of amorphous silica – a review of work from the former USRR. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 74, 1993, p. 71–90.

ZHURAVLEV, L. T. The surface chemistry of amorphous silica. Zhuravlev model. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 173, 2000, p. 1–38.

ZUM GAHR, K. H. **Microstructure and wear of materials**. Ed. Elsevier. Tribology series, v. 10, 1987.

ANEXOS

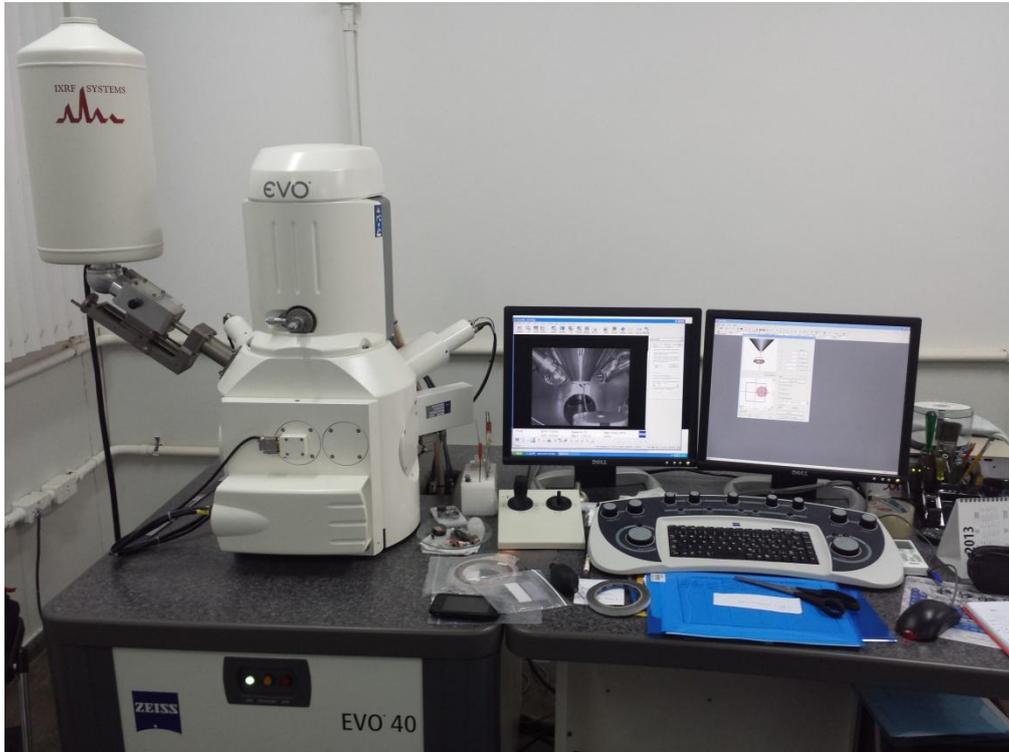
ANEXO A

Informações fornecidas pelo fabricante sobre algumas propriedades dos discos de óxido de alumínio.

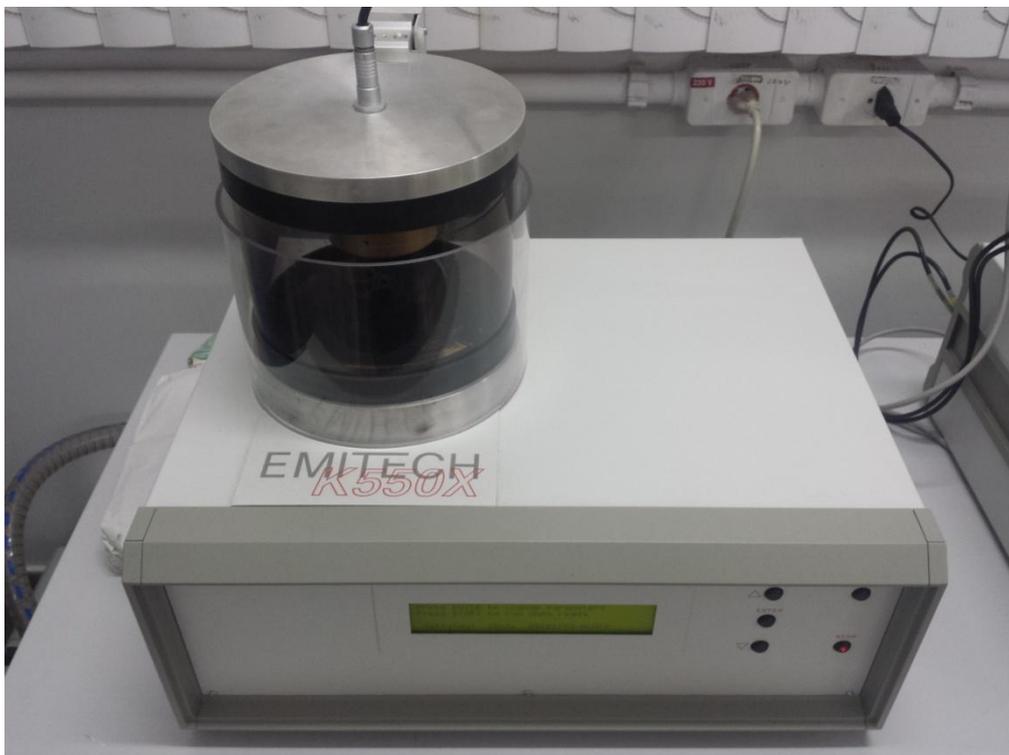
Discos de Al₂O₃

Dureza (GPa)	1,82 ± 0,04
Condutividade térmica (W/m.K)	33
Temperatura de fusão (°C)	2050
Densidade geométrica (g/cm ³)	3,98
Densidade de Arquimedes (g/cm ³)	3,86 ± 0,04
Módulo de elasticidade (GPa)	275 ± 20
Tamanho médio de grão (µm)	1,8

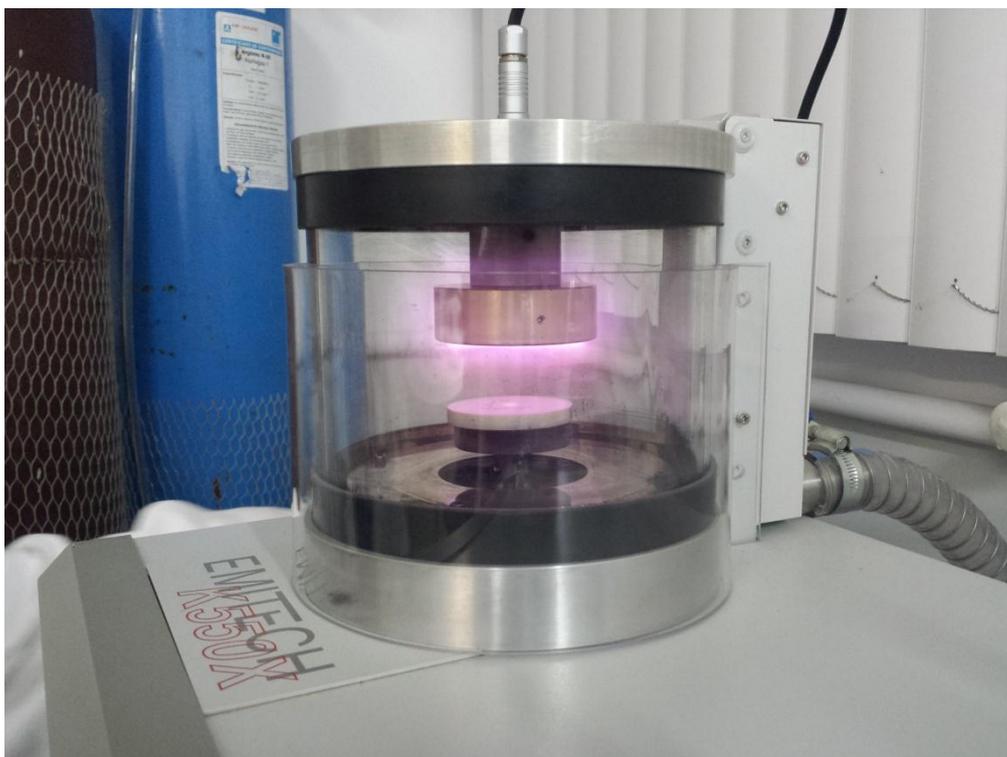
ANEXO B



Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) localizado no LCSM da UFES.



Aparato utilizado para revestir os discos de alumina (fabricante: *EMITECH*, modelo K550X *Sputter Coater*).

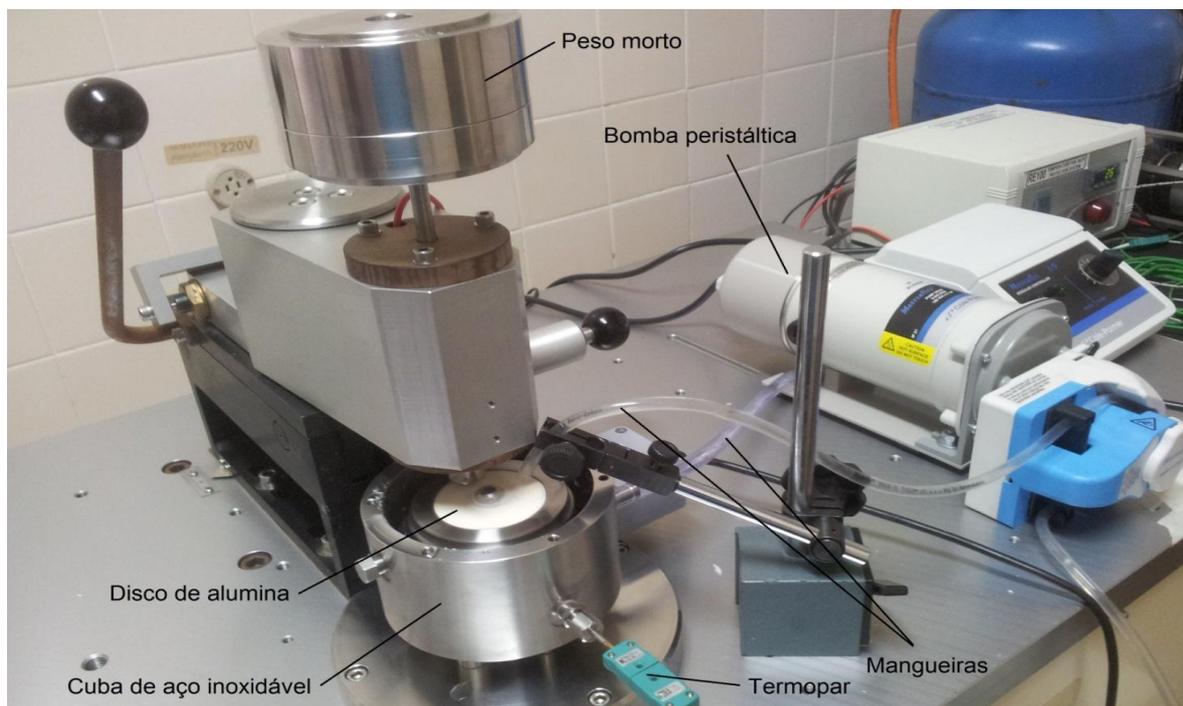


Equipamento utilizado para revestir os discos de alumina com um fino filme de platina, para posterior análise no MEV.

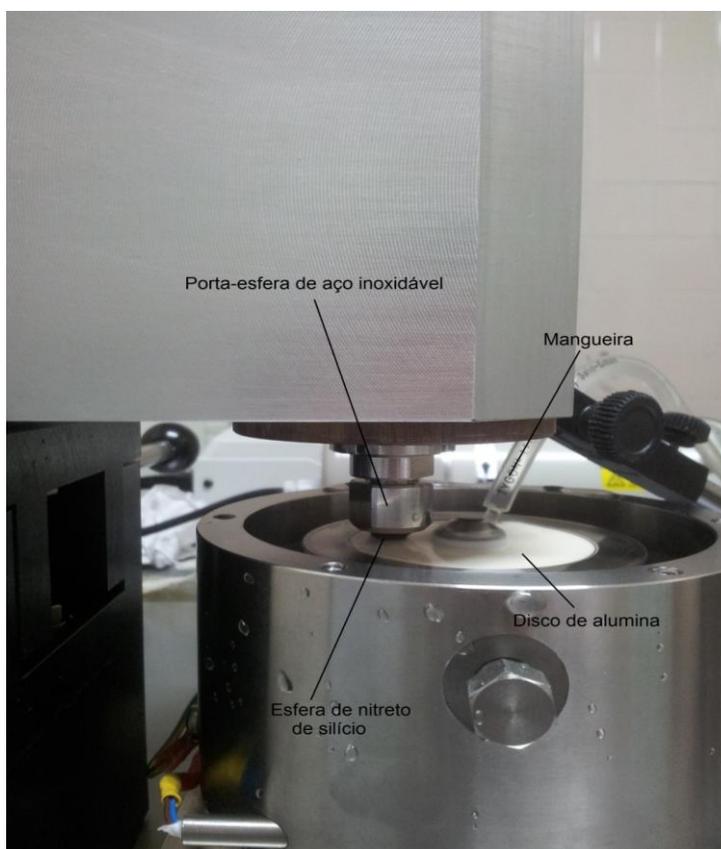


Comparação entre um disco de alumina antes de ser revestido (à esquerda) e logo após ser revestido por um fino filme de platina (à direita).

ANEXO C

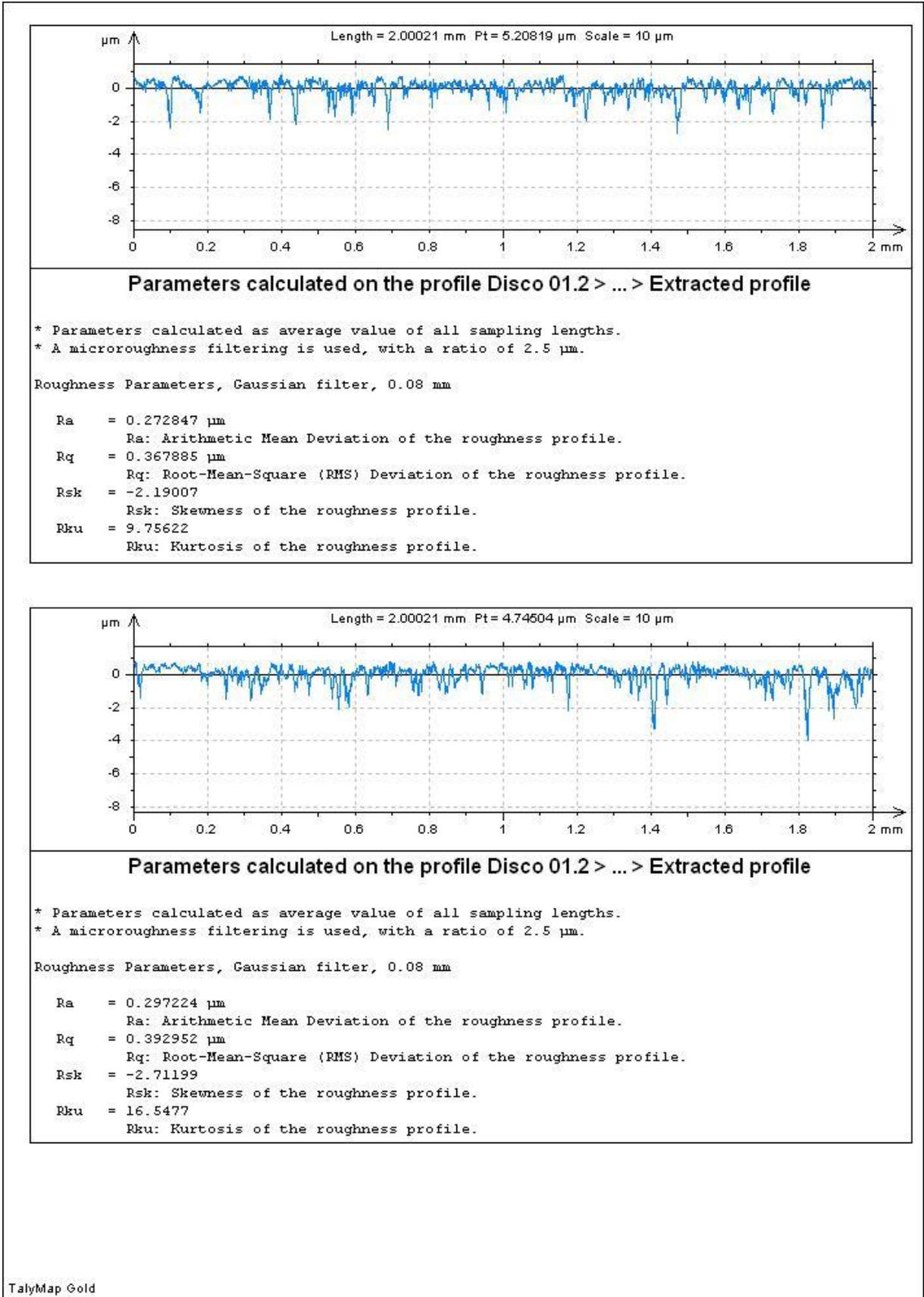


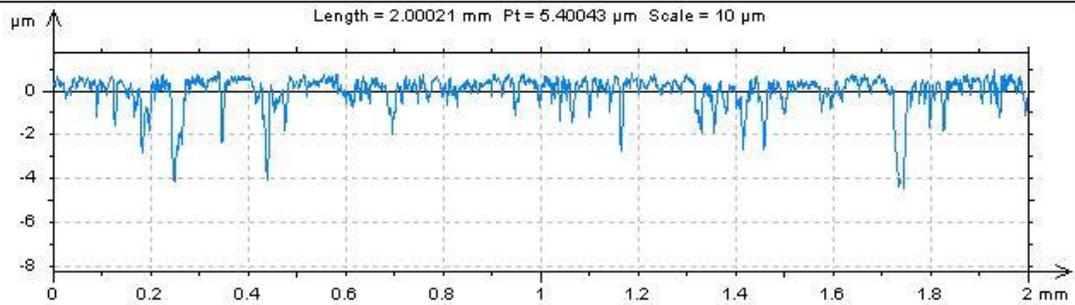
Representação dos principais componentes empregados para a realização dos ensaios.



No detalhe, o porta-esfera designado para fixar à esfera pressionada contra o disco de alumina durante o ensaio.

ANEXO D



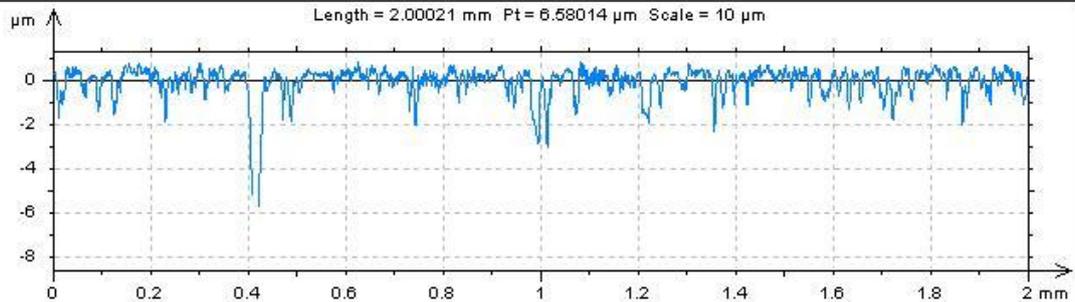


Parameters calculated on the profile Disco 01.2 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.344418 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.481131 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -2.72534
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 14.1517
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

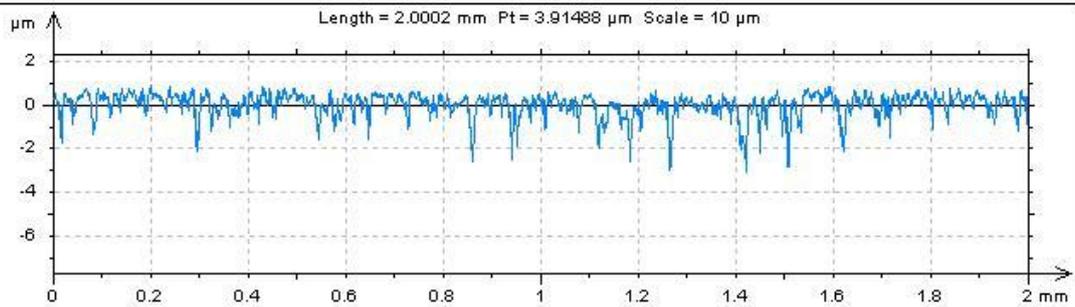


Parameters calculated on the profile Disco 01.2 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.329357 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.453593 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -3.31791
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 23.4303
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

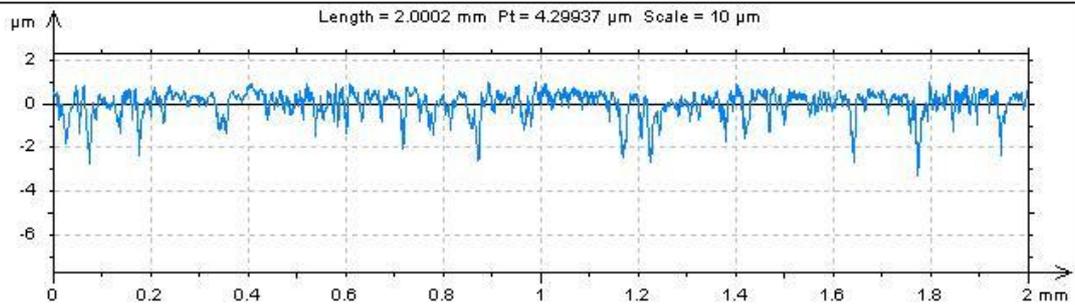


Parameters calculated on the profile Disco 02.1 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.317426 µm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.424817 µm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -1.89497
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 8.53278
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

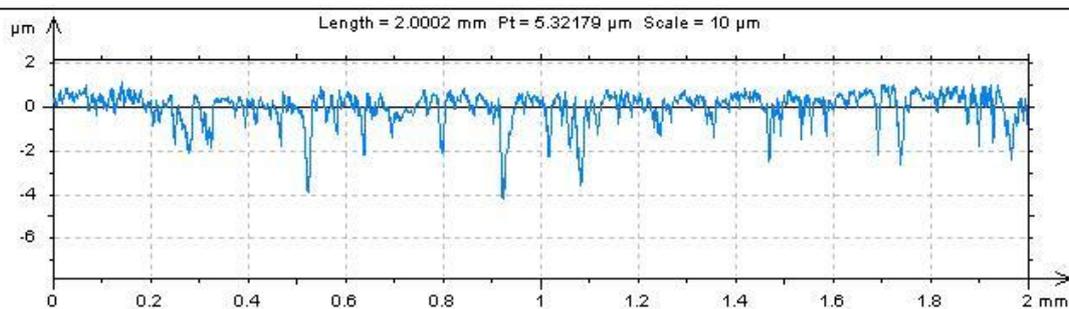


Parameters calculated on the profile Disco 02.1 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.34268 µm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.44959 µm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -1.68239
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 7.74916
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

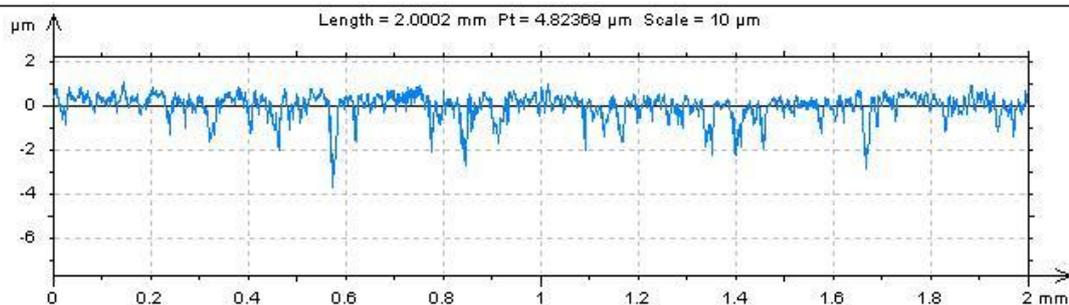


Parameters calculated on the profile Disco 02.1 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.357873 µm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.48056 µm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -2.4729
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 12.7208
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

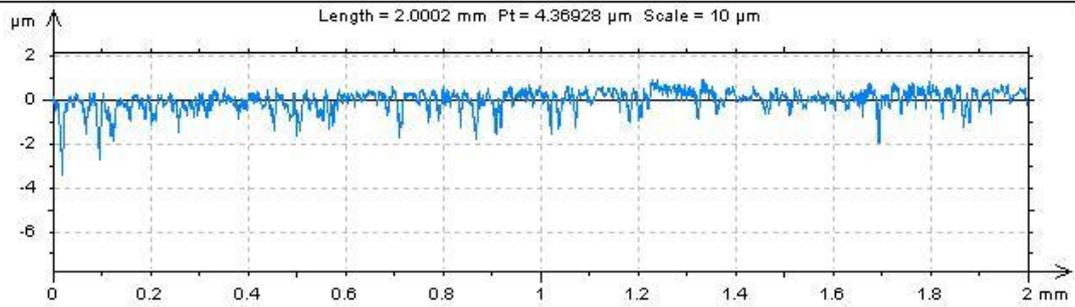


Parameters calculated on the profile Disco 02.1 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.327811 µm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.425086 µm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -1.91097
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 9.5195
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.



Parameters calculated on the profile Disco 01.1 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

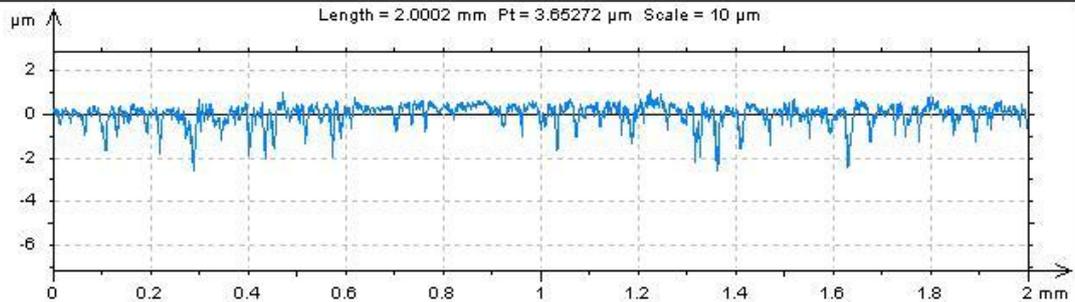
Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.259558 µm
Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.

Rq = 0.335459 µm
Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.

Rsk = -1.56102
Rsk: Skewness of the roughness profile.

Rku = 7.3578
Rku: Kurtosis of the roughness profile.



Parameters calculated on the profile Disco 01.1 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

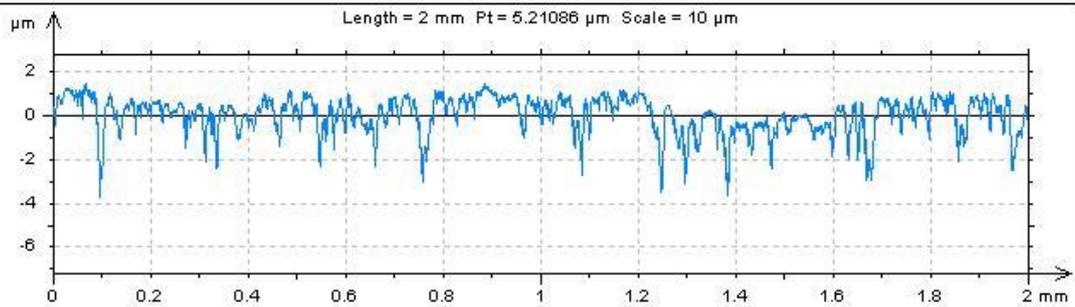
Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.284306 µm
Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.

Rq = 0.377193 µm
Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.

Rsk = -1.99862
Rsk: Skewness of the roughness profile.

Rku = 8.56947
Rku: Kurtosis of the roughness profile.

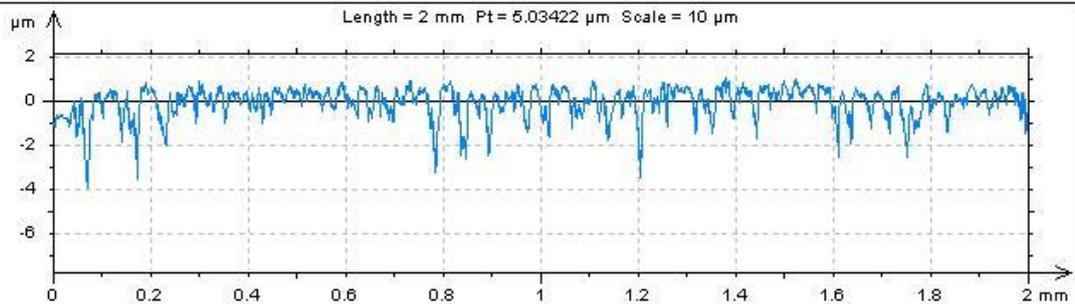


Parameters calculated on the profile Disco 05.2 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.397272 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.52473 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -1.84245
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 8.55683
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

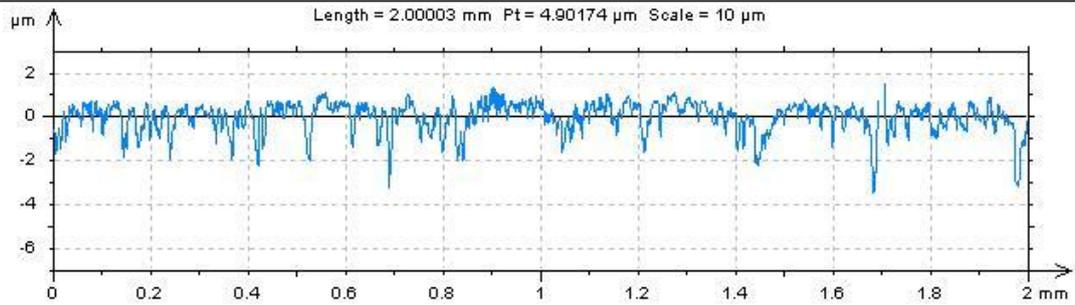


Parameters calculated on the profile Disco 05.2 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.387103 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.498378 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -1.68894
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 7.97269
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

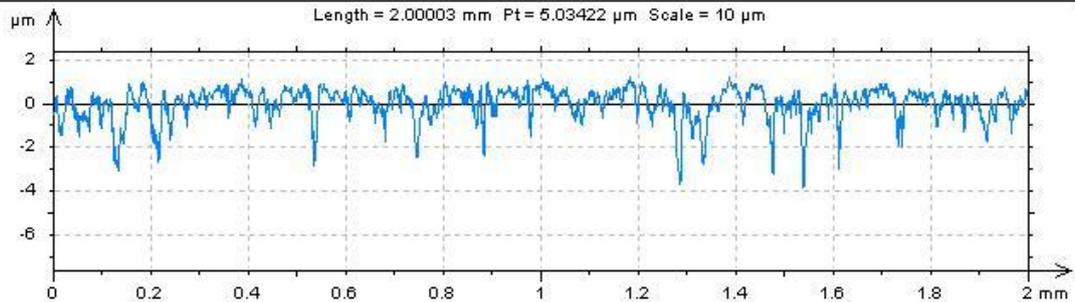


Parameters calculated on the profile Disco 04.1 > ... > Extracted profile

* Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
 * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.331342 µm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.441004 µm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -1.44228
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 10.8343
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

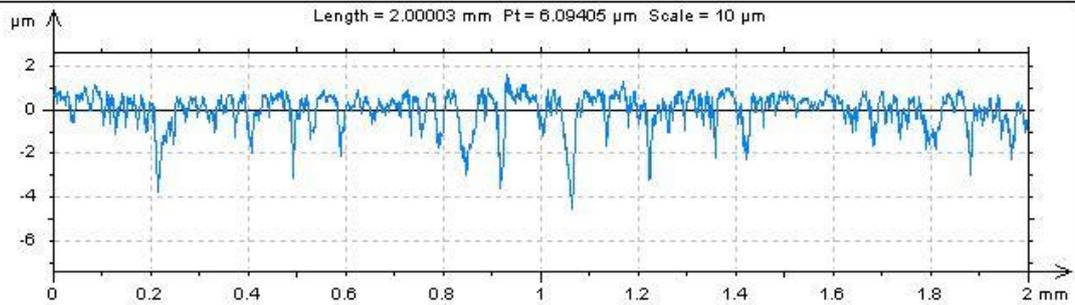


Parameters calculated on the profile Disco 04.1 > ... > Extracted profile

* Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
 * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.371601 µm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.500605 µm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -1.99383
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 9.78412
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

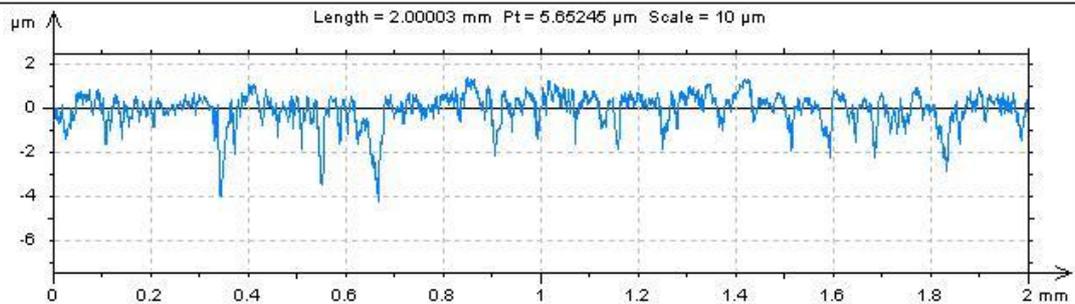


Parameters calculated on the profile Disco 04.1 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.41249 µm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.538771 µm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -1.89795
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 9.02336
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.



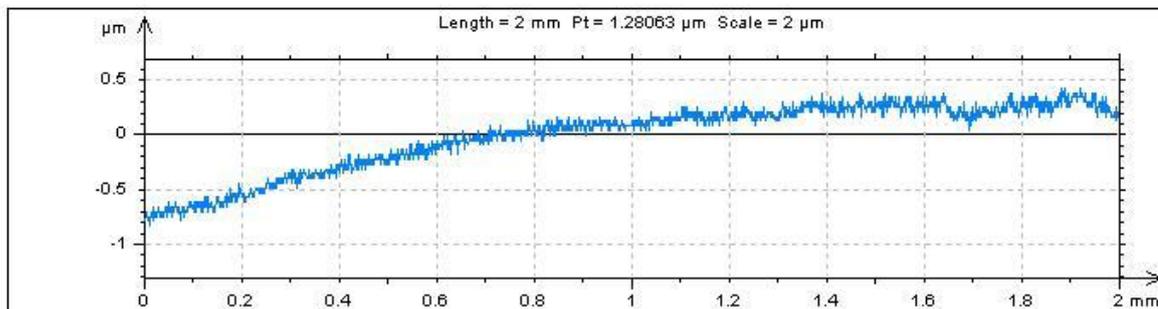
Parameters calculated on the profile Disco 04.1 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.375726 µm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.493518 µm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -1.64327
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 8.37753
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

ANEXO E

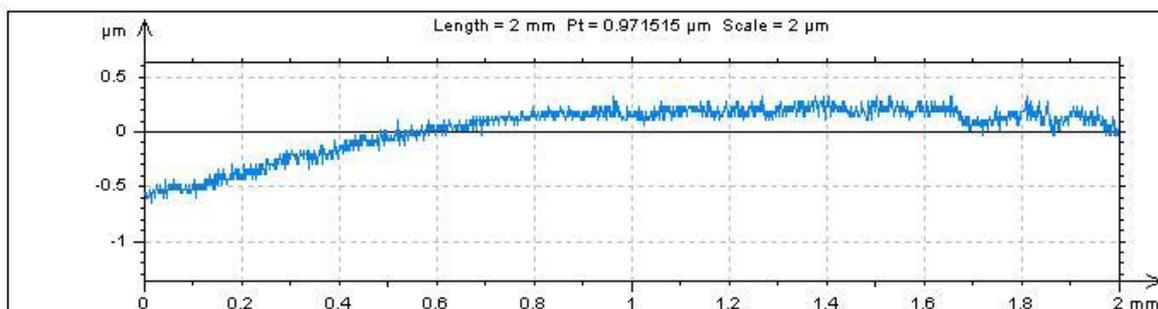


Parameters calculated on the profile Esfera 03 > ... > Extracted profile

* Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
 * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0109748 µm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0229642 µm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -0.217566
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 6.74542
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

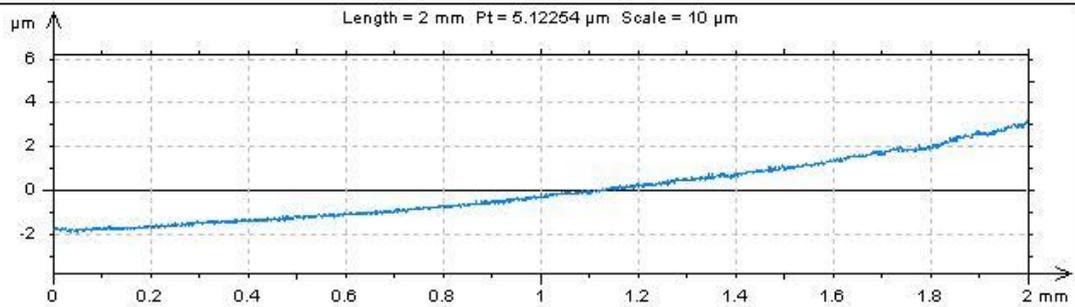


Parameters calculated on the profile Esfera 03 > ... > Extracted profile

* Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
 * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0105955 µm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0229344 µm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -0.111123
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 7.73964
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

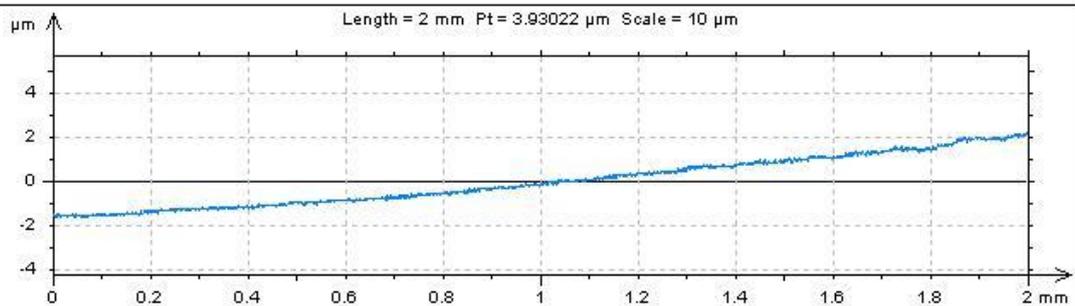


Parameters calculated on the profile Esfera 05 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0126103 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0248303 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = 0.326097
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 6.85203
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

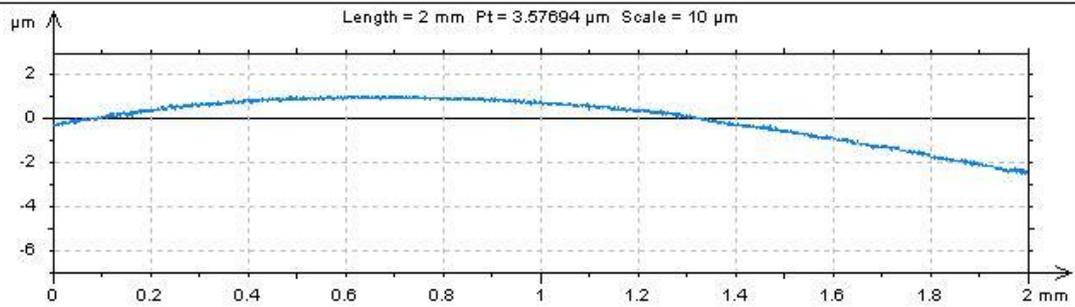


Parameters calculated on the profile Esfera 05 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0127051 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0252405 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -0.0402443
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 6.35701
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

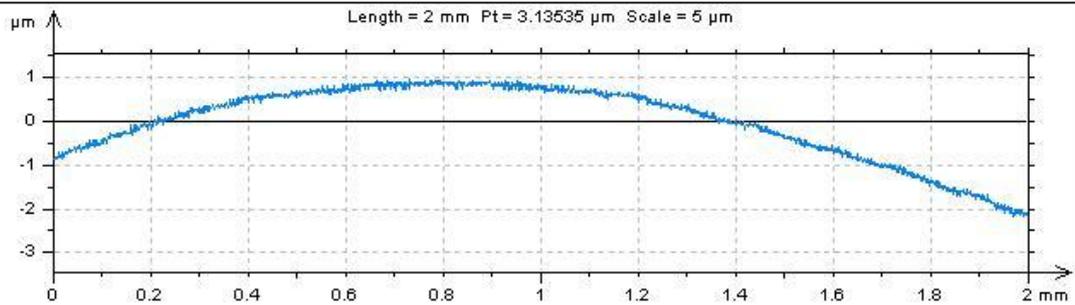


Parameters calculated on the profile Esfera 01 > ... > Extracted profile

* Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
 * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0116622 µm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0238778 µm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = 0.0814882
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 6.30448
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

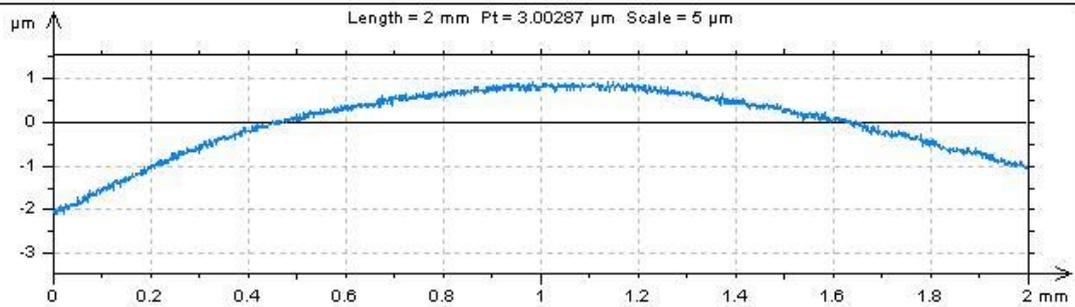


Parameters calculated on the profile Esfera 01 > ... > Extracted profile

* Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
 * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0110933 µm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0234166 µm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = 0.0647988
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 6.89748
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

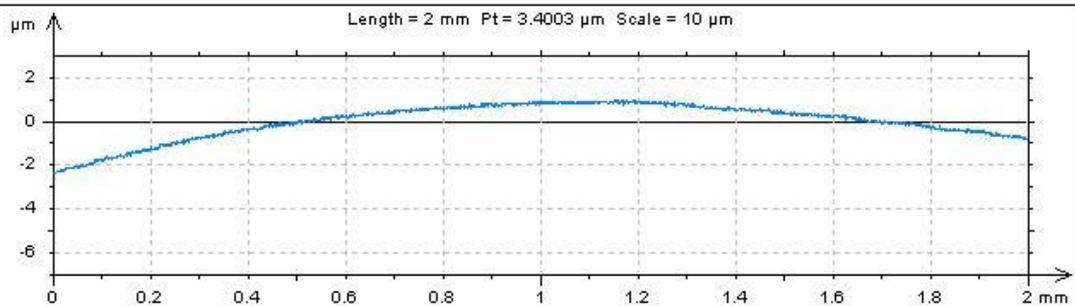


Parameters calculated on the profile Esfera 01 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0121362 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0245907 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = 0.16786
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 6.5089
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

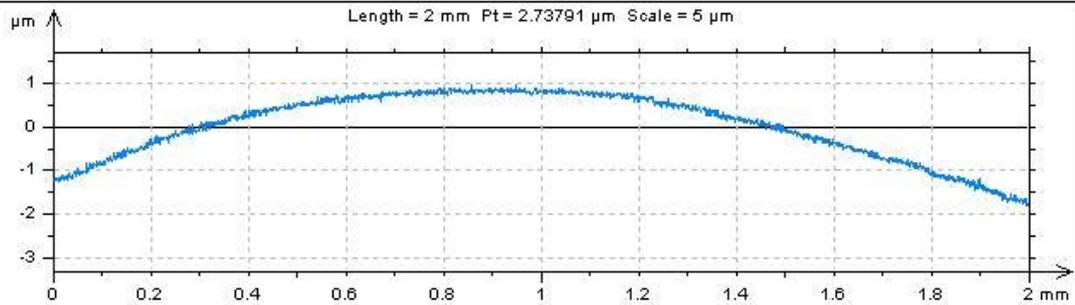


Parameters calculated on the profile Esfera 01 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0109511 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0234275 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -0.0575189
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 6.78985
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

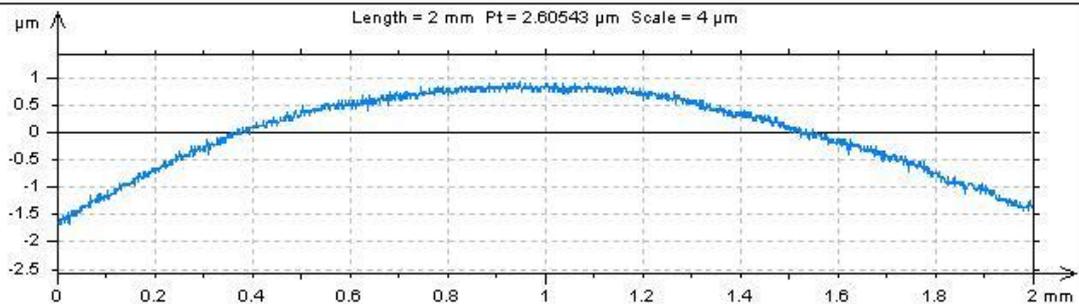


Parameters calculated on the profile Esfera 01 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0108325 µm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0228902 µm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = 0.227389
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 6.20841
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.



Parameters calculated on the profile Esfera 01 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

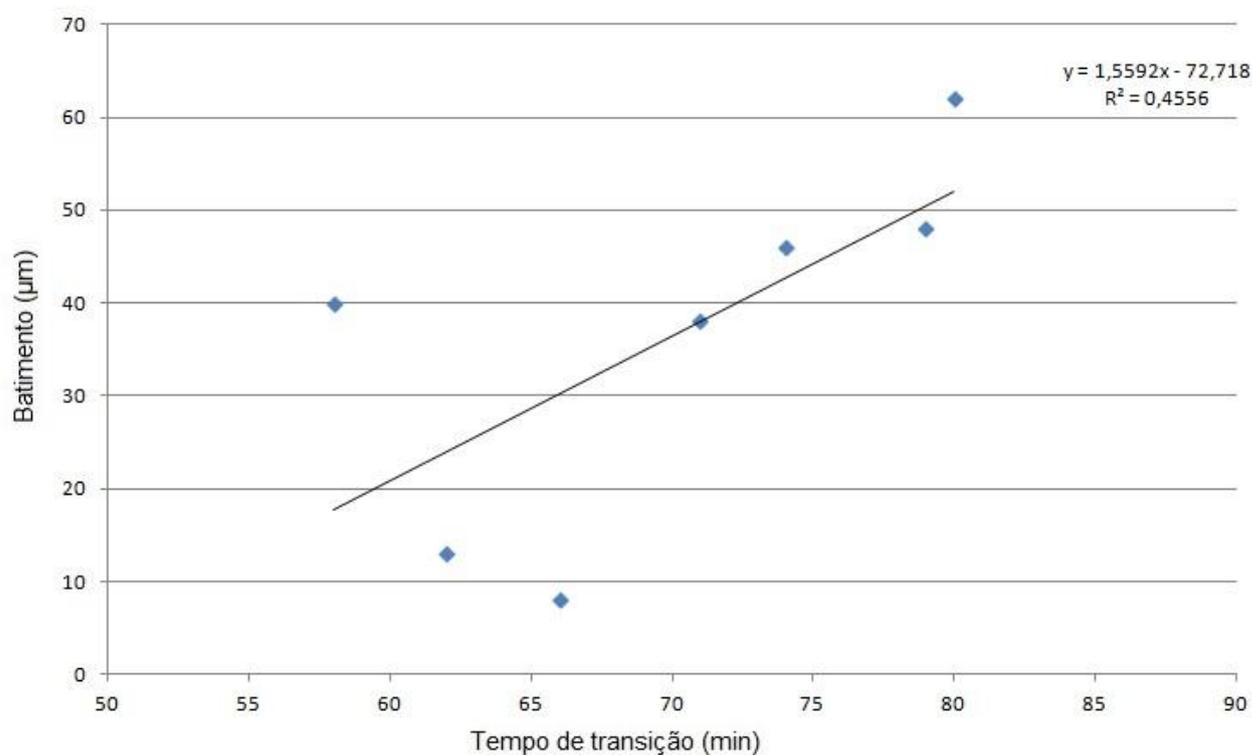
Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0126103 µm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0252636 µm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -0.108935
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 6.97519
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

ANEXO F

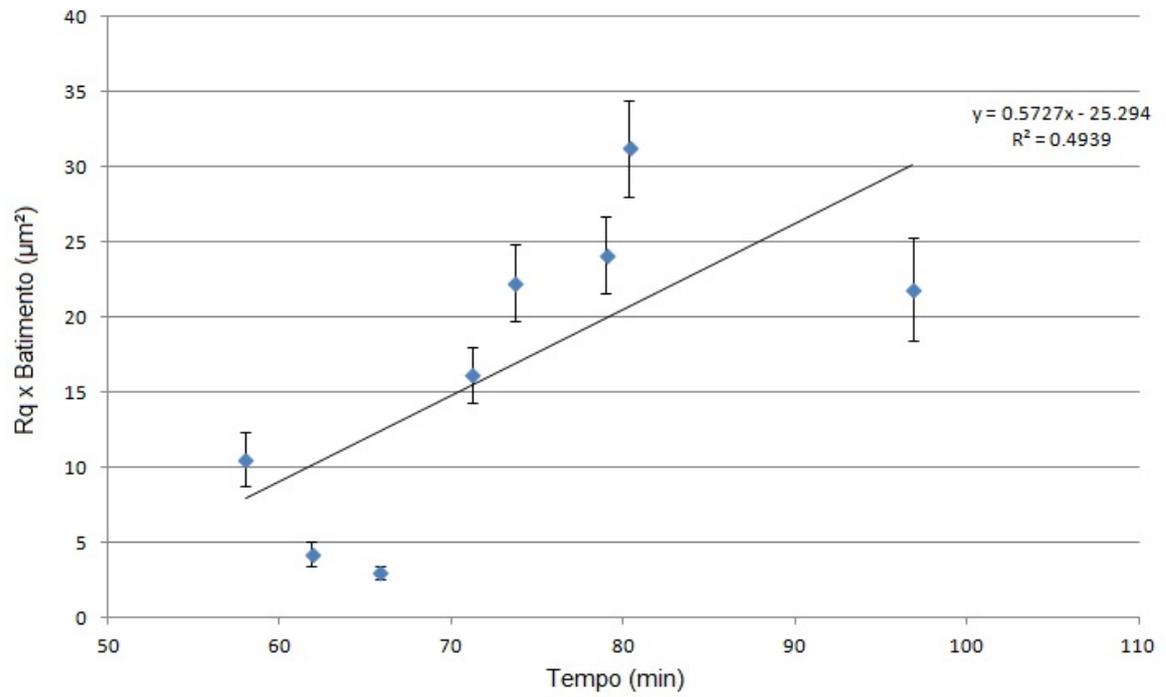
Descrição do Ensaio	Raio, R' (mm)	ω (rpm)	v (m/s)	W (N)	Batimento (μm)	R _q inicial (μm)	Tempo <i>running-in</i> (min)	$\mu\tau$	$\mu\epsilon$
Ensaio 01	21	455	1	34,4	13	0,328 \pm 0,061	62	0,461 \pm 0,160	< 0,003
Ensaio 02	21	455	1	34,4	38	0,425 \pm 0,049	71	0,465 \pm 0,150	< 0,003
Ensaio 03	21	455	1	34,4	62	0,504 \pm 0,052	80	0,401 \pm 0,163	0,01
Ensaio 04	21	455	1	34,4	46	0,485 \pm 0,056	74	0,321 \pm 0,114	< 0,003
Ensaio 05	21	455	1	34,4	8	0,378 \pm 0,055	66	0,479 \pm 0,153	< 0,003
Ensaio 06	21	455	1	34,4	50	0,437 \pm 0,068	97	0,351 \pm 0,212	0,008
Ensaio 07	21	455	1	34,4	48	0,503 \pm 0,054	79	0,314 \pm 0,102	< 0,003
Ensaio 08	21	455	1	34,4	40	0,265 \pm 0,045	58	0,438 \pm 0,218	< 0,003
Ensaio A	17	562	1	34,4	45	0,378 \pm 0,055	47	-	0,02
Ensaio B	17	562	1	34,4	49	0,504 \pm 0,052	45	-	0,02

ANEXO G



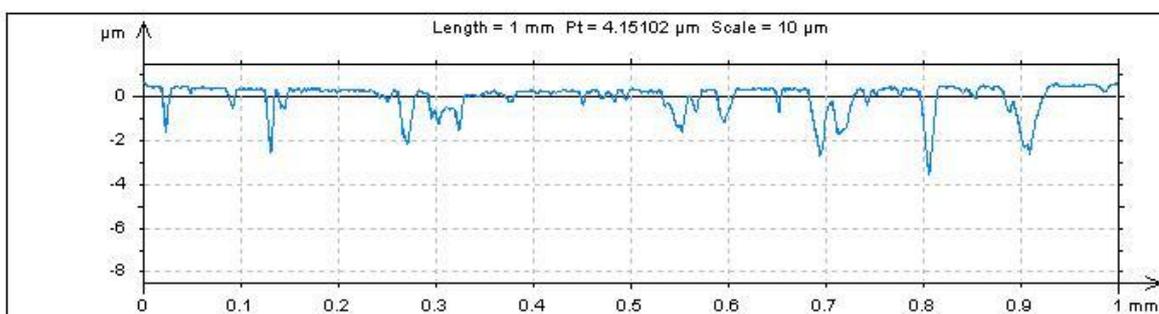
Relação entre o batimento (μm) e tempo de *running-in* (min), incluindo o ensaio de número 8.

ANEXO H



Relação entre o produto rugosidade superficial Rq x batimento (μm²) e tempo de *running-in*, contendo todos os ensaios tribológicos.

ANEXO I

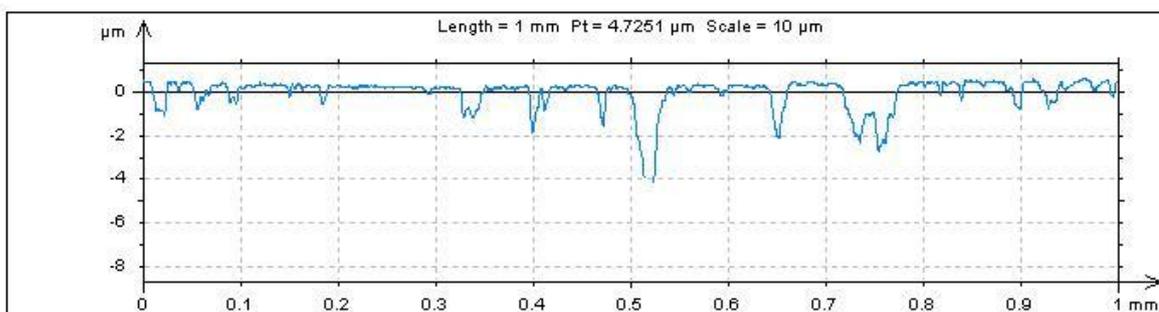


Parameters calculated on the profile Disco 05 - Ensaio 04 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.284809 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.419183 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -3.15986
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 16.4082
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

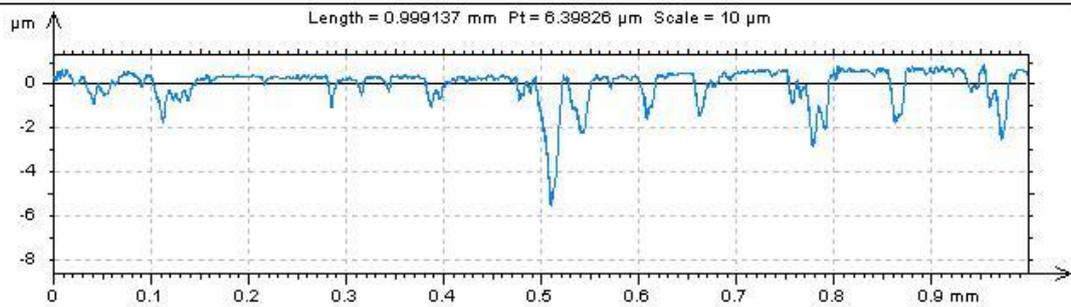


Parameters calculated on the profile Disco 05 - Ensaio 04 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.259302 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.393582 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -3.59462
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 20.614
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

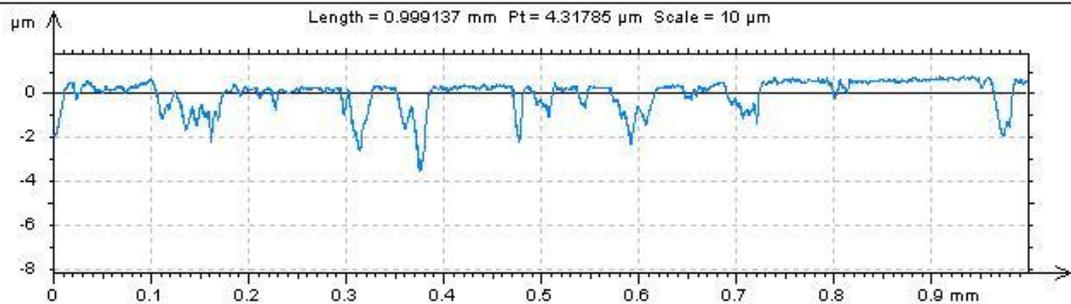


Parameters calculated on the profile Disco 05 - Ensaio 08 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.305061 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.452629 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -3.43348
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 26.5017
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

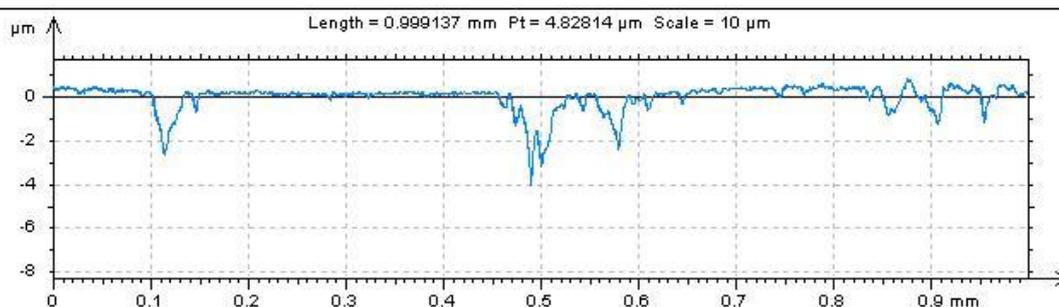


Parameters calculated on the profile Disco 05 - Ensaio 08 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.258456 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.359372 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -3.10464
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 17.694
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

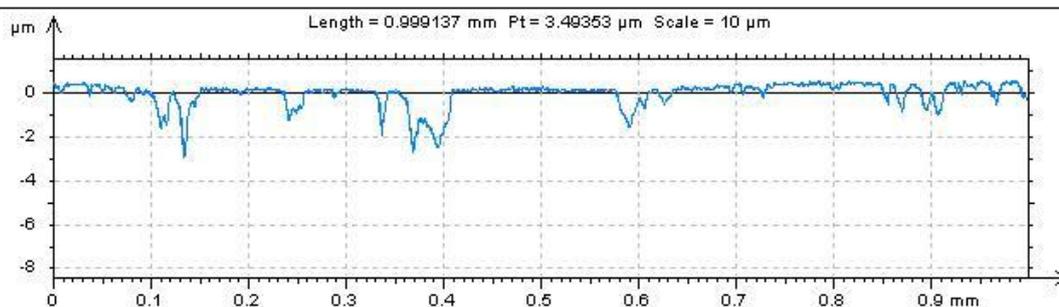


Parameters calculated on the profile Disco 05 - Ensaio 08 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.174027 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.248531 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -4.81881
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 35.4596
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

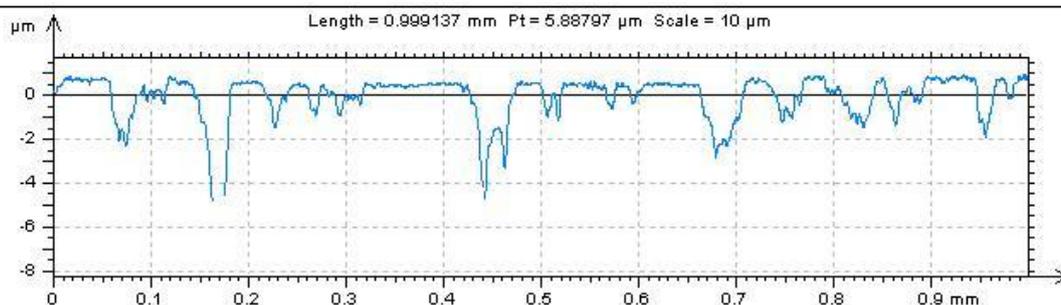


Parameters calculated on the profile Disco 05 - Ensaio 08 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.192536 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.279665 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -3.04496
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 19.1927
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

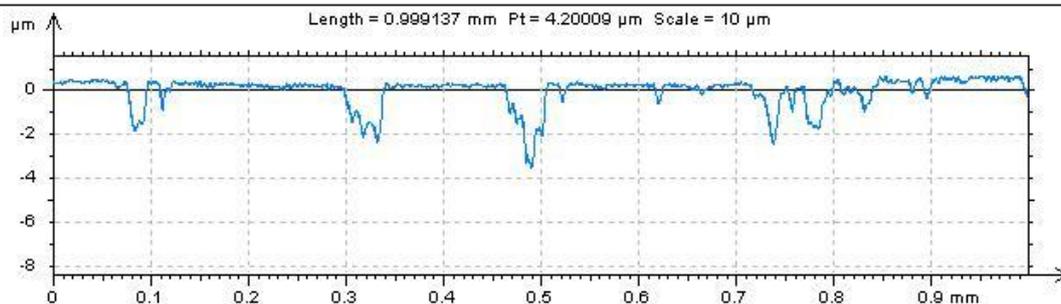


Parameters calculated on the profile Disco 05 - Ensaio 08 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.389565 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.575709 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -2.71783
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 14.0752
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

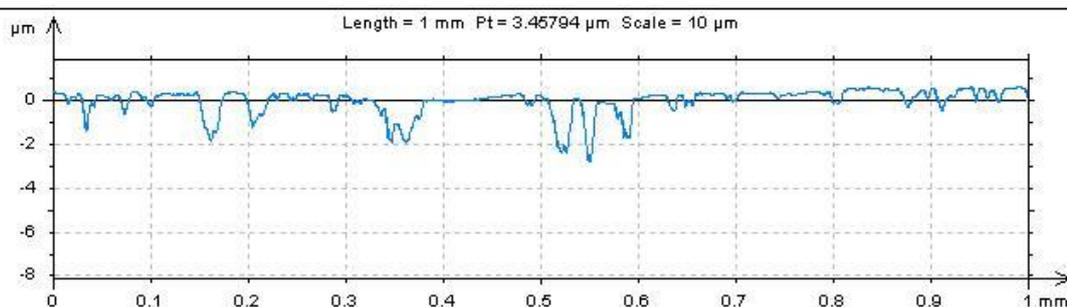


Parameters calculated on the profile Disco 05 - Ensaio 08 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.23123 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.316722 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -3.24447
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 19.9
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

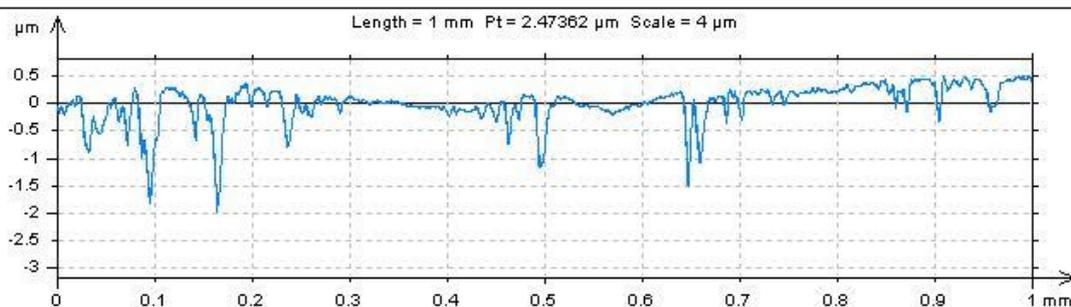


Parameters calculated on the profile Disco 01 - Ensaio 01.1 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.248277 µm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.327187 µm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -2.16145
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 13.2758
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

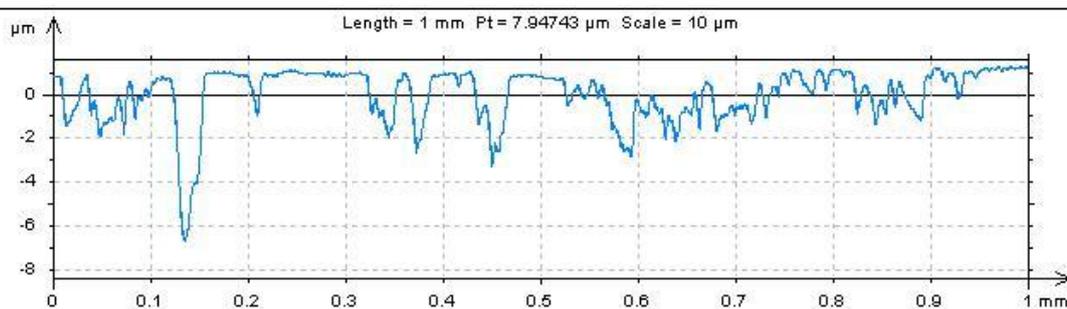


Parameters calculated on the profile Disco 01 - Ensaio 01.1 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.141861 µm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.196833 µm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -4.61919
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 30.3834
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

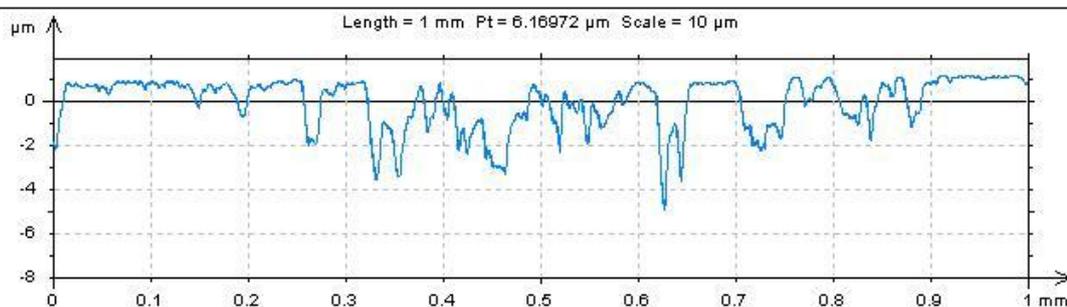


Parameters calculated on the profile Disco 01 - Ensaio 05 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.525436 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.687865 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -1.86785
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 12.2721
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

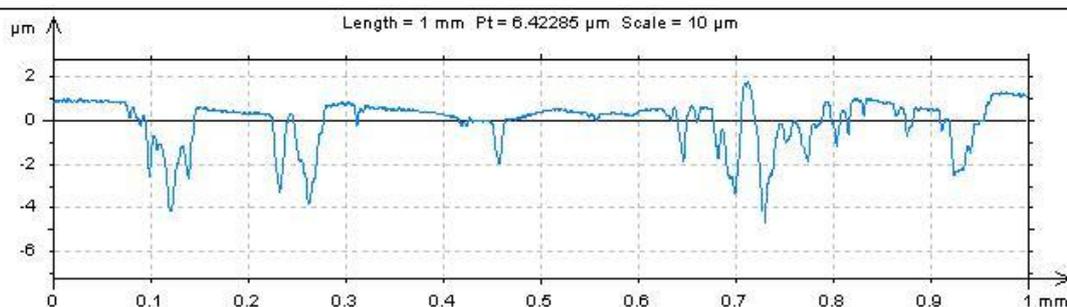


Parameters calculated on the profile Disco 01 - Ensaio 05 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.499482 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.630297 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -1.68675
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 8.36598
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

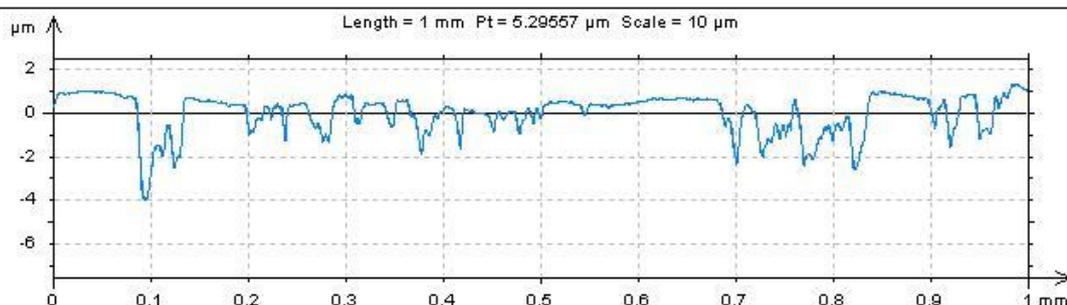


Parameters calculated on the profile Disco 02 - Ensaio 06.1 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.400713 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.560729 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -1.73353
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 17.3727
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

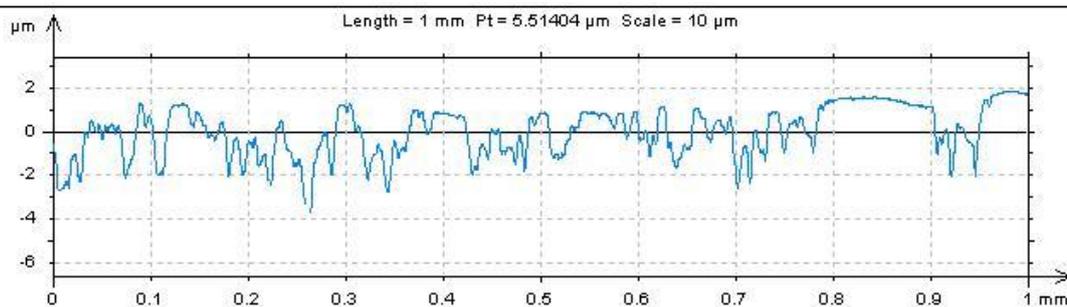


Parameters calculated on the profile Disco 02 - Ensaio 06.1 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.372398 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.494747 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -1.86739
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 10.0797
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

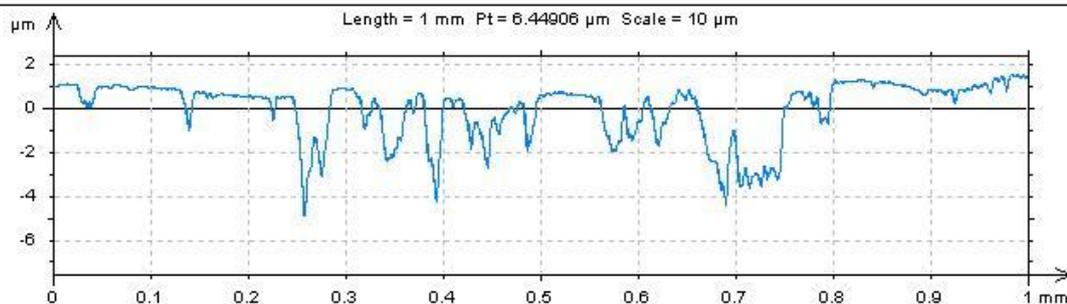


Parameters calculated on the profile Disco 02 - Ensaio 06.1 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.502496 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.643689 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -0.807112
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 4.23203
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.



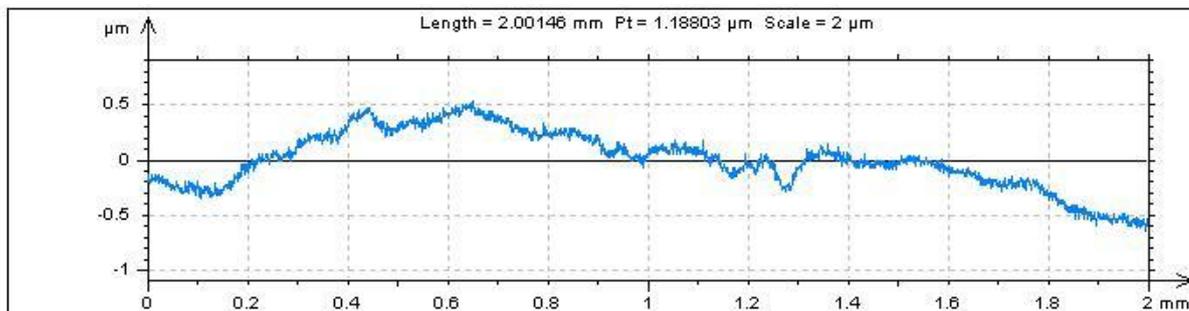
Parameters calculated on the profile Disco 02 - Ensaio 06.1 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.469348 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.59492 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -1.58877
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 9.88596
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

ANEXO J



Parameters calculated on the profile Esfera 05 - Ensaio 04 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0173046 µm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.024014 µm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -0.0910877
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 4.68058
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

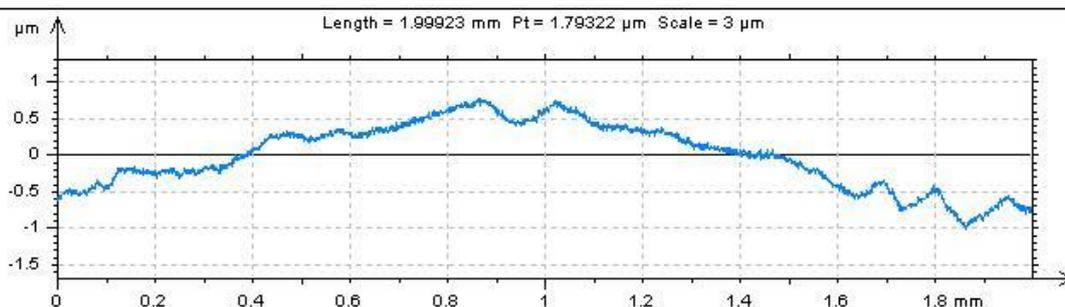


Parameters calculated on the profile Esfera 05 - Ensaio 04 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 µm.

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0159982 µm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0225918 µm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = 0.142838
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 5.11524
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

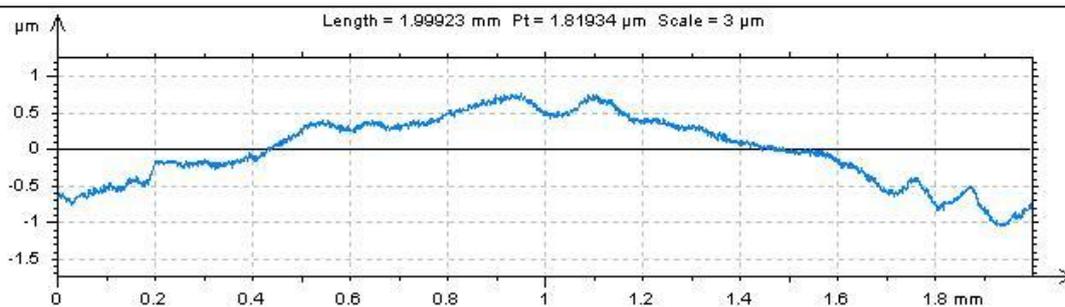


Parameters calculated on the profile Esfera 01 - Ensaio 01 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0171183 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0232554 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = 0.0995447
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 5.50165
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

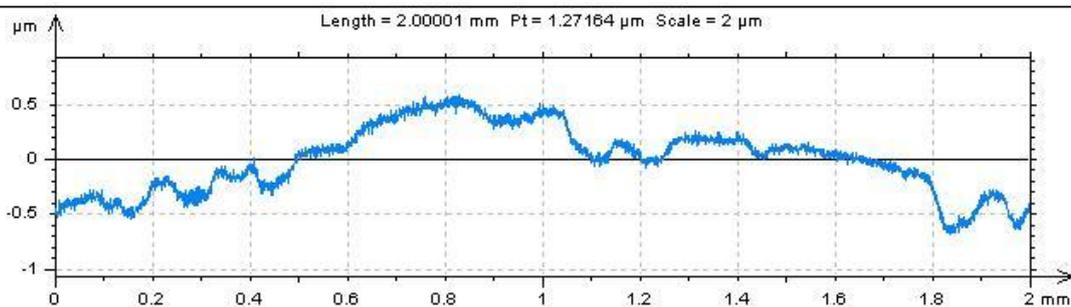


Parameters calculated on the profile Esfera 01 - Ensaio 01 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0161587 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0219913 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = 0.52372
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 7.03753
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

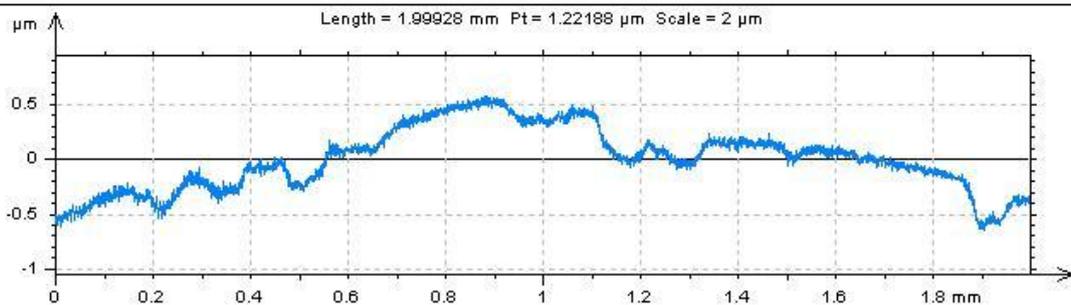


Parameters calculated on the profile Esfera 02 - Ensaio 02 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0213286 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0274288 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -0.0672083
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 4.38331
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

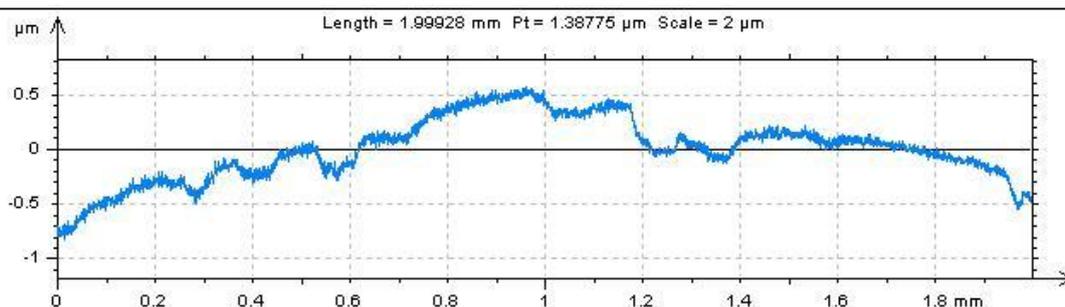


Parameters calculated on the profile Esfera 02 - Ensaio 02 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0196693 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0263383 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = 0.146681
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 5.06906
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

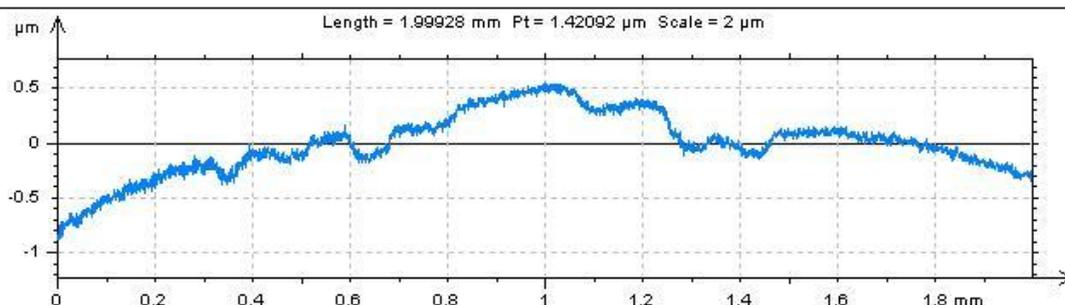


Parameters calculated on the profile Esfera 02 - Ensaio 02 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0193807 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0254239 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -0.013011
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 4.82159
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

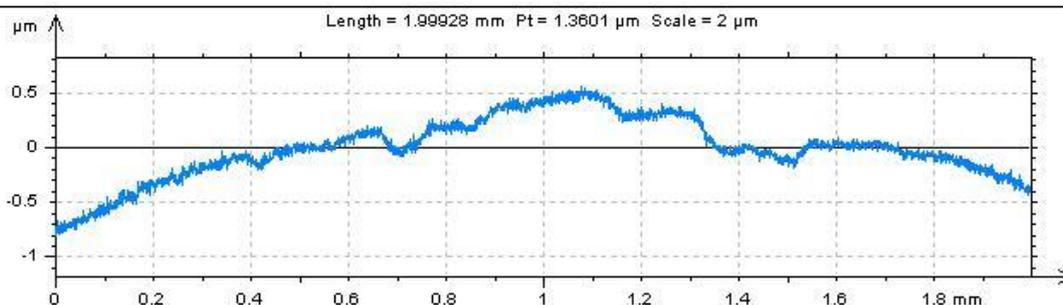


Parameters calculated on the profile Esfera 02 - Ensaio 02 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0191191 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0246086 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -0.00409007
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 4.05968
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

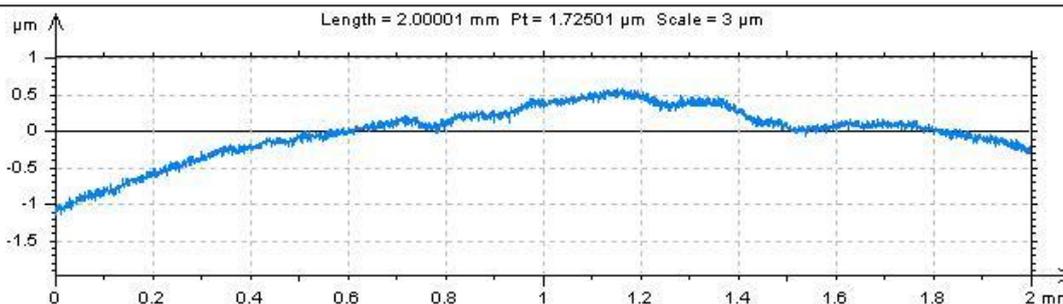


Parameters calculated on the profile Esfera 02 - Ensaio 02 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0179931 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0234642 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = 0.0794842
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 3.71018
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

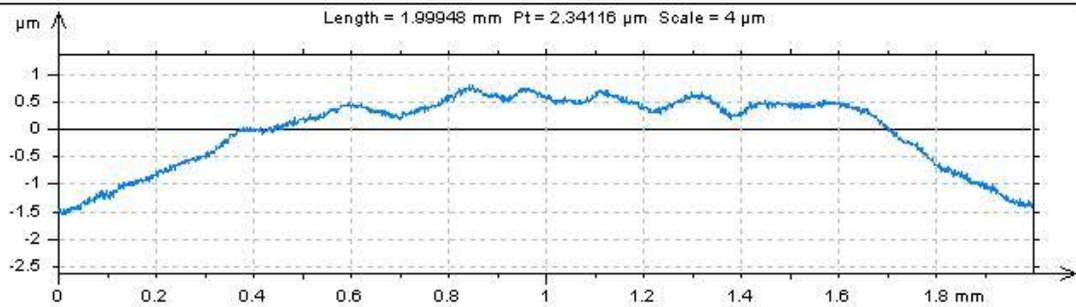


Parameters calculated on the profile Esfera 02 - Ensaio 02 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0182693 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0240332 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -0.00669334
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 3.74377
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

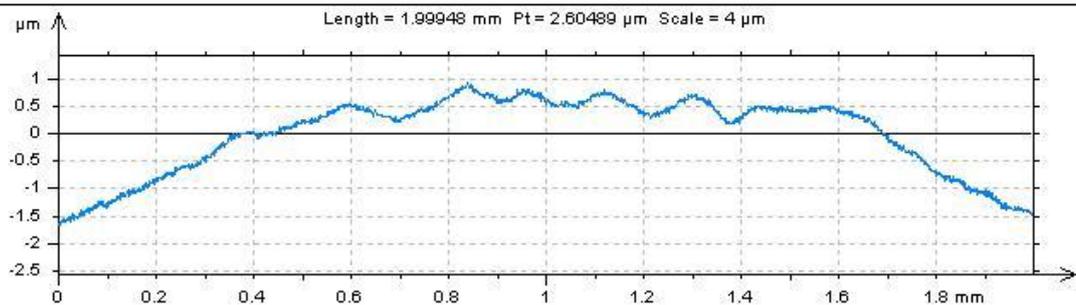


Parameters calculated on the profile Esfera 02 - Ensaio 06 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.02219 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0276447 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = 0.0645798
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 3.20006
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

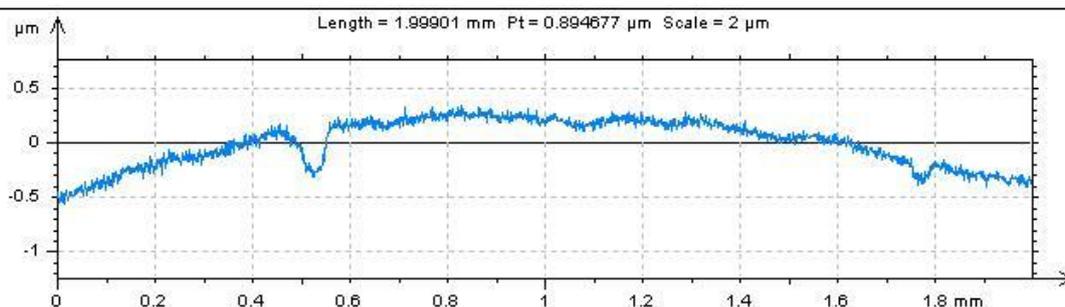


Parameters calculated on the profile Esfera 02 - Ensaio 06 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0219806 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0275209 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -0.0404532
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 3.24182
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

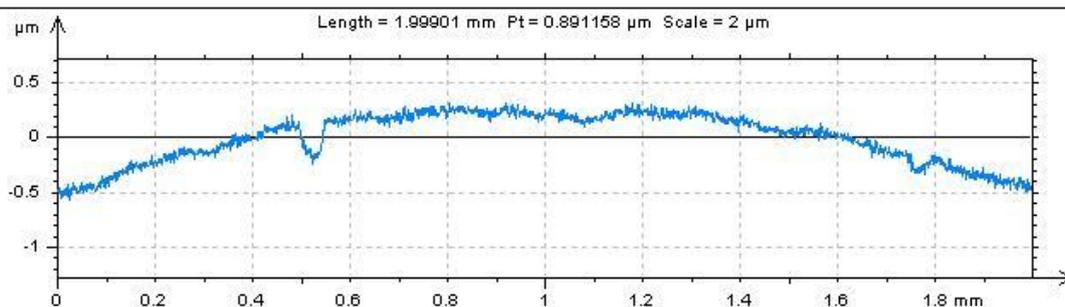


Parameters calculated on the profile Esfera 03 - Ensaio 08 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0213971 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0269005 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -0.178858
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 4.72363
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

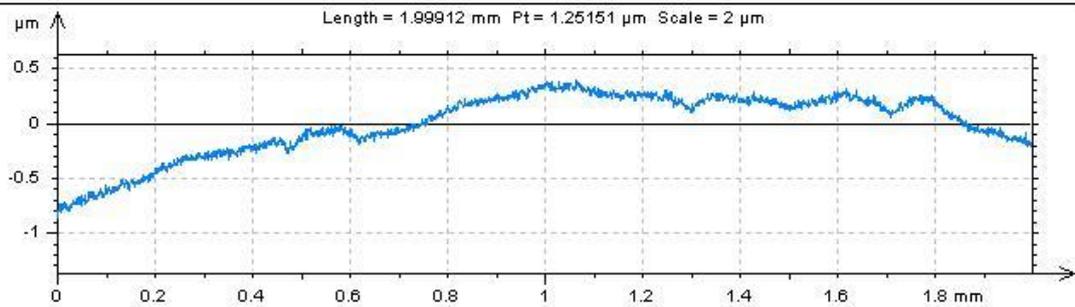


Parameters calculated on the profile Esfera 03 - Ensaio 08 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0205769 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0257705 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -0.0398179
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 5.35875
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

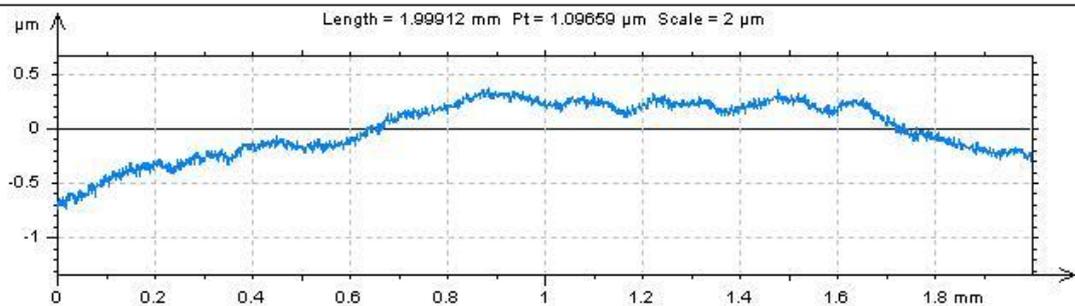


Parameters calculated on the profile Esfera 04 - Ensaio 05 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0152987 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0191658 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = 0.0771639
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 3.44437
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.



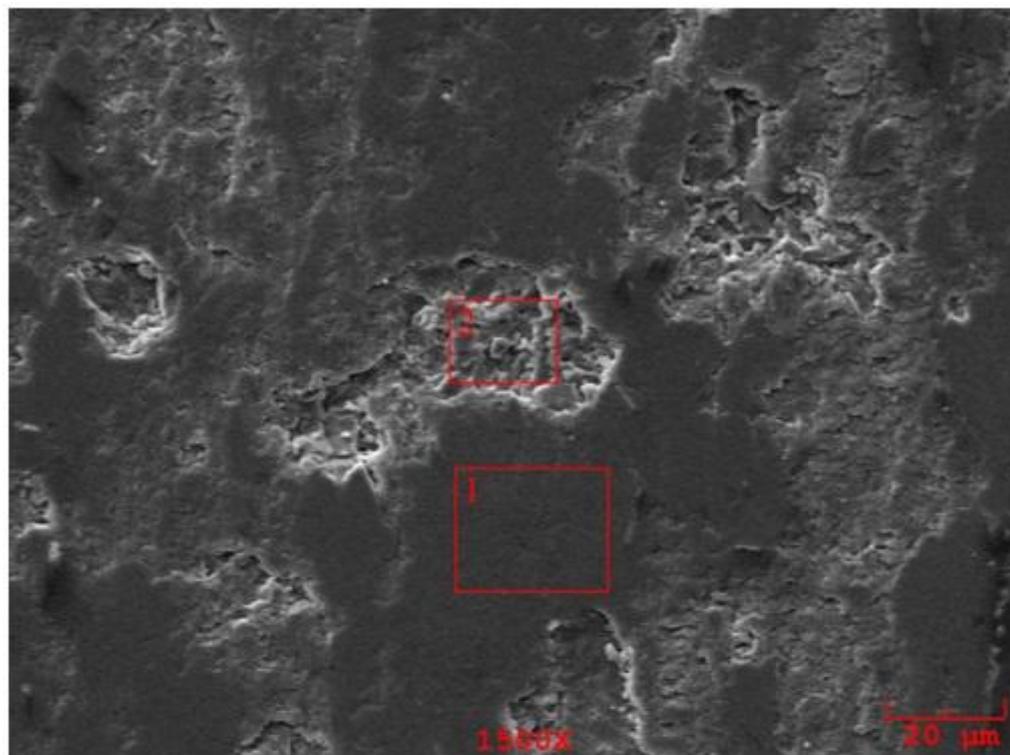
Parameters calculated on the profile Esfera 04 - Ensaio 05 > ... > Extracted profile

- * Parameters calculated as average value of all sampling lengths.
- * A microroughness filtering is used, with a ratio of 2.5 μm .

Roughness Parameters, Gaussian filter, 0.08 mm

Ra = 0.0171386 μm
 Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.
 Rq = 0.0216664 μm
 Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.
 Rsk = -0.0209469
 Rsk: Skewness of the roughness profile.
 Rku = 3.1562
 Rku: Kurtosis of the roughness profile.

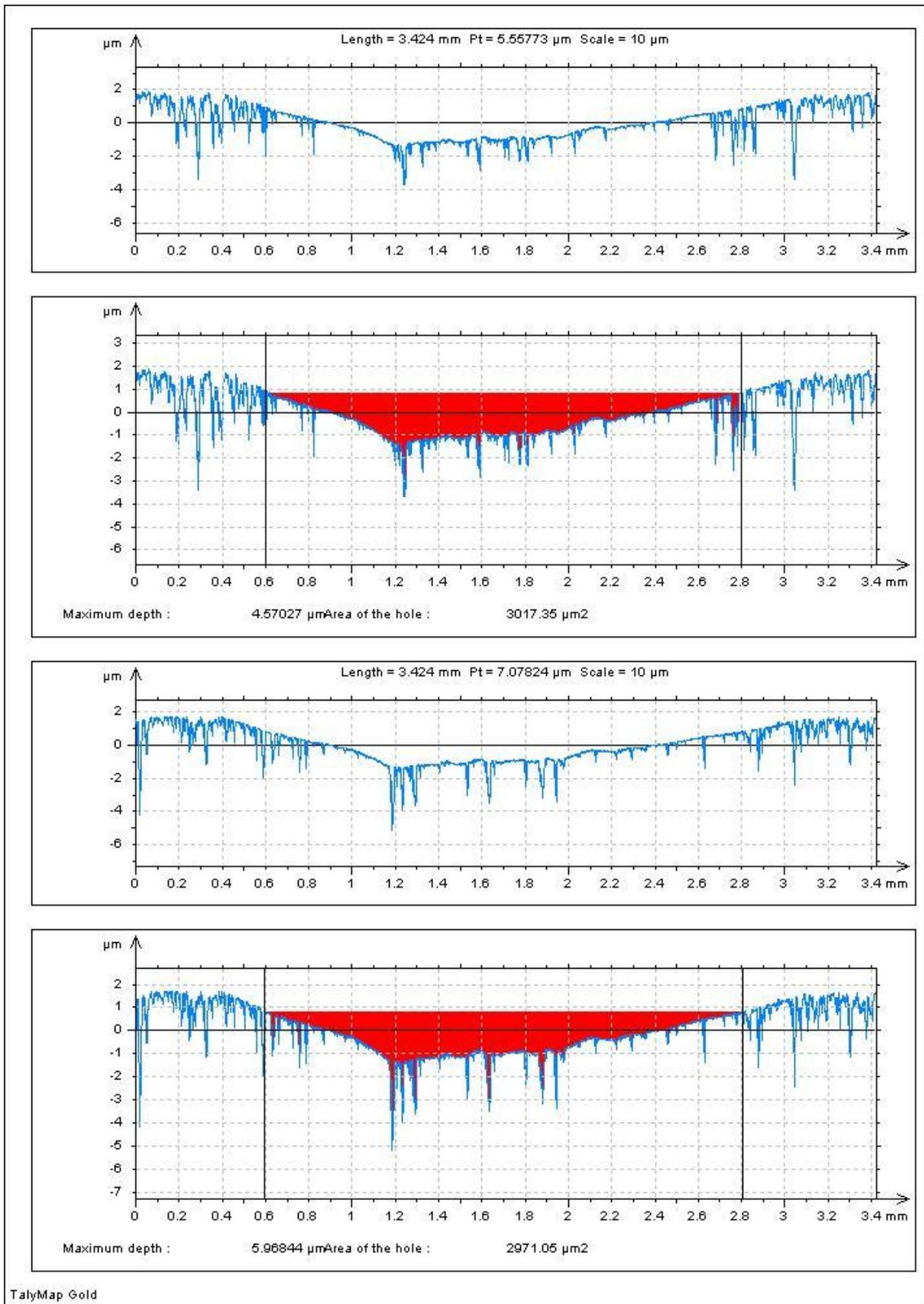
ANEXO K

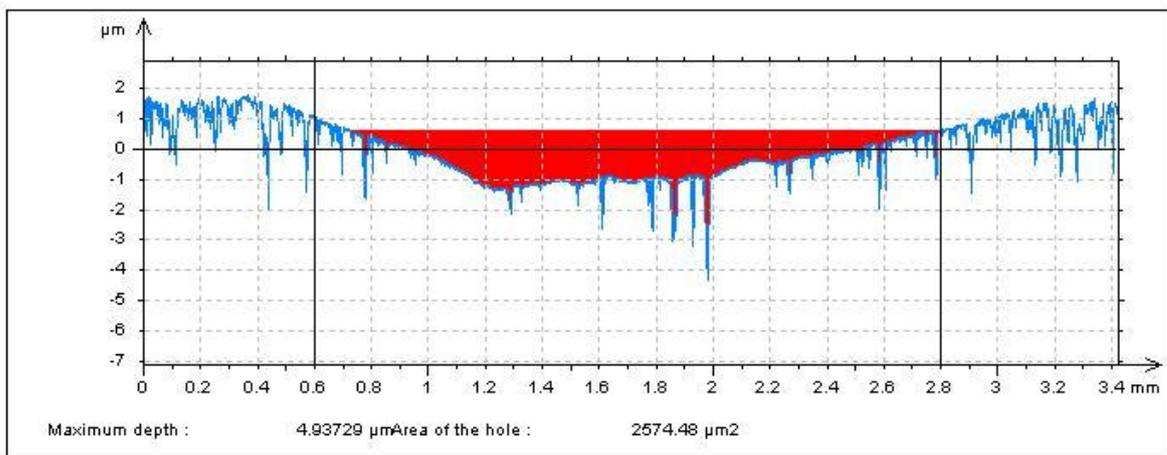
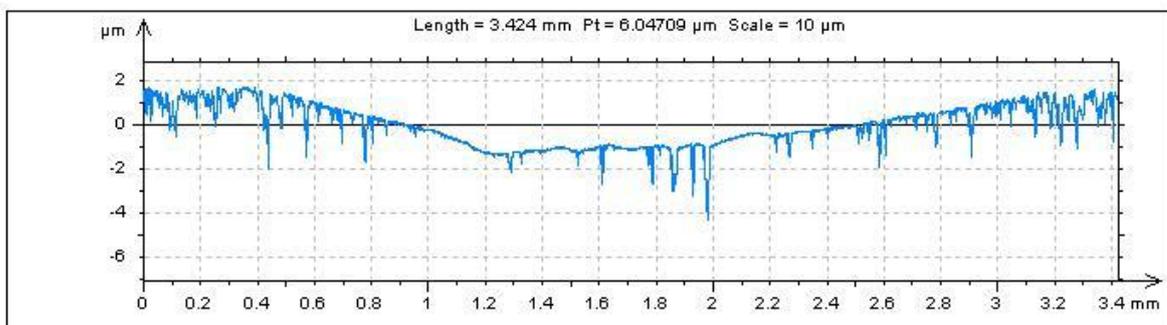
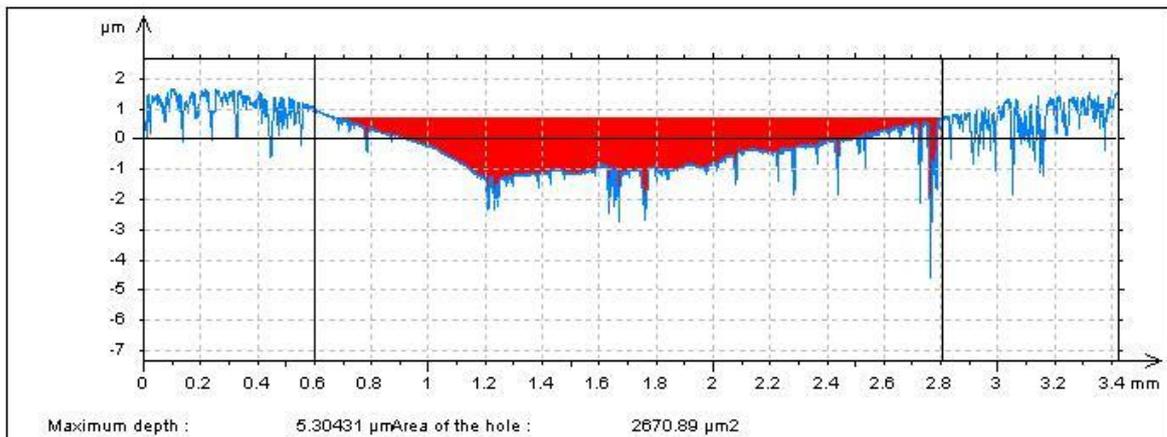
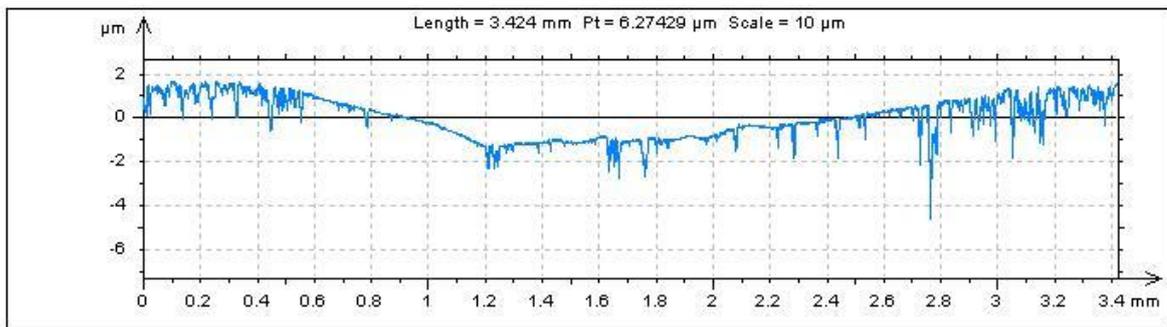


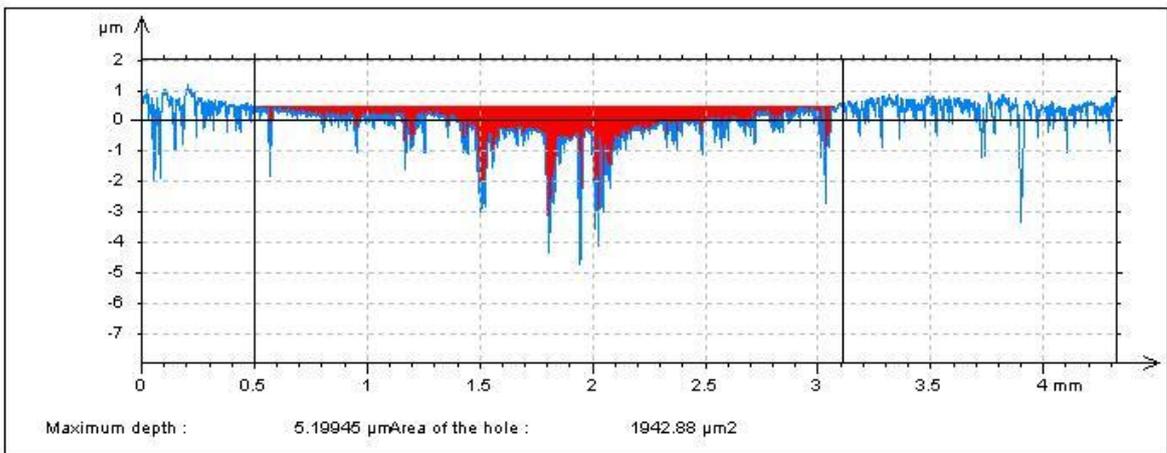
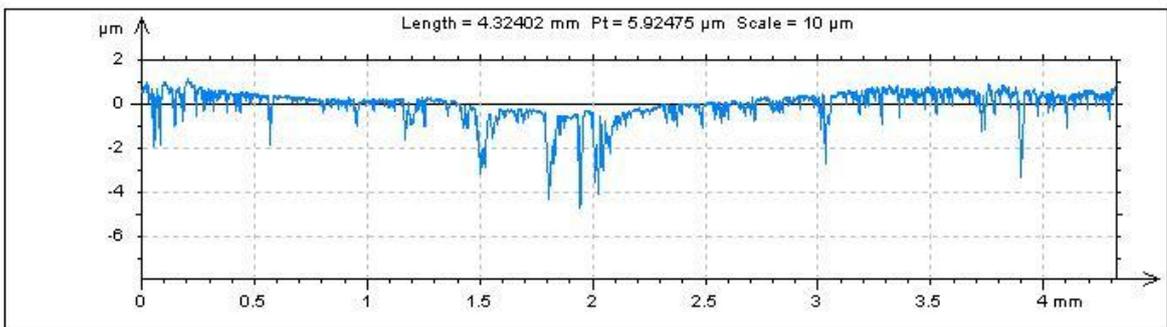
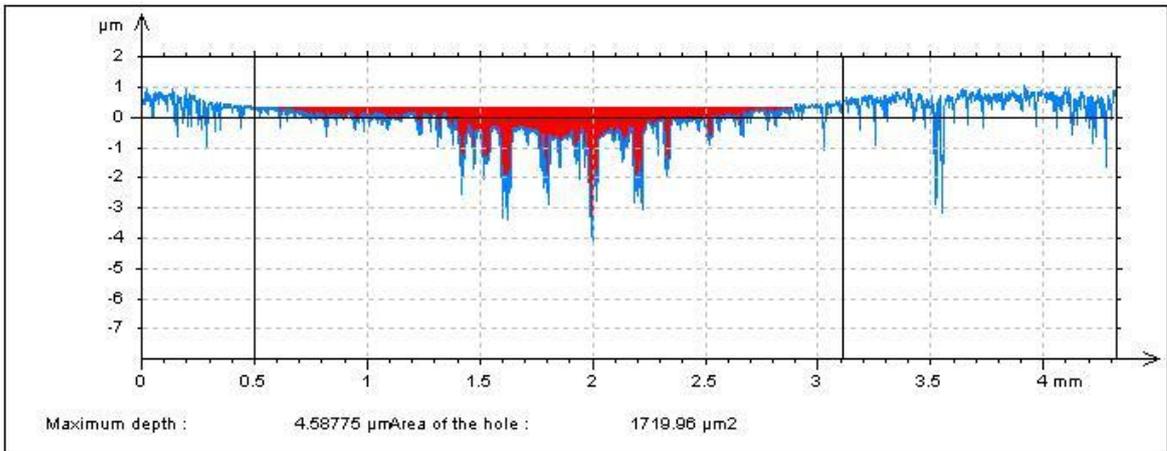
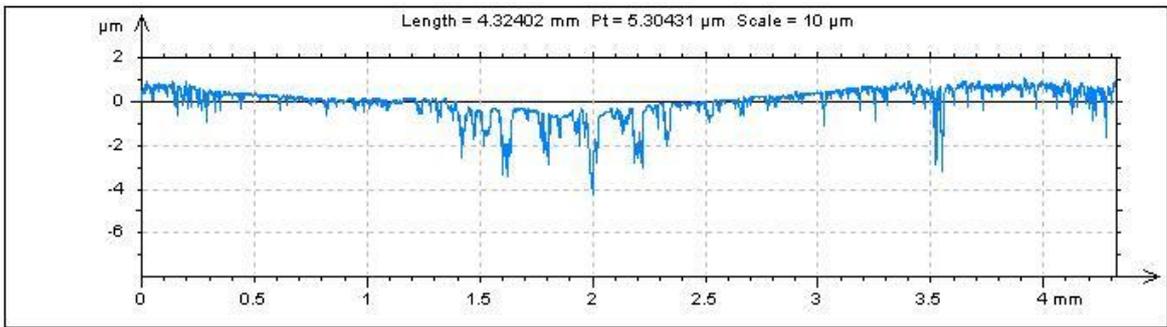
Área 1			Área 2		
Component	Conc.	Units	Component	Conc.	Units
Si	12,721	wt.%	Si	1,179	wt.%
Al	54,131	wt.%	Al	63,766	wt.%
Y	0,398	wt.%	Y	0,675	wt.%
Mg	0,394	wt.%	Mg	0,652	wt.%
Ca	0,104	wt.%	Ca	0,712	wt.%
O	26,548	wt.%	O	28,091	wt.%
N	5,497	wt.%	N	4,606	wt.%
K	0,117	wt.%	K	0,087	wt.%
Na	0,090	wt.%	Na	0,233	wt.%
	100,000	wt.%		100,000	wt.%
kV	20,0		kV	20,0	
Takeoff Angle	35,0°		Takeoff Angle	35,0°	

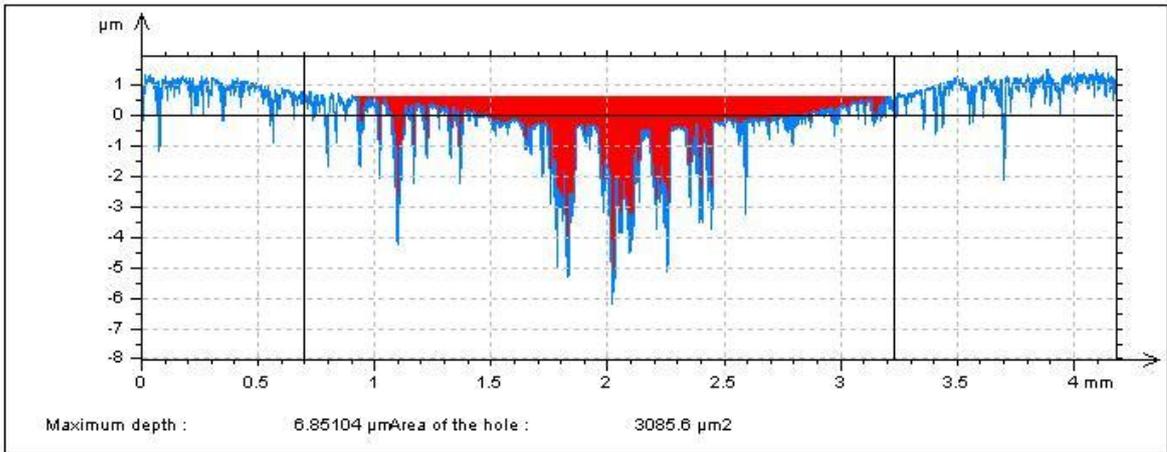
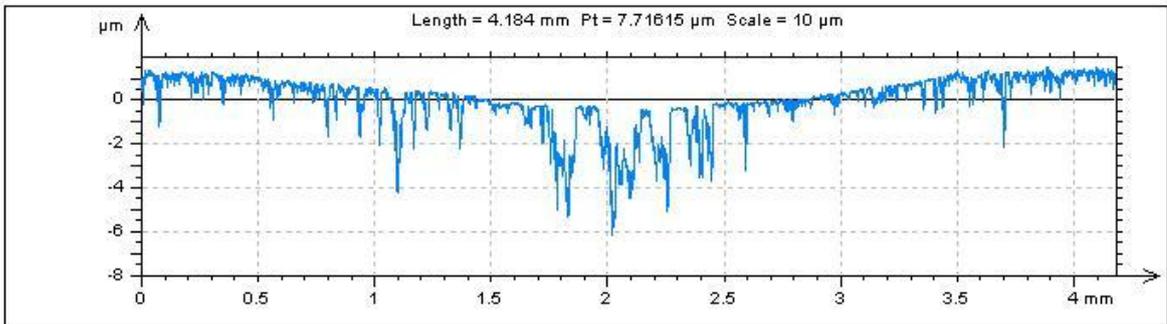
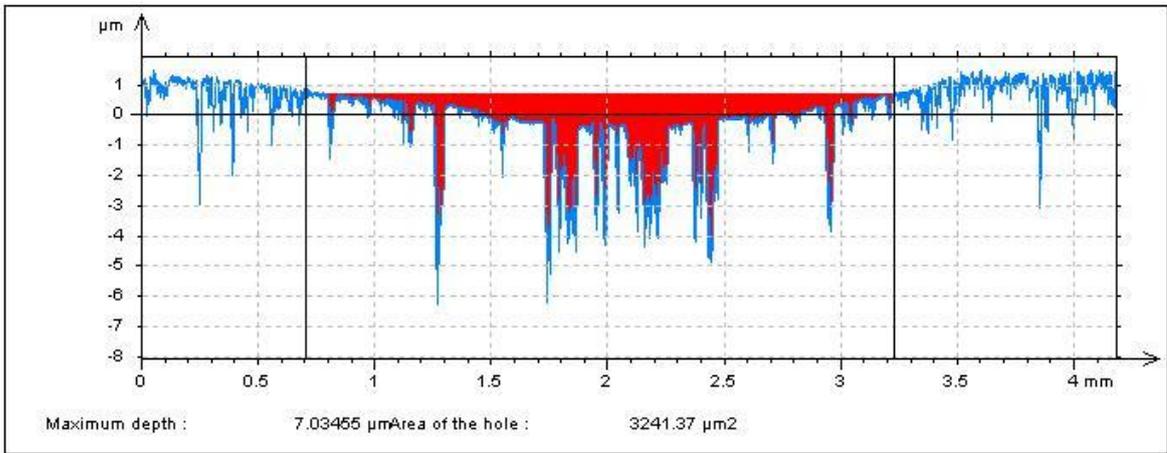
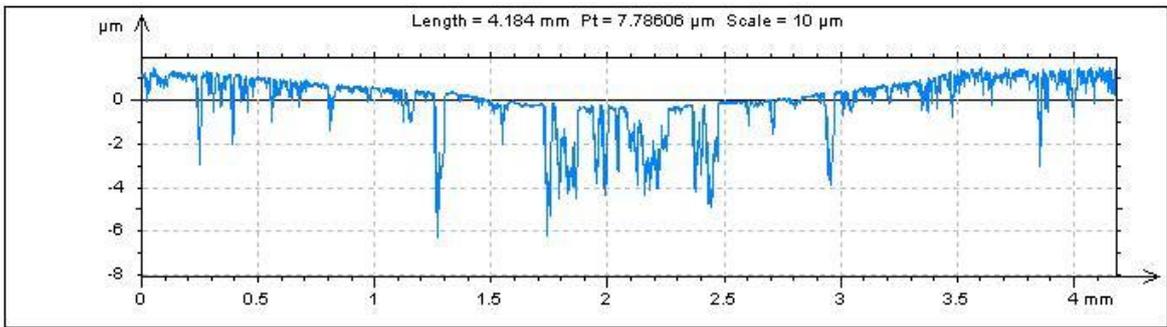
Figura 63 – Imagem de MEV da trilha de desgaste do disco de alumina no ensaio 2 (ampliação de 1500 vezes) com sua respectiva análise química via EDS.

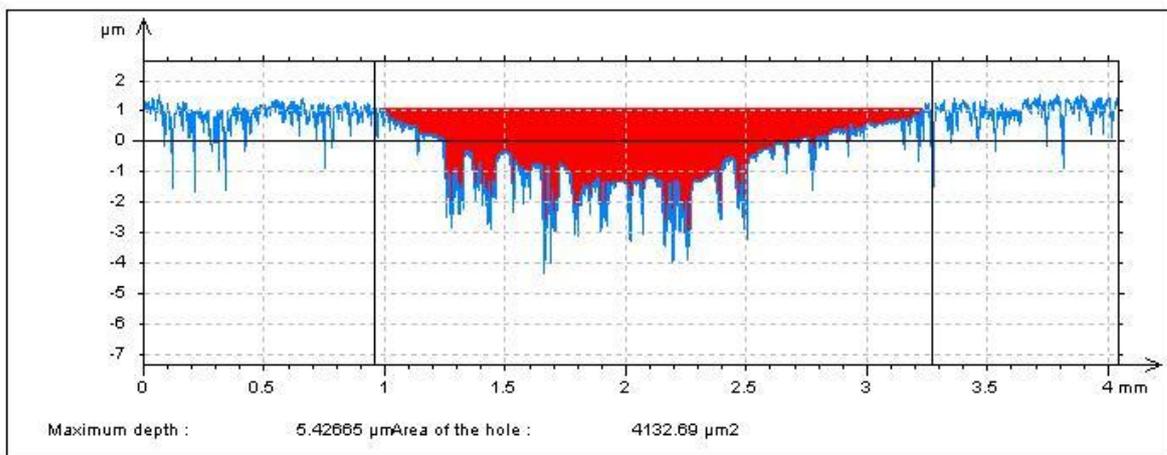
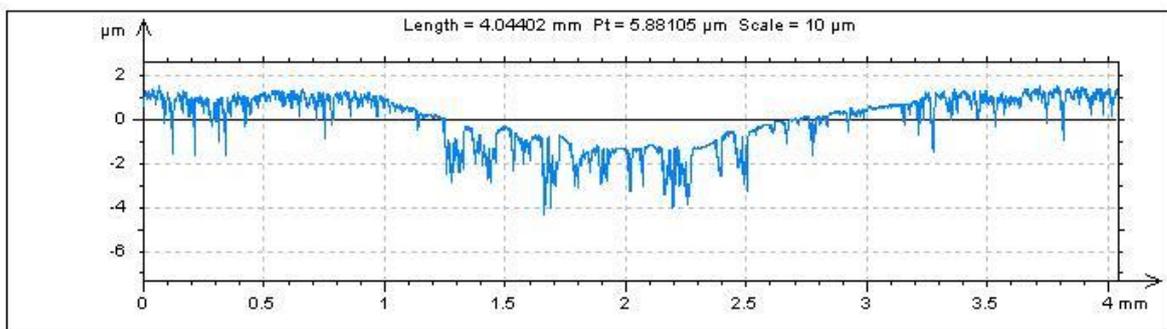
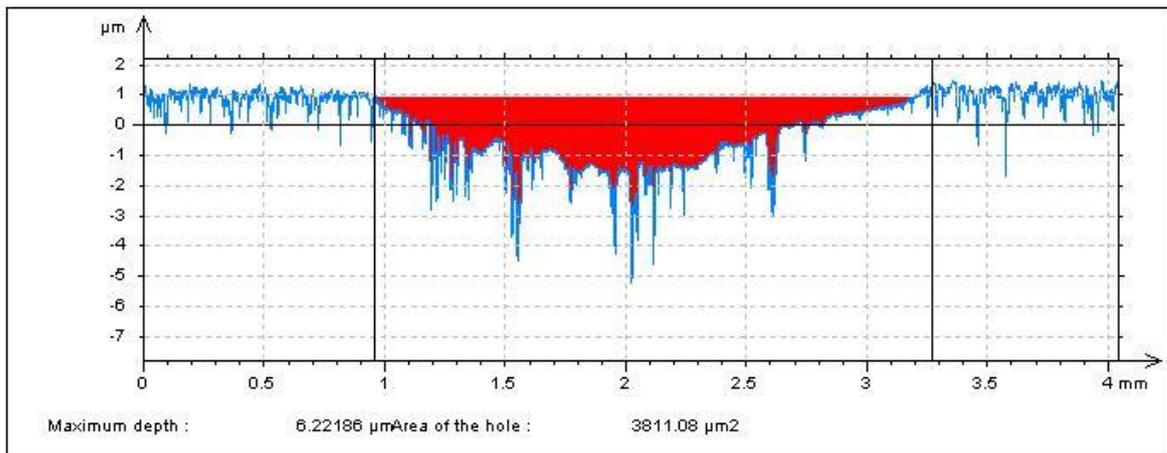
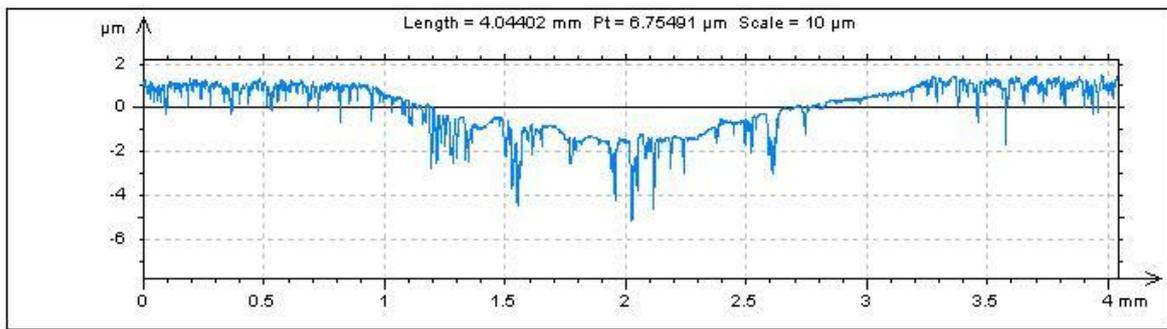
ANEXO L

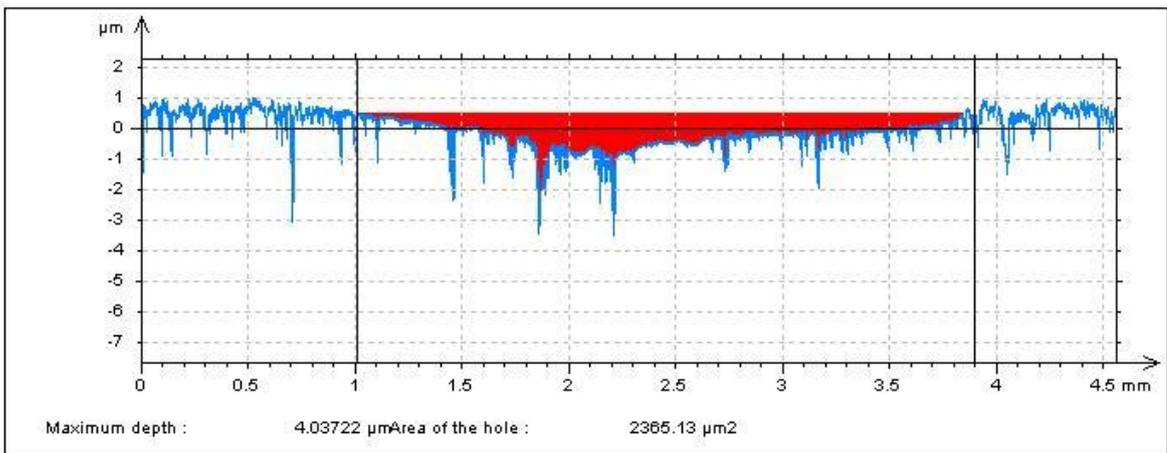
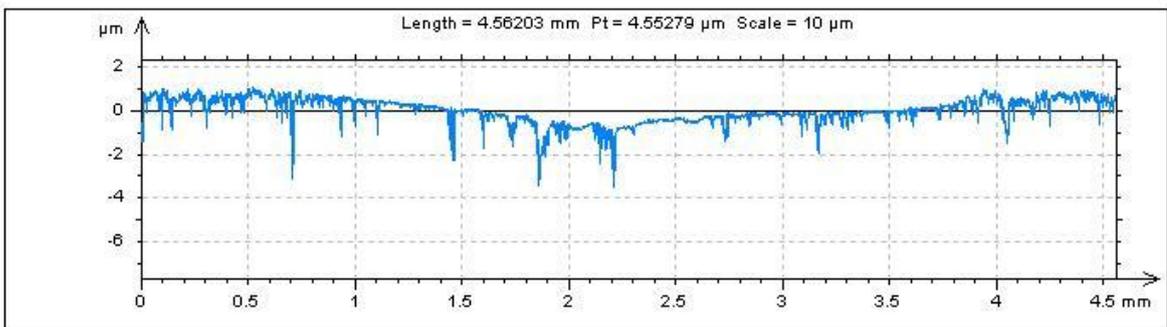
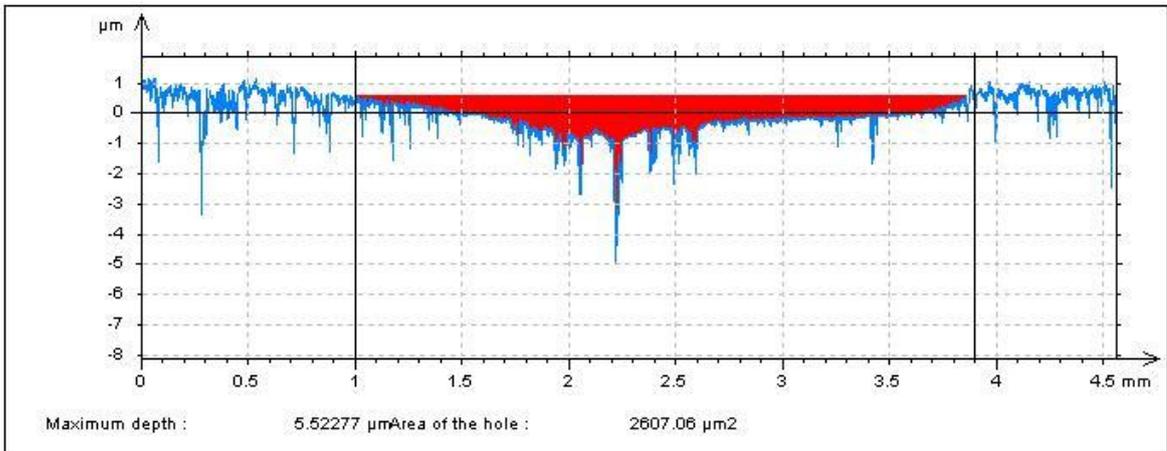
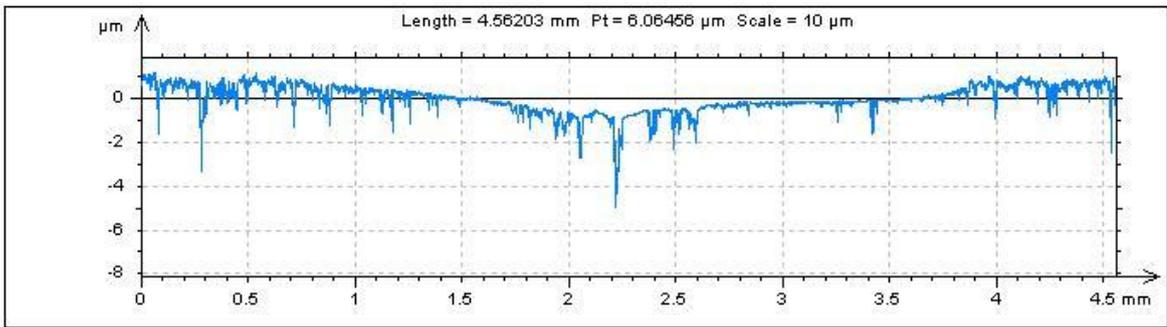


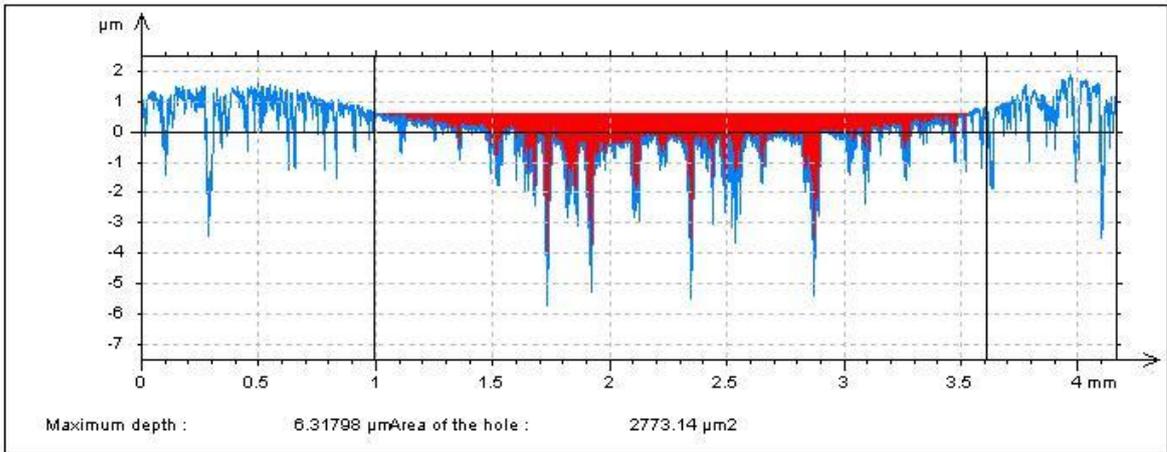
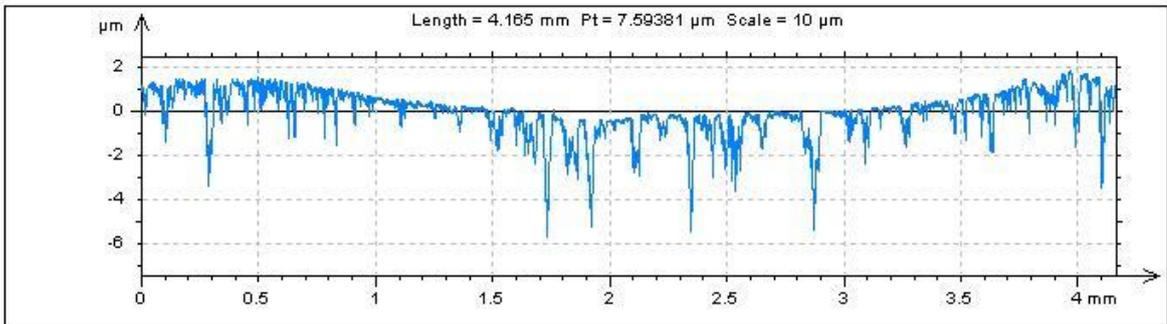
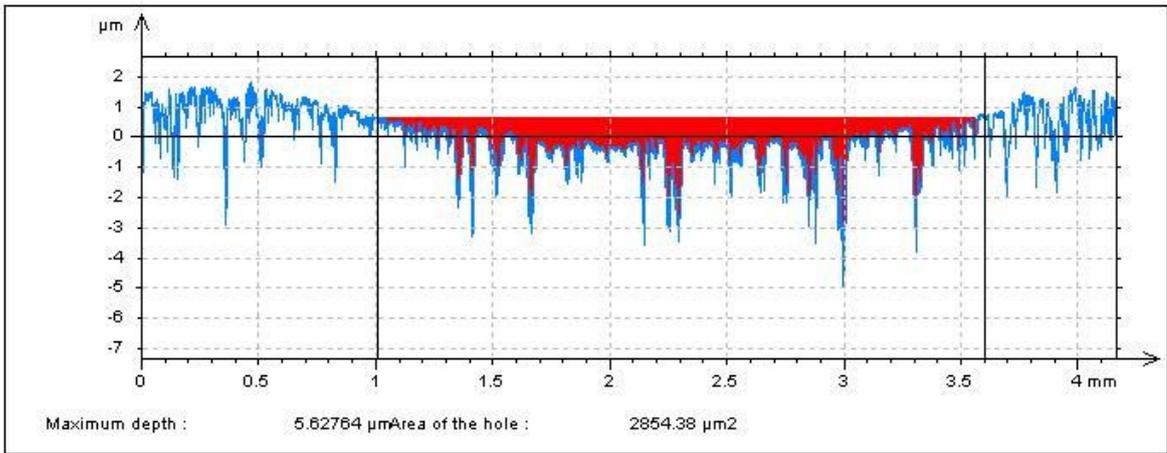
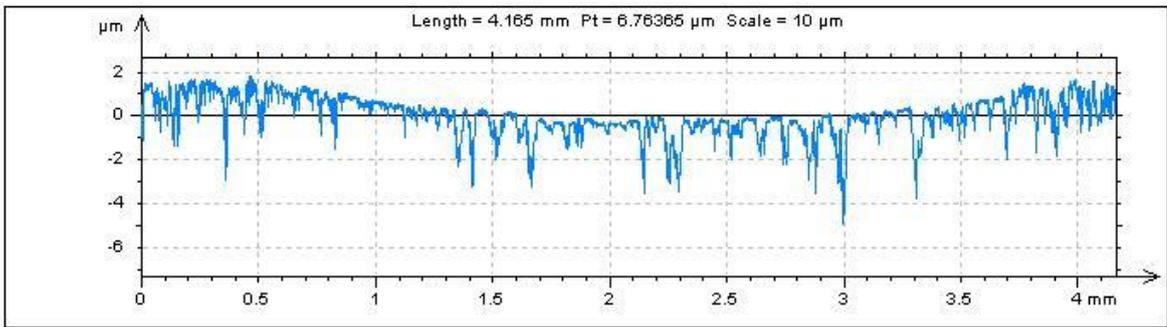


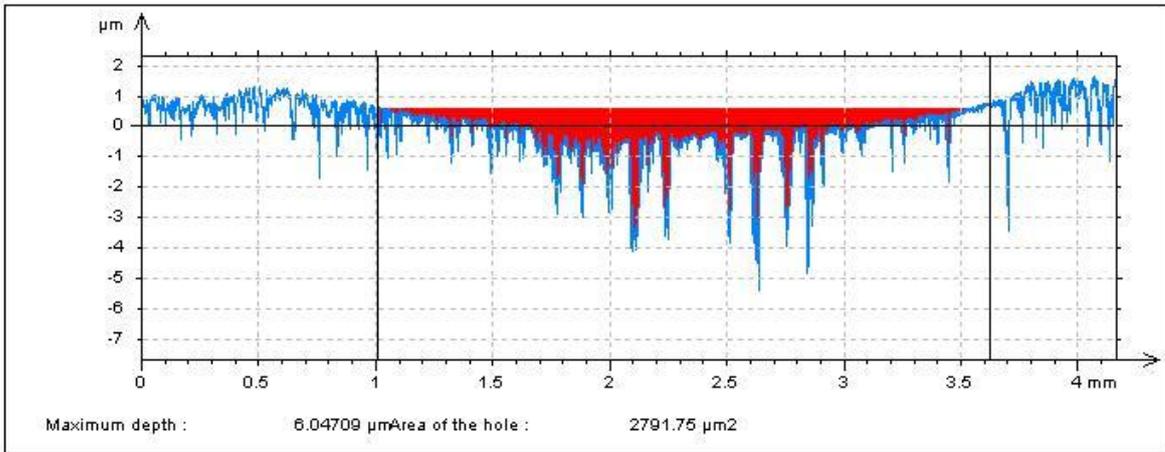
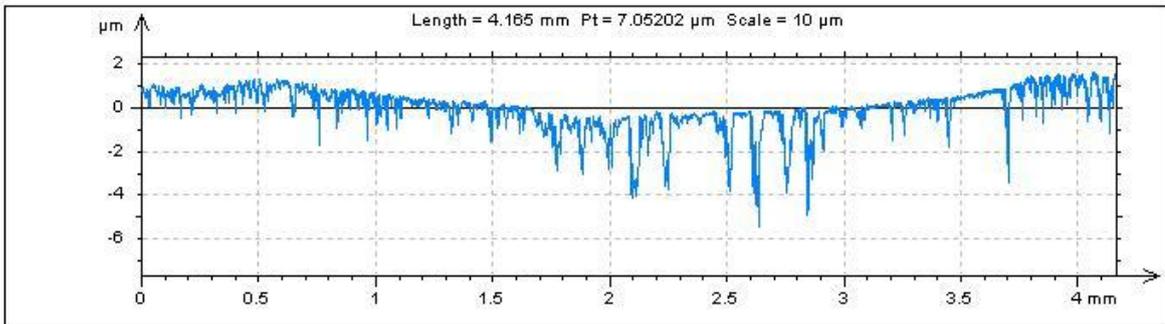
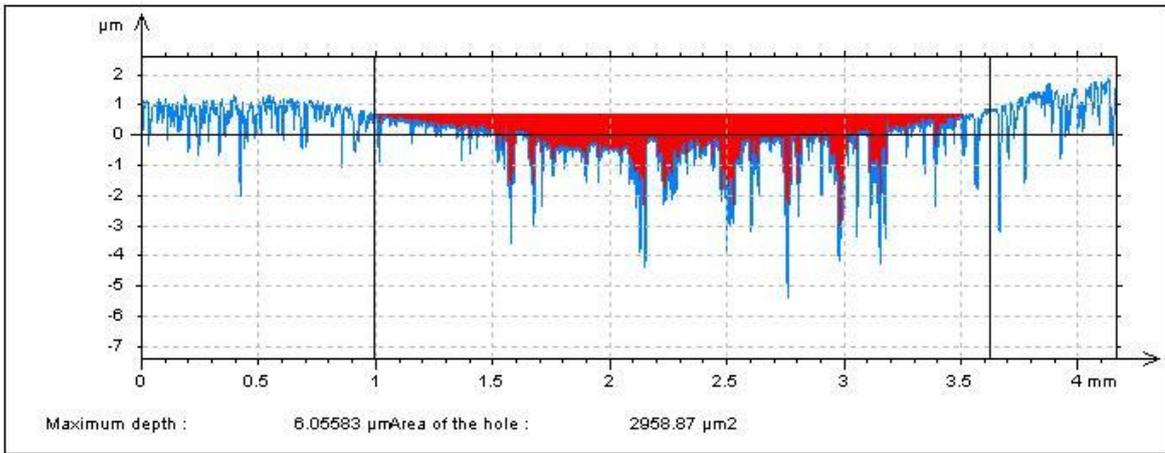
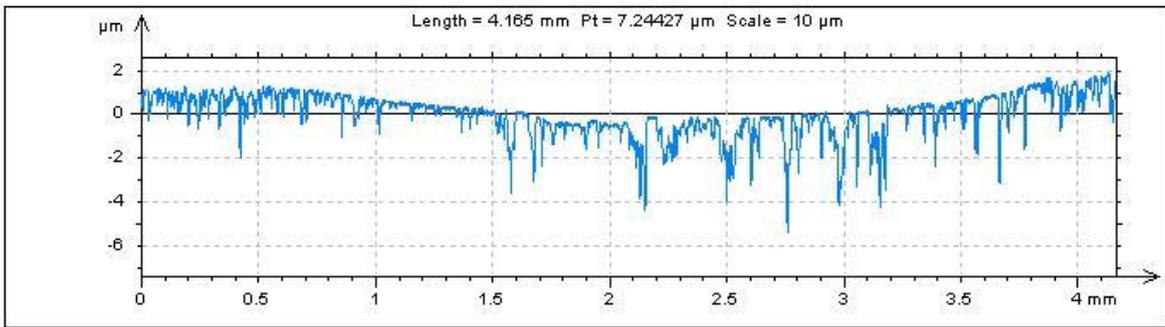






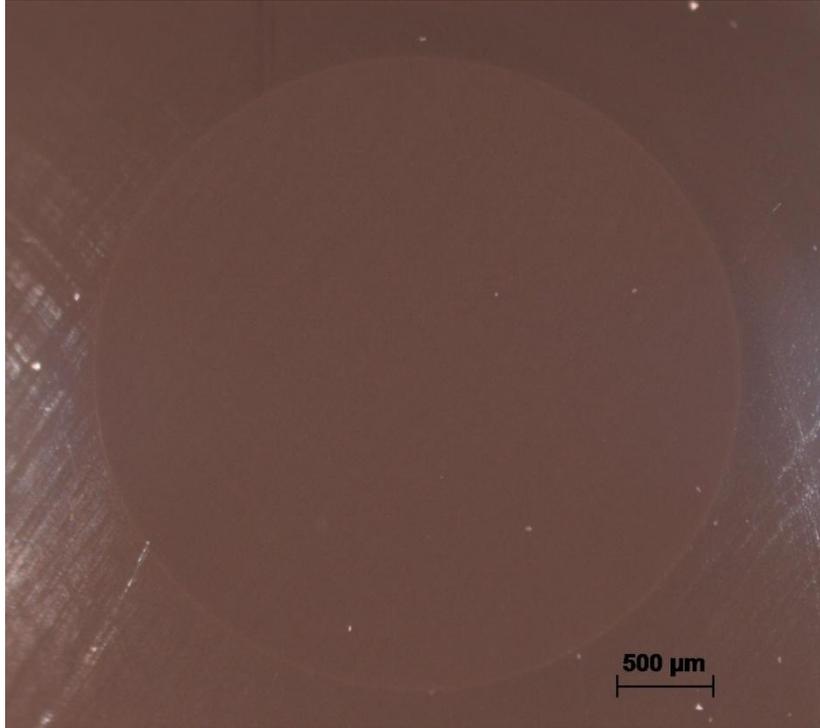




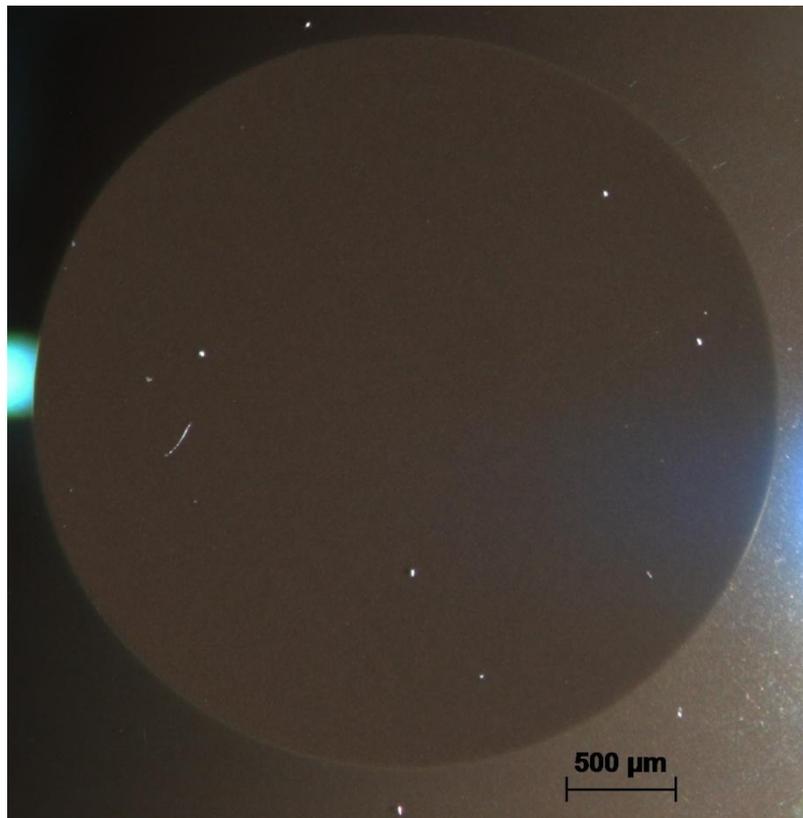


ANEXO M

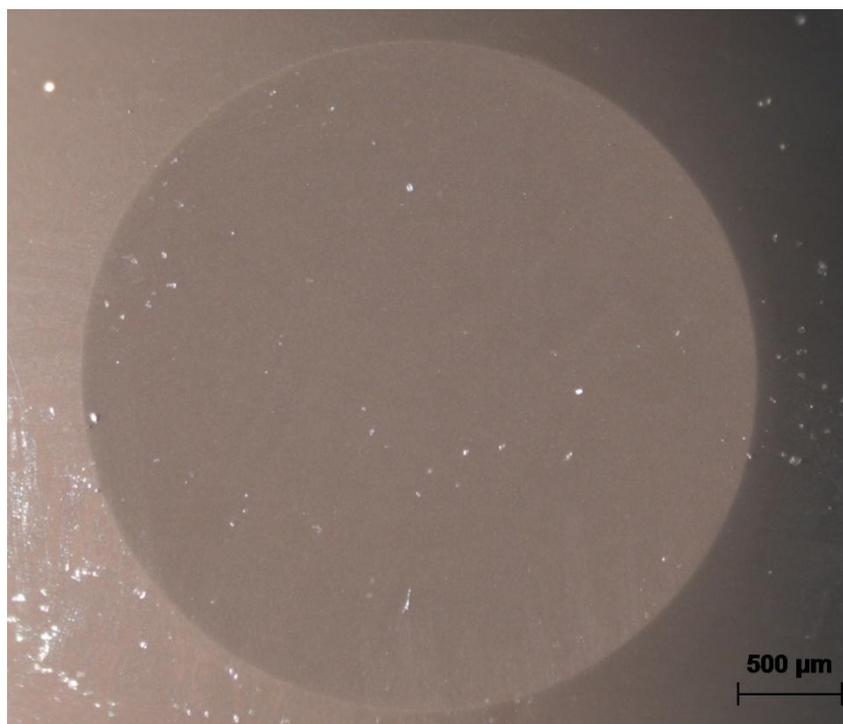
Ensaio 1:



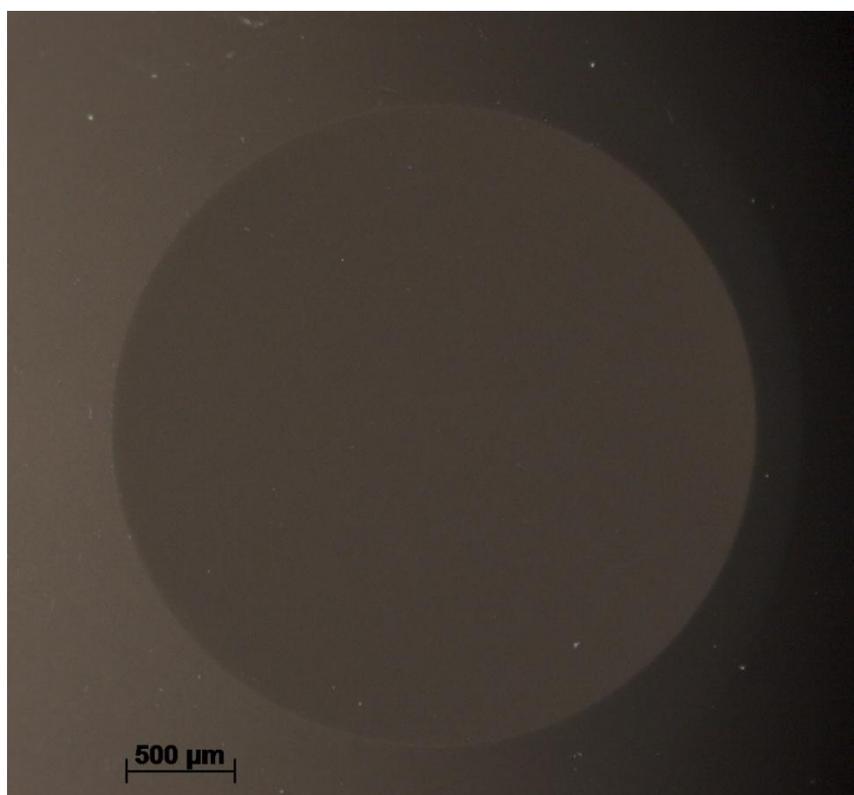
Ensaio 2:



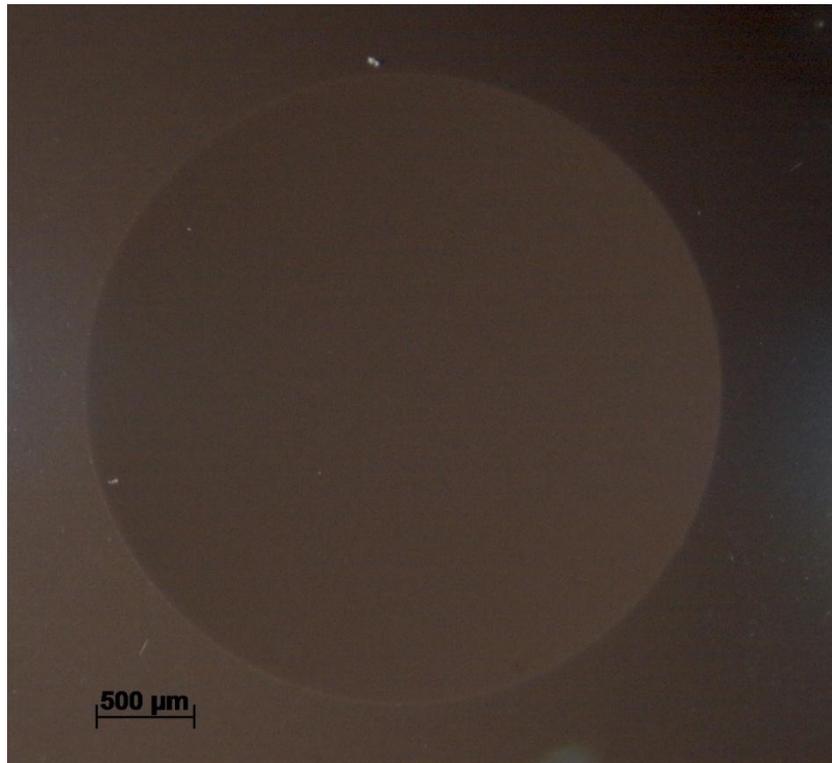
Ensaio 3:



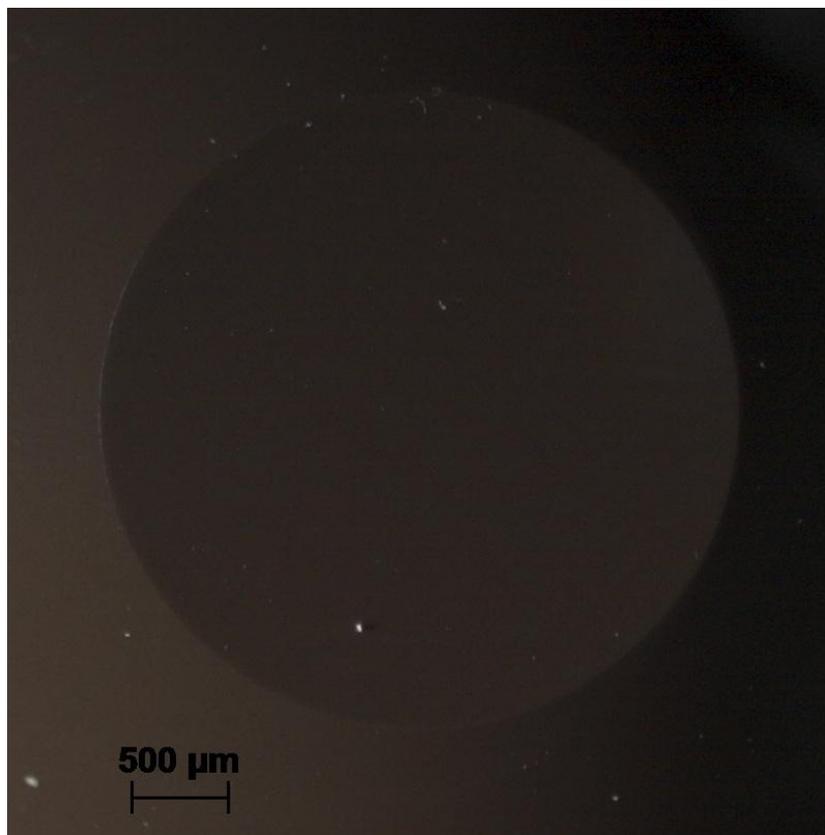
Ensaio 4:



Ensaio 5:



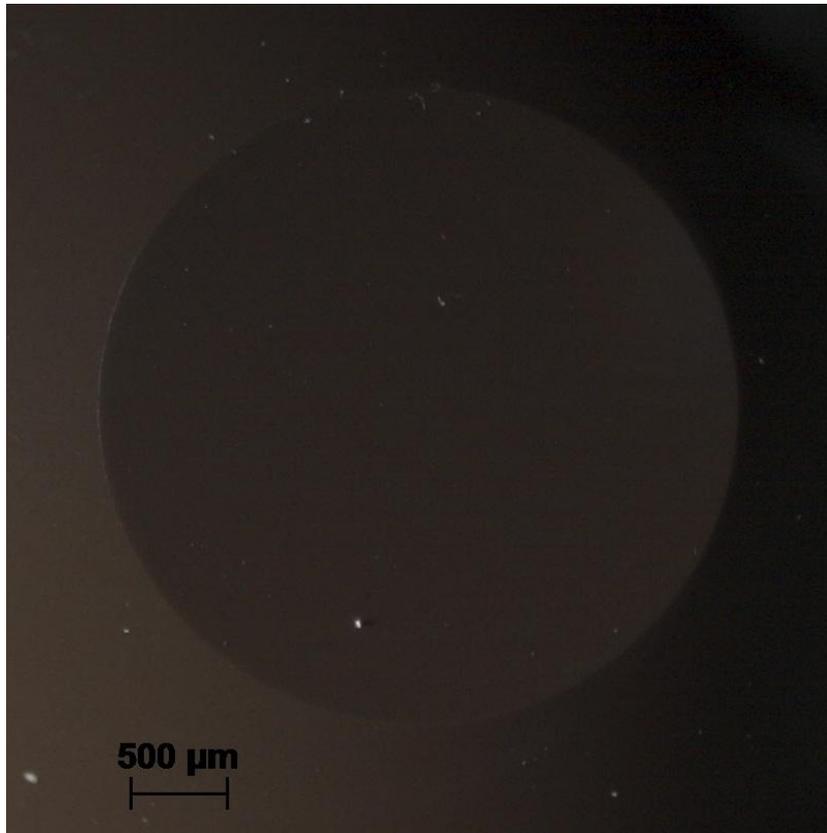
Ensaio 6:



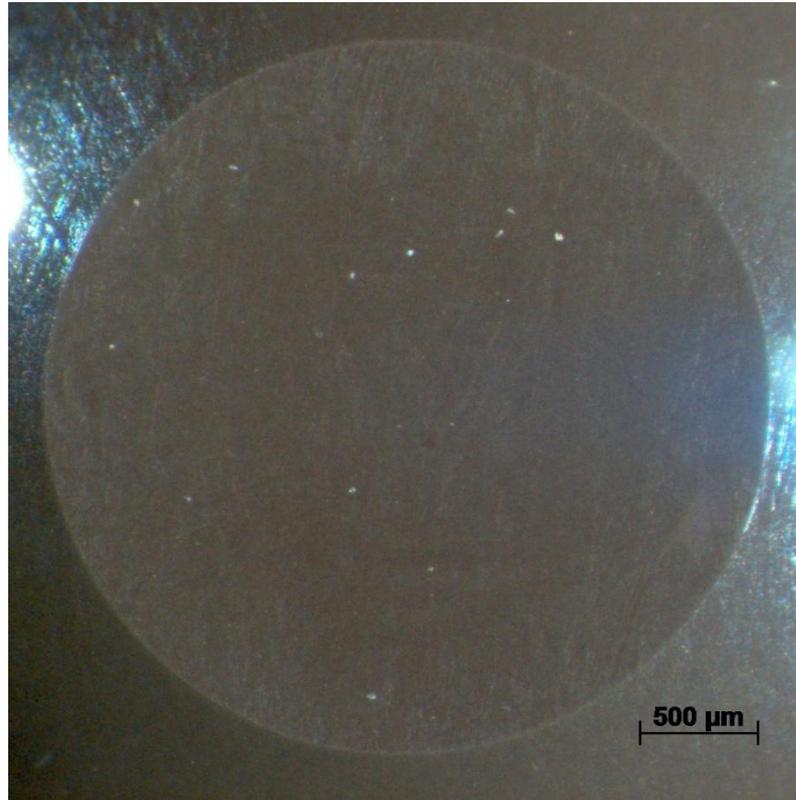
Ensaio 7:



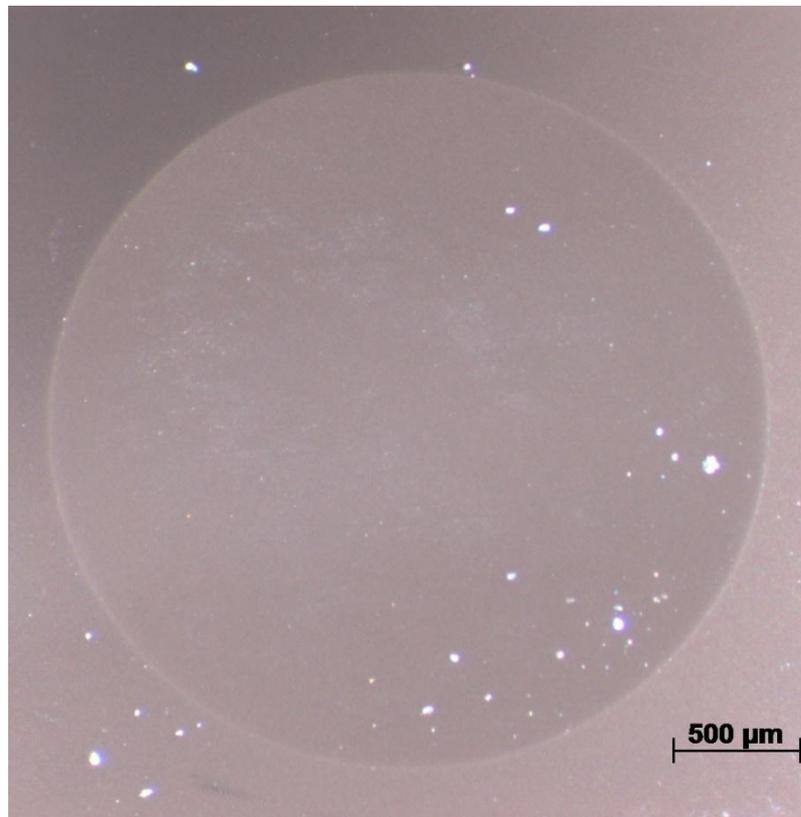
Ensaio 8:



Ensaio A:



Ensaio B:



ANEXO N

Raio da calota esférica (mm)	
Ensaio 01	1,654 ± 0,028
Ensaio 02	1,673 ± 0,018
Ensaio 03	1,629 ± 0,008
Ensaio 04	1,503 ± 0,007
Ensaio 05	1,645 ± 0,008
Ensaio 06	1,669 ± 0,019
Ensaio 07	1,515 ± 0,012
Ensaio 08	1,578 ± 0,018
Ensaio A	1,532 ± 0,010
Ensaio B	1,421 ± 0,011
