

# ESTUDO PRELIMINAR SOBRE O COMPORTAMENTO AO DESGASTE DE COMPÓSITOS DE MATRIZ CERÂMICA (Sialon's reforçados com fibras de $\beta$ -Sialon)

Pedro Reis <sup>1</sup>, J. Paulo Davim <sup>2</sup>, V. Lima Filho <sup>3</sup>, J.M. Fonte Ferreira <sup>4</sup>

Universidade de Aveiro, Campus Universitário de Santiago, 3810-193 AVEIRO, PORTUGAL

<sup>1</sup>Departamento de Engenharia Mecânica, email: [pedroreis@mec.ua.pt](mailto:pedroreis@mec.ua.pt)

<sup>2</sup>Departamento de Engenharia Mecânica, [pdavim@mec.ua.pt](mailto:pdavim@mec.ua.pt)

<sup>3</sup>Departamento de Engenharia Cerâmica e Vidro, email: [vfilho@cv.ua.pt](mailto:vfilho@cv.ua.pt)

<sup>4</sup>Departamento de Engenharia Cerâmica e Vidro, email: [jmf@cv.ua.pt](mailto:jmf@cv.ua.pt)

## RESUMO

*O desenvolvimento de materiais compósitos de matriz cerâmica para aplicações tribológicas tem permitido a sua aplicação em componentes sujeitos a condições de trabalho extremamente severas, nomeadamente em motores de combustão interna e ferramentas de corte por arranque de apra. No presente trabalho pretende-se apresentar um estudo preliminar sobre o comportamento ao desgaste de um compósito de matriz cerâmica (CMC) - Sialon reforçado com fibras de  $\beta$ -Sialon - em função do peso de reforço. O CMC testado como pino apresentava uma matriz cerâmica (76,92 %Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> + 13,46%AlN + 5,77%Y<sub>2</sub>O<sub>2</sub> + 3,85%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e um reforço de fibras de  $\beta$ -Sialon produzidas por síntese por combustão, a partir de uma mistura reactiva de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, AlN, Al, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Si e NH<sub>4</sub>F. A percentagem em peso da fase de reforço tomou os seguintes valores, 5, 10, 20 e 30 %. De uma maneira geral, observou-se que a taxa de desgaste específica do CMC é fortemente influenciada pela percentagem em peso da fase de reforço  $\beta$ -Sialon. Efectivamente o aumento desta fase macia de reforço conduz a um aumento de  $W_s$ . Os valores de menor taxa de desgaste específica ocorreram para uma percentagem em peso da fase de reforço de 10% que corresponde ao grupo de compósitos com maior massa específica aparente devida, provavelmente, a uma melhor compactibilidade dos pós para esta proporção de fase de reforço. Finalmente foram observados aspectos morfológicos das superfícies desgastadas do CMC recorrendo a microscopia electrónica de varrimento (MEV).*

## 1- INTRODUÇÃO

O comportamento ao desgaste a seco destes materiais cerâmicos é fortemente influenciado pelos parâmetros tribológicos (por exemplo, velocidade de distância de deslizamento, carga aplicada, temperatura de contacto) e pelas características intrínsecas do material (por exemplo, dureza, tenacidade, fracção volúmica de reforço).

O interesse em determinar o desgaste (taxa de desgaste específica) prende-se com a obtenção de parâmetros tribológicos

óptimos de modo a minimizar e controlar o fenómeno de modo a aumentar a vida do componente. Podemos considerar um desempenho ideal do contacto com cerâmicos quando obtemos uma taxa de desgaste específica  $W_s \leq 10^{-15}$  (m<sup>3</sup>/N.m), independentemente dos parâmetros tribológicos envolvidos (Wang Y. et al, 1996). Situações de desgaste moderado poderão ocorrer para  $W_s < 10^{-14}$  (m<sup>3</sup>/N.m) e desgaste severo para  $W_s > 10^{-13}$  (m<sup>3</sup>/N.m) segundo (Rice R., 1985) e (Gueroult B., et al 1994).

Diversos investigadores têm desenvolvido investigação sobre o comportamento tribológico de compósitos de matriz cerâmica, citam-se, a título de exemplo e pela profundidade, os trabalhos de (Rainforth W., 1996) e (Xingzhong Z. et al., 1999).

(Rainforth W., 1996) estudou os mecanismos de desgaste presentes no contacto metal/cerâmico e cerâmico/cerâmico. Concluiu que no contacto metal/cerâmico o mecanismo dominante é o triboquímico, enquanto que no contacto cerâmico/cerâmico a abrasão a três corpos tem um papel importante. O desgaste triboquímico ocorre em situações de deslizamento com dissolução e/ou transformação de um ou mais constituintes do cerâmico. O desgaste por abrasão ocorre sob cargas elevadas de contacto, quando partículas abrasivas e/ou rugosidade elevada, geram sulcos onde se iniciam fissuras que originam abrasão por fractura frágil.

(Xingzhong Z. et al., 1999) estudaram o comportamento ao desgaste em laboratório (tribómetro pino sobre disco) do cerâmico  $\text{Si}_3\text{N}_4$  usado em ferramentas de corte contra aço inoxidável procurando simular o processo de corte em condições tão próximas quanto possível. Verificaram a adesão de camadas transferidas de aço inoxidável para o cerâmico. Efectuaram também ensaios lubrificados (água) e verificaram uma redução no coeficiente de atrito e um aumento de microfracturas no cerâmico.

No presente artigo pretende-se apresentar um estudo preliminar sobre o comportamento ao desgaste de um compósito de matriz cerâmica (CMC) - Sialon reforçado com fibras de  $\beta$ -Sialon - em função do peso de reforço.

## 2. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

### 2.1 Materiais ensaiados

O CMC testado como pino apresentava uma matriz cerâmica de  $\alpha$ -Sialon com a composição: (76,92 % $\text{Si}_3\text{N}_4$  + 13,46% $\text{AlN}$

+ 5,77% $\text{Y}_2\text{O}_3$  + 3,85% $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e um reforço de fibras de  $\beta$ -Sialon produzidas por síntese por combustão, a partir de uma mistura reactiva de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{AlN}$ ,  $\text{Al}$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Si}$  e  $\text{NH}_4\text{F}$ . A percentagem em peso de reforço tomou os seguintes valores, 5, 10, 20 e 30%. As amostras foram obtidas por prensagem uniaxial a quente em atmosfera de azoto com temperaturas de sinterização de 1650 e 1700°C, com uma taxa de arrefecimento de 15°C/min e um tempo de patamar às temperaturas máximas de 60 minutos, sob uma carga de 20 MPa. Os discos, realizados em aço de construção Ck 45K-DIN, apresentavam uma dureza de 220 HB e a seguinte composição química: 0.45% C, 0,25% Si e 0.65% Mn.

Os discos foram obtidos por maquinagem para um diâmetro de 76 mm e uma espessura de 8 mm. Seguidamente, foram acabados por rectificação.

### 2.1- Tribómetro

No presente trabalho foi utilizado um tribómetro do tipo pino-disco modelo Plint TE67/HT controlado por computador, para a realização dos ensaios. A figura 1 apresenta o tribómetro utilizado.

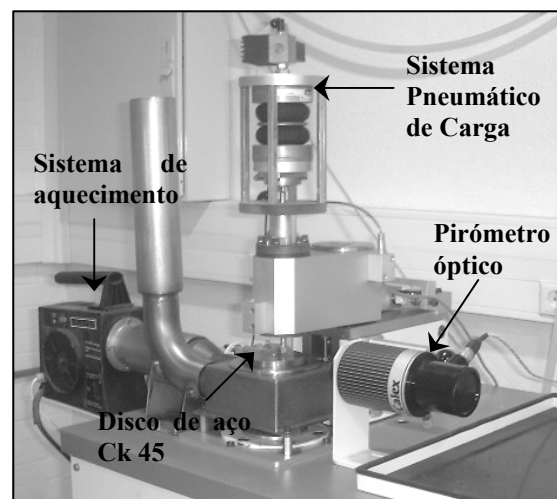


Fig 1- Tribómetro Plint TE67/HT utilizado na experimentação.

O pino (porta amostra) foi fixado ao braço de carga por uma bucha de aperto, ficando assim com dois graus de liberdade: um vertical, de forma a permitir a aplicação directa da carga e um horizontal, que

origina a medição da força de atrito. As amostras cerâmicas com uma área de contacto aproximada de 35 mm<sup>2</sup> foram rectificadas e posteriormente embutidas em pinos com auxílio de resina epoxida. Após o processo de cura da resina, os pinos foram limpos com álcool etílico e ultrasons durante cerca de 2 minutos e em seguida colocados em estufa a 40°C por 12 horas para secagem.

A carga normal foi aplicada através de um sistema pneumático montado em linha com uma célula de carga de funcionamento à compressão.

Um motor d.c. assegurou velocidades controladas e um pirómetro óptico permitiu a medição da temperatura na aresta do disco durante o movimento de deslizamento.

## 2.2- Parâmetros tribológicos

Os ensaios foram realizados mantendo constante a relação  $pV=1$ , sendo  $p$  a pressão de contacto e  $V$  a velocidade de deslizamento. A carga normal aplicada pelo sistema pneumático do tribómetro foi de 90N e a distância de deslizamento utilizada 2000m.

A quantificação do desgaste foi efectuada através da taxa de desgaste específica  $W_s$  em (m<sup>3</sup>/N.m) dado pela seguinte equação:

$$W_s = \frac{\delta V}{x \cdot F} \quad (1)$$

sendo,  $\delta V$  o volume de desgaste em m<sup>3</sup>,  $x$  a distância de deslizamento em m e  $F$  a carga normal em N.

O volume de desgaste de cada amostra foi avaliado por perda de massa, tendo em conta a sua densidade e efectuando pesagens no início e no final de cada ensaio.

Todos os ensaios foram realizados a seco.

## 3. RESULTADOS OBTIDOS E SUA DISCUSSÃO

Na tabela 1 estão apresentados os resultados experimentais obtidos para a perda de massa,  $\Delta m$ , e taxa de desgaste específica,  $W_s$ , nos ensaios tribológicos pino sobre disco, em função da percentagem em peso da fase de reforço incorporada.

Os resultados obtidos mostraram que as amostras cerâmicas possuem uma resistência ao desgaste elevada, caracterizando-se por valores de  $W_s$  próximos de 10<sup>-15</sup> (m<sup>3</sup>/N.m), e exerceram uma acção tribológica agressiva sobre a superfície antagonista em aço.

**Tabela 1-** Resultados obtidos nos ensaios tribológicos pino sobre disco.  $\Delta m$  e  $W_s$  em função da percentagem da fase de reforço do CMC.

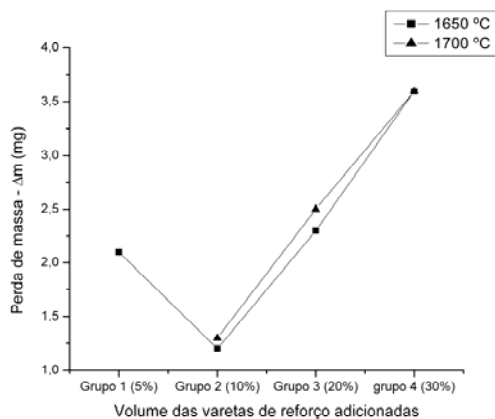
	Composição	Perda de massa – $\Delta m$ (mg)	Taxa de desgaste específica – $W_s$ (m <sup>3</sup> /N.m)
Grupo 1 (5% de fase de reforço)	05T1 (T <sub>1</sub> =1650 °C)	2,1	3,25 x10 <sup>-15</sup>
	05T2 (T <sub>2</sub> =1700 °C)	1,2 (*)	1,86 x10 <sup>-15</sup> (*)
Grupo 2 (10% de fase de reforço)	10T1 (T <sub>1</sub> =1650 °C)	1,2	2,00 x10 <sup>-15</sup>
	10T2 (T <sub>2</sub> =1700 °C)	1,3	1,85 x10 <sup>-15</sup>
Grupo 3 (20% de fase de reforço)	20T1 (T <sub>1</sub> =1650 °C)	2,3	3,58 x10 <sup>-15</sup>
	20T2 (T <sub>2</sub> =1700 °C)	2,5	3,88 x10 <sup>-15</sup>
Grupo 4 (30% de fase de reforço)	30T1 (T <sub>1</sub> =1650 °C)	3,6	6,01 x10 <sup>-15</sup>
	30T2 (T <sub>2</sub> =1700 °C)	3,6	5,80 x10 <sup>-15</sup>

(\*) resultado não considerado devido a problemas na experimentação.

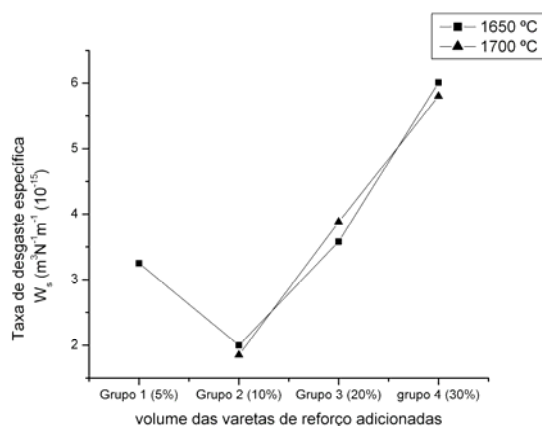
Nas figuras 2 e 3 apresentam-se respectivamente, a evolução da perda de massa e da taxa de desgaste específica em função do aumento da fase  $\beta$ -Sialon de reforço.

Os valores de menor taxa de desgaste específica ocorreram para uma percentagem em peso da fase de reforço de 10% que corresponde às amostras do grupo 2 (10T1 e 10T2), com maior massa específica aparente, devido talvez ao maior grau de empacotamento dos pós para esta proporção de fase de reforço.

Em geral, observou-se que o aumento da fase macia de reforço de  $\beta$ -Sialon a partir de 10% conduz a um aumento de  $\Delta m$  e  $W_s$ .



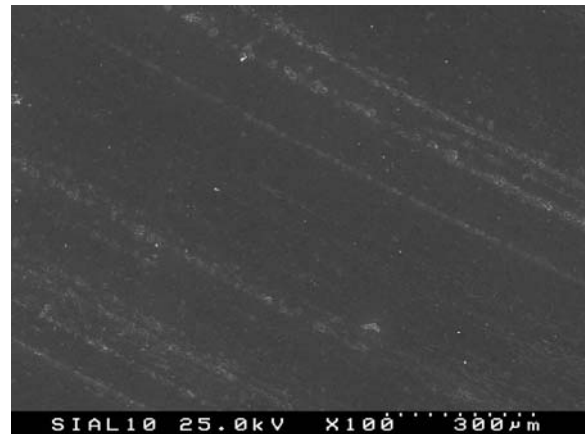
**Fig 2** - Evolução da perda de massa com o incremento da quantidade de fase de reforço.



**Fig 3** - Evolução da taxa de desgaste específica com o incremento da quantidade de fase de reforço.

Os aspectos morfológicos das superfícies de desgaste das composições 10T1 e 20T1, são ilustrados nas Figuras 4 e 5,

respectivamente. As superfícies destas amostras apresentaram-se praticamente limpas e polidas, sendo visíveis apenas alguns vestígios de material aderente (aço). Estes resultados evidenciam uma fraca adesão das partículas de desgaste aos materiais cerâmicos com maior densidade teórica e tendo associados os valores mais baixos registados para a taxa de desgaste específica.



**Fig 4** - Superfície de desgaste da amostra 10T1, evidenciando uma região polida com pouco material aderente.



**Fig 5** - Superfície de desgaste da amostra 20T1 evidenciando alguns vestígios de material aderente, decorrente de reações triboquímicas entre o pino e o disco, e uma região estriada na direção de deslizamento.

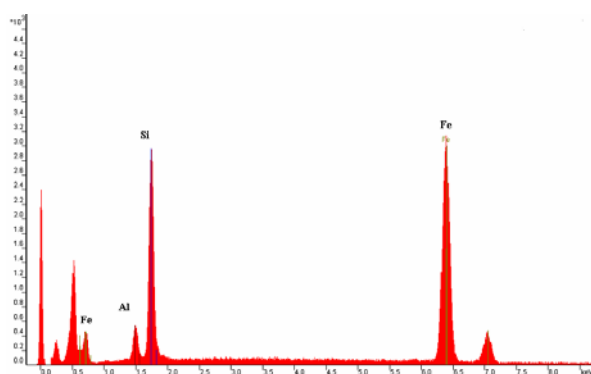
Na figura 6 podemos observar a superfície desgastada da amostra do grupo 4 (30T1), que apresentou pior desempenho em relação às restantes, como consequência da sua baixa massa específica aparente.

A amostra 30T1, após o deslizamento sobre o disco, evidencia desgaste por microabrasão a três corpos e a presença de tribocamadas de material aderente ricas em ferro, apresentando um aspecto escamoso associado ao desenvolvimento de microfissuras praticamente perpendiculares à direção de deslizamento.



**Fig 6** - Superfície de desgaste da amostra 30T1 evidenciando regiões com material aderente de aspecto escamoso, associado ao desenvolvimento de microfissuras perpendiculares à direção de deslizamento.

A figura 7 apresenta o resultado análise de espectroscopia de dispersão de energia (EDS) do material aderente à superfície de desgaste da amostra 30T1 após ensaio, confirmando a presença do ferro proveniente da pista de aço.



**Fig 7** - Análise de espectroscopia de dispersão de energia (EDS) do material aderente à superfície de desgaste da amostra 30T1 após ensaio, confirmando a presença do ferro proveniente da pista de aço.

De uma maneira geral, observou-se que o desgaste das amostras é muito influenciado pela sua massa específica. A maior taxa específica de desgaste ocorreu

em amostras com menor massa específica aparente, onde a porosidade conduz, em geral, a um aumento drástico de desgaste por via da menor resistência mecânica. Os poros constituem locais importantes de concentração de tensões e de iniciação de fissuras, uma vez que a sua existência resulta não apenas num aumento da quantidade de fissuras, como também, no aumento de sua extensão.

As irregularidades superficiais associadas à porosidade do cerâmico, constituem sítios privilegiados para a transferência do metal. Assim, sob efeito de tensões desenvolvidas no contacto, o metal tende a penetrar nos poros da superfície do cerâmico logo nos primeiros instantes do deslizamento, iniciando a formação de placas de material metálico aderente. Com a continuação do deslizamento, estas partículas aderentes de origem metálica passam a constituir as principais singularidades sobre a superfície do cerâmico, onde o material metálico da superfície oponente tende a aderir preferencialmente, contribuindo para o seu crescimento.

Na situação particular dos contactos tribológicos cerâmico/metal, a porosidade em materiais cerâmicos desempenha, ainda, um papel directo na transferência de material metálico para a superfície de desgaste do pino (amostra) de cerâmico.

#### 4. CONCLUSÕES

Tendo em consideração a metodologia experimental utilizada e CMC - Sialon reforçado com fibras de  $\beta$ -Sialon- testado, é possível apresentar as seguintes conclusões:

- 1) os valores obtidos para a taxa específica de desgaste  $W_s$  situam-se próximos de  $10^{-15}$  ( $m^3/N.m$ ),
- 2) o desgaste depende da quantidade da fase macia de reforço  $\beta$ -Sialon e consequentemente da massa específica aparente.
- 3) a maior taxa de desgaste específica ocorreu nas amostras com menor massa específica aparente onde se verificou

maior porosidade e uma conseqüente menor resistência mecânica.

4) a variação da temperatura de sinterização parece não influenciar a taxa específica de desgaste.

5) os mecanismos de desgaste predominantes foram a microabrasão e a formação de tribocamadas de material aderente ricas em ferro.

#### AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o suporte financeiro para a realização do trabalho através do projecto SAPIENS nº 39419 "Combustion synthesis of one dimension elongated  $\alpha$ -sialon crystals to be used as reinforcing agents for CMC processed by colloidal techniques"

#### REFERÊNCIAS

Gueroult B. and Cherif K., " *State of the Art Review for Friction and Wear Mechanisms of Ceramics*", J. Can. Ceram. Soc. 63, 1994.

Wang Y. and Hsu S., " *Wear and Wear Transition Modelling of Ceramics*", Wear 195, 1996.

Rainforth W. M., " *The Sliding Wear of Ceramics*", Ceramics International 22, 1996.

Rice R., " *Micromechanics of Microstructural Aspects of Ceramic Wear*", Ceram. Eng. Sci. Proc. 6, 1985.

Xingzhong Z., Jiajun L., Baoliang Z., Hezhou M. and Zhenbi L., " *Wear Behavior of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ceramic cutting tool material against stainless steel in dry and water-lubricated conditions*", Ceramics International 25, 1999