

AVALIAÇÃO TRIBOLÓGICA POR PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL DA Al_2O_3 OBTIDA VIA MOLDAGEM POR INJEÇÃO EM BAIXA PRESSÃO (MIBP)

A. L. B. Dotta¹, M. A da Cunha², C. A. Costa¹, M. C. M. Farias¹

¹Universidade de Caxias do Sul, UCS, ²Universidade do Rio Grande do Sul, UFRGS

Rua Francisco Getúlio Vargas, 1130, Bloco V-303 – Petrópolis, CEP 95070-560 - Caxias do Sul - alinebandotta@gmail.com

RESUMO

Neste trabalho foi realizado o estudo tribológico da Al_2O_3 obtida por MIBP usando a técnica de planejamento experimental para avaliar a interação dos parâmetros com o atrito e desgaste. O processo de MIBP foi realizado em temperatura de 90°C, por 24 h. O coeficiente de atrito médio para o planejamento experimental fatorial variou de forma significativa com a carga e com a velocidade quando a Al_2O_3 foi ensaiada com o contracorpo de aço. De uma maneira geral, o coeficiente de desgaste foi menor para o par tribológico Al_2O_3 -aço, onde ocorreu a formação de um tribofilme de óxido de ferro na superfície. Enquanto que para o par Al_2O_3 - Al_2O_3 , ocorreu a fratura intergranular da superfície, além da presença de material aderido nas trilhas.

Palavras-chave: Alumina, Planejamento experimental, desgaste

INTRODUÇÃO

A tecnologia de Moldagem por Injeção em Baixa Pressão (MIPB) se caracteriza por tempos curtos de processamento e baixa temperatura de trabalho^(1,2). Essas vantagens proporcionam a produção de grandes volumes com baixo custo, além de permitir a produção de componentes cerâmicos com formas complexas, na qual outros processos, como a usinagem, teriam alto custo ou baixa produtividade.

Estes componentes podem ser destinados para diferentes ramos industriais com foco na aplicação tribológica. A importância econômica da tribologia e a grande necessidade por uma pesquisa sistemática, com o aprimoramento da transferência de conhecimento teórico para a prática, se tornaram reconhecidos nas últimas

décadas. A ação dos elementos ou a interação entre eles podem variar largamente dependendo da estrutura do tribossistema^(3,4).

Apesar da cerâmica de alumina ser amplamente estudada em diversos tipos de processamentos, ainda requer estudos quando obtida por MIBP na avaliação dos tipos de interações que ocorrem durante seu uso em sistemas tribológicos. Sendo assim, este trabalho tem o intuito de avaliar o efeito da carga normal, da velocidade tangencial e contracorpo no comportamento do atrito e desgaste da alumina obtida por MIBP.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A cerâmica utilizada foi o pó de alumina (SG-1000, Almatis com 99,8 % de pureza), com tamanho médio de partícula de 0,4 μm .

No processo de MIBP, para a etapa de preparação do *feedstock* para a injeção, a carga sólida era composta de 86% em massa de alumina e 14% em massa de ligantes orgânicos. Tais proporções foram definidas em trabalho anterior, de modo a evitar distorções e formação de bolhas na etapa de remoção do veículo⁽⁵⁾.

Para o processamento e moldagem das amostras foi utilizado uma injetora, marca Peltzman. A mistura da carga orgânica foi conduzida em misturador planetário da própria injetora, em temperatura de 90°C, por 1 h. Posteriormente, foi adicionado o pó de alumina à esta carga orgânica fundida com um tempo total de agitação de 24 h, para homogeneização da mistura. As amostras foram injetadas em molde de alumínio com 20 mm de diâmetro e 3 mm de altura, aproximadamente. Os principais parâmetros utilizados durante o processo de injeção foram: temperatura de injeção de 35°C, pressão de injeção de 3,80 bar e tempo de injeção de 12 s. A remoção do veículo orgânico foi realizada pelo processo de leito de pó (*debinding by wicking*) de alumina, onde as amostras foram aquecidas até 240°C por 10 h. Após as amostras foram pré-sinterizadas em uma temperatura de 1000°C, durante 1 h, e sinterizadas em temperatura de 1600°C por 2 h.

A densidade (ρ) a verde dos componentes e a sinterizada foram determinadas pelo método de Arquimedes ou do empuxo, segundo a norma ASTM C373 – 88 (2006). As amostras foram polidas até suspensão de diamante com tamanho de 1 μm . A microestrutura das amostras foi analisada por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Neste trabalho, o planejamento experimental 2^k foi utilizado para avaliar a influência da carga normal, da velocidade de deslizamento e do tipo de contracorpo. Para tanto, foi estabelecida uma faixa de variação da carga normal de 5 N a 15 N e da velocidade de deslizamento de $0,05 \text{ m.s}^{-1}$ a $0,15 \text{ m.s}^{-1}$. Como contracorpos foram utilizadas esferas de alumina e de aço 52100. Esses materiais apresentam valores de dureza menores (aço 52100) e próximos (alumina), em relação ao disco de alumina.

Na Tabela 1 é apresentada a matriz de planejamento de experimentos com os valores codificados e reais dos fatores, correspondente ao planejamento fatorial 2^k . O cálculo dos efeitos e da sua significância estatística foram realizados com o auxílio do programa STATISTICA™ (STATSOFT). A significância estatística foi avaliada a partir dos resultados da análise de variância (ANOVA) e por meio de gráficos normais, considerando-se 95% de confiança.

Tabela 1: Combinação dos níveis dos fatores de acordo com o planejamento fatorial 2^2 .

Ensaio	Fator codificado		Fator real		Contracorpo
	C	v	C (N)	V (m/s)	
1	-1	-1	5	0,05	Aço 52100
2	1	-1	15	0,05	Aço 52100
3	-1	1	5	0,15	Aço 52100
4	1	1	15	0,15	Aço 52100
5	-1	-1	5	0,05	Alumina
6	1	-1	15	0,05	Alumina
7	-1	1	5	0,15	Alumina
8	1	1	15	0,15	Alumina

Para a determinação da resistência ao desgaste por deslizamento foi utilizado um Tribômetro modelo CSM *Tribometer*, com configuração de deslizamento circular e geometria de contato esfera-sobre-disco. Nos ensaios foram utilizadas as seguintes condições: distância de deslizamento de 1000 m; temperatura e umidade ambientes; taxa de aquisição de dados de 1 Hz. Todos os ensaios foram executados seguindo as recomendações da norma ASTM G99-03 e para cada condição foram feitas duas repetições. Os valores de coeficiente de atrito foram determinados calculando-se a razão entre a força atrito e da carga normal. O coeficiente de desgaste específico (k) foi obtida pela variação volumétrica (V) das amostras

desgastadas, que foi estimada por medidas de perfilometria, da carga normal aplicada (F) e a distância percorrida pela equação (A) de Archard⁽⁶⁾.

$$k = \frac{V}{F.S} \quad (A)$$

Os mecanismos de desgaste foram determinados por meio da avaliação da morfologia e composição química elementar das trilhas de desgaste, utilizando as técnicas de Microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (FEG) e por dispersão de energia por raio X (EDX), respectivamente.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A alumina injetada apresentou densidade de $3,90 \text{ g.cm}^{-3} \pm 0,03$, representando 97% da densidade teórica. A Figura 1 mostra a microestrutura da alumina obtida por MIBP, foi observado uma dispersão no tamanho de grão, assim como poros na superfície. Uma das causas da presença de poros pode ter sido pelo processo de remoção do veículo orgânico das amostras. A média do tamanho apresentada foi de $3,6 \pm 0,9 \mu\text{m}$.

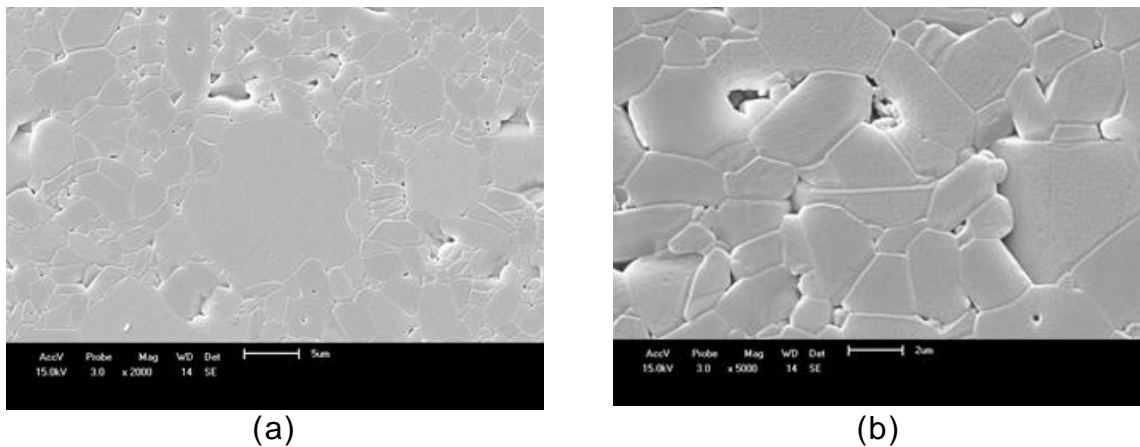


Figura 1: Micrografias da superfície da alumina obtida por MIBP (a) 2000x e (b) 5000x de aumento.

A evolução do coeficiente de atrito em função da distância de deslizamento é apresentada na Figura 2. O coeficiente de atrito médio, $\mu_{\text{méd}}$, foi analisado nos períodos estacionários. Os três fatores, carga normal, velocidade de deslizamento e contracorpo influenciaram na evolução de coeficiente de atrito.

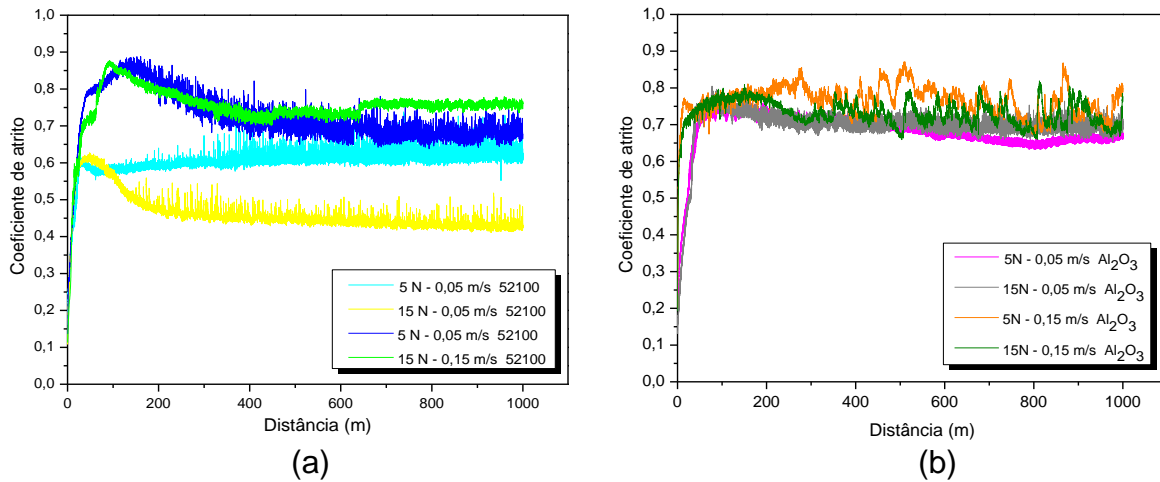


Figura 2: Coeficiente de atrito em função da distância de deslizamento com carga normal de 5 N e 15 N e velocidade de deslizamento de 0,05 m/s e 0,15 m/s. (a) contracorpo de aço 52100 e (b) contracorpo de alumina.

De um modo geral, o coeficiente de atrito apresentou valores entre 0,4 e 0,9 (Figura 3). Esta faixa de valores ficou de acordo com estudos encontrados na literatura. De acordo com a análise estatística, considerando 95% de confiança, constatou-se o efeito significativo da carga normal e também da velocidade de deslizamento, quando a alumina foi ensaiada com o contracorpo de aço 52100. Todavia, o mesmo não foi observado para o par tribológico alumina - alumina, para o qual não houve variação significativa do coeficiente de atrito com a mudança de carga normal e velocidade de deslizamento.

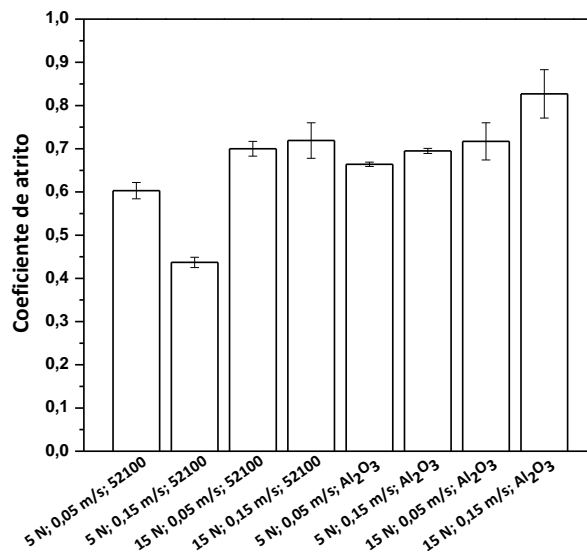


Figura 3: Valores do coeficiente de atrito médio correspondente às diferentes condições de ensaio de desgaste por deslizamento rotativo.

Os efeitos calculados dos fatores para o planejamento de 2² são apresentados na

Tabela 2. A significância estatística dos efeitos dos fatores foi determinada usando a distribuição Student, com 95% de confiança. Os efeitos estatisticamente significativos foram aqueles cujos valores absolutos foram superiores ao produto do ponto da distribuição de Student pelo erro padrão do efeito, ou seja, $t_v \times S$ (efeito)⁽⁷⁾.

Aplicando esse critério aos valores da

Tabela 2, para o par alumina-aço 52100 observa-se que todos os efeitos foram significativos, os efeitos principais (efeitos individuais da carga normal e velocidade de deslizamento) e os efeitos de interação (interação entre a carga e velocidade). Além disso, como visto na Figura 2(a), verifica-se que o aumento da carga normal diminuiu o coeficiente de atrito (efeito da carga é negativo), enquanto que o aumento da velocidade normal aumentou o coeficiente de atrito (efeito positivo). Até aqui, o mesmo resultado poderia ser obtido se ambos os fatores fossem variados de forma independente, ou seja, variando um deles e mantendo o outro constante. Entretanto, a vantagem do planejamento fatorial é demonstrada quando este mostra o efeito da interação dos fatores.

Tabela 2: Efeitos calculados para os planejamentos fatorial 2² do coeficiente de atrito. Os efeitos estatisticamente significativos estão destacados.

Fator	Efeito calculado	Erro padrão	Distribuição Student	Probabilidade p	Intervalo de confiança (95%)	
					Valor inferior	Valor superior
<i>Planejamento Fatorial 2² do par alumina-aço 52100</i>						
Média global	0,6140	0,0090	67,8956	0,0000	0,5889	0,6391
Efeitos principais						
Carga normal (C)	-0,0725	0,0181	-4,0085	0,0160	-0,1227	-0,2223
Velocidade (V)	0,1905	0,0181	10,5327	0,0005	0,1403	0,2407
Efeito de interação						
C V	0,0950	0,0181	5,2525	0,0063	0,0448	0,1452
<i>Planejamento Fatorial 2² do par alumina-alumina</i>						
Média global	0,7314	0,0664	11,0159	0,0004	0,5470	0,9157
Efeitos principais						
Carga normal (C)	0,0583	0,1328	0,4387	0,6835	-0,3104	0,4269
Velocidade (V)	0,0772	0,1328	0,5818	0,5919	-0,2914	0,4459
Efeito de interação						
C V	0,0547	0,1328	0,4123	0,7012	-0,3139	0,4234

Em relação ao coeficiente de desgaste, apresentado na Figura 4, o par tribológico alumina-aço 52100 apresentaram índices menores. O fato do aço 52100 apresentar uma dureza inferior em relação à alumina faz com que esta remova uma menor quantidade da superfície do disco da alumina. Para o par alumina-aço observou-se que com o aumento da velocidade ocorre aumento do coeficiente de desgaste com uma ordem de grandeza (efeito positivo). De um modo geral, o coeficiente de desgaste dos discos de alumina foram menores para o par alumina-aço, podendo ser classificados dentro do regime moderado ($k < 10^{-6} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$), e o par alumina-alumina no início do regime severo, exceto para carga de 5 N e velocidade de deslizamento de 0,15 m/s⁽⁸⁾.

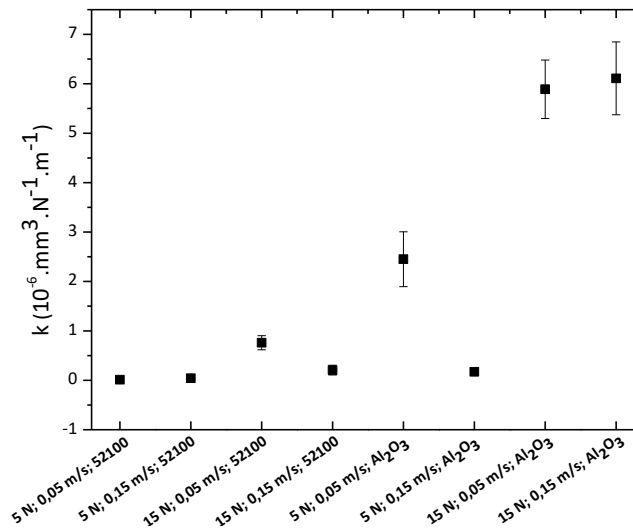


Figura 4: Valores do coeficiente de desgaste correspondente às diferentes condições de ensaio de desgaste por deslizamento rotativo.

Os efeitos calculados dos fatores para o planejamento de 2² são apresentados na Tabela 3. Observou-se que todos os efeitos foram significativos para o planejamento experimental desenvolvido, os efeitos principais, que são os efeitos individuais da carga normal e velocidade de deslizamento, assim como os efeitos de interação entre a carga e velocidade. Como observa-se na Figura 4, com o aumento da velocidade deslizamento verifica-se que ocorreu aumento no coeficiente de desgaste (efeito da carga é positivo), para o par alumina-aço. Enquanto que para o par alumina-alumina, esse valor depende da interação com a carga. Assim como para o coeficiente de atrito, o efeito da interação entre a carga e a velocidade (C V) é também estatisticamente significativo, o que sugere que o

efeito da carga é dependente do nível da carga, e o mesmo é verdadeiro para o contrário.

Tabela 3: Efeitos calculados para o planejamento fatorial 2² do coeficiente de desgaste. Os efeitos estatisticamente significativos são destacados.

Fator	Efeito calculado	Erro padrão	Distribuição Student	Probabilidade p	Intervalo de confiança (95%)	
					Valor inferior	Valor superior
<i>Planejamento Fatorial 2² do par alumina-aço 52100</i>						
Média global	24,6437	0,06505	37,8828	0,000003	22,8376	26,4499
Efeitos principais						
Carga normal (C)	29,1475	1,3010	22,4030	0,000024	25,5352	32,7597
Velocidade (V)	43,8625	1,3010	33,7131	0,000005	40,2502	47,4747
Efeito de interação						
C V	25,9025	1,3010	-13,8010	0,000038	22,2902	29,5147
<i>Planejamento Fatorial 2² do par alumina-alumina</i>						
Média global	362,538	4,0457	89,4112	0,000	351,27	373
Efeitos principais						
Carga normal (C)	119,925	8,1094	14,7883	0,00122	48,7	71,2
Velocidade (V)	457,925	8,1094	56,4681	0,0001	217,7	240,2
Efeito de interação						
C V	- 111,925	8,1094	-13,8018	0,00016	-67,2	-44,7

Nas

Figura 5 e Figura 6 estão apresentados os resultados para as amostras ensaiadas com o contracampo de aço 52100, avaliando os mecanismos de desgaste ocorridos.

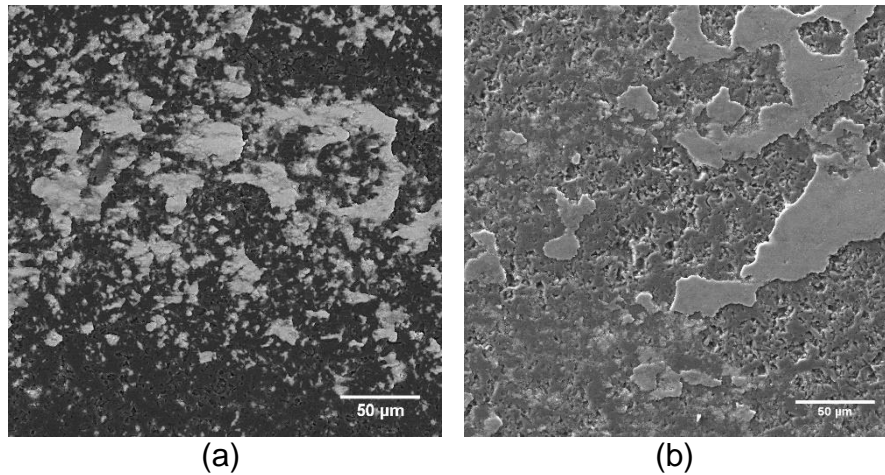


Figura 5: Micrografias de FEG mostrando detalhes das trilhas de desgaste das amostras de alumina, obtidas nos ensaios com (a) 5 N - 0,05 m.s⁻¹ e 15N - 0,05 m.s⁻¹ com contracorpo de aço 52100.

Observa-se que em todas as trilhas ocorreu a formação de um tribofilme de óxido de ferro, em regiões localizadas, conforme indicou a análise de EDS mostrada na Figura 7. Este filme, que corresponde a parte mais clara das micrografias, apresentou uma superfície mais lisa, porque ele tende a deformar mais plasticamente que à alumina⁽³⁾. Os grãos de alumina se destacaram devido à fratura. O filme de óxido de ferro, apesar de não ter lubricidade⁽⁹⁾, também pode estar atuando como um protetor da superfície, o que também justifica o menor coeficiente de desgaste do par alumina-aço. O aumento da velocidade, de 0,05 m/s para 0,15 m/s, favoreceu a formação do filme de óxido de ferro, que foi mais uniforme na superfície do disco de alumina (Figura 6), o que pode explicar os maiores valores dos coeficientes de atrito e de desgaste. Como o aço 52100 apresenta menor dureza em relação à amostra de alumina, o arrancamento de grão foi observado em alguns locais pontuais, ou seja, esse fenômeno deve ter ocorrido em menor intensidade.

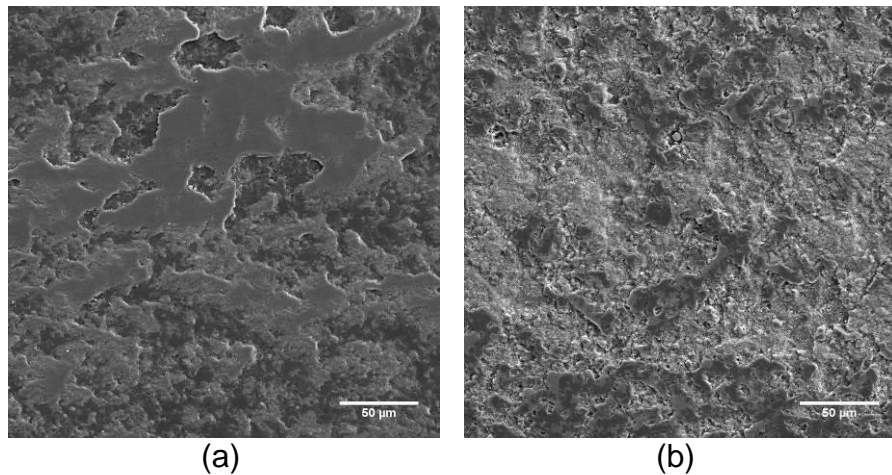


Figura 6: Micrografias de FEG mostrando detalhes das trilhas de desgaste das amostras de alumina, obtidas nos ensaios com (a) 5 N - 0,15 m.s⁻¹ e 15N - 0,15 m.s⁻¹ com contracorpo de aço 52100.

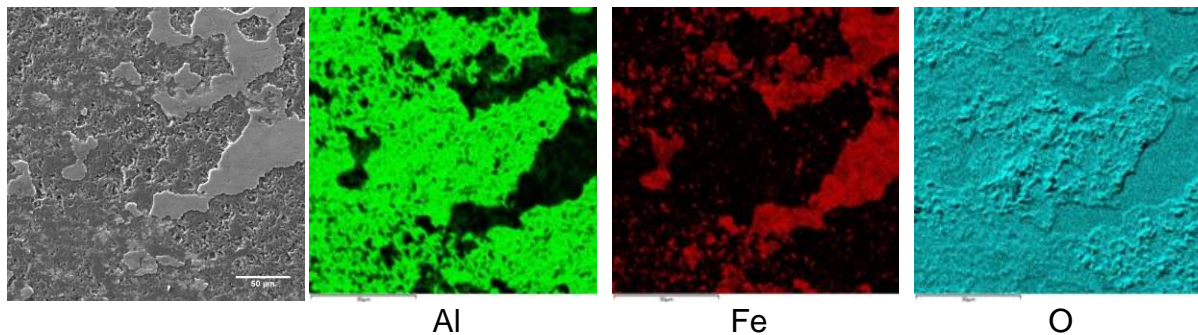


Figura 7: Análise química e mapeamento químico elementar por EDS da trilha de desgaste da amostra de Al₂O₃, obtida no ensaio com carga normal de 15 N, velocidade de deslizamento de 0,05 m/s e contracorpo de aço 52100.

Embora a análise estatística tenha indicado que não houve efeito significativo da carga e da velocidade no coeficiente de atrito do par alumina-alumina, a análise das superfícies dos discos de alumina após desgaste por FEG mostrou algumas diferenças na morfologia das trilhas de desgaste. Como o corpo e contracorpo eram de mesma composição (alumina), verificou-se a presença de material aderido nas trilhas de desgaste, formando uma tribocamada localizada, preferencialmente nos grãos de alumina previamente fraturados. O aumento da carga normal e da velocidade de deslizamento intensificaram a formação da tribocamada, conforme pode ser visto na Figura 8 e Figura 9, pela maior tensão de contato entre as superfícies. As camadas de tribofilmes são mecanicamente menos resistentes por se tratarem de um aglomerado de partículas reagidas e ligadas fracamente. Dessa forma, essas camadas são facilmente deformadas e cisalhadas quando submetidas a uma tensão. Com o movimento entre os corpos, pela diferença de velocidade relativa e pelas forças de atrito contrárias ao movimento, a camada superficial vai

sofrer arraste devido à baixa resistência mecânica e será então deformada por tensões cisalhantes no sentido do movimento⁽¹⁰⁾.

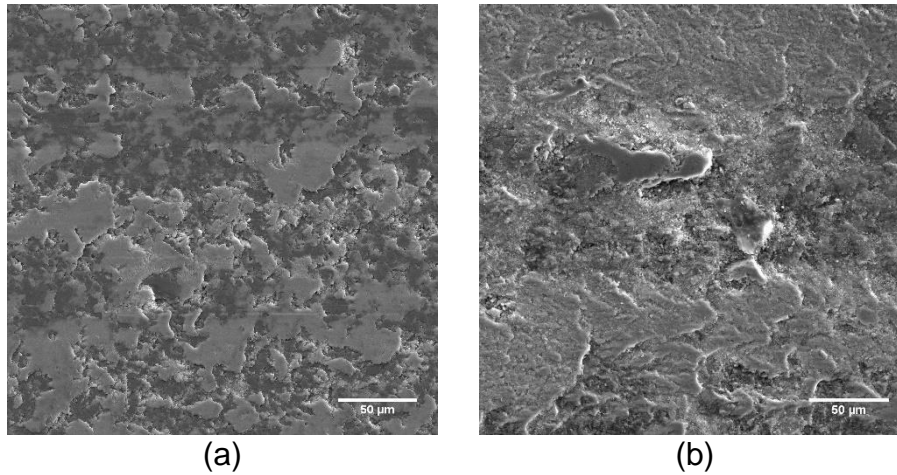


Figura 8: Micrografias de FEG mostrando detalhes das trilhas de desgaste das amostras de alumina, obtidas nos ensaios com 5 N - 0,05 m/s e 15N - 0,05 m/s e contracorpo de alumina.

Na menor velocidade e maior carga (Figura 8), a tribocamada apresentou aspecto liso e cobriu parte da trilha de desgaste. Para a maior velocidade de deslizamento e com o aumento da carga normal (Figura 9), verificou-se que ocorreu uma intensificação da fratura da tribocamada. A fratura frágil tende a aumentar a quantidade de desgaste ao longo do tempo, causada pelo arrancamento de material⁽³⁾.

De um modo geral, observou-se que para o par alumina-aço, o coeficiente de atrito e a coeficiente de desgaste específico aumentaram quando os ensaios foram realizado com a maior velocidade de deslizamento (0,15 m/s). Já para o par alumina-alumina com o aumento da carga e mesmos níveis de velocidade de deslizamento, ocorreu aumento do coeficiente de desgaste.

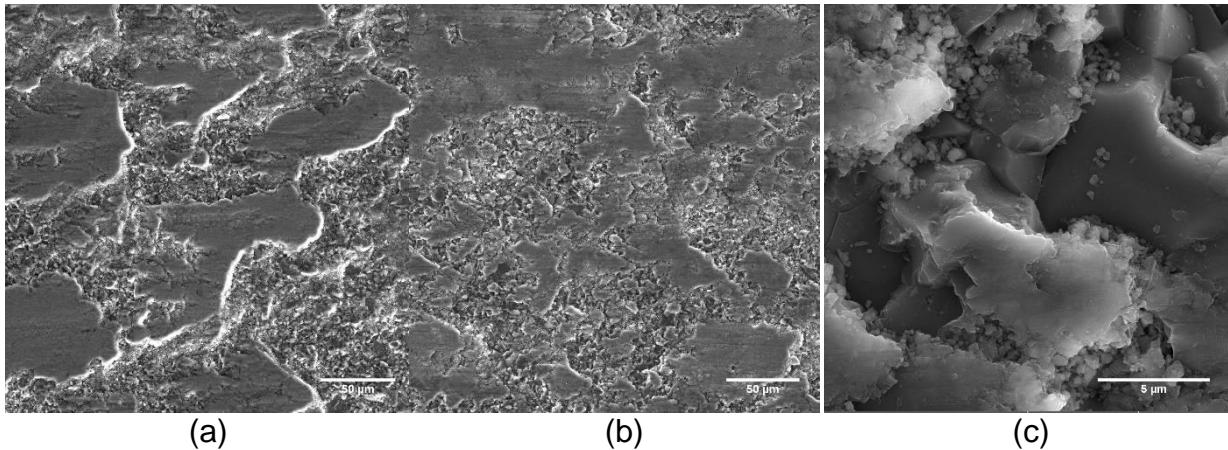


Figura 9: Micrografias de FEG mostrando detalhes das trilhas de desgaste das amostras de alumina, obtidas nos ensaios com (a) 5 N - 0,15 m/s e (b) e (c) 15N a 0,15 m/s com contracorpo de alumina.

CONCLUSÕES

De acordo com os resultados, o planejamento de experimento fatorial 2^2 aplicado no estudo do comportamento tribológico da alumina processada por LPIM mostrou que a carga normal e a velocidade tangencial têm efeito significativo no coeficiente de atrito e no coeficiente de desgaste dos pares tribológicos alumina-aço e alumina-alumina.

Para o par alumina-aço, o aumento da carga aumenta o coeficiente de atrito e o coeficiente de desgaste. Porém essa tendência depende do nível de velocidade de deslizamento, ou seja, a interação dos níveis da carga e da velocidade tem efeito significativo. Para o par alumina-alumina obteve-se níveis superior de coeficiente de desgaste em relação ao par alumina-aço devido as características da combinação corpo-contracorpo.

REFERÊNCIAS

1. M. PELTSMAN e E. MEDVEDOVSKI. **Low pressure injection moulding mass production technology of complex shape advanced ceramic components.** Advances in Applied Ceramics. v. 111, n. 5, p. 333-344, 2012.
2. S. J. KWAK, *et al.* **Fracture strength of low-pressure injection-moulded reaction-bonded silicon nitride.** Journal of Materials Science. v. 26, n. 14, p. 3809-3812, 1991.
3. K. H. Z. GAHR. **Microstructure and wear of materials.** Elsevier. Amsterdam, 1987.
4. R. G. BAYER. **Mechanical Wear Fundamentals and Testing.** Marcel Dekker, Inc. New York, 2004.

5. J. E. ZORZI, C. A. PEROTTONI e J. A. H. Da JORNADA. **Wax-based binder for low-pressure injection molding and the robust production of ceramic parts**. Industrial Ceramics. vol. 23, n. 1, p. 47–49, 2003.
6. I. M. HUTCHINGS. **Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials**. London, 1992.
7. B. B. NETO, I. S. SCARMINIO E R. E. BRUNS. **Como Fazer Experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. Universidade de Campinas, 2002.
8. K. ADACHI, *et al.* **Wear map of ceramics**. Wear. v. 203–204, p. 291-301, 1997.
9. A. Erdemir, *et al.* **Relation of certain quantum chemical parameters to lubrication behavior of solid oxides**. International Journal of Molecular Science. v. 6, n. 6, p. 203-218, 2005.
10. R. J. Arsenault, *et al.* **Deformation and fracture behavior of metal-ceramic matrix composite materials**. Progress in Materials Science. v. 38, p. 1-157, 1994.

TRIBOLOGICAL EVALUATION FOR EXPERIMENTAL DESIGN Al_2O_3 OBTAINED VIA LOW PRESSURE INJECTION MOULDING (LPIM)

ABSTRACT

This work represents the tribological study of Al_2O_3 obtained by LPIM using the experimental design technique to evaluate the interaction of the tribological parameters with the friction and wear. The LPIM process was performed at 90 °C for 24 h. The average friction coefficient for the factorial experimental design varied significantly with the load and the speed when Al_2O_3 was tested with the steel counterbody. In general, the wear coefficient was lower for the tribological pair Al_2O_3 -steel, in which occurred the formation of an iron oxide tribofilm on the surface. As for the Al_2O_3 - Al_2O_3 pair, an intergranular fracture of the surface occurred, in addition to the presence of material adhered on the tracks.

Key-words: Alumina, design experimental, wear