

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

Escola de Engenharia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de  
Materiais – PPGE3M

**RESISTÊNCIA À EROSÃO A FRIO E A QUENTE (850°C)  
DE CERÂMICAS DE ENGENHARIA ( $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$ ,  $Si_3N_4$ ) E  
SUA AVALIAÇÃO COMPARATIVA PELAS EQUAÇÕES  
DE WIEDERHORN E DE EVANS**

Cássio Dauber

Dissertação de Mestrado

Porto Alegre - RS

2018

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

Escola de Engenharia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de  
Materiais – PPGE3M

**RESISTÊNCIA À EROSÃO A FRIO E A QUENTE (850°C)  
DE CERÂMICAS DE ENGENHARIA ( $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$ ,  $Si_3N_4$ ) E  
SUA AVALIAÇÃO COMPARATIVA PELAS EQUAÇÕES  
DE WIEDERHORN E DE EVANS**

Cássio Dauber

Engenheiro Mecânico

Dissertação de mestrado apresentada ao programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGE3M, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia.

Área de Concentração: Ciência e Tecnologia de Materiais

Porto Alegre – RS

2018

Dissertação para a obtenção do título de Mestre em Engenharia, junto ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais (PPGE3M), na área de concentração Ciências e Tecnologia dos Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Pérez Bergmann

Coorientadora: Profa. Dra. Annelise Kopp Alves

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Antônio Shigueaki Takimi

Prof. Dr. Eduardo Luis Schneider

Prof. Dr. Felipe Amorim Berutti

Prof. Dr. Carlos Pérez Bergmann

Coordenador do PPGE3M

## **AGRADECIMENTOS**

A família, que é a base, que me incentiva e apoia, de forma franca e sincera, onde posso levar minhas dúvidas e ter certezas.

Aos amigos pela motivação e pela oportunidade de compartilhar minhas conquistas e alegrias.

Ao Prof. Bergmann, com quem criei uma relação de respeito, que com sua experiência orientou esta pesquisa, incentivando a busca pelo conhecimento.

Ao LACER – Laboratório de Materiais Cerâmicos, no qual fui muito bem acolhido e que me proveio os meios para a realização desse trabalho. Local onde também fiz amigos.

A essa Universidade que me possibilitou ensino de qualidade em uma área de tecnologia avançada.

A todos, que direta ou indiretamente fizeram parte da minha formação, o meu muito obrigado.

# SUMÁRIO

ÍNDICE DE FIGURAS .....	vii
ÍNDICE DE TABELAS .....	x
SÍMBOLOS E ABREVIATURAS.....	xi
RESUMO.....	xiv
ABSTRACT .....	xv
1 INTRODUÇÃO .....	1
2 OBJETIVOS .....	4
2.1 Objetivos Específicos .....	4
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
3.1 Desgaste .....	5
3.1.1 Erosão .....	7
3.1.2 Propriedades Mecânicas dos Materiais .....	16
3.1.2.1 Tenacidade à Fratura de Materiais.....	16
3.1.2.1.1 Método de Único Entalhe em Linha .....	17
3.1.2.1.2 Método de Fratura da Indentação .....	18
3.1.2.1.3 Método de Resistência à Indentação .....	19
3.1.2.1.4 Método de Barra Pré-Trincada em Linha .....	20
3.1.2.2 Dureza do Material .....	22
3.1.3 Modelos Matemáticos de Erosão.....	25
3.2 Cerâmicas .....	30
3.2.1 Alumina.....	32
3.2.2 Zircônia .....	33
3.2.3 Nitreto de Silício.....	34
4 METODOLOGIA .....	36
4.1 Materiais .....	36
4.1.1 Cerâmicas .....	37
4.1.2 Erodente: Alumina Eletrofundida .....	38
4.2 Métodos .....	40
4.2.1 Corte dos Corpos-de-prova .....	40
4.2.2 Equipamento de Desgaste Erosivo.....	41

4.2.3	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	48
4.2.4	Difração de Raios X (DRX).....	48
4.2.5	Microscopia Ótica (MO).....	49
4.2.6	Rugosidade Superficial.....	49
4.3	Definição dos Parâmetros de Ensaio.....	49
4.4	Ensaio de Erosão.....	51
4.5	Erro das Medidas.....	53
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	55
6	CONCLUSÕES.....	72
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	73
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	74

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 Artigos publicados por ano, versando sobre erosão de materiais cerâmicos em geral e sobre erosão das cerâmicas técnicas $\text{Al}_2\text{O}_3$ , $\text{ZrO}_2$ e $\text{Si}_3\text{N}_4$ , materiais investigados neste trabalho. <sup>[106]</sup> .....	3
Figura 3.1 Tipos de desgaste: a) abrasivo; b) adesivo; c) erosivo. <sup>[44]</sup> .....	7
Figura 3.2 Processo de erosão em material ductil, idealizado por Finnie. <sup>[17]</sup> ....	9
Figura 3.3 Mecanismo de desgaste. 1. Fadiga da fase intergranular 2. Microtrincas no contorno de grão 3. Indução de microtrincas no grão 4. Desprendimento do grão 5. Desprendimento de fragmentos do grão <sup>[36]</sup> .....	9
Figura 3.4 Distribuição das tensões em forma de cone <sup>[35]</sup> . .....	10
Figura 3.5 Direção da partícula relativa à superfície, a) Direção de 90°; b) Direção de ângulo $\theta$ . .....	12
Figura 3.6 Comportamento da taxa de erosão X ângulo de impacto para materiais frágeis e dúcteis <sup>[48]</sup> .....	12
Figura 3.7 Morfologia de partículas erosiva: a) partícula obtusa e b) partícula aguda. <sup>[27]</sup> .....	14
Figura 3.8 Representação de corpo-de-prova de seção retangular com entalhe, em ensaio de flexão em três pontos, para determinação da tenacidade à fratura <sup>[37]</sup> .....	18
Figura 3.9. Representação da impressão de penetrador de dureza Vickers e as trincas formadas nos vértices. Método de fratura da indentação, para determinação da tenacidade à fratura do material. ....	19
Figura 3.10 Método da resistência a indentação, para determinação da tenacidade à fratura. Representação de ensaio de flexão em três pontos e falha gerada por indentação. ....	20
Figura 3.11 Método da barra pré-trincada em linha, para determinação da tenacidade à fratura. Demonstrado o processo para a propagação da trinca entre as indentações e o ensaio de flexão em três pontos. ....	22
Figura 3.12 Indentação método Vickers (a) Indentação método Knoop (b). ....	23
Figura 3.13 Representação de ângulo entre as faces para indentador Vickers <sup>[69]</sup> .....	23
Figura 3.14 Efeito do tamanho da indentação para cerâmicas, representado para dureza Vickers e Knoop <sup>[69]</sup> .....	24
4.1 Fluxograma da metodologia usada para a realização deste trabalho. ....	36
Figura 4.2 Corpos-de-prova de cerâmica. a) alumina; b) zircônia; e c) nitreto de silício. ....	38
Figura 4.3 Distribuição granulométrica por difração a laser da alumina eletrofundida, utilizada como erodente neste trabalho. ....	39
Figura 4.4 Morfologia da alumina eletrofundida utilizada como erodente. MO 40X. ....	40

Figura 4.5 Equipamento para ensaios de desgaste erosivo suas principais partes: 1. Sistema de pré-aquecimento do ar; 2. Sistema de alimentação de partículas erodentes; 3. Sistema venturi-acelerador de partículas; 4. Câmara/forno de ensaios <sup>[62]</sup> .....	42
Figura 4.6 Sistema de pré-aquecimento do ar comprimido, vista interna com serpentinas e resistências <sup>[62]</sup> .....	43
Figura 4.7 Desenho esquemático do sistema de dosagem de partículas erosivas <sup>[62]</sup> .....	44
Figura 4.8 Sistema do funil alimentador de partículas, com disco dosador em detalhe e a parte final do funil. a) Conjunto do sistema alimentador. b) Detalhe do disco dosador <sup>[18]</sup> .....	45
Figura 5.1 Taxa de erosão da Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , da ZrO <sub>2</sub> e do Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> em função do ângulo de impacto (30°, 60° e 90°) à temperatura ambiente (25°C) e à 850°C para o ângulo de impacto de 90° .....	55
Figura 5.2 Imagens por MEV da superfície das amostras antes dos ensaios de erosão: Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (a); ZrO <sub>2</sub> (b); e Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (c). Aumento: 3000X. ....	56
Figura 5.3 Imagens por MEV da superfície da Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , após ensaio de erosão à temperatura ambiente com ângulo de impacto de a) 30°; b) 60°; c) 90°; d) após ensaio de erosão com ângulo de impacto de 90° e à temperatura de 850°C. Aumento MEV: 3000X.....	57
Figura 5.4 Imagens por MEV da superfície da ZrO <sub>2</sub> , após ensaio de erosão à temperatura ambiente com ângulo de impacto de a) 30°; b) 60°; c) 90°; d) após ensaio de erosão com ângulo de impacto de 90° e à temperatura de 850°C. MEV 3000X. ....	58
Figura 5.5 Imagens por MEV da superfície do Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> , após ensaio de erosão à temperatura ambiente com ângulo de impacto de a) 30°; b) 60°; c) 90°; d) após ensaio de erosão com ângulo de impacto de 90° e à temperatura de 850°C. MEV 3000X. ....	59
Figura 5.6 Imagem por MEV da superfície da ZrO <sub>2</sub> . Em detalhe, o dano do impacto de uma partícula e as fraturas laterais a partir do ponto de impacto. Aumento MEV: 3000X.....	60
Figura 5.7 Análise por difração de raios X da zircônia antes do ensaio de erosão. Difratoograma conforme ficha CIF 9309161.....	62
Figura 5.8 Análise por difração de raios X da zircônia após ensaio de erosão, com ângulo de impacto de 90° e temperatura ambiente. Verifica-se pequena alteração nas fases, se comparado a análise do material antes do ensaio. ....	62
Figura 5.9 Análise por difração de raios X da zircônia após ensaio de erosão, com ângulo de impacto de 90° e temperatura de 850°C. Fica evidente o aumento dos picos, que indicam um maior teor da fase cristalina monoclinica. ....	63
Figura 5.10 Imagem por MEV da superfície do Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> após erosão. Detalhe que sugere interseção de trincas, que levariam ao despreendimento de material da superfície durante o processo erosivo. MEV 3000X.....	64
Figura 5.11 Rugosidade superficial ( <i>Ra</i> ) da Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , da ZrO <sub>2</sub> e do Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> , antes do ensaio de erosão e após erosão, em função do ângulo de impacto (30°, 60° e	



90°) à temperatura ambiente (25°C) e à 850°C para o ângulo de impacto de 90°.....	65
Figura 5.12. Imagens por MEV da superfície das amostras após ensaio de erosão a 90° em à temperatura ambiente. Formação de irregularidades na superfície da Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (a); e ZrO <sub>2</sub> (b); e Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (c); Aumento 500X.....	66
Figura 5.13 Imagens por MEV da superfície da Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> antes do ensaio (a) e após ensaio de erosão a 90° à temperatura ambiente (b). Aumento MEV: 3000X.....	67
Figura 5.14 Imagens por MEV da superfície das amostras após ensaio de erosão a 90° à temperatura de 850°C. A Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (a); ZrO <sub>2</sub> (b) e Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (c). Aumento MEV: 500X.....	67
Figura 5.15 Comparação entre os resultados experimentais da taxa de erosão à temperatura ambiente e ângulo de impacto de 90°, 60° e 30°, e os valores calculados através das equações de Evans <i>et al.</i> <sup>[25]</sup> e Wiederhorn <i>et al.</i> <sup>[20]</sup> ...	69
Figura 5.16 Taxa de erosão em função da tenacidade à fratura para os materiais ensaiados à temperatura ambiente e com ângulo de impacto de 90°. .....	70
Figura 5.17 Taxa de erosão em função da dureza para os materiais ensaiados em temperatura à ambiente e com ângulo de impacto de 90°.....	71

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 4.1 Características das cerâmicas investigadas. [77].....	37
Tabela 4.2 Análise granulométrica por difração a laser da alumina eletrofundida, utilizada como erodente neste trabalho. ....	39
Tabela 5.1 Taxa de erosão (média e desvios-padrão) da $Al_2O_3$ , da $ZrO_2$ e do $Si_3N_4$ em função do ângulo de impacto ( $30^\circ$ , $60^\circ$ e $90^\circ$ ) à temperatura ambiente ( $25^\circ C$ ) e à $850^\circ C$ para o ângulo de impacto de $90^\circ$ . Unidade da taxa de erosão em ( $\times 10^{-5} \text{ cm}^3/\text{g}$ ). ....	55
Tabela 5.2 Rugosidade superficial ( $Ra$ ) dos materiais antes e após os ensaios. Unidade em $\mu\text{m}$ . ....	65

## SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

A – Área residual da indentação

$\alpha$  – Comprimento normalizado da pré trinca

a – Metade do comprimento da trinca

ASTM – *American Society for Testing and Materials*

B – Largura da seção do corpo-de-prova

C – Comprimento da pré trinca

c – Metade do comprimento da indentação

$c_1$  – Tamanho do defeito

$C\%E_{\text{repetibilidade}}$  – Erro de repetibilidade para uma confiança de C%

D – Diâmetro do disco de corte

d – Média do comprimento das duas diagonais da indentação

$d_d$  - Distância entre os discos

DIN – *Deutsches Institut für Normung*

E – Módulo de elasticidade

$E_p$  – Módulo de Young da partícula

$E_t$  – Módulo de Young do material

$F_c$  – Força crítica

HK – Dureza Knoop

$H_p$  – Dureza da partícula erosiva

$H_t$  – Dureza do material

$H_t$  – Dureza do material alvo

$H_v$  – Dureza Vickers

k – Constante elástica

$K_{Ic}$  – Tenacidade a fratura do material

$L_n$  – Grandezas medidas

$m$  – Número de amostras

MEV – Microscopia eletrônica de varredura

$m_f$  – Massa final do corpo-de-prova

$m_i$  – Massa inicial do corpo-de-prova

MO – Microscopia ótica

$M_p$  – Massa da partícula

$m_p$  – Massa de erodente utilizado

$n$  – Rotação do disco

P – Carga de indentação

$P_1$  – Carga suportada

$\rho$  – Constante do material

PZT – Zircônia parcialmente estabilizada

$R_p$  – Raio da partícula

$R_p$  – Raio da partícula

S – Desvio padrão das medidas

$S_m$  – Distância entre apoios no ensaio de flexão de três pontos

$t_{\alpha/2}$  – Função do nível de confiança desejado

V – Velocidade de impacto

$V_{angular}$  – Velocidade angular

$V_{er\Delta}$  – Valor de erosão do material

W – Altura da seção do corpo-de-prova

w – Constante determinada empiricamente

Y – Fator adimensional

$\alpha$  – Ângulo entre a abertura do primeiro disco e o ponto de impacto no segundo disco

$\beta_R$  – Constante adimensional

$\Delta E$  – Taxa de desgaste erosivo

$\Delta E_n$  – Erro de repetibilidade

$\Delta E_0$  – Taxa de desgaste erosivo para temperatura ambiente - constante

$\Delta F$  – Erro da função calculada

$\theta$  – Direção relativa a superfície

$\nu_t$  – Módulo de Poisson do material

$\rho$  – Densidade do material do corpo-de-prova

$\rho_p$  – Densidade da partícula

$\sigma_c$  – Tensão resistência a flexão

$\Phi$  – Energia necessária para a remoção da unidade de volume por corte

$\omega_p$  – Velocidade da partícula

## RESUMO

Este trabalho investigou a relação entre a taxa de erosão de três tipos de cerâmicas de Engenharia,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (alumina),  $\text{ZrO}_2$  (zircônia) e  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (nitreto de silício), com as propriedades mecânicas de tenacidade à fratura e dureza desses materiais, quando submetidos às mesmas condições de desgaste por erosão à temperatura ambiente e quente ( $850^\circ\text{C}$ ). Os materiais cerâmicos utilizados são comerciais e suas propriedades conhecidas. Os materiais foram analisados, antes e após os ensaios de erosão, por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Utilizaram-se comparativamente as equações de Wiederhorn e a de Evans na análise dos resultados. Os modelos reproduziram o comportamento da  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e da  $\text{ZrO}_2$  quanto à taxa de erosão. O  $\text{Si}_3\text{N}_4$  apresentou desgaste por erosão inferior ao descrito pelos modelos. A  $\text{ZrO}_2$  teve significativo aumento da taxa de erosão quando em temperatura elevada ( $850^\circ\text{C}$ ), demonstrando uma importante perda de propriedade com a elevação da temperatura. Os resultados indicaram que a tenacidade à fratura apresentou relação direta com a taxa de erosão, diferentemente da dureza, que não demonstrou relação direta com a taxa de erosão. A propriedade mecânica de tenacidade à fratura é indicativa do comportamento dos materiais cerâmicos quanto à resistência a erosão, mas ainda é recomendável a realização de ensaios nas condições de utilização estabelecidas, antes da aplicação prática do material.

## ABSTRACT

This work investigated the relationship among the erosion rate of three different kinds of Engineering Ceramics,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (alumina),  $\text{ZrO}_2$  (zirconia) and  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (silicon nitride), with their mechanical properties of fracture toughness and hardness, when submitted to the same conditions of erosion wear at both room and high temperature ( $850^\circ\text{C}$ ). The ceramic materials tested were commercial materials and their properties are known. The materials were analyzed, before and after the experiments, by scanning electron microscopy (SEM). It was used comparatively the Wiederhorn and the Evans equations to analyze the results. The models reproduce the erosion behavior of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and  $\text{ZrO}_2$ . The  $\text{Si}_3\text{N}_4$  presented very low erosion wear, less than estimated by mathematic models. The  $\text{ZrO}_2$  performs a high increase of erosion tax when at high temperature ( $850^\circ\text{C}$ ), it demonstrates an expressive properties loss with temperature increase. The results indicate that the fracture toughness has direct relation with the erosion rate, differently of the hardness which hasn't direct relation with erosion rate. The mechanical property of fracture toughness is indicative erosion resistance behavior of ceramic materials, but is still advisable tests in use conditions before the material practical application.

# 1 INTRODUÇÃO

A degradação de um material, quando em serviço, pode ser definida como desgaste, fenômeno que ocorre quando há perda progressiva de material a partir da superfície de uma peça.

O desgaste é uma situação decorrente de muitas aplicações da Engenharia, que implicam consequências não só técnicas como econômicas, e ocorre sempre que se constata a perda de material por contato de movimento relativo. Em termos técnicos, fica evidente que o desgaste é um dos fatores limitantes da vida útil dos componentes e, por tal razão, acaba gerando um custo para a manutenção do item no desempenho da função requerida.

A Tribologia é a ciência que estuda a interação entre superfícies em movimento relativo. O desgaste é um processo complexo que depende do Tribosistema, que envolve fatores como materiais, esforços e ambiente, e seus mecanismos descrevem as interações energéticas e materiais entre os elementos desse sistema. Existem vários tipos de desgaste, e o tipo de movimento relativo entre os materiais em contato pode ser usado para classificá-los.

Dentre os processos de desgaste, há a erosão, que é definida como a progressiva perda de material original de uma superfície sólida devido à interação mecânica entre a superfície e partículas sólidas <sup>[1]</sup>. Um fator determinante para o processo é o comportamento do material que sofre a erosão. O material pode apresentar comportamento frágil ou dúctil. Na erosão frágil o material é removido da superfície pela formação de trincas, enquanto, no dúctil, esse processo se realiza devido ao corte e formação de sulcos.

O comportamento do material, no processo de erosão, é determinado pelas suas propriedades, sendo a dureza e tenacidade à fratura propriedades mecânicas relevantes ao processo de desgaste por erosão. Tendo em vista a influência dessas propriedades no processo de erosão, vários estudos têm se dedicado à criação de modelos que representem a taxa de erosão. Tais modelos, entretanto, necessitam de uma validação mediante comparações com valores obtidos por meio de ensaios.



As cerâmicas técnicas são compostos formados preponderantemente entre elementos metálicos e não metálicos; na maioria das vezes, são óxidos, nitretos e carbetos [2]. É uma classe de materiais para Engenharia muito importante, suas aplicações são das mais variadas e incluem ferramentas de corte, componentes de motores automotivos, peças de desgaste, aeroespacial, componentes eletrônicos, reatores de fusão e implantes para substituição de partes do corpo humano. Principalmente quando a exigência de operação inclui alta temperatura, as cerâmicas têm comportamento superior ao dos metais, pois estes apresentam um declínio de suas propriedades a temperaturas mais altas.

Em geral, quando se trata de cerâmicas técnicas, ainda existe certo desconhecimento em relação às suas propriedades e o desempenho em determinadas situações de trabalho, como por exemplo, se faz presente esforços erosivos. Somente com o estudo das propriedades, da microestrutura e do processamento das cerâmicas, é possível desenvolver materiais cerâmicos que possam fazer frente a tais solicitações, para se obter o material mais adequado, considerando o sistema tribológico em que esteja envolvido.

O presente trabalho trata da erosão por partículas sólidas, verificando o comportamento das cerâmicas de Engenharia a essa solicitação e relacionando com as propriedades mecânicas de dureza e tenacidade a fratura.

Os temas principais da dissertação foram pesquisados na base de dados do *ScienceDirect* [106], onde foram levantados os números de publicações por ano. Com base na Figura 1.1, nota-se o número elevado de publicações sobre erosão de cerâmicas, assim como o crescimento do número de publicações com este tema até o ano de 2017. Outro fato que pode ser visto é o grande número de publicações da erosão de  $Al_2O_3$  (alumina), a cerâmica de Engenharia mais pesquisada.

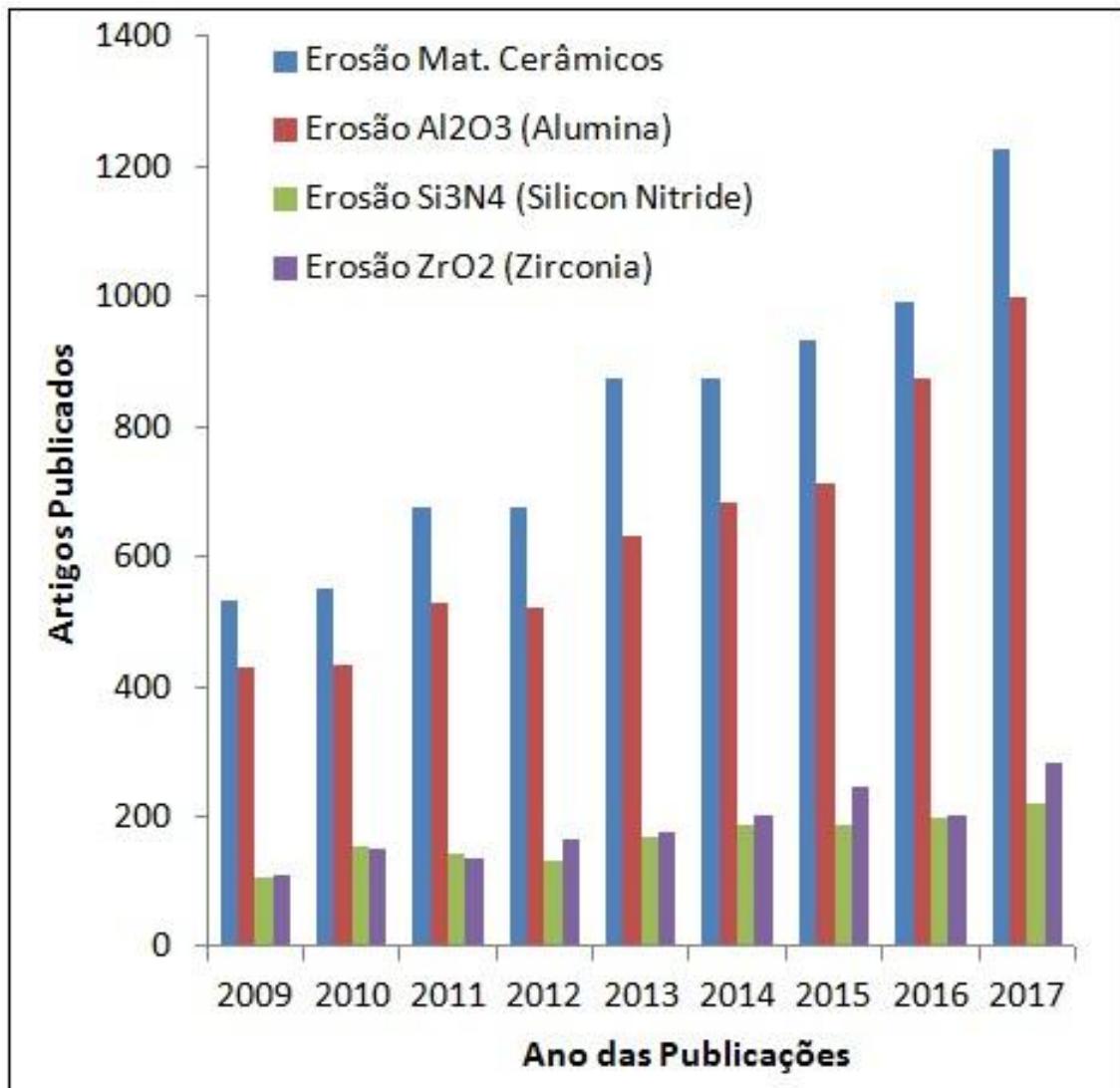


Figura 1.1 Artigos publicados por ano, versando sobre erosão de materiais cerâmicos em geral e sobre erosão das cerâmicas técnicas Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub> e Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, materiais investigados neste trabalho. <sup>[106]</sup>

## **2 OBJETIVOS**

Neste trabalho, objetivou-se relacionar as propriedades mecânicas, dureza e tenacidade à fratura, de três cerâmicas de Engenharia com a resistência ao desgaste por erosão, e avaliar a aderência dos modelos propostos por Wiederhorn e colaboradores e Evans e colaboradores com os resultados experimentais obtidos.

### **2.1 Objetivos Específicos**

Para alcançar o objetivo proposto, foi necessário atingir os seguintes objetivos específicos:

- Caracterizar as cerâmicas de Engenharia quanto às propriedades mecânicas e microestruturais;
- Caracterizar as partículas de erosão quanto à granulometria, dureza e formato dos grãos;
- Caracterizar as cerâmicas de Engenharia quanto à resistência ao desgaste por erosão;
- Comparar o comportamento previsto pelos modelos teóricos com os resultados experimentais obtidos.

## 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 3.1 Desgaste

Segundo a ASTM<sup>[114]</sup>, “A Tribologia é a Ciência e a Tecnologia que trata da interação das superfícies em movimento relativo.” Ela se firma na investigação científica dos três pilares: atrito, lubrificação e desgaste. Atrito e desgaste não são propriedades intrínsecas dos materiais, mas, sim, características dos sistemas de engenharia chamados de tribosistemas. Cada tribosistema oferece condições distintas, que refletirão no comportamento tribológico – atrito e desgaste.

Dependendo da estrutura de um tribosistema, interações físicas e químicas ocorrem entre os elementos os quais resultam na remoção de material da superfície<sup>[39]</sup>.

O desgaste é definido como a perda progressiva do material a partir de sua superfície, resultado de causas mecânicas, ou seja, do contato e movimento relativo com outro sólido, líquido ou gás<sup>[40]</sup>. Por essa definição, o desgaste ocorre sempre em superfícies contendo, no mínimo, dois materiais em movimento relativo entre si, sob a ação de uma força.

Segundo Peterson<sup>[41]</sup>, os diferentes mecanismos de desgaste envolvem as propriedades dos materiais em contato e as condições de operação. Em muitas situações, o mecanismo de desgaste é desconhecido, e vários fenômenos podem ocorrer simultaneamente. Em algumas situações, a coexistência de fenômenos de natureza química, como a corrosão, propicia condições ainda mais drásticas de degradação do material em serviço.

No estudo dos mecanismos de desgaste, Gates e Gore<sup>[42]</sup> definem desgaste como um processo fundamentalmente microscópico, a partir do qual o material é removido da superfície.

Segundo a norma DIN 50320<sup>[43]</sup>, há quatro mecanismos de desgaste: adesão, abrasão, fadiga superficial e reação triboquímica (corrosão-desgaste).

Desgaste por adesão ocorre quando duas superfícies deslizam uma contra a outra. Uma elevada pressão de contato, localizada entre as irregularidades das superfícies resultam, em deformação plástica, adesão e,

consequentemente, há formação de pequenas junções localizadas. O deslizamento relativo entre as superfícies de contato causa a ruptura das junções e, frequentemente, a transferência de material de uma superfície para outra.

O desgaste por abrasão é o deslocamento de material causado pela presença de partículas duras entre as superfícies ou pela inserção em um ou ambos os materiais em movimento relativo, ou ainda pela presença de protuberâncias em pelo menos uma das superfícies.

O desgaste por fadiga superficial é caracterizado pela formação de trincas e pela geração de lascas do material devido à repetida alternância de cargas em superfícies sólidas.

O desgaste por reação triboquímica é caracterizado pelo contato de fricção entre duas superfícies sólidas, que reagem com o ambiente. O processo consiste na remoção contínua e na formação de novas camadas de material que reagiu quimicamente com o ambiente nas superfícies de contato.

Para Ball <sup>[44]</sup>, o desgaste está dividido em três categorias distintas: desgaste abrasivo, adesivo e erosivo.

Devido à longa tipologia do desgaste, tal como abordado na literatura por diferentes autores, este trabalho, para efeito de revisão bibliográfica, diferenciará, no geral, três categorias básicas: abrasão, erosão, desgaste adesivo. A Figura 3.1 ilustra cada uma dessas categorias citadas.

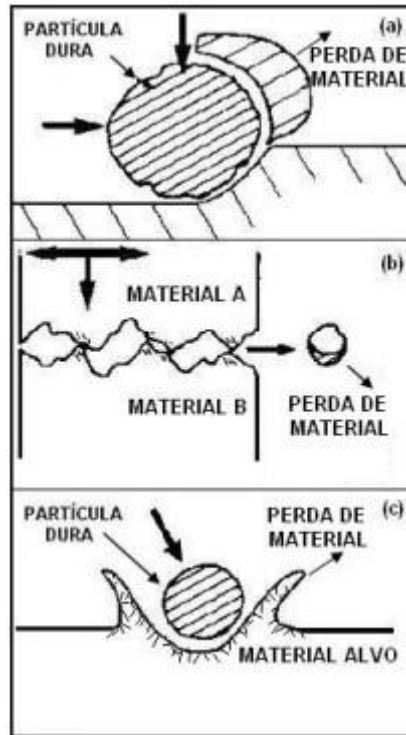


Figura 3.1 Tipos de desgaste: a) abrasivo; b) adesivo; c) erosivo. <sup>[44]</sup>

### 3.1.1 Erosão

A erosão de materiais cerâmicos é geralmente visto como um processo frágil, no qual o material é removido principalmente como resultado da formação de trincas <sup>[15]</sup>. O tamanho e o tipo das trincas que são formadas na superfície durante o impacto podem levar ao desgaste por erosão, bem como à deterioração da resistência, causando a deterioração do desempenho ou, ainda pior, a falha do componente cerâmico <sup>[28]</sup>.

As propriedades mecânicas do material que sofre erosão também determinam qual tipo de erosão prevalece <sup>[16]</sup>.

Em materiais frágeis, ocorre a remoção pela interseção das trincas que se propagam radialmente a partir do ponto de impacto da partícula erosiva <sup>[17]</sup>.

A erosão é a uma forma de desgaste caracterizada pela perda de material, originada a partir de uma superfície sólida devido à interação mecânica entre esta e um fluido <sup>[45]</sup>. Segundo a ASTM G76-13 <sup>[1]</sup>, a erosão é a perda progressiva de material original de uma superfície sólida devido à

interação mecânica entre a superfície e um fluido, um fluido multicomponente, ou partículas líquidas ou sólidas impactantes.

A erosão de materiais como resultados do impacto de partículas sólidas é um processo discreto e cumulativo, envolvendo prolongados períodos de exposição sob condições constantes ou variáveis. Essa forma de desgaste é um fenômeno complexo, que resulta de muitos processos simultâneos e interativos <sup>[15]</sup>.

Finnie <sup>[16]</sup> sugere que o desgaste erosivo se processa por diferentes mecanismos e que as propriedades mecânicas do material erodido também determinam qual tipo de erosão prevalece. Dessa forma, os materiais dúcteis e os materiais frágeis são tratados de forma distinta quanto ao desgaste por erosão.

Para melhor explicar o processo de erosão, os cientistas reduziram o fenômeno ao impacto de uma única partícula sólida de material erosivo sobre a superfície de material cujas propriedades de resistência ao desgaste por erosão se deseja verificar. Assim, foi possível avaliar as variáveis que influenciam no processo de erosão e também verificar a diferença de comportamento entre materiais dúcteis e frágeis.

Segundo Berthier <sup>[46]</sup>, em materiais dúcteis, prevalece o desgaste erosivo por meio da deformação plástica, por descascamento ou corte, a partir de uma superfície. Já os materiais frágeis têm susceptibilidades a trincas e fissuras, sendo o material removido pela interligação das trincas causadas pelo impacto das partículas.

Para os materiais dúcteis, quando uma partícula atinge a superfície do material, parte deste será empurrada para a borda da cratera, e o material deixará a superfície por descascamento ou corte, como sugerido pela Figura 3.2.

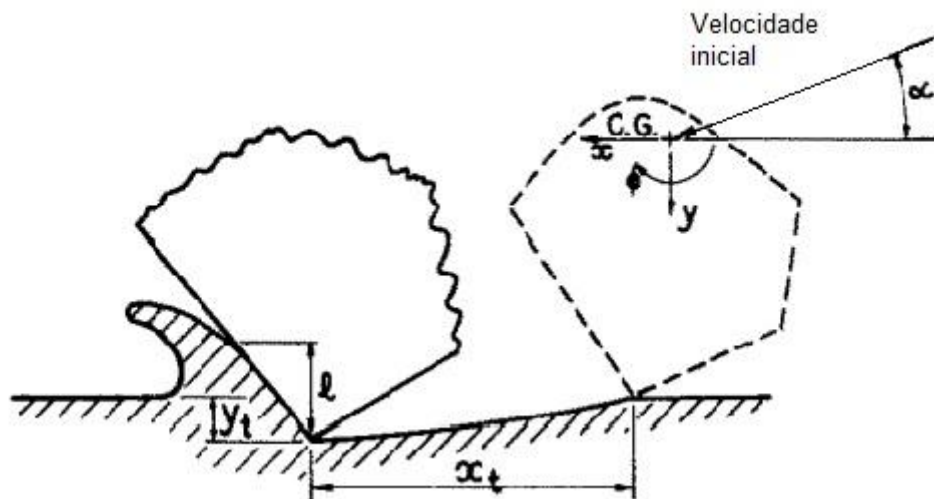


Figura 3.2 Processo de erosão em material ductil, idealizado por Finnie.<sup>[17]</sup>

Nos materiais frágeis, o processo de erosão é cumulativo, pois o choque de uma partícula poderá não produzir a remoção do material, mas a repetição do processo sim. Quando uma partícula atinge a superfície do material, surgirão trincas, estas, ao se encontrarem, produzirão a separação de uma lasca do material, o qual, ao ser novamente atingido, se soltará, produzindo a erosão.<sup>[95]</sup> O processo é representado na Figura 3.3.

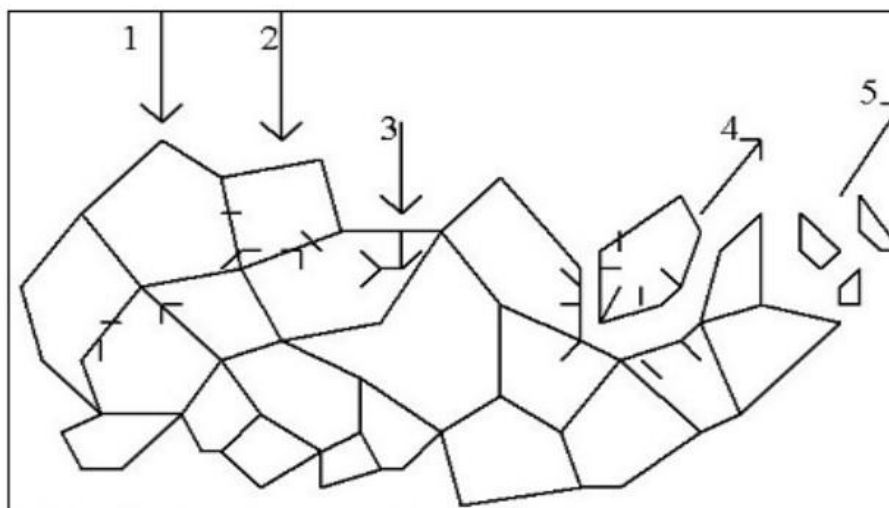


Figura 3.3 Mecanismo de desgaste. 1. Fadiga da fase intergranular 2. Microtrincas no contorno de grão 3. Indução de microtrincas no grão 4. Desprendimento do grão 5. Desprendimento de fragmentos do grão<sup>[36]</sup>.



Finnie <sup>[17]</sup> estudou o impacto de uma partícula sobre a superfície, utilizando a Teoria de Hertz, que considera o contato de uma esfera sobre a superfície. Segundo a teoria de Hertz, as tensões no material que sofre o impacto são distribuídas na forma de cone, representado na Figura 3.4.

Nos estágios iniciais dos testes, foi verificado que cada esfera produzia um anel de trincas, mas o material não era removido. Eventualmente, com o aumento do número de impactos, as superfícies das fraturas em formato de cone começavam a se encontrar, e o material ia sendo removido. Tendo em vista que a superfície original se torna irregular a partir da remoção do material, não é mais possível observar de que maneira cada fratura individual é formada. Presumivelmente, o processo de remoção de materiais continua a ser basicamente o mesmo que o observado para uma superfície lisa. <sup>[16]</sup>

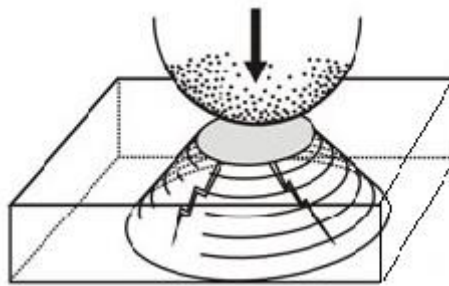


Figura 3.4 Distribuição das tensões em forma de cone <sup>[35]</sup>.

Para Finnie <sup>[47]</sup>, quando um fluxo de partículas atinge a superfície de um material, o desgaste resultante depende de fatores, como as condições em que o fluxo incide sobre a superfície do material, de propriedades do material e das partículas incidentes.

Os principais fatores responsáveis pelo processo de erosão podem ser assim distribuídos.

- i. Operacionais: velocidade da partícula, ângulo de impacto, temperatura, número de partículas por unidade de área e por unidade de tempo, corrosividade do meio;

- ii. Propriedades das partículas: tipo de material, tamanho, forma, densidade, dureza;
- iii. Propriedades da superfície: tipo de material, morfologia, nível de tensões, dureza, rugosidade, tamanho de grão, porosidade.

A velocidade de impacto das partículas erosivas tem um efeito significativo sobre a taxa de erosão ( $\Delta E$ ) de um material. O valor de  $\Delta E$  é dado pela razão entre a quantidade de material removido no desgaste pela quantidade de material erodente. A dependência da velocidade é caracterizada por um expoente  $p$  e dada pela Equação 3.1 [48].

$$\Delta E = \Delta E_0 V^p \quad (\text{Equação 3.1})$$

Onde:

$\Delta E$  - taxa de desgaste erosivo;

$\Delta E_0$  - taxa de desgaste erosivo para temperatura ambiente – constante;

$V$  - velocidade de impacto;

$p$  - constante do material.

Os efeitos térmicos são considerados somente para partículas de erosão com velocidades acima de 100m/s [16].

Para ângulos de impacto normal (90°), os valores de  $p$  são de 2,55, para metais; 3, para cerâmicas e 5, para polímeros [48].

A direção relativa à superfície indica qual é o ângulo da trajetória das partículas em relação à superfície: com o ângulo de 90°, a trajetória é perpendicular à superfície, e, com ângulo de 0°, é paralelo a esta (Figura 3.5). A natureza e a extensão dos danos causados pelo impacto dependem do ângulo da trajetória da partícula. Para materiais dúcteis, a erosão é maior com ângulos pequenos (15-30°), e, para materiais frágeis, a erosão é maior com ângulos grandes (60-90°).

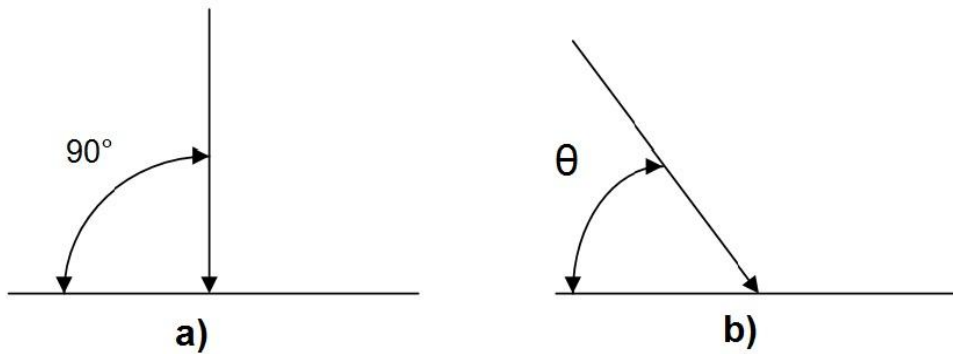


Figura 3.5 Direção da partícula relativa à superfície, a) Direção de 90°; b) Direção de ângulo  $\theta$ .

A taxa de erosão é máxima com um ângulo de impacto de 90° para todos os materiais cerâmicos. Esse resultado advém da fragilidade dos materiais cerâmicos e do mecanismo de fratura devido à energia perpendicular causada pelo impacto da partícula [15] [19]. A Figura 3.6 apresenta ilustrativamente a taxa de erosão esperada para materiais dúcteis e para materiais frágeis em função do ângulo de ataque do erodente na erosão [48].

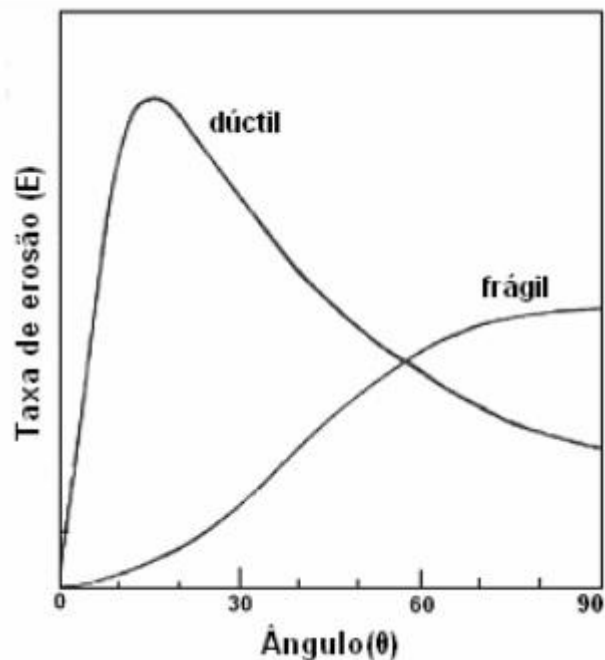


Figura 3.6 Comportamento da taxa de erosão X ângulo de impacto para materiais frágeis e dúcteis [48]

Segundo Hockey *et al.*<sup>[19]</sup>, a taxa de erosão para materiais frágeis, para ângulo de impacto de 90°, é, independente da temperatura, entre 25° e 1000°C. Em contraste com o descrito acima, a taxa de erosão é significativamente afetada pela temperatura em ângulos menores (15°-30°), comportamento relacionado com o aumento da parcela de deformação plástica no processo de erosão.

A erosão aumenta com o número de partículas que atinge a superfície, porém, a partir de um determinado valor, o número de partículas que atinge a superfície passa a ser reduzido em razão da colisão das partículas que se direcionam a superfície do material com partículas que ricocheteiam após atingi-la. Tal fenômeno diminui a intensidade da energia à qual essa superfície é submetida - que é calculada pela energia cinética.

Montgomery e Clarke<sup>[49]</sup> e Young e Ruff<sup>[50]</sup> mostraram que um excesso de fluxo acarreta um decréscimo na taxa de erosão devido ao choque das partículas incidentes contra as partículas que ricocheteiam após o impacto contra a superfície.

Conforme Goodwin *et al.*<sup>[51]</sup>, a taxa de erosão aumenta em decorrência do aumento do tamanho das partículas. Essa relação se dá com partículas de tamanho entre 50 e 100 µm. A partir de 100 µm, a taxa de erosão não depende mais do tamanho da partícula. Outros pesquisadores como Montgomery e Clark<sup>[49]</sup>, Wood e Espenschade<sup>[52]</sup>, Sheldon e Finnie<sup>[53]</sup>, Zhou e Bahadur<sup>[54]</sup> e Bahadur e Badruddin<sup>[55]</sup>, obtiveram resultados similares.

A forma da partícula erosiva também tem influência na taxa de erosão. Brown *et al.*<sup>[56]</sup>, Cousen e Hutchings<sup>[57]</sup>, Leibhard e Levy<sup>[58]</sup> e Levy e Chik<sup>[59]</sup> observaram significativo aumento da taxa de erosão em diversos materiais metálicos quando erodidos por partículas de morfologia irregular.

A partícula erosiva pode ser classificada como obtusa ou aguda, conforme se apresentam suas arestas (Figura 3.7). As partículas erosivas agudas causam maior erosão na superfície que as obtusas: devido à sua geometria, toda a energia cinética é concentrada em uma pequena área que provoca uma maior penetração da partícula na superfície.

Segundo Bitter <sup>[86]</sup>, se as partículas apresentam arestas agudas, a sua densidade, na prática, é superior a real, pois uma maior energia estará concentrada na aresta. As partículas agudas têm maior capacidade que as partículas obtusas de degradar a superfície <sup>[27]</sup>.



Figura 3.7 Morfologia de partículas erosiva: a) partícula obtusa e b) partícula aguda. <sup>[27]</sup>.

Durante a penetração, é produzida uma deformação na área de contato entre a partícula erosiva e o material, com formação de trincas radiais, com propagação a partir da zona de contato, e com a propagação de trincas laterais abaixo da superfície em planos próximos e paralelos aos da superfície <sup>[26]</sup>.

Segundo Levy <sup>[60]</sup>, se a dureza das partículas erosivas for pelo menos duas vezes maior que a do material alvo, não haverá influência dessa propriedade na taxa de erosão. De acordo com seus estudos da erosão dos aços com diversos tipos de materiais erosivos: SiC, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e cinza de carvão, esse autor verificou que, para partículas com dureza semelhante à do material alvo, a taxa de erosão caiu consideravelmente.

A taxa de erosão depende, de forma extraordinária, da relação estabelecida entre a dureza das partículas ( $H_p$ ) e a do material ( $H_t$ ). Quando ocorre a relação  $H_p/H_t \gg 1$ , um desgaste erosivo severo é verificado em todos os materiais <sup>[61]</sup>.

A Equação 3.2 demonstra a relação entre a taxa de erosão e a dureza das partículas e do material alvo.

$$\Delta E \alpha \left( \frac{H_t}{H_p} \right)^w \quad (\text{Equação 3.2})$$

Onde:

$\Delta E$  - taxa de erosão;

$H_t$  - dureza do material alvo;

$H_p$  - dureza da partícula erosiva;

$w$  = constante determinada empiricamente.

Essa relação funciona como uma aproximação e indica a importância da razão  $H_t/H_p$ . Se a força durante o impacto for alta, então deverá ocorrer deformação plástica na superfície do material-alvo e uma fratura lateral, o que ocasionará altas taxas de erosão [62].

Segundo Wiederhorn e Lawn [27], existe um ganho muito pequeno na produção de componentes de cerâmicas com superfícies superpolidas, quando expostas à erosão por partículas com cantos vivos ou arestas. Com partículas agudas, a indentação é plástica, e o processo de deformação dentro da zona plástica é capaz de produzir suas próprias falhas incipientes.

É reconhecido que defeitos induzidos inerentes ao processo de fabricação desempenham um papel importante na fratura e fragmentação de sólidos frágeis. Esses defeitos agem como fontes potenciais de iniciação para microtrincas, e, com cargas continuadas, essas microtrincas crescerão para macrotrincas levando a uma fratura frágil catastrófica. Alguns exemplos de defeitos induzidos pelo processo são contornos de grão, contornos de interfase provocados pela segunda fase do material, aglomerados, inclusões, impurezas, poros, microtrincas intergranular e intragranular, contorno de grão com fase vítrea em razão de aditivos de sinterização, não uniformidade na distribuição do tamanho de grãos [63].

Segundo Wellman e Allen [64], existe uma grande tendência para o aumento da taxa de erosão com uma pequena diminuição do tamanho dos grãos do material.

Suh e Koyama <sup>[76]</sup> estudaram o efeito da porosidade em compósitos de carbetos de silício e determinaram que os poros agem como defeitos na matriz, facilitando a propagação de trincas e a remoção dos grãos da superfície.

Devido ao fato de a maioria das cerâmicas serem essencialmente frágeis, elas estão sujeitas a trincas superficiais localizadas, em razão do impacto de partículas sólidas. As trincas formadas em cerâmicas resistentes, pelo evento de um único impacto em velocidades moderadas, causam grave degradação da resistência <sup>[65]</sup>. Além do mais, múltiplos impactos contínuos, resultam em apreciável perda de material pelo desgaste erosivo.

Materiais frágeis, como cerâmicas e vidros, exibem um desgaste erosivo principalmente devido ao lascamento. A remoção do material ocorre com a formação de fraturas. Partículas com arestas obtusas produzem trincas em forma de cone, a partir das falhas existentes na superfície do alvo. Esse processo pode ser descrito como fratura mecânica elástica. <sup>[17]</sup>

### 3.1.2 Propriedades Mecânicas dos Materiais

A erosão de materiais frágeis pela formação e remoção de lascas depende tanto da resistência à propagação das trincas (tenacidade à fratura), quanto da resistência à penetração (dureza) do material <sup>[19]</sup>.

A tenacidade à fratura e a dureza do material são reconhecidas por diversos autores <sup>[15,19, 20, 25, 26, 61]</sup> como as principais propriedades mecânicas dos materiais que influenciam na taxa de erosão.

#### 3.1.2.1 Tenacidade à Fratura de Materiais

É possível descrever a tenacidade à fratura do material ( $K_{Ic}$ ) como a resistência que o material apresenta à propagação da trinca: é uma propriedade do material e apresenta variações, conforme o processo de fabricação e microestrutura <sup>[2]</sup>.

A tenacidade à fratura de um material é uma representação da sua fragilidade, sendo uma importante propriedade das cerâmicas avançadas [21]. Quanto menor o valor de  $K_{Ic}$ , maior a fragilidade da cerâmica.

$K_{Ic}$  é uma propriedade intrínseca do material que apresenta um defeito, uma descontinuidade em sua microestrutura, para uma dada situação de temperatura, taxa de carregamento e condição microestrutural. Por ser uma propriedade intrínseca do material, o valor de  $K_{Ic}$  pode ser utilizado na análise de qualquer geometria, possibilitando o cálculo do tamanho crítico de trincas (defeito) no projeto de estruturas [4].

Na erosão, a tenacidade à fratura é uma propriedade que tem grande importância, pois representa a resistência à propagação da trinca; assim, um maior valor de tenacidade à fratura reduz a erosão do material.

Existem várias técnicas para determinar  $K_{Ic}$  das cerâmicas. As principais abordagens são realizadas por meio do uso da indentação e da flexão [22].

A seguir, são apresentados alguns métodos para determinação da tenacidade à fratura de materiais frágeis. Os métodos são bem conhecidos, e a bibliografia apresenta suas características.

#### 3.1.2.1.1 Método de Único Entalhe em Linha

A técnica mais tradicional consiste em criar um defeito em um corpo-de-prova delgado e seção retangular. Trata-se de um defeito criado por meio de um entalhe linear, perpendicular ao eixo do corpo-de-prova, com geometria conhecida (Figura 3.8). A seguir, o corpo-de-prova passa a ser submetido ao esforço de flexão, por meio de um ensaio de flexão em três ou quatro pontos, até sua ruptura. Então com os valores obtidos e pela Equação 3.3, denominada como equação básica da mecânica da fratura linear-elástica, é calculada a tenacidade à fratura do material.

$$K_{Ic} = Y\sigma_f c_1^{1/2} \quad (\text{Equação 3.3})$$

Onde:



$K_{Ic}$  – tenacidade à fratura do material

$\sigma_f$  - tensão máxima na flexão;

$Y$  – fator adimensional;

$C_I$  - tamanho do defeito.

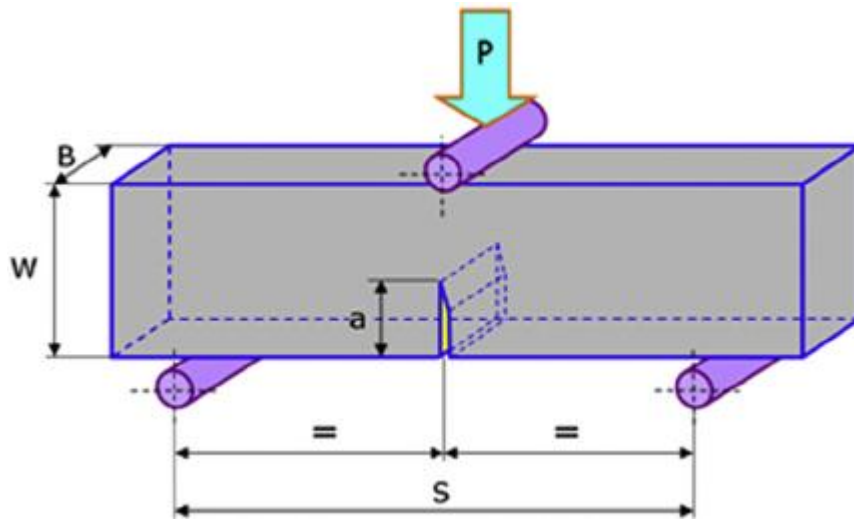


Figura 3.8 Representação de corpo-de-prova de seção retangular com entalhe, em ensaio de flexão em três pontos, para determinação da tenacidade à fratura [37].

### 3.1.2.1.2 Método de Fratura da Indentação

O método consiste em indentar a cerâmica com um penetrador Vickers, com a finalidade de produzir trincas nas extremidades da impressão (Figura 3.9). Em seguida, a resistência é calculada por meio das dimensões das diagonais da impressão e do comprimento das trincas [23]. Os resultados dos valores obtidos das diagonais e das trincas são aplicados na Equação 3.4 e, assim, é obtido o valor de  $K_{Ic}$ .

$$K_{Ic} = 0,0264 E^{0,5} P^{0,5} c^{-1,5} a \quad (\text{Equação 3.4})$$

Onde:

E - módulo de elasticidade;

P - carga de indentação;

c - metade do comprimento da indentação;

a - metade do comprimento da trinca.

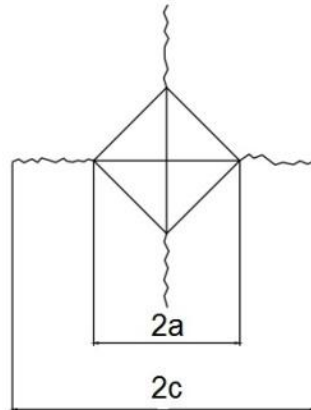


Figura 3.9. Representação da impressão de penetrador de dureza Vickers e as trincas formadas nos vértices. Método de fratura da indentação, para determinação da tenacidade à fratura do material.

No método de fratura da indentação, o corpo-de-prova não é submetido ao esforço de flexão, o que torna o método mais rápido e fácil de aplicar, pois é necessário somente um equipamento de microdureza. O método apresenta limitações, por medir as trincas somente na superfície do material, mas o processo é rápido e pode ser utilizado para comparações.

### 3.1.2.1.3 Método de Resistência à Indentação

Esse método envolve a inserção de uma falha artificial na superfície de um corpo-de-prova de flexão e a fratura deste em ensaio de flexão em 3 ou 4 pontos (Figura 3.10) <sup>[24]</sup>. A falha artificial é criada com uma indentação de um ensaio de dureza Vickers, mas não é necessário dimensionar a falha provocada, pois o resultado do ensaio é obtido por meio do módulo de elasticidade do material, carga de indentação, dureza Vickers e resistência à flexão. A tenacidade à fratura é calculada pela Equação 3.5:

$$K_{Ic} = 0,59\left(\frac{E}{H_V}\right)^{1/8}(\sigma_c P^{1/3})^{3/4} \quad (\text{Equação 3.5})$$

Onde:

E - módulo de elasticidade;

H<sub>v</sub>- dureza Vickers;

σ<sub>c</sub>- tensão máxima em flexão;

P - carga de indentação.

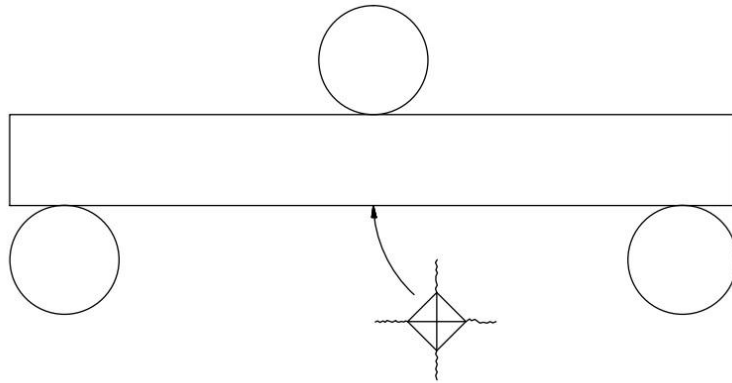


Figura 3.10 Método da resistência a indentação, para determinação da tenacidade à fratura. Representação de ensaio de flexão em três pontos e falha gerada por indentação.

#### 3.1.2.1.4 Método de Barra Pré-Trincada em Linha

É uma variação do método de único entalhe em linha: em vez de ser utilizado um entalhe ao longo da superfície, este é substituído por uma linha de indentações Vickers (Figura 3.11). O corpo-de-prova é, então, posicionado em um dispositivo e comprimido até formar uma única trinca entre as indentações, quando passa a ser submetido ao ensaio de flexão. A tenacidade à fratura é calculada pela Equações 3.6, 3.7 e 3.8.

$$K_{Ic} = \frac{3S_m P_1}{2BW^2} c^{0,5} F(\alpha) \quad (\text{Equação 3.6})$$

$$F(\alpha) = \frac{c}{W} \quad (\text{Equação 3.7})$$

$$F(\alpha) = \frac{1,99 - \alpha(1 - \alpha)(2,15 - 3,93\alpha + 2,7\alpha^2)}{(1 + 2\alpha)(1 - \alpha)^{1,5}} \quad (\text{Equação 3.8})$$

Onde:

$S_m$  - distância entre apoios no ensaio de flexão de três pontos;

$P_1$  - carga suportada;

$B$  - largura da seção do corpo-de-prova;

$W$  - altura da seção do corpo-de-prova;

$c$  - comprimento da pré trinca.

$\alpha$  - comprimento normalizado da pré trinca

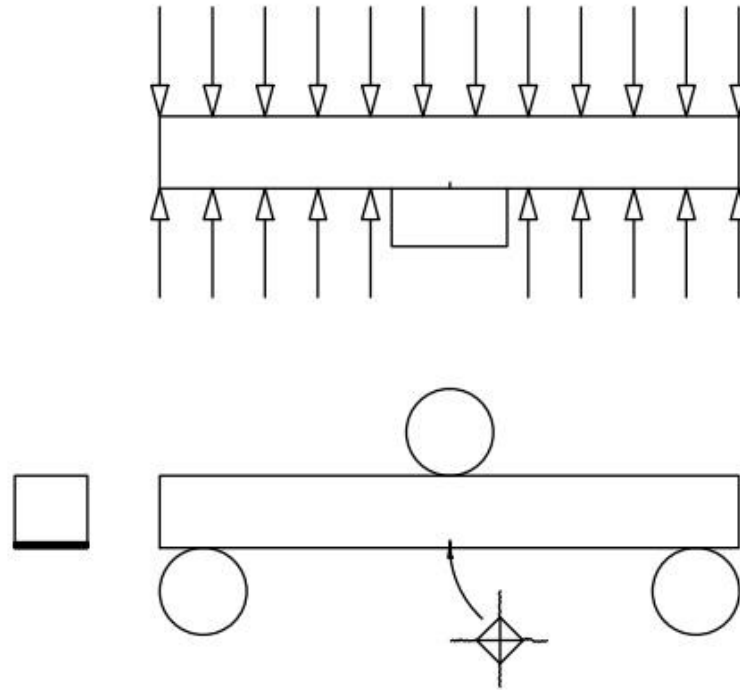


Figura 3.11 Método da barra pré-trincada em linha, para determinação da tenacidade à fratura. Demonstrado o processo para a propagação da trinca entre as indentações e o ensaio de flexão em três pontos.

### 3.1.2.2 Dureza do Material

A dureza é um parâmetro normalmente utilizado para avaliar a resistência da superfície do material à deformação plástica causada pela penetração de outro material duro. O valor obtido como resultado da avaliação da dureza de um corpo é utilizado no processo de estimativa dessa propriedade e, auxilia na caracterização da resistência à deformação, densificação e fratura do material <sup>[66]</sup>.

A dureza do material representa a resistência à deformação plástica usualmente por indentação <sup>[23]</sup>.

A dureza de materiais cerâmicos é geralmente mensurada por microindentação com indentadores de diamante por meio da utilização dos processos Knoop e Vickers. Esses ensaios têm como resultados, marcas cujas diagonais são medidas com o auxílio de microscópio ótico (Figura 3.12) <sup>[67]</sup> <sup>[68]</sup>.

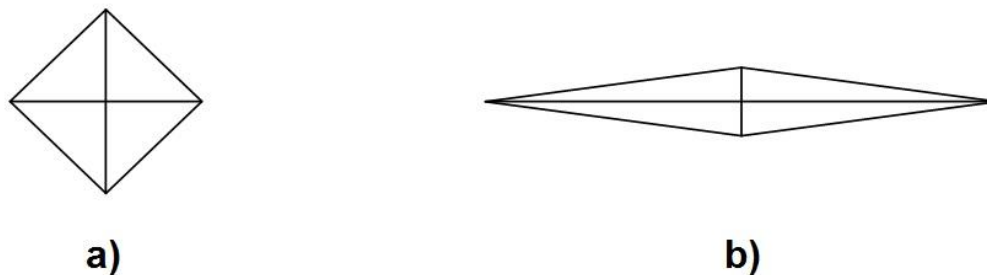


Figura 3.12 Indentação método Vickers (a) Indentação método Knoop (b).

No processo de medição de dureza Vickers, um indentador de formato predeterminado, piramidal de base quadrada com ponta de diamante, é pressionado na superfície do material com uma força pré-definida para produzir uma indentação permanente e relativamente pequena <sup>[69]</sup>. O indentador de diamante com base quadrada apresenta ângulo de  $136^\circ$  entre as faces, conforme apresentado na Figura 3.13.

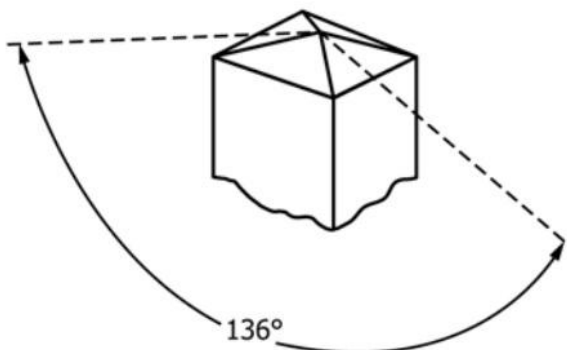


Figura 3.13 Representação de ângulo entre as faces para indentador Vickers <sup>[69]</sup>.

Indentações Vickers têm probabilidade maior de causar trincas nas cerâmicas avançadas do que as indentações Knoop. As trincas podem influenciar a medida da dureza por alterarem fundamentalmente o processo de deformação, que contribui para a formação da impressão <sup>[69]</sup>.

O valor da dureza em cerâmicas diminui com o aumento da indentação ou força da indentação, conforme Figura 3.14. A medição da dureza atinge um

patamar constante quando um tamanho de indentação ou força são atingidos [69].

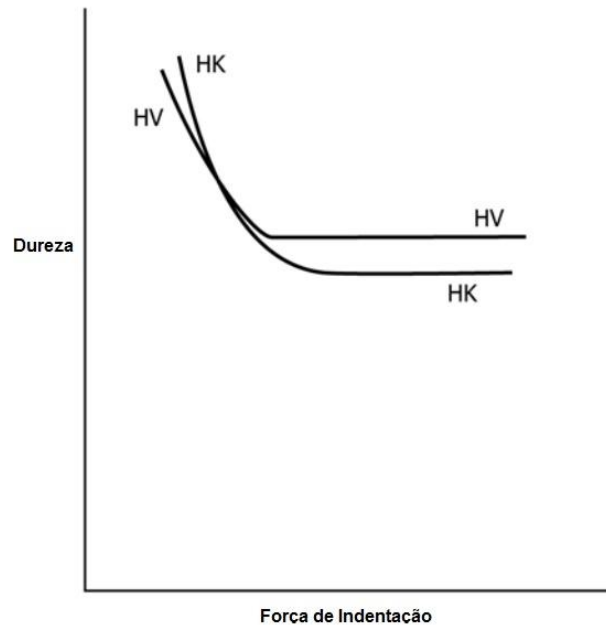


Figura 3.14 Efeito do tamanho da indentação para cerâmicas, representado para dureza Vickers e Knoop [69].

A dureza é representada como a força aplicada dividida pela área da impressão, conforme Equação 3.9.

$$H = \frac{P}{A} \quad (\text{Equação 3.9})$$

Onde:

H – dureza;

P - carga aplicada;

A – área residual da indentação.

A dureza Vickers pode ser calculada e representada tanto na unidade de GPa quanto em um número adimensional de dureza Vickers [69]. As Equações 3.10 e 3.11 representam a dureza Vickers em GPa e adimensional respectivamente.

$$HV = 0,0018544 \left( \frac{P}{d^2} \right) \quad (\text{Equação 3.10})$$

Onde:

HV – dureza Vickers (GPa);

P – força em N;

d – média do comprimento das duas diagonais da indentação em mm.

$$HV = 1,8544 \left( \frac{P}{d^2} \right) \quad (\text{Equação 3.11})$$

Onde:

HV – dureza Vickers;

P – força em kgf;

d – média do comprimento das duas diagonais da indentação em mm.

### 3.1.3 Modelos Matemáticos de Erosão

É muito difícil prever a taxa de erosão de um material, pois o processo é complexo e envolve muitas variáveis, sendo de difícil reprodução em laboratório. Evans *et al.* [25] estudaram o impacto de partículas sólidas em materiais frágeis e, aplicando teorias conhecidas, formularam uma equação matemática para expressar a taxa de erosão. Wiederhorn *et al.* [20], baseados nos estudos de Evans *et al.* [25], aprimoraram a equação matemática, para uma maior aproximação com os experimentos.

Segundo Aquaro [15], o desenvolvimento das equações matemáticas da taxa de erosão utiliza a teoria Hertziana para a distribuição da pressão entre a partícula e o material, quando a energia cinética da partícula é convertida em energia de deformação. A máxima carga de impacto resultante é dada pela Equação 3.12.



$$F_{max} = \left[ \left( \frac{125}{48} \pi^3 \right)^{1/5} \left( \frac{E_t}{k} \right)^{2/5} \rho_p^{3/5} R_p^2 \right] \omega_p^{6/5} \quad (\text{Equação 3.12})$$

Onde:

$F_{max}$  – máxima carga de impacto

$E_t$  – módulo de elasticidade do material;

$k$  – constante elástica;

$\rho_p$  – densidade da partícula erosiva;

$R_p$  – raio da partícula erosiva;

$\omega_p$  – velocidade da partícula erosiva.

A constante elástica  $k$  é dada pela Equação 3.13.

$$k = \frac{9}{16} \left[ (1 - \nu_t^2) + (1 - \nu_p^2) \frac{E_t}{E_p} \right] \quad (\text{Equação 3.13})$$

Onde:

$\nu_t$  – coeficiente de Poisson do material;

$E_t$  – módulo de elasticidade do material;

$E_p$  – módulo de elasticidade da partícula erosiva.

A carga crítica  $F_c$  para o crescimento da trinca pode ser calculado pela lei de Auerbach <sup>[65]</sup>, Equação 3.14.

$$F_c = K_{IC}^2 \frac{k}{E_t} \phi R_p \quad (\text{Equação 3.14})$$

Onde:

$K_{IC}$  – tenacidade à fratura do material;

$k$  - constante elástica;

$E_t$  – módulo de elasticidade do material

$\Phi$  – energia necessária para a remoção da unidade de volume por corte  
(determinada experimentalmente);

$R_p$  – raio da partícula erosiva

Igualando a máxima força de impacto com a carga crítica, a velocidade crítica para o crescimento da trinca é dada pela Equação 3.14.

$$w_{pC} = \left( \frac{48}{125} \pi^3 \right)^{1/6} \left( \frac{k}{E_t} \right)^{7/6} \frac{K_{IC}^{5/3}}{\rho_p^{1/2}} R_p^{5/6} \Phi^{5/6} \quad (\text{Equação 3.14})$$

Onde:

$k$  – constante elástica;

$E_t$  – módulo de elasticidade do material;

$K_{IC}$  – tenacidade à fratura do material;

$\rho_p$  – densidade da partícula erosiva;

$R_p$  – raio da partícula erosiva;

$\Phi$  – energia necessária para a remoção da unidade de volume por corte

Essa relação explica por que a erosão em materiais frágeis surge quando a velocidade atinge um valor crítico. Se a velocidade da partícula é acima da velocidade crítica  $w_{pC}$ , o tamanho da trinca  $C$  pode ser determinada com a equação de Roesler <sup>[70]</sup>, derivada da teoria de Griffith, por meio da análise adimensional (equação 3.15)

$$C^{3/2} = \frac{F_c}{\beta_R K_{IC,t}} \quad (\text{Equação 15})$$

Onde:

$F_c$  – força crítica;

$\beta_R$  – constante adimensional;

$K_{IC}$  – tenacidade à fratura do material.

Sendo  $\beta_R$  uma constante adimensional determinada empiricamente, a profundidade  $h$  a partir das quais as trincas laterais se formam, pode ser avaliada usando a relação de Evans *et al.* (Equação 3.16), [25].

$$\left(\frac{h}{R_p}\right)^2 \propto \omega_p \sqrt{\frac{\rho_p}{H_t}} \quad (\text{Equação 3.16})$$

Onde:

$R_p$  – raio da partícula erosiva;

$\omega_p$  – velocidade da partícula erosiva;

$\rho_p$  – densidade da partícula erosiva;

$H_t$  – dureza do material.

Considerando  $V \propto \pi C^2 h$ , a expressão do volume removido produzido pela teoria elástica é dada pela Equação 3.17:

$$V \propto \omega_p^{21/10} R_p^{11/3} \rho_p^{21/20} K_{C,t}^{-4/3} H_t^{-1/4} \quad (\text{Equação 3.17})$$

Onde:

$\omega_p$  – velocidade da partícula erosiva;

$R_p$  – raio da partícula erosiva;

$\rho_p$  – densidade da partícula erosiva;

$K_{C,t}$  – tenacidade à fratura do material;

$H_t$  – dureza do material.

No processo de impacto, a deformação plástica não pode ser negligenciada. Wiederhorn *et al.* [71] estimaram que a força máxima de impacto é dada pela Equação 3.18.

$$F_{max} \propto H_t^{1/3} M_p^{2/3} \omega_p^{4/3} \quad (\text{Equação 3.18})$$

Onde:

$H_t$  – dureza do material;

$M_p$  – massa da partícula erosiva;

$\omega_p$  – velocidade da partícula erosiva.

Evans *et al.* [25] incluíram os efeitos dinâmicos na avaliação da força de contato, o que resultou na Equação 3.19.

$$F_{max} \propto \rho_p R_p^2 \omega_p^2 \quad (\text{Equação 3.19})$$

Onde:

$\rho_p$  – densidade da partícula erosiva;

$R_p$  – raio da partícula erosiva;

$\omega_p$  – velocidade da partícula erosiva.

Os modelos para o volume removido, para Wiederhorn [20] e Evans [25] são respectivamente dados pelas Equações 3.20 e 3.21.

$$V_{er} \propto w_p^{22/9} R_p^{11/3} \rho_p^{11/9} K_{C,t}^{-4/3} H_t^{1/9} \quad (\text{Equação 3.20})$$

$$V_{er} \propto w_p^{19/6} R_p^{11/3} \rho_p^{19/12} K_{C,t}^{-4/3} H_t^{-1/4} \quad (\text{Equação 3.21})$$

Onde:

$V_{er}$  - valor de erosão do material;

$w_p$  - velocidade inicial da partícula erosiva;

$R_p$  - raio da partícula erosiva;

$\rho_p$  - densidade da partícula erosiva;

$K_{C,t}$  - tenacidade à fratura do material;

$H_t$  - dureza do material.

## 3.2 Cerâmicas

O termo cerâmico tem origem na palavra grega *keramikos*, que significa material queimado, indicando que as propriedades desejáveis desses materiais são atingidas após um processo de tratamento térmico a altas temperaturas, conhecido por sinterização <sup>[72]</sup>.

As cerâmicas apresentam baixa densidade, resistência à erosão, resistência ao choque térmico e mantêm as propriedades a altas temperaturas se comparadas com os metais. Todavia, as cerâmicas também apresentam baixa ductilidade e são frágeis <sup>[3]</sup>.

Devido ao fato de as cerâmicas serem frágeis, e a fratura frágil ocorrer de forma catastrófica, com pequena deformação, não indicando o limite de resistência do material e entrando em colapso de forma repentina, as cerâmicas ainda têm seu uso como material estrutural restrito. Para difundir seu uso e aprimorar as aplicações, são necessários estudos do material para melhorias e novas formas de uso.

O processo de fratura frágil consiste na formação e na propagação de trincas através da seção transversal de um material, em uma direção perpendicular à da carga aplicada <sup>[2]</sup>.

A resistência mecânica dos materiais cerâmicos é bem mais baixa na prática do que na teoria. Qualquer tipo de descontinuidade produz concentração de tensões no material. Essa descontinuidade pode ser uma fissura, um poro, um contorno de grão ou mesmo um canto vivo na parte interna da peça. Nos materiais frágeis, quando a concentração de tensões supera o limite de resistência do material, ocorre a fratura. Uma vez iniciada, a fratura se propaga facilmente sob tensão, pois a concentração de tensão na ponta da trinca aumenta conforme a fratura avança <sup>[4]</sup>.

Os átomos das cerâmicas são principalmente unidos por ligações covalentes e iônicas, ou pela combinação das duas. Na ligação covalente, os elétrons são compartilhados, mas somente por dois átomos adjacentes. A ligação iônica envolve a transferência de um ou mais elétrons entre os átomos

adjacentes produzindo carga de íons contrários, unidos por atração de Coulomb <sup>[3]</sup>.

As ligações iônica e covalente resultam em materiais com elevado módulo de elasticidade e dureza. Se comparada com a dos metais, a dureza da cerâmica é superior <sup>[5]</sup>.

Dureza é a medida de resistência de um material a uma deformação plástica localizada (por exemplo, uma pequena indentação ou um risco) <sup>[2]</sup>. Para as cerâmicas, as técnicas de medição de dureza são Mohs, Vickers e Knoop. Os métodos de microdureza são Vickers e Knoop, devido ao tamanho da impressão deixada pelo indentador.

Os materiais cerâmicos cada vez mais substituem os metálicos, pois apresentam propriedades intrínsecas de resistência quando solicitados por desgaste, mesmo em altas temperaturas e em ambientes corrosivos; ou seja, sob o aspecto tribológico, a alta dureza, a resistência à temperatura e a estabilidade química são características dos materiais cerâmicos favoráveis a uma maior durabilidade quando solicitados por desgaste do que os materiais metálicos <sup>[6]</sup>.

O limite de resistência a tração quanto a dureza são indicadores da resistência de um metal à deformação plástica <sup>[2]</sup>. Entretanto, nas cerâmicas, essa relação não ocorre, não havendo proporcionalidade entre uma e outra propriedade.

No plano microestrutural, as cerâmicas apresentam defeitos inerentes ou microtrincas que limitam a resistência à tração (comparada com a resistência à compressão) e tenacidade <sup>[7]</sup>.

A cerâmica de Engenharia é uma classe de cerâmicas que apresenta rígido controle das matérias primas e parâmetros processuais, resultando em cerâmicas com propriedades controladas. Para o uso estrutural das cerâmicas de Engenharia, é importante uma estreita distribuição de pequenas microtrincas e um elevado valor de tenacidade à fratura ( $K_{Ic}$ ).

A medida da capacidade de um material cerâmico em resistir à fratura quando uma trinca está presente é especificada em termos da tenacidade à

fratura. Os valores para a tenacidade à fratura em deformação plana dos materiais cerâmicos são menores da que os dos metais <sup>[2]</sup>.

A resistência de uma cerâmica é principalmente determinada por duas características, sua tenacidade à fratura e a distribuição de tamanho das microtrincas que contém <sup>[3]</sup>.

A densificação de componentes particulados cerâmicos é tecnicamente referida como sinterização, que proporciona a remoção dos poros entre as partículas iniciais (acompanhado pela contração do componente) combinado com o crescimento em conjunto e forte ligação entre partículas adjacentes <sup>[34]</sup>.

Durante a sinterização, ocorre a formação e o crescimento de um pescoço devido ao transporte de massa, fator que contribui para a redução da energia superficial com uma diminuição da área superficial total. A estrutura associada ao crescimento do pescoço depende do mecanismo de transporte, que geralmente é o da difusão. A difusão é termicamente ativada, significando que existe um mínimo de energia necessário para ocorrer uma movimentação atômica ou iônica <sup>[73]</sup>.

### 3.2.1 Alumina

A alumina ou óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ) foi uma das primeiras cerâmicas de engenharia a ser empregada devido a estabilidade química e térmica, relativa boa resistência, características de isolamento térmico e elétrico, além de sua disponibilidade em abundância.

A mais largamente usada de todas as cerâmicas técnicas, alumina, tem excelentes propriedades elétricas, mecânicas, térmicas e químicas, e é a referência na comparação com outros materiais cerâmicos. É muito aplicada em substratos, rolamentos, guias e vedações, em ambientes química e termicamente hostis <sup>[8]</sup>.

As propriedades da cerâmica de alumina são afetadas pela sua composição (pureza), microestrutura, temperatura e tempo de sinterização <sup>[9]</sup>.

A alumina para aplicações de engenharia é geralmente fabricada por meio da sinterização do pó a altas temperaturas (>1300°C). O processo de

fabricação é a maior fonte de defeitos iniciais, os quais por meio da resistência à fratura limitam a resistência dos componentes de alumina em serviço <sup>[10]</sup>

### 3.2.2 Zircônia

A zircônia, ou óxido de zircônio ( $ZrO_2$ ), é um importante material estrutural devido à sua resistência a fratura, resistência mecânica e boa condução iônica <sup>[11]</sup>. Apesar de apresentar boas propriedades mecânicas na temperatura ambiente, com a elevação da temperatura, essas propriedades diminuem rapidamente. No estudo da zircônia, é muito importante entender a transformação de fases e relacioná-las com as propriedades.

A zircônia é um material cerâmico que apresenta três fases: monoclinica, tetragonal e cúbica. Quando puras, as fases tetragonal e cúbica somente são estáveis a altas temperaturas; somente a monoclinica é estável a temperatura ambiente <sup>[12]</sup>.

Em função da fase monoclinica, a de estabilidade na menor faixa de temperatura é a que apresenta maior volume, acontece que, durante as transformações de fase desse material, ocorrem variações de volume que podem provocar tensões internas e até a fratura do material, o que inviabiliza o uso de zircônia pura em muitas aplicações <sup>[13] [14]</sup>.

Para aplicações a temperatura ambiente da zircônia, é necessário o uso de aditivos, tais como MgO, CaO,  $Y_2O_3$  e  $Ce_2O_3$ , para que o material apresente a fase tetragonal nessa temperatura.

A transformação de fases que gera o colapso da zircônia pode ser totalmente suprimida pela total estabilização na forma cúbica, mas é geralmente reconhecido que as propriedades mecânicas mais desejáveis são obtidas no material multifase, conhecido como Zircônia Parcialmente Estabilizada (PZT)<sup>[74]</sup>.

Subbarao *et al.* <sup>[75]</sup> afirmam que a transformação entre a zircônia tetragonal e monoclinica é martensítica, ocorrendo de forma rápida e difusa. Devido ao fato de a zircônia apresentar este comportamento, a cerâmica foi comparada com o aço <sup>[74]</sup>.



Quando uma trinca se desenvolve na superfície de uma peça de zircônia com a fase metaestável tetragonal, esta é sujeita a um estresse de tensão macroscópico. Essa concentração de tensão de tração na ponta da trinca causa a transformação da fase metaestável tetragonal para a fase cristalina monoclinica. O conseqüente aumento de volume dos cristais, comprimidos pelos demais ao redor, resulta em uma tensão de compressão favorável, que age na superfície da trinca, e, assim impede sua propagação. Tal mecanismo é denominado como tenacidade de transformação ou tenacidade de transformação de fase <sup>[33]</sup>.

### 3.2.3 Nitreto de Silício

O nitreto de silício ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) é uma cerâmica que tem despertado a atenção, tanto de pesquisadores como da indústria, pelas suas propriedades mecânicas e pela resistência ao choque térmico. Por apresentar elevada resistência mecânica e tenacidade à fratura, mesmo em temperaturas elevadas, é empregado em motores de combustão e turbinas a gás. Também apresenta baixo coeficiente de dilatação térmica, o que lhe confere elevada resistência ao choque térmico. Na superfície do nitreto de silício, é formada uma camada de dióxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ), que confere resistência à oxidação do material cerâmico.

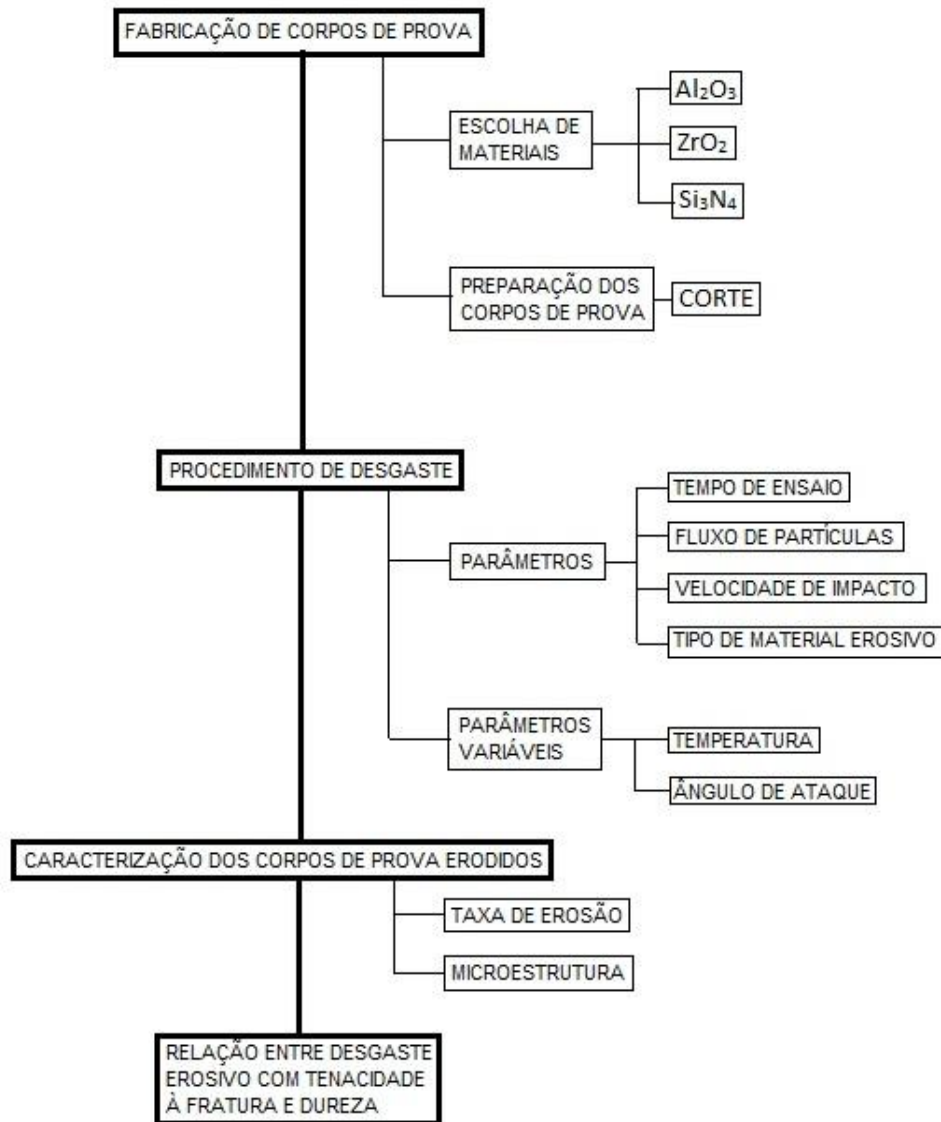
A sinterização do nitreto de silício ocorre em temperaturas acima de  $1750^\circ\text{C}$ , mas, quando esta é realizada à pressão atmosférica, resulta em peças com baixa densidade devido à decomposição do nitreto de silício nessa temperatura <sup>[30]</sup>. Um dos principais inconvenientes encontrados na sua fabricação é o da dificuldade de densificação durante a etapa de sinterização. Dada essa dificuldade, faz-se necessária a utilização de aditivos que fundem em temperaturas inferiores às da sinterização, promovendo a formação de uma fase líquida que envolve as partículas do material base, molhando-as em condições favoráveis e facilitando os processos difusionais responsáveis pela redução da porosidade e transformação de fases durante o processo de sinterização <sup>[31]</sup>.

A obtenção de peças de nitreto de silício para uso estrutural ocorre por meio dos processos de prensagem a quente, prensagem a quente isostática e sinterização por pressão a gás.

Segundo Mitomo *et al.* <sup>[32]</sup>, a tenacidade à fratura dos materiais sinterizados sob pressão a gás não está relacionada com o teor de fase  $\alpha$  no pó inicial ou na relação do aspecto dos grãos, mas no diâmetro dos maiores grãos. A presença de grãos maiores e alongados aumenta a tenacidade à fratura pela deflexão de trincas ou o mecanismo das ligações entre trincas.

## 4 METODOLOGIA

A metodologia utilizada para realização desse trabalho seguiu o fluxograma da Figura 4.1.



4.1 Fluxograma da metodologia usada para a realização deste trabalho.

### 4.1 Materiais

No desenvolvimento deste trabalho, foram utilizadas de três tipos de cerâmica de Engenharia para a obtenção dos corpos-de-prova ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  - alumina,

ZrO<sub>2</sub> - zircônia e Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> - nitreto de silício) e um tipo de material erodente (alumina eletrofundida).

#### 4.1.1 Cerâmicas

As cerâmicas utilizadas neste trabalho de pesquisa foram a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (A-479), ZrO<sub>2</sub> (Z201N) e Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (SN-220). Todos os materiais são comerciais, produzidos pela empresa Kyocera Group – Fine Ceramics - Japão, fornecidos na forma de placas, com espessura de 5 mm para Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, e 4 mm, para ZrO<sub>2</sub>. A Tabela 4.1 apresenta as propriedades das cerâmicas fornecidas pelo fabricante [77]. A Figura 4.2 apresenta imagem fotográfica das cerâmicas técnicas investigadas neste trabalho

Tabela 4.1 Características das cerâmicas investigadas. [77]

Material	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ZrO <sub>2</sub>	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
Propriedade			
Identificação Kyocera	A-479	Z-201N	SN-220
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	3,8	6,0	3,2
Dureza Vickers (HV)	16,0	12,3	14,5
Resistência à flexão (3 pontos) (MPa)	310	1000	590
Módulo de elasticidade (GPa)	360	200	294
Coefficiente de Poisson	0,23	0,31	0,28
Tenacidade à fratura (MPa.m <sup>1/2</sup> )	3 - 4	4 - 5	6 - 7

Segundo o fabricante [77], a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (A-479) apresenta teor de 99%. A ZrO<sub>2</sub> (Z-201N) apresenta o elemento Y como aditivo, com percentual de 2,8% [96]. Ishihara *et al.*[97] determinaram na composição química do Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (SN-220) 2,5% de Al, 2,3% de Y e 1,8% de W.

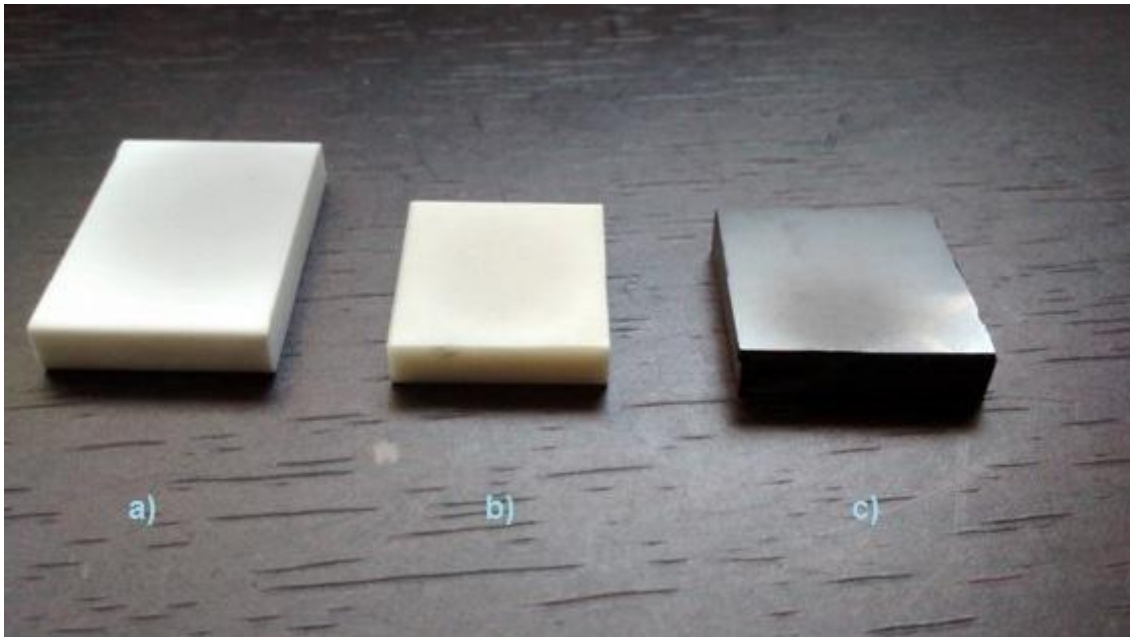


Figura 4.2 Corpos-de-prova de cerâmica. a) alumina; b) zircônia; e c) nitreto de silício.

As superfícies submetidas ao impacto das partículas erosivas apresentaram o acabamento de sinterização, sem nenhum tipo de polimento. Segundo Mizuhara *et al.*<sup>[85]</sup>, o acabamento de sinterização apresenta resistência igual ao do retificado e lapidado, pois a presença de trincas é menor do que no acabamento retificado, em que o processo pode gerar microtrincas.

#### 4.1.2 Erodente: Alumina Eletrofundida

O material erodente utilizado foi a alumina eletrofundida marrom, produzido pela empresa Elfusa, São Paulo, Brasil, que apresenta elevada densificação, dureza e resistência mecânica. Esse material é largamente usado pela indústria como abrasivo e erodente.

A designação de alumina eletrofundida marrom vem da cor do material, que é consequência da presença de outros elementos como Ti, Si e Fe.<sup>[78]</sup>

A Figura 4.3 e a Tabela 4.2 apresentam dados da distribuição granulométrica por difração a laser da alumina eletrofundida, utilizada neste trabalho como erodente. As partículas apresentam-se com uma distribuição

unimodal, com tamanho médio de 98  $\mu\text{m}$ . Para o ensaio de granulometria, foi utilizado o equipamento por difração de laser Cilas 1180L.

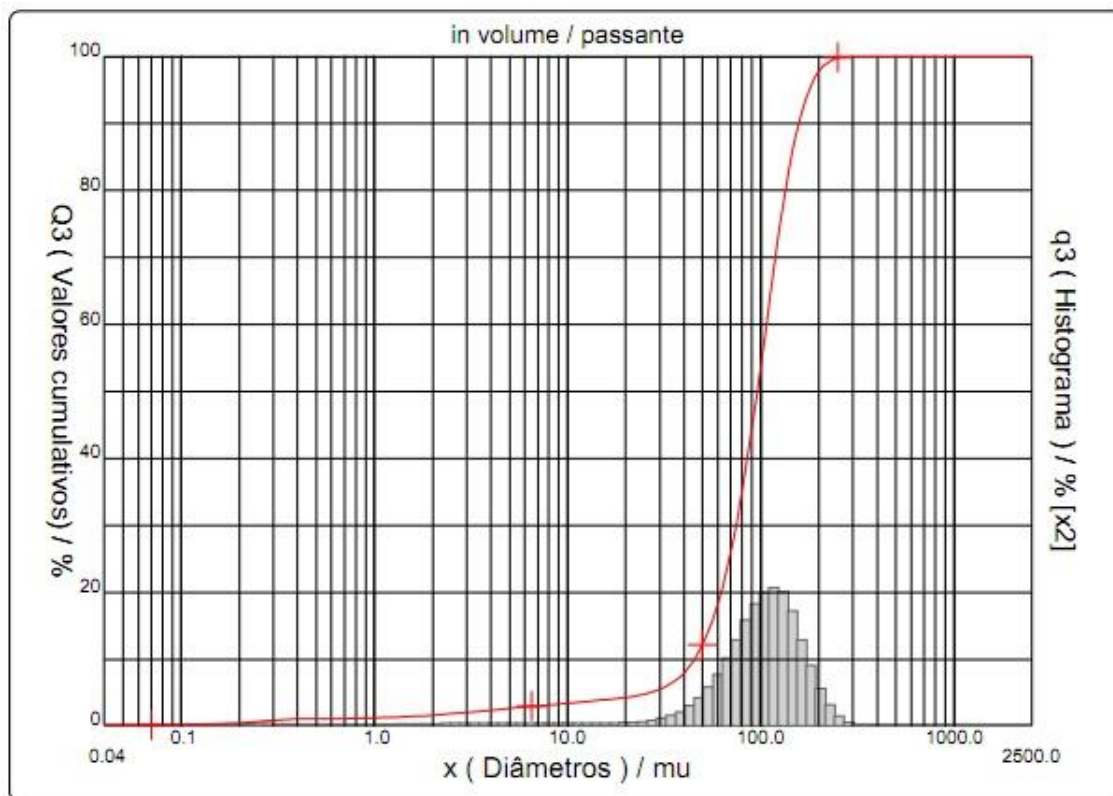


Figura 4.3 Distribuição granulométrica por difração a laser da alumina eletrofundida, utilizada como erodente neste trabalho.

Tabela 4.2 Análise granulométrica por difração a laser da alumina eletrofundida, utilizada como erodente neste trabalho.

Matéria-prima	$D_{10}(\mu\text{m})$	$D_{50}(\mu\text{m})$	$D_{90}(\mu\text{m})$	$D_{\text{médio}}(\mu\text{m})$
Alumina eletrofundida	45,26	95,79	156,98	98,55

A alumina eletrofundida apresenta uma dureza típica de 9 Mohs ou 20 HV, massa específica de  $3,9 \text{ g/cm}^3$  e ponto de fusão de  $2250 \text{ }^\circ\text{C}$  <sup>[80]</sup>, constituída de partículas irregulares, angulares e com variação de tamanho, conforme apresentado na Figura 4.4.

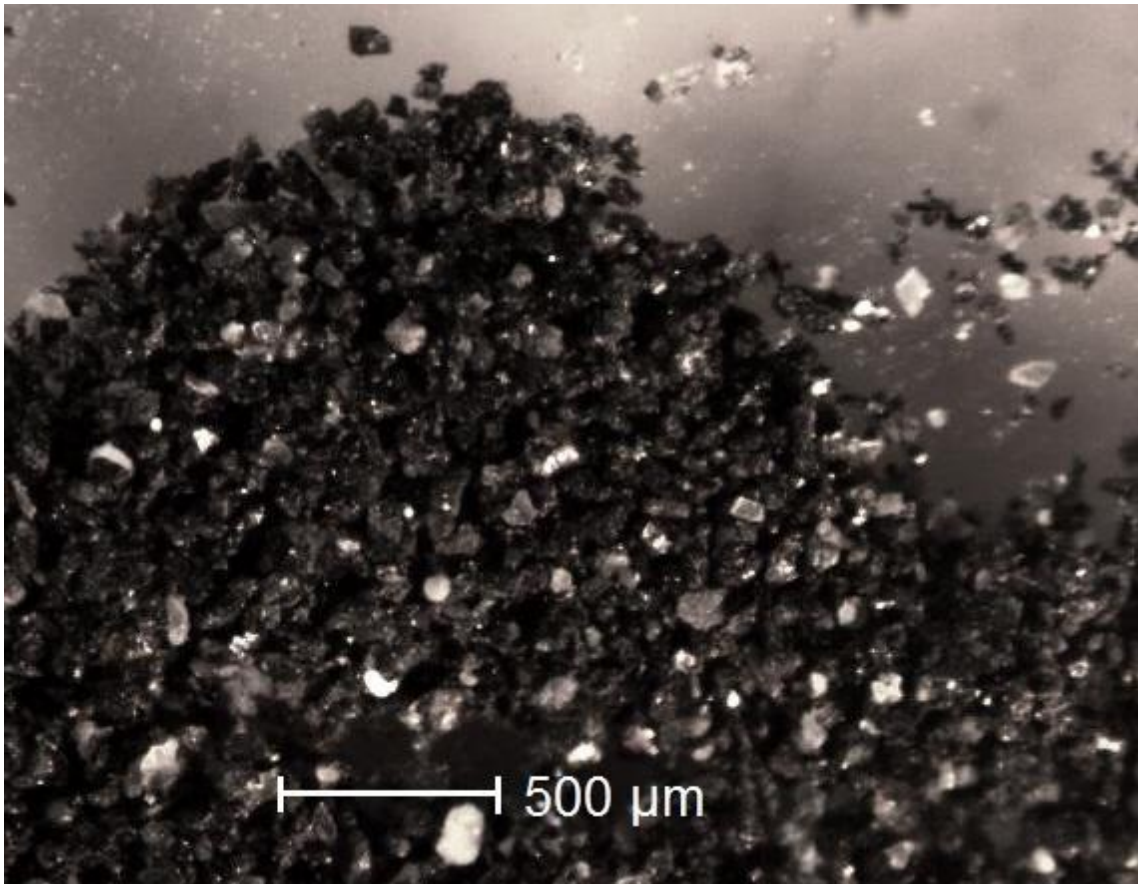


Figura 4.4 Morfologia da alumina eletrofundida utilizada como erodente. MO 40X.

## 4.2 Métodos

### 4.2.1 Corte dos Corpos-de-prova

Os corpos-de-prova foram cortados na dimensão de 20x20x5 mm em equipamento marca Buehler, modelo IsoMet 5000. Foi utilizado um disco de corte diamantado marca Buehler, modelo Diamond Wafering Blade Series 15 LC, com diâmetro de 152 mm. A rotação do disco de corte foi de 3000 rpm, e o avanço, de 1,2 mm/min. Durante o corte das amostras, foi utilizada água como líquido refrigerante. A velocidade de corte ( $V_c$ ) utilizada foi calculada pela Equação 4.1. O valor da velocidade de corte obtido foi de 1432 m/min.

$$V_c = \pi D n \quad (\text{Equação 4.1})$$

Onde:

$\pi$  – constante Pi;

D – diâmetro do disco de corte;

n – rotação do disco.

#### 4.2.2 Equipamento de Desgaste Erosivo

O equipamento utilizado para os ensaios de desgaste erosivo foi desenvolvido no Laboratório de Materiais Cerâmicos da Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Este aparato experimental está baseado na norma ASTM G76 - 13 <sup>[1]</sup> que normatiza o ensaio de erosão pelo impacto de partículas sólidas usando jato de gás.

Segundo estudos realizados por Ruff <sup>[81]</sup>, Hutchings <sup>[82]</sup> e Oka *et al.* <sup>[83]</sup>, além dos parâmetros da realização do ensaio, que são normalmente relacionados: ângulo de incidência das partículas, temperatura, tempo de ensaio, fluxo e velocidade das partículas; também o equipamento de desgaste pode influenciar com os resultados no desgaste erosivo. O ensaio realizado sob as mesmas condições em outro equipamento poderá apresentar resultados não idênticos.

O equipamento utilizado para os ensaios é composto de quatro partes principais, sistema de pré-aquecimento do ar, sistema de alimentação de partículas erodentes, sistema venturi acelerador de partículas e câmara/forno para os ensaios. A Figura 4.5 apresenta o equipamento de desgaste erosivo.





Figura 4.5 Equipamento para ensaios de desgaste erosivo suas principais partes: 1. Sistema de pré-aquecimento do ar; 2. Sistema de alimentação de partículas erodentes; 3. Sistema venturi-acelerador de partículas; 4. Câmara/forno de ensaios <sup>[62]</sup>.

#### 4.2.2.1 Sistema de Pré-Aquecimento do Ar

O sistema de pré-aquecimento do ar (Figura 4.6) tem por objetivo o condicionamento do ar comprimido que será injetado na câmara / forno de ensaio. Durante a passagem pelo equipamento, o ar comprimido é seco e tem sua temperatura ajustada para o ensaio. A temperatura e o fluxo de ar são controlados, sendo a máxima temperatura que pode ser atingida de 1000°C com uma vazão de 25 m<sup>3</sup>/h. O sistema consiste de um forno elétrico com serpentinas de aço inoxidável, o ar passa no interior das serpentinas, onde é condicionado. O controle de fluxo é realizado por um medidor de fluxo instalado na entrada das serpentinas, externo ao forno, com leitura máxima de vazão de 25 m<sup>3</sup>/h. Quando o ar sai do sistema de pré-aquecimento, ele é conduzido ao sistema de aceleração de partículas por um venturi.

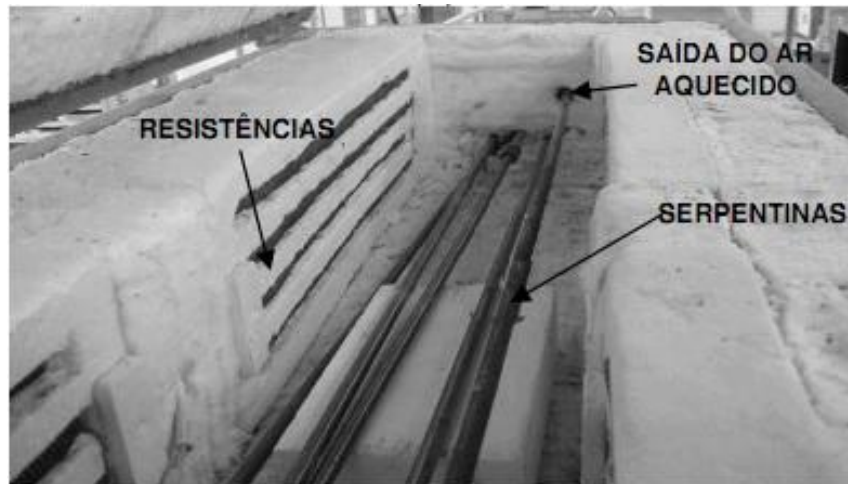


Figura 4.6 Sistema de pré-aquecimento do ar comprimido, vista interna com serpentinas e resistências <sup>[62]</sup>.

#### 4.2.2.2 Sistema de Alimentação de Partículas Erosivas

O sistema de alimentação de partículas erodentes tem por objetivo controlar o fornecimento das partículas, que deve ser na vazão desejada e de forma constante. A Figura 4.7 apresenta o diagrama esquemático do sistema de alimentação de partículas, consistindo de motor, funil alimentador, disco dosador e redutor.

O sistema é acionado por um motor de indução (tipo gaiola, da marca Weg, de 0,5 HP e 1720 rpm), que movimenta um eixo com três polias de tamanhos diferentes. Acoplado externamente ao conjunto, um inversor de frequência (que utiliza 5 a 200% da potência nominal do conjunto), controla a rotação do motor principal. No redutor (redução de 1 para 40) está instalada uma polia de 150 mm, diretamente acionada pelo motor, e uma roda dentada de diâmetro de 300 mm que movimenta outra roda dentada do disco dosador. A mínima rotação do disco dosador é de 0,16 rpm e controlado pela rotação do motor principal.

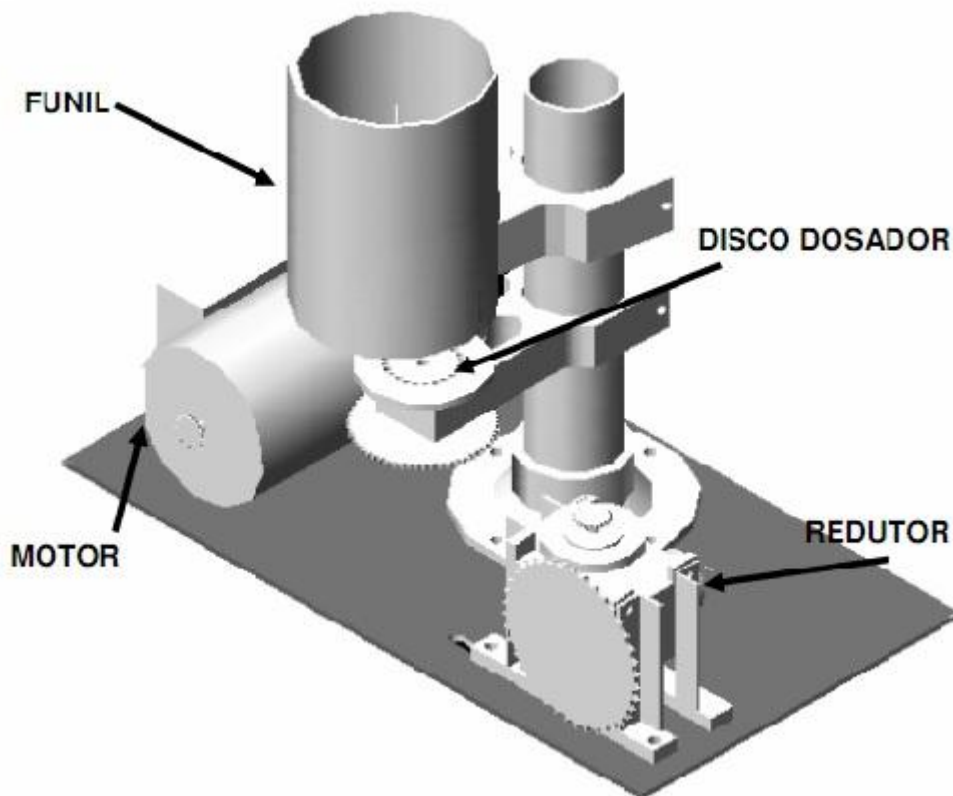


Figura 4.7 Desenho esquemático do sistema de dosagem de partículas erosivas <sup>[62]</sup>.

O funil alimentador, que tem sua parte inferior e interna fabricada em Teflon<sup>®</sup>, tem a função de fornecer as partículas que serão dosadas e enviadas ao sistema de aceleração. A parte inferior do funil tem um sistema com mola interna, para que haja uma pequena pressão sobre o disco dosador, fazendo que o material erodente preencha somente as cavidades do disco e não escorra para os lados. A Figura 4.8 mostra em detalhe o disco dosador, bem como a parte interna do funil.

Segundo autores como Hutchings<sup>[82]</sup>, Finnie<sup>[17]</sup>, Ruff<sup>[81]</sup>, Suckling<sup>[113]</sup> e norma ASTM G76<sup>[1]</sup>, normalmente são utilizados fluxos de partículas na ordem de 2 a 10 g/min. Caso o interesse da pesquisa esteja concentrado na determinação da resistência ao desgaste erosivo provocado pelo impacto de uma única partícula no material, fluxos menores são utilizados. Desta forma, o disco dosador foi projetado para fornecer um fluxo de partículas de alumina eletrofundida acima de 2 g/min. Este disco giratório de 125 mm de diâmetro, feito em alumínio, contém 24 cavidades (semiesféricas) de 6,5 mm de diâmetro

e 4,5 mm de profundidade, onde o erodente é depositado por gravidade a partir do funil. A taxa de material erosivo enviado ao sistema de aceleração é controlada pela rotação impingida ao disco. Sobre esse disco, é colocado um sugador (Figura 4.8), responsável por sugar e enviar as partículas para o sistema de aceleração. A sucção é garantida devido ao venturi, colocado na entrada do sistema de aceleração (como será descrito posteriormente).



Figura 4.8 Sistema do funil alimentador de partículas, com disco dosador em detalhe e a parte final do funil. a) Conjunto do sistema alimentador. b) Detalhe do disco dosador<sup>[18]</sup>.

#### 4.2.2.3 Sistema Venturi Acelerador de Partículas

O sistema de aceleração de partículas de desgaste erosivo tem a função de misturar o ar com as partículas e acelerá-las até alcançarem a velocidade necessária para atingir o material alvo, proporcionando o fenômeno da erosão. A Figura 4.9 apresenta, esquematicamente, o sistema de aceleração.

O sistema de aceleração inicia-se em um venturi, produzido em aço inoxidável, com uma entrada para o ar e outra, para as partículas. O carregamento das partículas só é possível devido à estricção do venturi. Dessa forma, o ar passa através do venturi e cria uma diferença de pressão capaz de sugar as partículas e misturá-las ao ar, criando um fluxo homogêneo de partículas e ar. A Figura 4.10 mostra um diagrama esquemático do venturi.

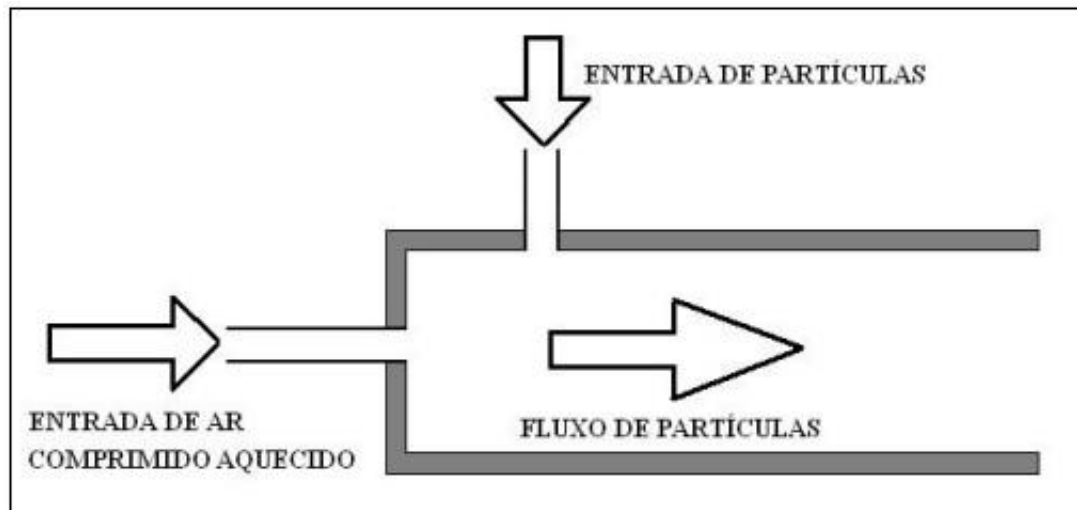


Figura 4.9 Diagrama esquemático do venturi, dispositivo que suga as partículas erosivas, misturando e homogeneizando-as com o ar <sup>[62]</sup>.

O fluxo de partículas é, então, injetado e acelerado em um longo tubo de aço (Figura 4.10). Segundo Smeltzer *et al.*<sup>[84]</sup>, a utilização de longos tubos de aceleração garante que todas as partículas alcancem a velocidade do fluxo de gás, similar ao que sugeriu Finnie<sup>[17]</sup>. O tubo metálico utilizado é de aço inoxidável 316, de 1500 mm de comprimento e 7,8 mm de diâmetro interno, que permite a distribuição das partículas com maior homogeneidade na corrente de ar, possibilitando a condução das partículas e do ar em igualdade de velocidade. A velocidade do fluxo de ar é controlada pela pressão medida na entrada do estrangulamento (venturi).

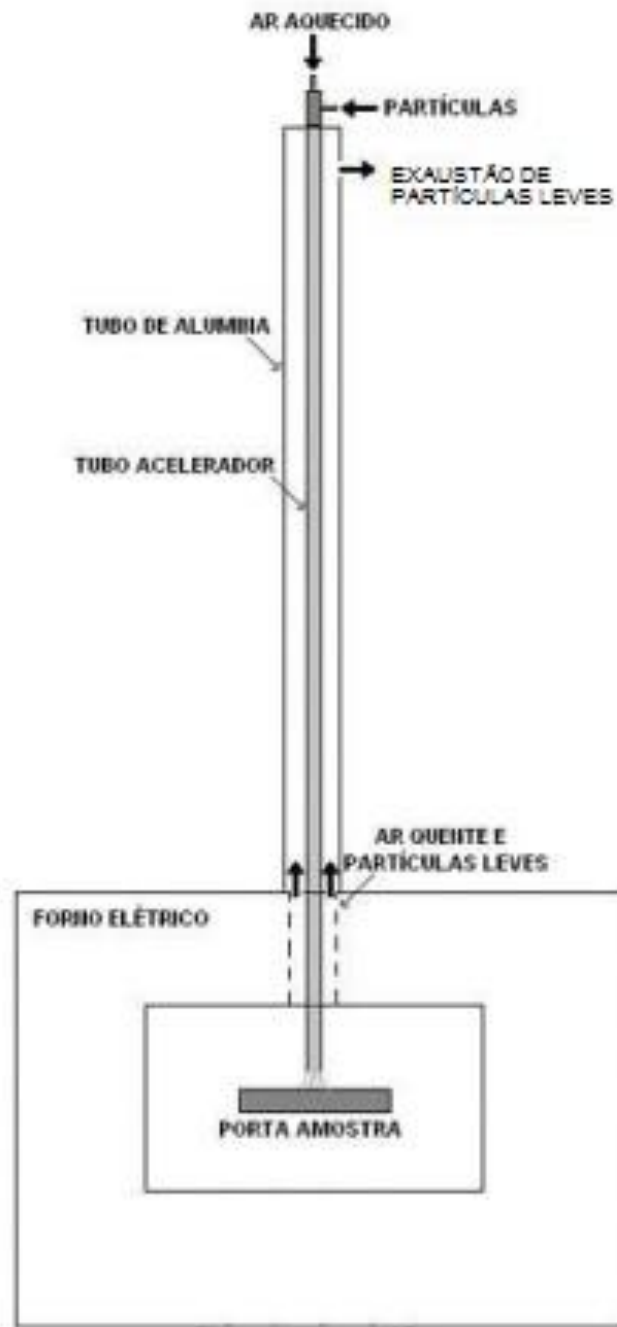


Figura 4.10 Diagrama esquemático do sistema de aceleração de partículas e desgaste erosivo <sup>[62]</sup>.

#### 4.2.2.4 Câmara / Forno de Ensaio

O ensaio de erosão é realizado dentro da câmara / forno de ensaios, onde o corpo-de-prova é posicionado em um porta-amostra. Esse consiste em um disco plano com bordas, e que é suportado por uma haste apoiada em rolamentos, permitindo o giro do porta-amostras entre 10° e 90°. A

possibilidade de alterar o ângulo de incidência das partículas erosivas torna possível o estudo do fenômeno de erosão a partir dessa variável. A superfície, onde é apoiado o corpo-de-prova, encontra-se inserido um termopar, que está em contato direto com o corpo-de-prova, e pode ser usado quando o ensaio ocorrer em temperatura diferente da ambiente. A Figura 4.11 mostra o detalhe do porta-amostra.

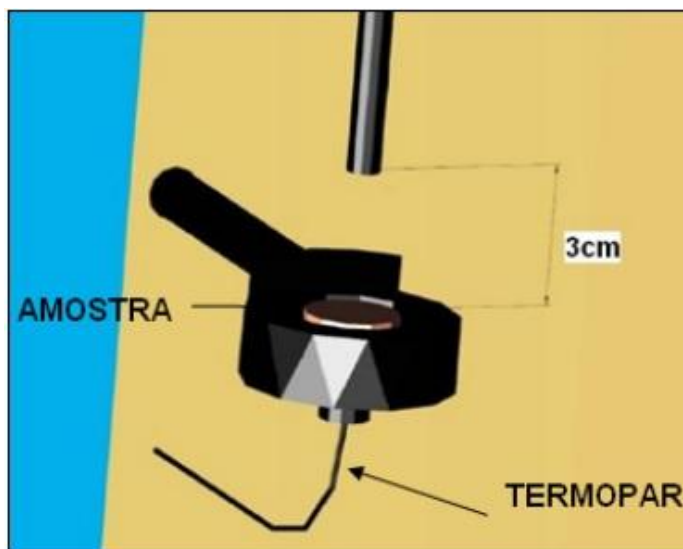


Figura 4.11 Detalhe do porta-amostra no interior da câmara/forno de ensaios [62].

#### 4.2.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

O equipamento utilizado para os ensaios de microscopia eletrônica de varredura (MEV) é um microscópio da marca Zeiss, modelo EVO MA 10. A técnica utilizada para a obtenção das imagens envolveu a aplicação de elétrons secundários, com tensão de aceleração de 15 kV. Para realização dos ensaios, as amostras cerâmicas foram previamente metalizadas com ouro.

#### 4.2.4 Difração de Raios X (DRX)

Os ensaios de difração de raios X foram realizados em um equipamento marca Phillips, modelo X'Pert. Os parâmetros utilizados para os ensaios foram: radiação CuK ( $\lambda=0,1542$  nm), potência de 40 KV, corrente de 40 mA, com ângulos de 5 a 70° e incrementos de 0,025°.

#### 4.2.5 Microscopia Ótica (MO)

A análise de microscopia ótica (MO) foi realizada com equipamento marca Olympus, modelo BXS1M.

#### 4.2.6 Rugosidade Superficial

A rugosidade superficial dos revestimentos foi determinada a partir do parâmetro  $R_a$  - rugosidade média, em um equipamento da marca Mitutoyo modelo Sufitest 201. Para cada revestimento, efetuou-se a medição do  $R_a$  antes do desgaste, e após o desgaste erosivo, na região desgastada. Em cada amostra, procedeu-se a medição por cinco vezes. A partir dos valores lidos, fez-se sua média.

### 4.3 Definição dos Parâmetros de Ensaio

#### 4.3.1 Tempo de Ensaio

O tempo de ensaio foi definido mediante a realização de pré-testes, iniciando com um tempo de 10 minutos até o tempo final de 30 minutos. Foi necessário um tempo maior de ensaio porque o desgaste erosivo apresentado pelos corpos-de-prova era muito pequeno, podendo comprometer os resultados dos ensaios. Assim, neste trabalho, todos os corpos-de-prova foram expostos ao erodente por 30 minutos, o que possibilitou a comparação direta entre os materiais.

#### 4.3.2 Temperatura de Ensaio

Os ensaios de desgaste erosivo foram realizados em temperatura ambiente (25°C) e em elevada temperatura (850°C).



#### 4.3.3 Fluxo de partículas

O sistema de disco dosador controla o fluxo de partículas fornecido ao sistema de aceleração de partículas. O erodente é depositado nas cavidades do disco dosador, e a frequência de giro do disco é controlada por meio do inversor de frequência acoplado ao motor elétrico. Neste trabalho, o fluxo de partículas foi fixado em 8,90 g/min.

#### 4.3.4 Fluxo de Ar

O ar comprimido para aceleração das partículas é fornecido por um compressor alternativo com posterior condicionador. No condicionador, o ar é desumidificado e a temperatura é controlada. A entrada do ar no equipamento de erosão é controlada por um medidor de vazão tipo rotâmetro, da marca Applitech.

#### 4.3.5 Ângulo de Incidência do Erodente

O porta-amostra permite a incidência das partículas erosivas em ângulos de 10° a 90°. Neste trabalho, foi investigada a erosão dos corpos-de-prova nos ângulos de 30°, 60° e 90°.

#### 4.3.6 Velocidade das Partículas Erosivas

A velocidade das partículas erosivas foi medida utilizando-se o método proposto por Ruff *et al.*<sup>[87]</sup> e aperfeiçoado por Hovis *et al.*<sup>[88]</sup>, por meio do qual são utilizados dois discos giratórios coaxiais, que são posicionados no sentido do fluxo das partículas (Figura 4.12). No primeiro disco a ser atingido pelas partículas erosivas, há um orifício que permite a passagem do material erodente. Como os dois discos giram na mesma frequência, as partículas que passarem pelo orifício do primeiro disco atingirão o segundo disco em uma posição deslocada do orifício do primeiro disco. Sabendo a frequência de giro, a distância entre os discos e o deslocamento por meio do qual a partícula atinge o segundo disco, é possível determinar a velocidade das partículas erosivas pela Equação 4.2.

$$V = \frac{d_d V_{angular}}{\alpha} \quad \text{(Equação 4.2)}$$

Onde:

$d_d$  = distância entre os discos;

$V_{angular}$  = velocidade angular;

$\alpha$  = ângulo entre a abertura do primeiro disco e o ponto de impacto no segundo disco.

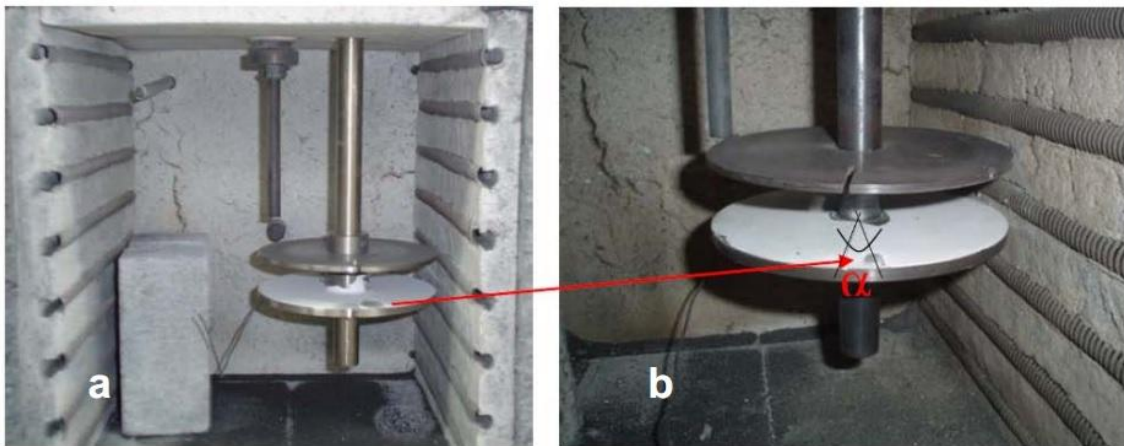


Figura 4.12 a) Medidor de velocidade de partículas de disco duplo do equipamento de erosão. b) Detalhe da zona de impacto no disco inferior defasada de um ângulo  $\alpha$  da posição de abertura do disco superior <sup>[18]</sup>.

A frequência de giro dos discos é medida por meio de um tacômetro digital, marca e modelo Opho Tako HT1300 (resolução de 1 rpm para a faixa de 61 a 9999 rpm). Em todos os ensaios, a velocidade das partículas erosivas foi de 50 m/s.

#### 4.4 Ensaio de Erosão

Os corpos-de-prova cerâmicos para erosão foram, antes do ensaio, limpos com acetona e pesados em balança analítica, marca Shimadzu, modelo AUW220D, com resolução 0,0001 g. Foram então posicionados no porta-amostra da câmara/forno de ensaios para ser realizado o ensaio de erosão.

Após o ensaio, os corpos-de-prova foram novamente limpos com acetona e pesados para determinar a perda de massa durante o ensaio.

O material erodente, antes do ensaio, é pesado em balança analítica marca BEL, modelo Mark 1003, com resolução 0,001 g. É depositado no sistema de alimentação de partículas erosivas e então realizado o ensaio. Após o ensaio, o material erodente residual no sistema de alimentação é retirado e pesado, para determinação da quantidade de material erodente utilizada no ensaio. O material erodente, após o ensaio, é descartado; para cada ensaio, é utilizado material virgem.

A sequência para a realização do ensaio consiste no posicionamento do corpo-de-prova, abertura do fluxo de ar e acionamento do sistema de alimentação das partículas erosivas. Após o tempo determinado para o ensaio, o procedimento para encerrar é inverso: ocorre o desligamento sucessivo do sistema de alimentação das partículas erosivas, do fluxo de ar e a retirada do corpo-de-prova da porta-amostras.

#### 4.4.1 Determinação da Taxa de Erosão

A taxa de erosão ( $T$ ) foi determinada pela perda de volume, a partir da perda de massa, considerando a densidade do material, em relação à massa erodente utilizada no ensaio, de acordo com a Equação 4.3.

$$T = \frac{(m_i - m_f)}{\rho m_p} \quad (\text{Equação 4.3})$$

Onde:

$m_i$  – massa inicial do corpo-de-prova;

$m_f$  – massa final do corpo-de-prova;

$\rho$  – densidade do material do corpo-de-prova;

$m_p$  – massa de erodente utilizado.

## 4.5 Erro das Medidas

Os métodos utilizados para o cálculo das incertezas dos resultados apresentados neste trabalho envolvem os erros e os que ocorram aleatoriamente.

Para o cálculo do erro sistemático, foi utilizado o método de Kleine e Mc Clintock. Segundo Holmann<sup>[89]</sup>, o erro experimental é resultante das variáveis medidas, conforme a Equação 4.4.

$$\Delta F = \left[ \left( \frac{\partial F}{\partial L_1} \cdot \Delta L_1 \right)^2 + \left( \frac{\partial F}{\partial L_2} \cdot \Delta L_2 \right)^2 + \dots + \left( \frac{\partial F}{\partial L_n} \cdot \Delta L_n \right)^2 \right]^{0,5} \quad (\text{Equação 4.4})$$

Onde:

$\Delta F$ = erro da função calculada;

$L_1, \dots, L_n$ = grandezas medidas.

Para o cálculo do erro relacionado à repetibilidade, como o número de amostras é menor que 30, utilizou-se o método *t-student*, com nível de confiança igual a 95%. Esse erro pode ser calculado pela Equação 4.5, para um número de amostras inferior a 30.

$$C\%E_{\text{repetibilidade}} = t_{\alpha/2} \frac{S}{m^{0,5}} \quad (\text{Equação 4.5})$$

Onde:

$C\%E_{\text{repetibilidade}}$  - erro de repetibilidade para uma confiança de  $C\%$ ;

$t_{\alpha/2}$  - função do nível de confiança desejado.

$S$  - desvio padrão das medidas;

$M$  - número de amostras.

O erro total ( $E_{\text{total}}$ ) foi determinado a partir da Equação 4.6, que leva em consideração os erros sistemáticos e de repetibilidade.

$$E_{total} = [(\Delta F)^2 + (\Delta E_n)^2]^{0,5} \quad (\text{Equação 4.6})$$

Onde:

$\Delta F$  - erro da função calculada

$\Delta E_n$  - erro de repetibilidade

Para medida da velocidade do erodente, o erro foi calculado pelo método de Kleine e McClintock, ficando em  $\pm 1,3028$  m/s.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 5.1 apresenta os resultados da taxa de erosão, como média de 3 amostras ensaiadas e os respectivos desvios padrão, obtidos para a  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  e  $\text{Si}_3\text{N}_4$  à temperatura ambiente, nos ângulos de impacto de 30, 60 e 90°, incluindo ainda a taxa de erosão à temperatura de 850°C, com um ângulo de impacto de 90°. Os mesmos resultados são apresentados na Figura 5.1.

Tabela 5.1 Taxa de erosão (média e desvios-padrão) da  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , da  $\text{ZrO}_2$  e do  $\text{Si}_3\text{N}_4$  em função do ângulo de impacto (30°, 60° e 90°) à temperatura ambiente (25°C) e à 850°C para o ângulo de impacto de 90°. Unidade da taxa de erosão em ( $\times 10^{-5} \text{ cm}^3/\text{g}$ ).

	30°	60°	90°	90° (850°)
$\text{Al}_2\text{O}_3$	5,88±0,95	13,6±2,30	16,0±0,50	17,0±1,70
$\text{ZrO}_2$	5,00±0,54	7,12±2,70	4,95±0,19	24,7±0,80
$\text{Si}_3\text{N}_4$	0,25±0,25	0,72±0,18	0,47±0,26	2,47±0,87

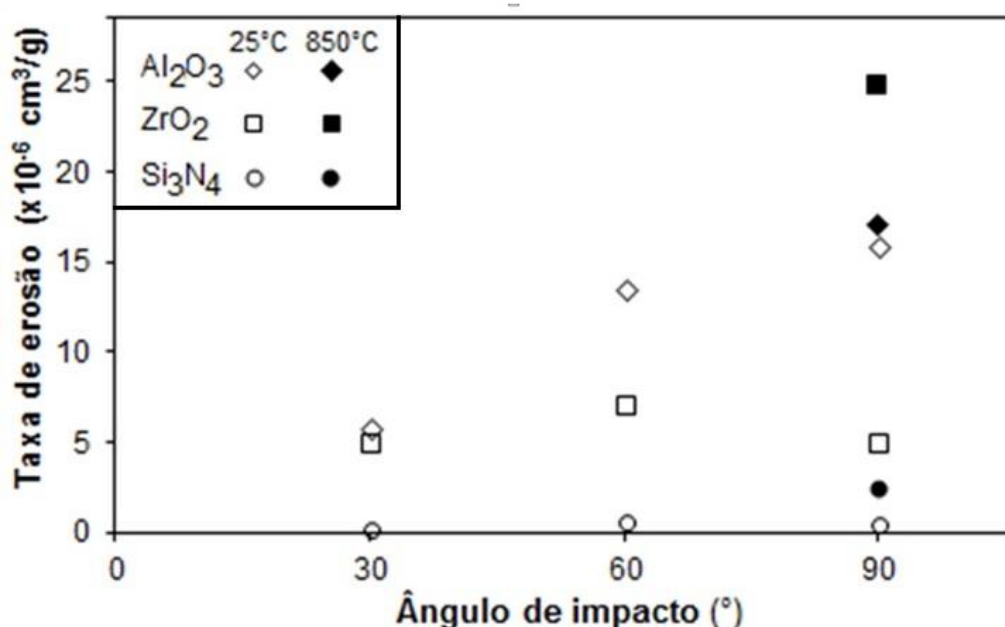


Figura 5.1 Taxa de erosão da  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , da  $\text{ZrO}_2$  e do  $\text{Si}_3\text{N}_4$  em função do ângulo de impacto (30°, 60° e 90°) à temperatura ambiente (25°C) e à 850°C para o ângulo de impacto de 90°.

Pelos resultados obtidos, é possível verificar que, para qualquer ângulo de impacto, o material que apresentou menor taxa de erosão foi o  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , seguido pela  $\text{ZrO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . A taxa de erosão do  $\text{Si}_3\text{N}_4$  foi praticamente desprezível, se comparada à da  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e à da  $\text{ZrO}_2$ .

Verifica-se também que a taxa de erosão da  $\text{Al}_2\text{O}_3$  cresceu significativamente com o aumento do ângulo de impacto, atingindo um máximo a  $90^\circ$ . De fato, vários trabalhos, como o de Wellman *et al.* [64], relatam o mesmo, que aluminas sofrem maiores desgaste erosivo a elevados ângulos de impacto, entre  $60$  e  $90^\circ$ . Esse comportamento da  $\text{ZrO}_2$  e do  $\text{Si}_3\text{N}_4$  diferiu do desempenho da  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , pois não foi possível constatar um significativo aumento da taxa de desgaste, comparando-se as taxas de desgaste para os ângulos de  $30^\circ$  e  $90^\circ$ . Segundo Oka *et al* [116] e Wang e Mao [115] a taxa de erosão para a  $\text{ZrO}_2$  e o  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , respectivamente, é máxima para o ângulo de  $90^\circ$ .

As imagens por MEV da superfície da  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  e  $\text{Si}_3\text{N}_4$  antes do ensaio de erosão são apresentadas na Figura 5.2. Essas imagens podem ser comparadas com as imagens por MEV apresentadas nas Figuras 5.3, 5.4 e 5.5, respectivamente, para a  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  e  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , de suas superfícies após desgaste com os ângulos de ataque de  $30^\circ$ ,  $60^\circ$ ,  $90^\circ$  à temperatura ambiente e a  $90^\circ$  à temperatura de  $850^\circ\text{C}$ .

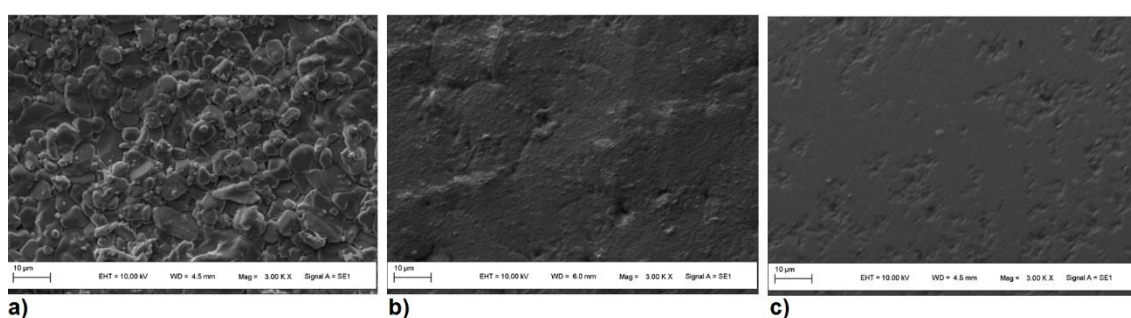


Figura 5.2 Imagens por MEV da superfície das amostras antes dos ensaios de erosão:  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (a);  $\text{ZrO}_2$  (b); e  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (c). Aumento: 3000X.

Nas imagens obtidas por MEV da  $\text{Al}_2\text{O}_3$  após erosão, a superfície erodida apresenta irregularidades que sugerem um desprendimento de material pela múltipla remoção de grãos, em fraturas intergranulares (Figura 5.3). A

fratura intergranular caracteriza-se pela formação de trincas ao longo dos contornos de grãos, que vão propagando-se até ocasionar o desprendimento do grão. Esse processo é sucessivo, levando à perda de volume do material. A presença de “crateras” nas imagens por MEV da Figura 5.3, em maiores quantidades para maiores ângulos de impacto do erodente, corresponde à maior severidade do desgaste erosivo. Esta análise está em consonância com o formulado por alguns autores, como Schwartz <sup>[3]</sup>, que  $Al_2O_3$  fratura primariamente via modo intergranular. Outros materiais podem apresentar fratura primariamente transgranular ou a combinação destes dois processos primários de fratura.

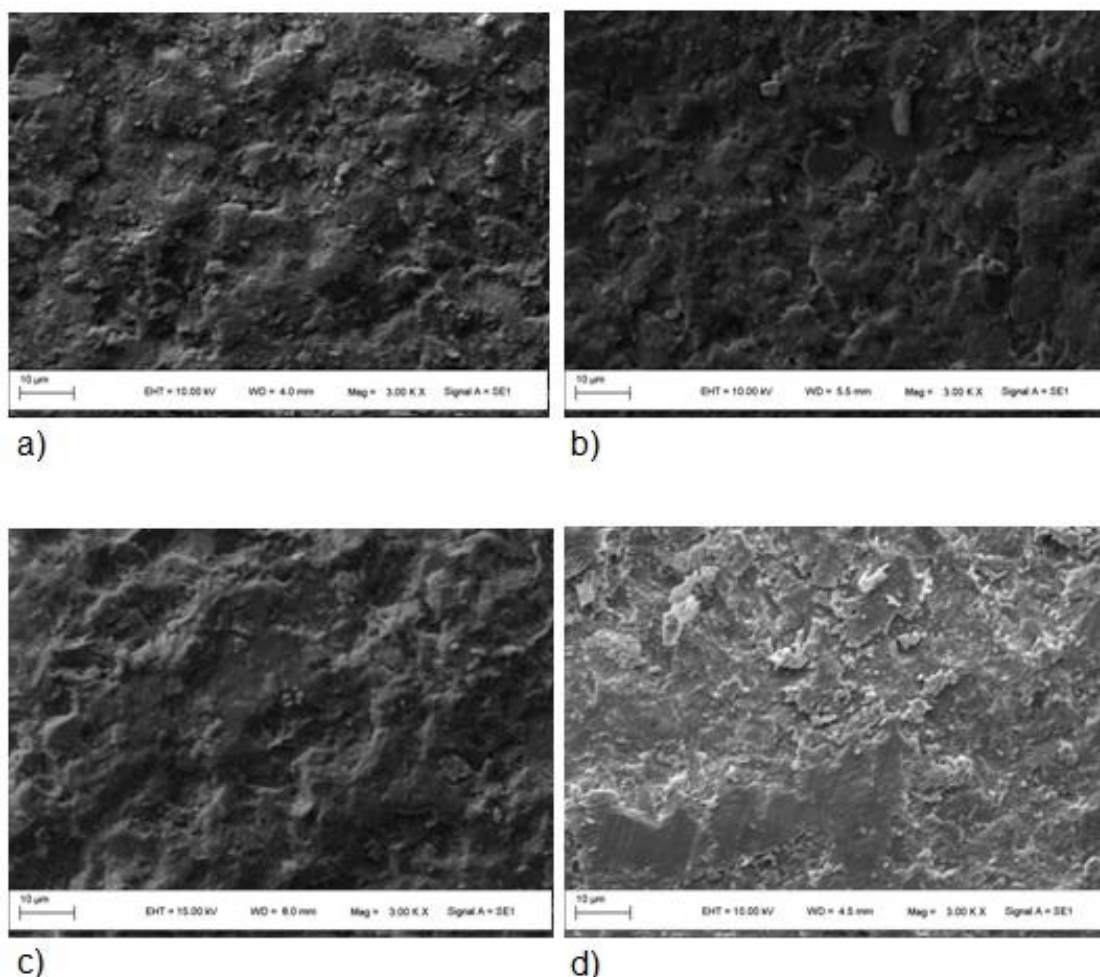


Figura 5.3 Imagens por MEV da superfície da  $Al_2O_3$ , após ensaio de erosão à temperatura ambiente com ângulo de impacto de a) 30°; b) 60°; c) 90°; d) após ensaio de erosão com ângulo de impacto de 90° e à temperatura de 850°C. Aumento MEV: 3000X.



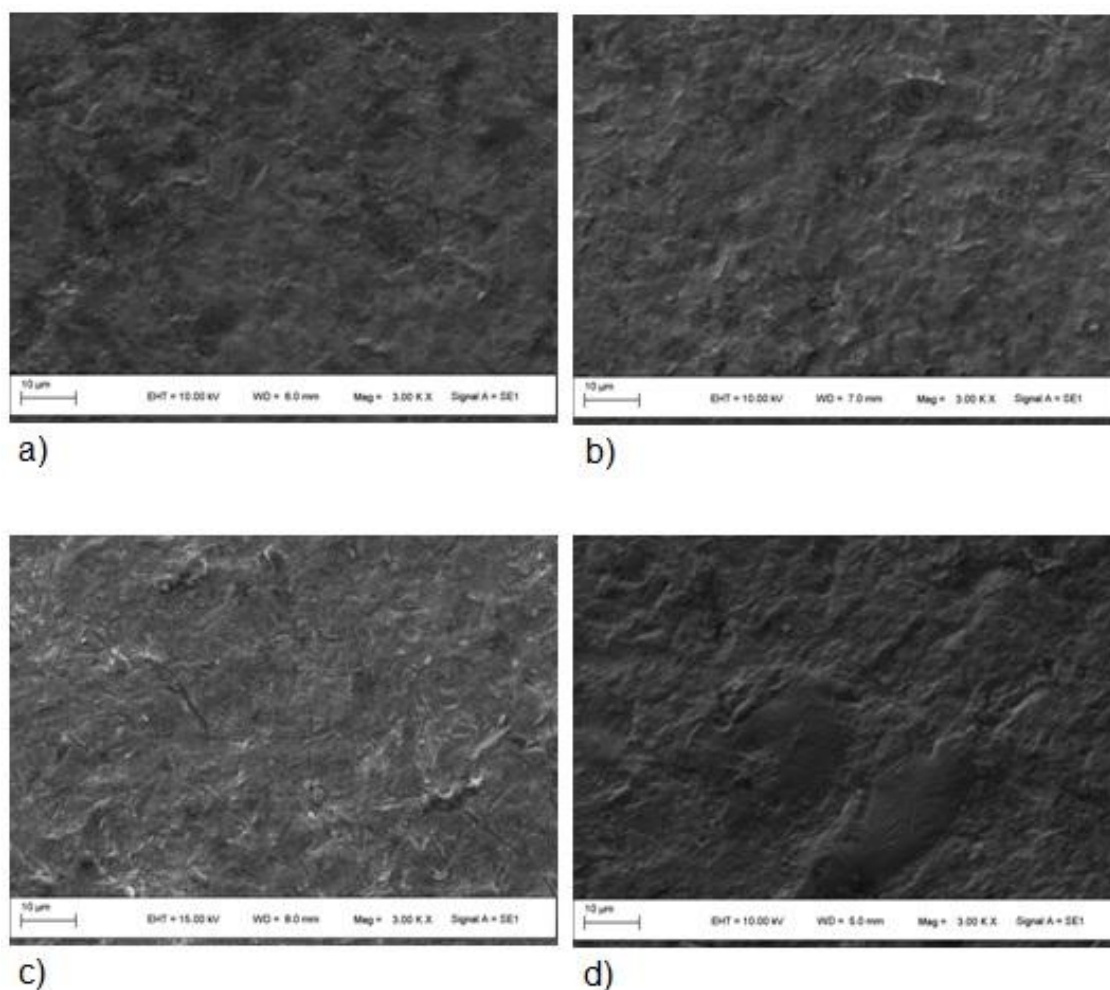


Figura 5.4 Imagens por MEV da superfície da ZrO<sub>2</sub>, após ensaio de erosão à temperatura ambiente com ângulo de impacto de a) 30°; b) 60°; c) 90°; d) após ensaio de erosão com ângulo de impacto de 90° e à temperatura de 850°C. MEV 3000X.

Ao analisar o comportamento do desgaste erosivo da ZrO<sub>2</sub> (Figura 5.4), chama a atenção o fato da menor taxa de erosão ter ocorrido para o ângulo de impacto de 90°. A explicação para o fato pode ser o efeito de ricochete das partículas erosivas, que depois de atingirem a superfície da zircônia são projetadas de volta e atingem outras partículas que estão se dirigindo contra a superfície, fazendo que ocorra uma perda de eficiência do processo erosivo. Este fenômeno também foi verificado para o Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.

Assim, para a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, que tem resistência mecânica menor, a maior parte energia da partícula erosiva é absorvida pelo material na forma de trincas, enquanto que a ZrO<sub>2</sub> e o Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, a maior parte da energia da partícula é

absorvida na forma de deformação elástica e devolvida à partícula, o fará com que esta ricocheteie.

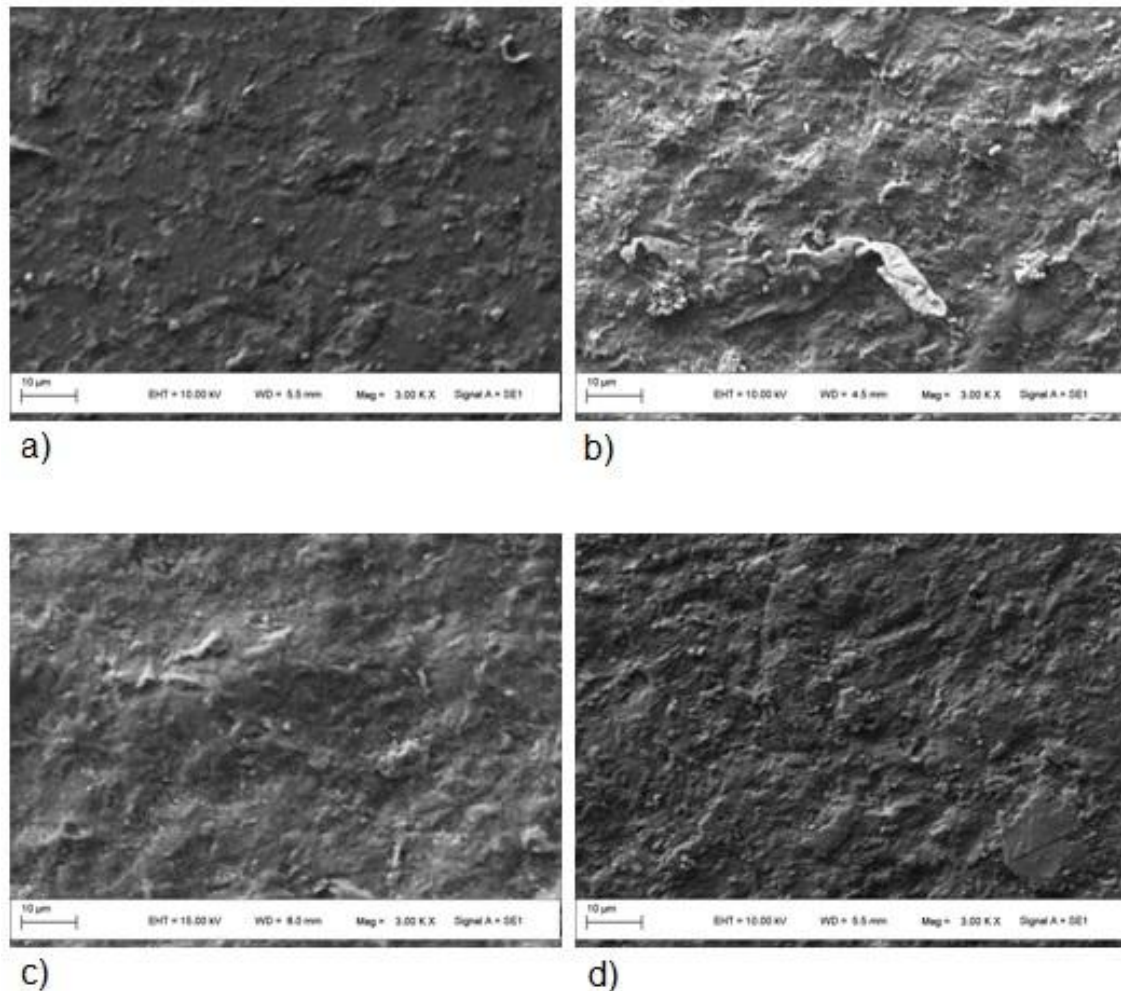


Figura 5.5 Imagens por MEV da superfície do Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, após ensaio de erosão à temperatura ambiente com ângulo de impacto de a) 30°; b) 60°; c) 90°; d) após ensaio de erosão com ângulo de impacto de 90° e à temperatura de 850°C. MEV 3000X.

Nas imagens por MEV da superfície da ZrO<sub>2</sub>, ficaram mais evidentes as trincas laterais clássicas das fraturas frágeis (Figura 5.6). Quando a partícula erosiva atinge a superfície do material, provoca uma remoção de parte do material, fraturas radiais e laterais, ou ambas as situações.

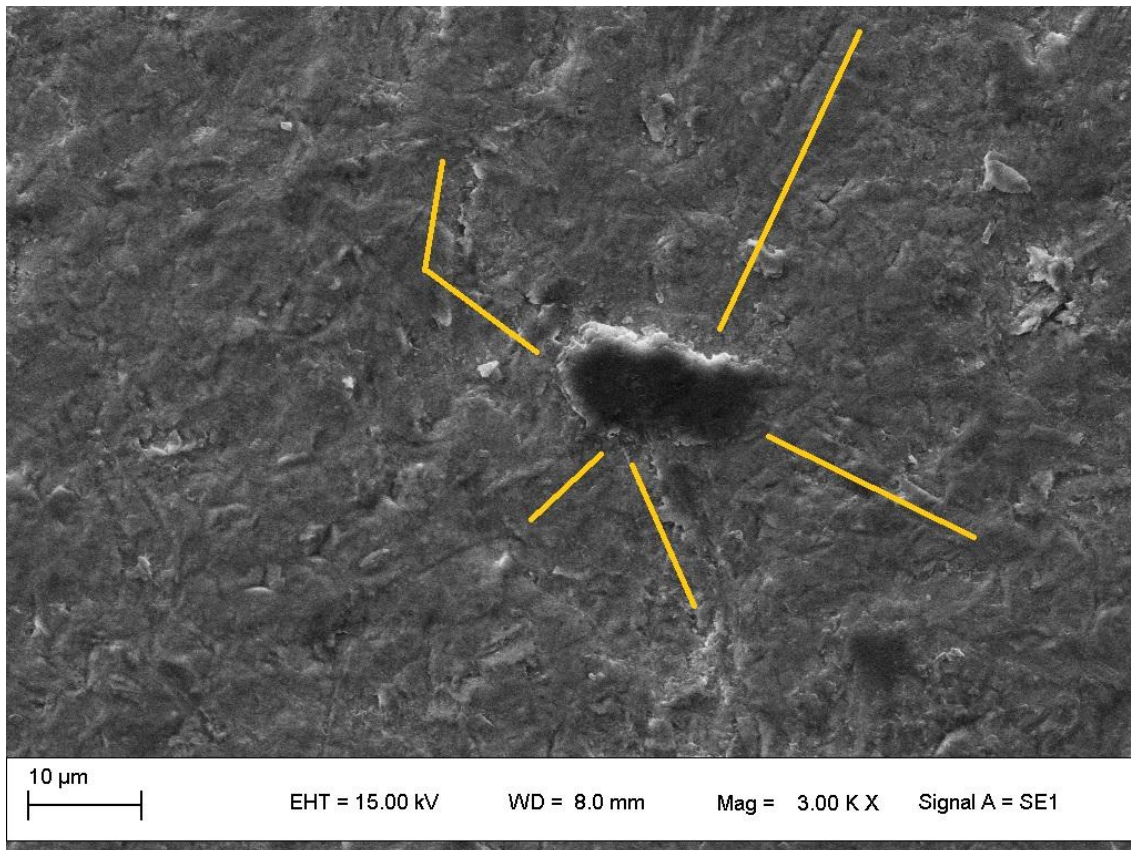


Figura 5.6 Imagem por MEV da superfície da  $ZrO_2$ . Em detalhe, o dano do impacto de uma partícula e as fraturas laterais a partir do ponto de impacto. Aumento MEV: 3000X.

Quando comparados os resultados obtidos no ensaio de erosão com ângulo de incidência de  $90^\circ$ , à temperatura ambiente e à temperatura de  $850^\circ\text{C}$  (Tabela 5.1 e Figura 5.1), pode-se observar que a zircônia apresentou grande variação da taxa de erosão com a variação da temperatura, enquanto que a  $Al_2O_3$  e  $Si_3N_4$  apresentaram bem menor variação, sendo a erosão a quente sempre maior que a obtida à temperatura ambiente. Razão para isso seria a bem conhecida tendência da diminuição da resistência mecânica sob o efeito da temperatura {95, 107, 108, 109, 110,111}, objeto de interesse de vários pesquisadores em trabalhos anteriores versando inclusive sobre os materiais aqui investigados.

No entanto, a perda da resistência à erosão da zircônia nos ensaios à  $850^\circ\text{C}$  foi muitíssimo elevada, se comparada à resistência à erosão constatada à temperatura ambiente. Uma explicação para isso seria sua característica de policristalinidade. A  $ZrO_2$  é um material cerâmico que à pressão atmosférica

pode formar 3 cristais distintos, dependendo da temperatura: monoclinica, tetragonal e cúbica. Somente a fase monoclinica é estável à temperatura ambiente, sendo que esta fase é a que apresenta maior volume. Durante as transformações de fase desse material, por exemplo, no resfriamento após processamento, ocorrem variações de volume, notadamente a que surge por volta 1.100°C. Essas transformações podem provocar tensões internas e até a fratura do material.

A ZrO<sub>2</sub> investigada é uma zircônia parcialmente estabilizada (PSZ), que apresenta a fase tetragonal à temperatura ambiente, obtido com o uso de aditivos de estabilização desta estrutura cristalina. Ocorre que, na temperatura ambiente, quando uma trinca se desenvolve na superfície de uma peça de zircônia com a fase metaestável tetragonal, esta é sujeita a um estresse de tensão macroscópico. Essa concentração de tensão de tração na ponta da trinca causa a transformação da fase metaestável tetragonal para a fase cristalina monoclinica. O conseqüente aumento de volume dos cristais, comprimidos pelos demais ao redor, resulta em uma tensão de compressão favorável, que age na superfície da trinca, e, assim, impede sua propagação<sup>[99]</sup>.

Também para Ramadass *et al.* <sup>[112]</sup>, a dureza da ZrO<sub>2</sub> parcialmente estabilizada está relacionada com o percentual da fase tetragonal metaestável, que a estabilização da ZrO<sub>2</sub> contribui para o aumento da dureza. A análise por difração de raios X das amostras de zircônia investigada (Figuras 5.7, 5.8 e 5.9), sugere que após os ensaios de erosão houve aumento da fase cristalina monoclinica. As amostras submetidas ao ensaio de erosão à 850°C apresentaram maior transformação, que no caso foi prejudicial, pois com a transformação de fase ocorre um aumento de volume da ordem de 4,5%, que favoreceria à fratura do material<sup>[98,99,100,101,102]</sup>. Assim, os resultados de DRX permitiriam associar os resultados do ensaio à temperatura de 850°C à diminuição da fase tetragonal metaestável, levando a uma redução da dureza do ZrO<sub>2</sub>.

Uma evidência da influência das transformações de fase nas propriedades mecânicas da ZrO<sub>2</sub> foi obtida pela determinação da dureza desse material após submetido ao ensaio de erosão a quente. De fato, comparando-se as durezas Vickers das zircônias, a que foi submetida ao aquecimento a

850°C apresentou uma redução de 8,5% em relação à dureza Vickers da não submetida a esse aquecimento.

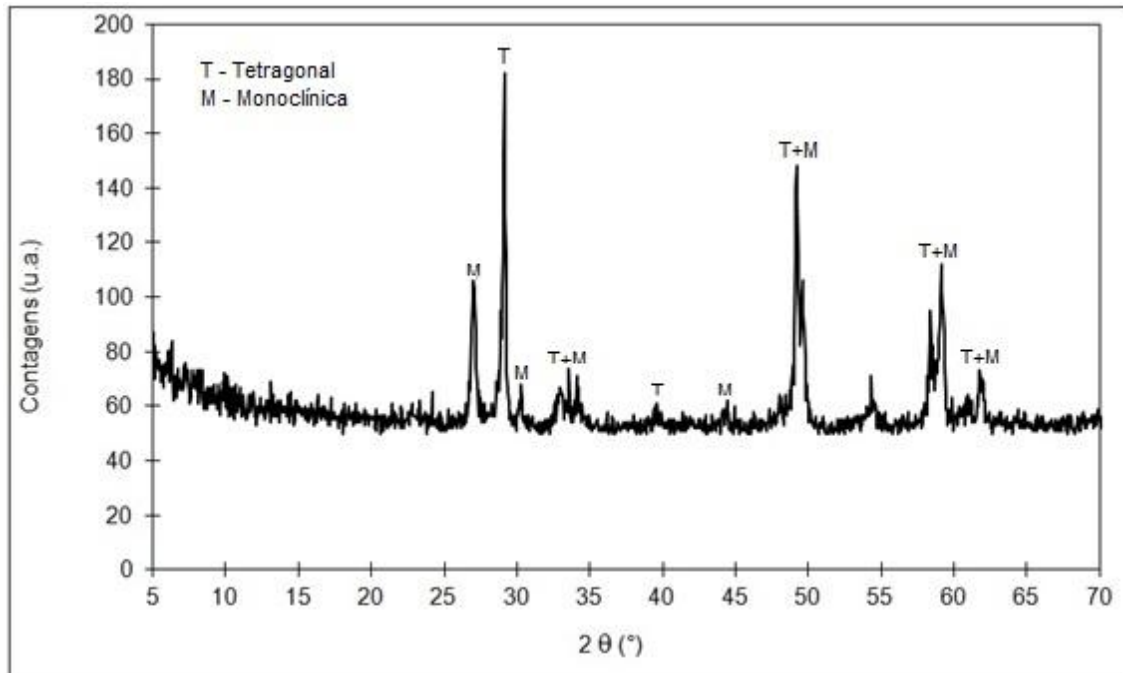


Figura 5.7 Análise por difração de raios X da zircônia antes do ensaio de erosão. Difratoograma conforme ficha CIF 9309161

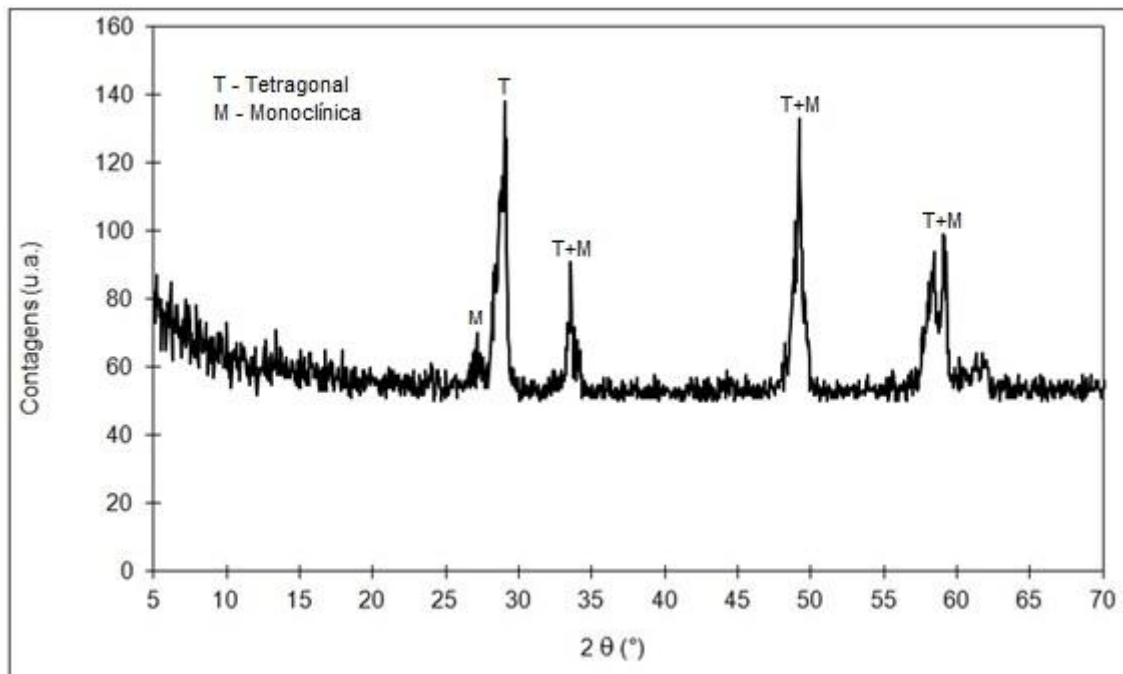


Figura 5.8 Análise por difração de raios X da zircônia após ensaio de erosão, com ângulo de impacto de 90° e temperatura ambiente. Verifica-se pequena alteração nas fases, se comparado a análise do material antes do ensaio.

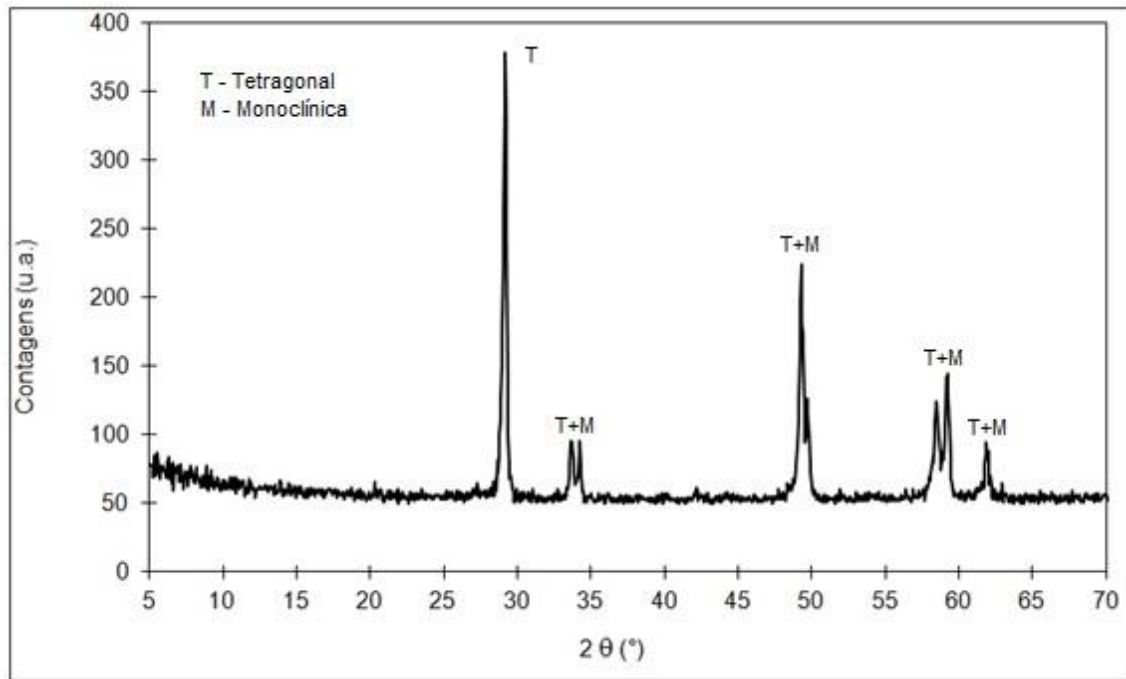


Figura 5.9 Análise por difração de raios X da zircônia após ensaio de erosão, com ângulo de impacto de 90° e temperatura de 850°C. Fica evidente o aumento dos picos, que indicam um maior teor da fase cristalina monoclinica.

Quanto ao  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , as imagens por MEV (Figura 5.5) sugerem que sua menor taxa de erosão, se comparada com os resultados da  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e da  $\text{ZrO}_2$  em todas as condições investigadas, pode estar supostamente associada ao seu menor tamanho de grão, que leva a um menor desprendimento de material quando da interseção das trincas. Além disso, a maior tenacidade à fratura do  $\text{Si}_3\text{N}_4$  também atuaria contra a propagação e intersecção de trincas, levando a menor taxa de erosão principalmente para os ângulos de impacto de 30° e 60°.

A maior tenacidade à fratura do  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , segundo Choi *et al.* <sup>[104]</sup>, estaria baseada na sua microestrutura formada tipicamente por grãos aciculares. As trincas propagam-se pelo contorno dos grãos menores até encontrar um grão maior e, para continuarem a propagar-se, terão de contornar o grão maior ou provocar uma fratura transgranular. A Figura 5.10 apresenta detalhe que sugere interseção de trincas, que levariam ao desprendimento de material da superfície durante o processo erosivo do  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

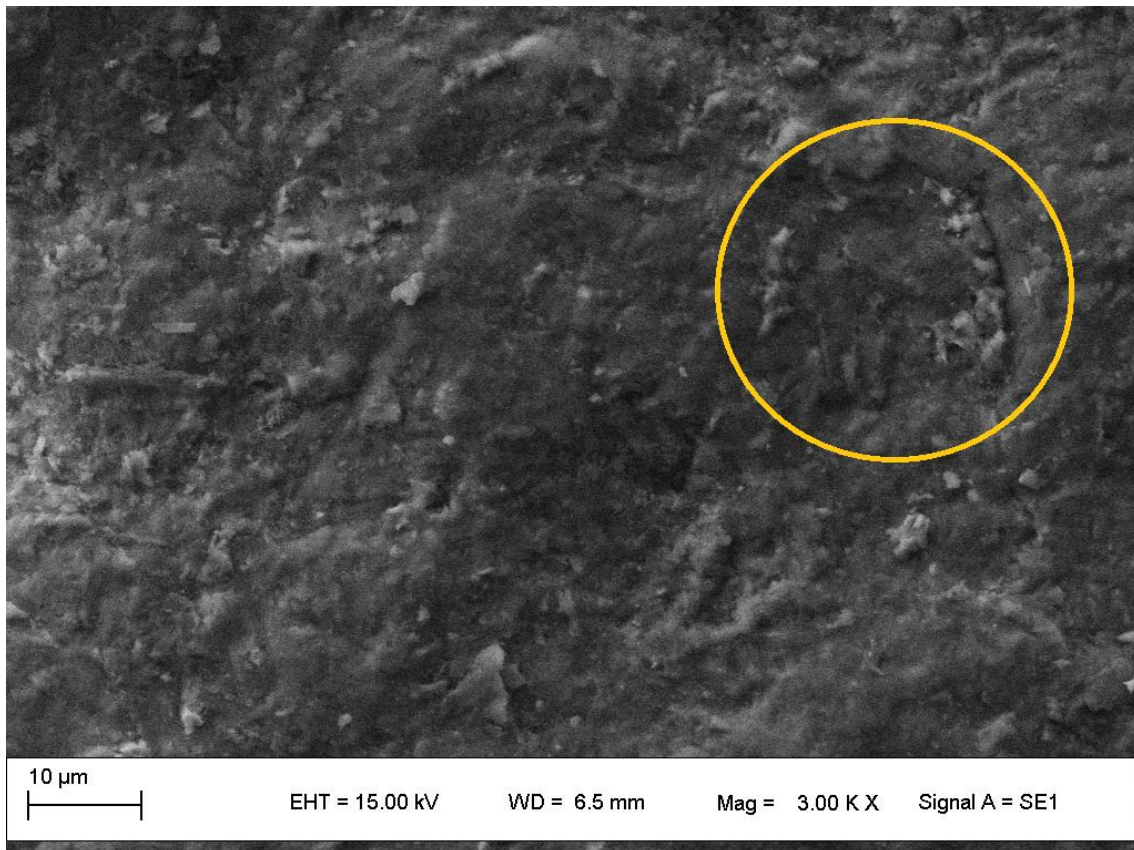


Figura 5.10 Imagem por MEV da superfície do Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> após erosão. Detalhe que sugere interseção de trincas, que levariam ao despreendimento de material da superfície durante o processo erosivo. MEV 3000X.

Outra forma de constatar o dano por desgaste erosivo é proporcionada pela avaliação da rugosidade superficial das amostras ensaiadas. A variação da rugosidade superficial ( $R_a$ ) dos materiais investigados, antes e após os ensaios de erosão, é apresentada na Tabela 5.2, que inclui a média de 4 medições de rugosidade superficial de cada amostra e o respectivo desvio padrão. A Figura 5.11 apresenta um gráfico com os valores de rugosidade superficial em função das condições do desgaste erosivo realizado.

Tabela 5.2 Rugosidade superficial ( $R_a$ ) dos materiais antes e após os ensaios. Unidade em  $\mu\text{m}$ .

	Antes da erosão	30°	60°	90°	90° (850°)
$\text{Al}_2\text{O}_3$	1,15±0,08	0,87±0,05	1,08±0,10	1,45±0,14	1,60±0,22
$\text{ZrO}_2$	0,32±0,02	0,37±0,09	0,31±0,01	0,36±0,02	0,79±0,15
$\text{Si}_3\text{N}_4$	0,10±0,07	0,11±0,01	0,21±0,07	0,77±0,16	0,86±0,09

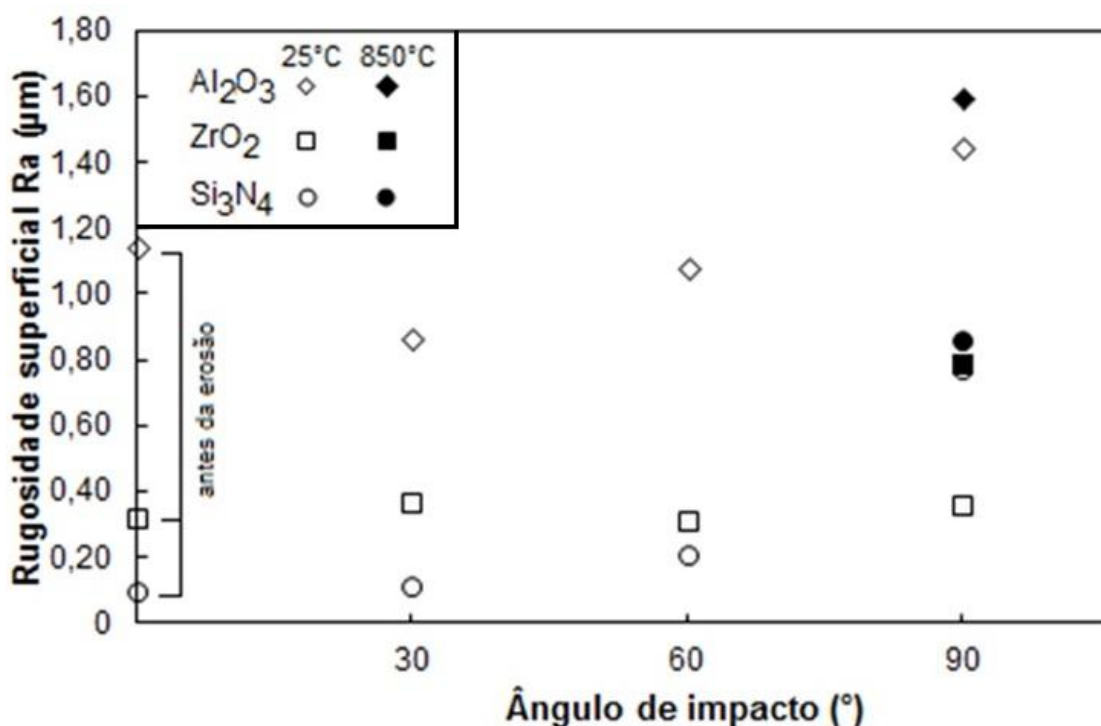


Figura 5.11 Rugosidade superficial ( $R_a$ ) da  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , da  $\text{ZrO}_2$  e do  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , antes do ensaio de erosão e após erosão, em função do ângulo de impacto (30°, 60° e 90°) à temperatura ambiente (25°C) e à 850°C para o ângulo de impacto de 90°.

Pelos valores obtidos é possível constatar que a rugosidade superficial após ensaio de erosão variou diferentemente de material para material. A  $\text{ZrO}_2$  apresentou pequena variação de rugosidade em função do ângulo de impacto à temperatura ambiente, e foi o material com menor rugosidade para o ângulo de 90°. Já a  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e o  $\text{Si}_3\text{N}_4$  apresentaram significativamente maiores valores de rugosidade para o ângulo de 90°, o que pode ser associado à formação de maiores irregularidades superficiais pelo ataque do erodente. A Figura 5.12



apresenta um comparativo das imagens por MEV da superfície das amostras após ensaio de erosão a 90° à temperatura ambiente.

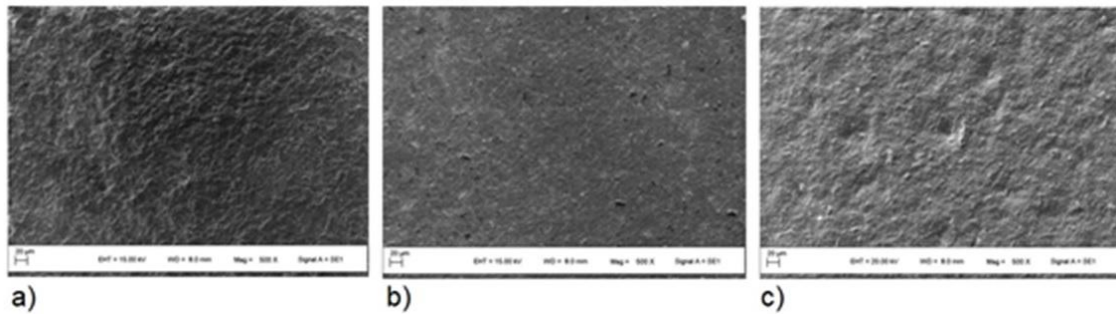


Figura 5.12. Imagens por MEV da superfície das amostras após ensaio de erosão a 90° em à temperatura ambiente. Formação de irregularidades na superfície da  $Al_2O_3$  (a); e  $ZrO_2$  (b); e  $Si_3N_4$  (c); Aumento 500X.

Também pelo gráfico da Figura 5.11, pode-se constatar que a  $Al_2O_3$  sofre um “polimento” durante o ensaio de erosão com ângulo de impacto de 30°, pois a rugosidade superficial dessa amostra é menor que a da  $Al_2O_3$  antes do ensaio. Para ângulos de impacto maiores, o efeito do ataque erosivo torna-se acentuado, o que não só evidenciado pelo aumento da rugosidade superficial após erosão, mas até mesmo por imagens de MEV, como as apresentadas na Figura 5.13. Antes do ensaio de erosão, era possível distinguir o contorno de grãos; após o ensaio, a superfície perde uma mais clara definição.

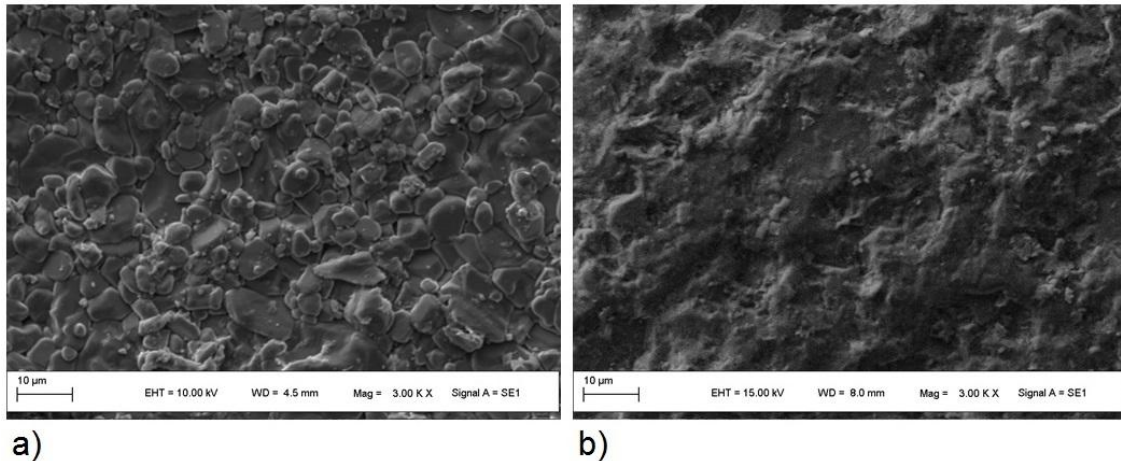


Figura 5.13 Imagens por MEV da superfície da  $Al_2O_3$  antes do ensaio (a) e após ensaio de erosão a  $90^\circ$  à temperatura ambiente (b). Aumento MEV: 3000X.

Outra constatação interessante ainda pela Figura 5.11 é o significativo aumento ( $\sim 120\%$ ) da rugosidade superficial da  $ZrO_2$  após erosão com ângulo de impacto de  $90^\circ$  à  $850^\circ$ , comparando-se com a rugosidade superficial da  $ZrO_2$  após erosão à temperatura ambiente, com o mesmo ângulo de ataque de  $90^\circ$ . A rugosidade superficial das amostras de  $Al_2O_3$  e  $Si_3N_4$  após o ensaio à quente com ângulo de impacto de  $90^\circ$ , foi superior ao da à temperatura ambiente, porém em torno de 10% maior para ambos materiais.

A Figura 5.14 apresenta um comparativo das imagens por MEV da superfície das amostras de  $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$  e  $Si_3N_4$  após ensaio de erosão a  $90^\circ$  à temperatura de  $850^\circ C$ .

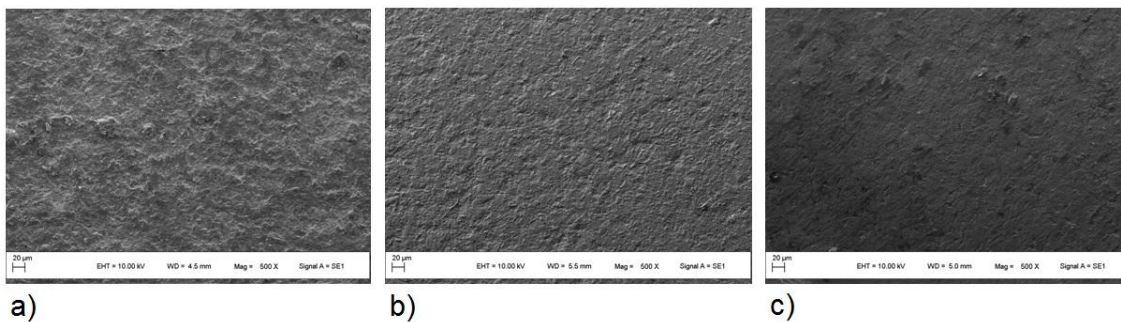


Figura 5.14 Imagens por MEV da superfície das amostras após ensaio de erosão a  $90^\circ$  à temperatura de  $850^\circ C$ . A  $Al_2O_3$  (a);  $ZrO_2$  (b) e  $Si_3N_4$  (c). Aumento MEV: 500X.

## ANÁLISE DOS RESULTADOS PELAS EQUAÇÕES DE WIEDERHORN E DE EVANS

Para a construção do gráfico comparativo dos resultados experimentais com os obtidos pela aplicação das equações propostas por Wiederhorn *et al.* [20] e por Evans *et al.* [25], foram considerados os valores obtidos pela alumina, tanto os experimentais quanto os oriundos das equações, como 100%, sendo então calculados, os obtidos pela  $ZrO_2$  e  $Si_3N_4$ , tanto os experimentais quanto os teóricos, como percentuais desse. Com isso, para os ângulos de ataque  $30^\circ$  e  $60^\circ$ , a aplicação do seno do ângulo de ataque com a normal no cálculo da estimativa do desgaste pelas equações não modifica o percentual em relação à alumina dos valores para  $ZrO_2$  e  $Si_3N_4$ . A Figura 5.15 apresenta essas comparações para as condições de desgaste erosivo investigado a temperatura ambiente.

As equações de Evans *et al.* [25] e de Wiederhorn *et al.* [20] foram concebidas para materiais de comportamento frágil, e tentam prever a quantidade de material removido pelo impacto de uma partícula erosiva. Quando aplicadas para solicitações de múltiplos impactos, não levam em consideração os impactos adjacentes. Portanto, na solicitação de múltiplos impactos, representam uma tendência de comportamento quando comparado com outros materiais ou diferentes solicitações para um mesmo material.

A observação do gráfico comparativo permite constatar que os resultados experimentais e os obtidos, aplicando os modelos matemáticos de Evans e Wiederhorn, têm uma aproximação de valores, dentro do erro calculado para o ensaio, para a  $Al_2O_3$  e a  $ZrO_2$  investigadas. Já os valores experimentais do  $Si_3N_4$  diferiram significativamente dos obtidos na aplicação dos modelos matemáticos. Ambos modelos preveem para o  $Si_3N_4$  um desgaste erosivo mais próximo, mas mesmo assim bem distantes, dos calculados para a  $Al_2O_3$  e  $Si_3N_4$ .

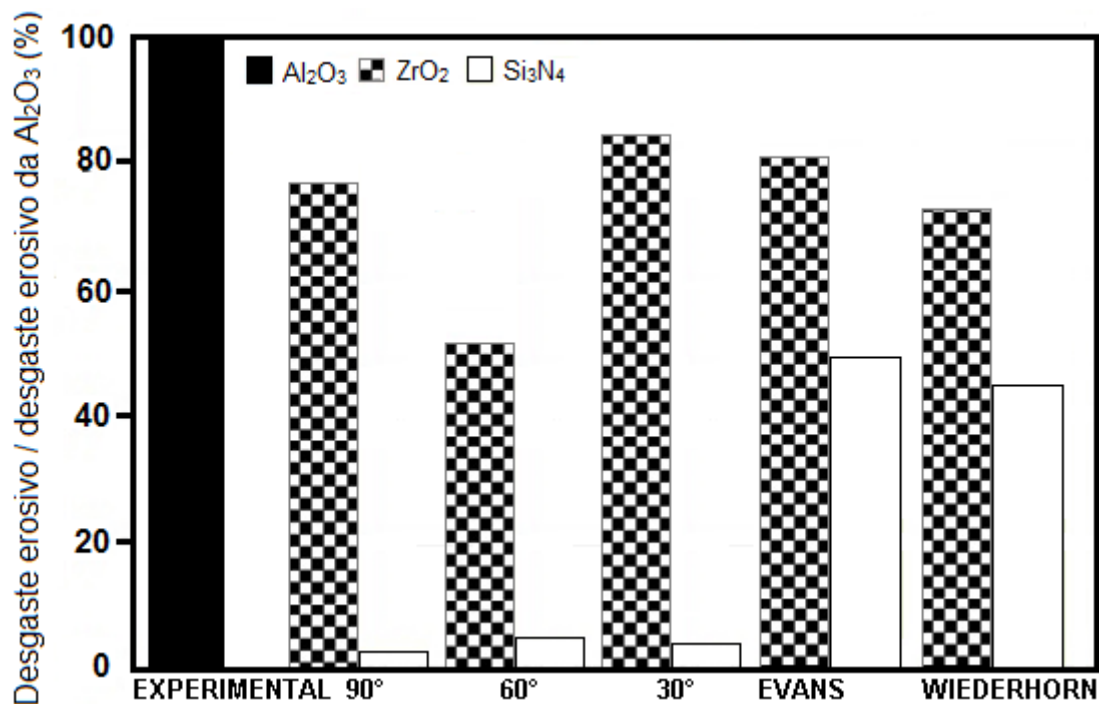


Figura 5.15 Comparação entre os resultados experimentais da taxa de erosão à temperatura ambiente e ângulo de impacto de 90°, 60° e 30°, e os valores calculados através das equações de Evans *et al.* [25] e Wiederhorn *et al.* [20].

Analisando os termos considerados pelas equações propostas por Wiederhorn e por Evans, para a estimativa do desgaste erosivo, além da velocidade, raio e densidade da partícula erosiva (iguais para todos os materiais investigados), considera-se a tenacidade à fratura e a dureza do material que sofre o ataque erosivo. Embora ambas equações atribuam igual peso à tenacidade à fratura do material na estimativa do dano pela erosão, um expoente igual a  $-4/3$  ( $K^{4/3}$ ), diferem significativamente quanto à influência da dureza do material que sofre o desgaste na estimativa do dano. A equação proposta por Wiederhorn *et al.* [20] utiliza um expoente igual a  $1/9$  ( $H^{1/9}$ ) para a dureza, enquanto que Evans *et al.* [25] propõe um expoente para a dureza de  $-1/4$  ( $H^{1/4}$ ).

Interessante, então, analisar essas duas propriedades do material que sofre o desgaste erosivo, tenacidade à fratura e dureza, em separado, na sua relação com os resultados experimentais obtidos para os 3 materiais cerâmicos investigados.

A Figura 5.16 apresenta a relação entre a taxa de erosão e a tenacidade à fratura da  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  e  $\text{Si}_3\text{N}_4$  em todas as condições investigadas de desgaste erosivo. O  $\text{Si}_3\text{N}_4$  apresentou menor taxa de erosão e possui o maior valor de tenacidade à fratura; já a  $\text{Al}_2\text{O}_3$  apresentou maior taxa de erosão e menor valor de tenacidade à fratura, e a  $\text{ZrO}_2$ , cuja tenacidade à fratura situa-se intermediariamente a dos dois outros materiais, também apresentou taxa de erosão intermediária a desses materiais. Portanto, com exceção do ensaio com o ângulo de ataque de  $90^\circ$  a  $850^\circ\text{C}$  para a  $\text{ZrO}_2$ , obteve-se uma excelente relação entre a tenacidade à fratura e o dano sofrido pelo material cerâmico submetido ao ataque erosivo. Como visto anteriormente, o comportamento anômalo da  $\text{ZrO}_2$  quando sob erosão a quente ( $850^\circ\text{C}$ ) a  $90^\circ$  é devido muito provavelmente ao alívio de tensões que eliminaria o reforço na estrutura pela transformação de fase de tetragonal para monoclinica, que explicaria a maior resistência ao desgaste erosivo para a  $\text{ZrO}_2$  em relação a  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , por exemplo, à temperatura ambiente.

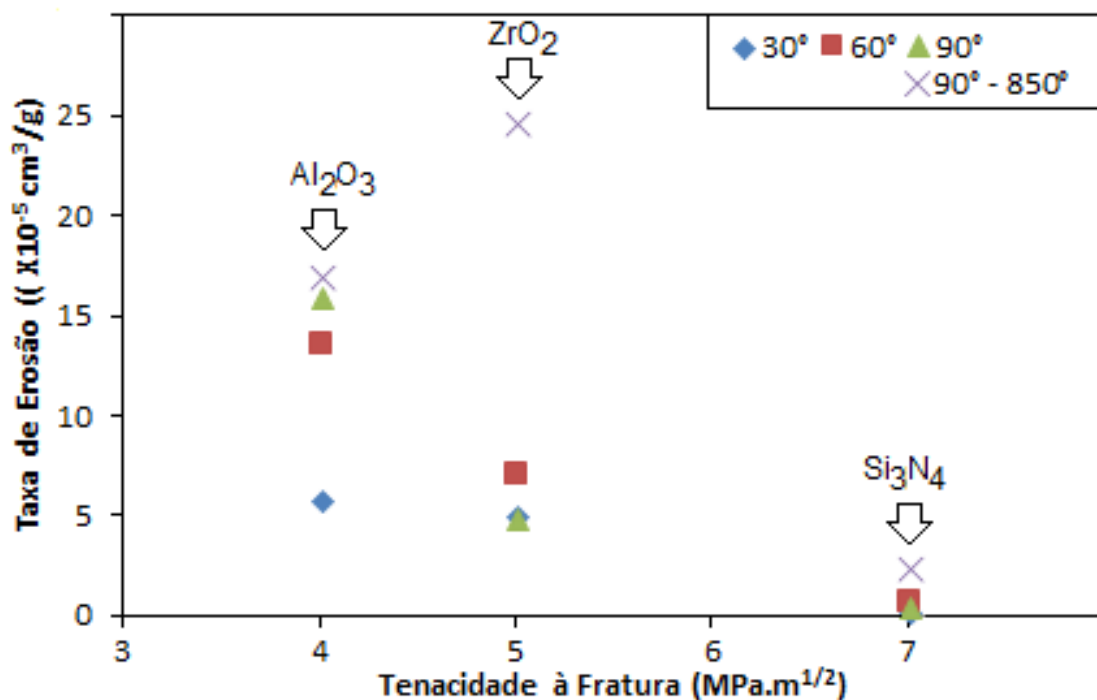


Figura 5.16 Taxa de erosão em função da tenacidade à fratura para os materiais ensaiados à temperatura ambiente e nos diferentes ângulos de impacto.

A Figura 5.17 apresenta a variação da taxa de erosão, em perda de volume por massa de erodente impactada sobre os corpos cerâmicos, em função da dureza dos materiais cerâmicos. Não foi possível observar uma relação direta entre a taxa de erosão e a de dureza, pois o  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , que foi o material que apresentou menor taxa de erosão, possui dureza intermediária entre a da  $\text{ZrO}_2$  e a da  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Também, foi verificado que a  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , o material de maior dureza, foi o que apresentou a maior taxa de erosão nos testes realizados.

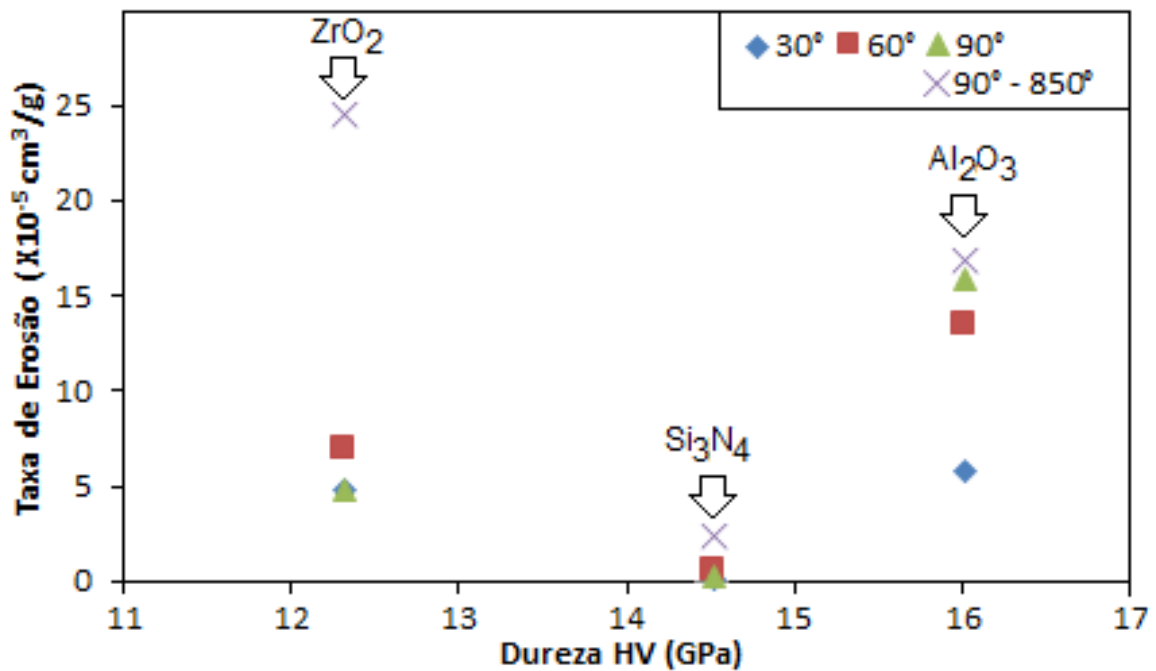


Figura 5.17 Taxa de erosão em função da dureza para os materiais ensaiados em temperatura à ambiente e nos diferentes ângulos de impacto.

A dureza é propriedade considerada de importância no desgaste de materiais, mas a sua relação ainda é ambígua. Segundo Wiederhorn *et al.* [20], a quantidade de lascas desprendidas da superfície de um material no desgaste erosivo é proporcional à máxima carga durante o impacto: a relação entre a carga e a dureza sugere que a taxa de erosão aumenta com o aumento da dureza. A penetração (dureza) seria também relevante porque determina a profundidade abaixo da superfície onde as trincas laterais se formam: maior a penetração (menor dureza), maior a taxa de erosão.

## 6 CONCLUSÕES

Os resultados experimentais obtidos no desenvolvimento deste trabalho evidenciaram a dependência da resistência à erosão dos materiais cerâmicos a suas propriedades mecânicas.

Os maiores valores da taxa de erosão foram obtidos nos ângulos de 60° e 90°, mostrando que os materiais cerâmicos são mais resistentes à erosão em ângulos de impacto menores.

Os modelos matemáticos apresentados não correspondem ao comportamento de todos os materiais cerâmicos. A  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e a  $\text{ZrO}_2$  tiveram seus comportamentos representados pelos modelos, já o  $\text{Si}_3\text{N}_4$  apresentou uma taxa de erosão inferior ao descrito pelos modelos.

A  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e o  $\text{Si}_3\text{N}_4$  tiveram um leve aumento na taxa de erosão quando submetidas à erosão na temperatura de 850°C, com ângulo de ataque de 90°C. Nas mesmas condições, a  $\text{ZrO}_2$  apresentou um grande acréscimo da taxa de erosão, o que foi associado à influência nas suas propriedades mecânicas pela menor quantidade de fase tetragonal na sua estrutura como efeito da temperatura de ensaio.

Foi possível verificar que a relação entre as propriedades mecânicas e a resistência ao desgaste dos materiais cerâmicos sugerem uma maior influência da tenacidade à fratura do que a da dureza, para definir o comportamento do material em resposta às solicitações erosivas. Assim, a tenacidade à fratura seria um excelente indicativo, e melhor, em relação à dureza, de desempenho dos materiais cerâmicos quando submetido ao desgaste por erosão.

## 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir da realização do presente trabalho, pode-se sugerir os seguintes trabalhos futuros:

- Estudo sobre o comportamento dos materiais cerâmicos no que se refere a taxa de erosão ao longo do tempo. Este estudo deverá determinar se a taxa de erosão dos materiais analisados apresenta um comportamento linear ou se há um período de incubação no início da erosão.

- Estudo sobre o comportamento dos materiais cerâmicos ao ensaio de desgaste erosivo com outras dimensões das partículas erosivas, partículas maiores.

- Estudo sobre o comportamento dos materiais cerâmicos ao ensaio de desgaste erosivo com outras velocidades da partícula erosiva, velocidades maiores.

- Estudo a respeito do comportamento de outros materiais cerâmicos de Engenharia em relação aos modelos matemáticos, visando não somente verificar quais desses materiais apresentam um comportamento previsto por esses modelos, como também elencar fatores que possam determinar o comportamento quanto à erosão.

- Estudo comparativo sobre a relação existente entre a microestrutura dos materiais cerâmicos e o valor da tenacidade à fratura, determinando se as alterações na microestrutura do material são representadas pelo valor da tenacidade à fratura.

- Estudo sobre a influência do tamanho e formato dos grãos na taxa de erosão e no modo de fratura dos materiais.



## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM G76-13:** Standard Test Method for Conducting Erosion Tests by Solid Particle Impingement Using Gas Jets. Pensilvânia, EUA, 2013.
2. CALLISTER, W.D.; RETHWISCH, D.G.. **Ciência e Engenharia dos Materiais: uma introdução**. 9. Ed. LTC. Rio de Janeiro – 2016.
3. SCHWARTZ, M. **Handbook of Structural Ceramics**. McGraw-Hill, EUA – 1992.
4. STUMPF, A.S.G. **Comportamento Mecânico de Cerâmicas a Base de Alumina e de Alumina-Feldspato em Meio de Ácido Acético (4%)**. 2009. 285 f. Tese (Doutorado em Engenharia). UFRGS, Porto Alegre – 2009.
5. Portal da web on-line da (*American Ceramic Society*) disponível em: <<http://ceramics.org/learn-about-ceramics/structure-and-properties-of-ceramics>>. Acessado em: agosto de 2017.
6. ARNT, A.B.C. **Resistência ao Desgaste Abrasivo de Revestimentos Cerâmicos Aplicados por Aspersão Térmica**. 1999. 110 f. Tese (Doutorado em Engenharia). UFRGS, Porto Alegre, 1999.
7. MESSLER, R.W.J. **Joining of Advanced Materials**. Butterworth-Heinemann, EUA, 1993.
8. PHILLIPS, G. C. **A Concise Introduction to Ceramics**. Van Nostrand Reinhold, EUA, 1991.
9. PATTEE, H.R.; EVANS, R.M.; MONROE, R.E. Joining Ceramics and Graphite to Other Materials. **National Aeronautics and Space Administration**, EUA, 1968.
10. AUERKARI, P. Mechanical and Physical Properties of Engineering Alumina Ceramics. **Technical Research Centre of Finland (VTT)** Research notes, V. 1792, 1996.
11. BUTLER, E.P. Transformation-Toughened Zirconia Ceramics. **Mater Sci. Techn.** V.1, p. 417-432, 1985.
12. ESCRIBANO, V.S.; LOPEZ, E.F.; PANIZZA, M.; RESINI, C.; AMORES, J.M.G.; BUSCA, G. Characterization of Cubic Ceria-zirconia Powders by X-ray Diffraction and Vibrational and Electronic Microscopy. **Solid State Sciences**, V.5, n.10, p. 1369-1376, 2003.
13. SANTOS, L.A. **Avaliação da Resistência ao Cisalhamento da Zircônia Após Diferentes Tratamentos de Superfície**. 2011. 100 f. Dissertação (Mestrado em Ciências). USP, Bauru, 2011.
14. MILANI, R.. **Nitretação a Plasma de Zircônia Parcialmente Estabilizada**. 2009. 70 f. Dissertação (Mestrado em Ciências e Engenharia). UCS, Caxias do Sul, 2009.
15. AQUARO, D.; FONTANI, E. Erosion of Ductile and Brittle Materials. **Meccanica**, V.36, P.651-661, 2001.

16. BITTER, J.G.A.. A Study of Erosion Phenomena – Part I. **Wear**, V. 6, 5-21, 1963.
17. FINNIE, I. Erosion of Surfaces by Solid Particles. **Wear**, V.3, p. 87-103, 1960.
18. VICENZI, J. **Relação entre Microestrutura e Erosão (A Frio e a Quente) de Revestimentos do Sistema NiCr-Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> Obtidos por Aspersão Térmica**. Tese (Doutorado em Engenharia). 2007. 264f. UFRGS, Porto Alegre, 2007.
19. HOCKEY, B.J., WIEDERHORN, S.M., JOHNSON, H. Erosion of Brittle Materials by Solid Particle Impact. **Inst. of Mater. Research, Nat. Bureau of Std.**, EUA, 1978.
20. WIEDERHORN, S.M.; HOCKEY, B.J. Effect of Material Parameters on the Erosion Resistance of Brittle Materials. **J. of Mat. Sc.**, V.18, p. 766-788, 1983.
21. QUINN, G.D.; SALEM, J.; BAR-ON, I.; CHO, K.; FOLEY, M.; FANG, H. Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Room Temperature. **Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology**. V. 7, N. 5, 1992.
22. CARTER, C.B.; NORTON, M.G. **Ceramic Materials Science and Engineering**. Bücher, 2013.
23. CHICOT, D.; TRICOTEAUX, A. **Ceramic Materials**. Wilfried Wunderlich, 2010.
24. CHANTIKUL, P., ANSTIS, G.R.; LAWN, B.R.; MARSHALL, D.B. A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: II. **J. Am. Ceram. Soc.** V. 64, p. 539-543, 1981.
25. EVANS, A.G.; GULDEN, M.E.; ROSENBLATT, M. Impact Damage in Brittle Materials in the Elastic-Plastic Response Regime. **Royal Soc. London**, V. 361, p. 343-365, 1978.
26. GULDEN, M.E. Correlation of Experimental Erosion Data with Elastic-Plastic Impact Models. **Am. Ceramic Soc.**, 1981.
27. WIEDERHORN, S.M.; LAWN, B.R. Strength Degradation of Glass Impacted with Sharp Particles: I, Annealed Surfaces. **J. Am. Soc.**, p. 62-69, 1979.
28. RITTER, J.E. Erosion Damage in Structural Ceramics. **Mat. Science and Eng.**, V. 71, p. 195-201, 1985.
29. RITTER, J.E.; STRZEPA, P.; JAKUS, K.; ROSENFELD, L.; BUCKMAN, K.J. Erosion Damage in Glass and Alumina. **J. Am. Ceramic Soc.**, V. 67, p. 769-780, 1984.
30. SONG, Y.J., O’SULLIVAN, D., FLYNN, R. HAMPSHIRE, S. Sintering of Silicon Nitride Ceramics and Composites. **Key Engineering Materials**, V. 86-87, p. 263-270, 1993.
31. PEREIRA, J.L. **Desenvolvimento de Cerâmicas a Base de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> para Aplicações Estruturais**. 2016. 89 f. Dissertação (Mestrado em Materiais). UniFOA, Volta Redonda, 2016.

32. MITOMO, M., UENOSONO, S. Microstructural Development During Gas-Pressure Sintering of  $\alpha$ -Silicon Nitride. **J. Am. Ceramic Soc.**, V. 105, p. 105-108, 1992.
33. ALI, S.E., KATHIGEYAN, S., DEIVANAI, M., MANI, R. Zirconia: Properties and Application – A Review. **Pakistan Oral & Dental Journal**, V. 34, N.1, 1994.
34. RICHERSON, D.W. **Modern Ceramic Engineering: Properties, Processing and Use in Design**. Marcel Dekker, Inc., New York, 1992.
35. Portal da web on-line (*Australian National University*) disponível em: <<http://press-files.anu.edu.au/downloads/press/p30761/html/ch03.html>>. Acessado em: agosto de 2017.
36. MADRUGA, T.P., BERGMANN, C.P., SILVEIRA, M.M. Resistência ao Desgaste de Aluminas. **Anais do 38º Congresso Brasileiro de Cerâmica**, V.1, p. 198-203, 1994.
37. Portal da web on-line da (*ResearchGate*) disponível em: <[https://www.researchgate.net/figure/256971694\\_fig3\\_Fig-3-Single-edge-notched-specimen-for-the-three-point-bending-tests](https://www.researchgate.net/figure/256971694_fig3_Fig-3-Single-edge-notched-specimen-for-the-three-point-bending-tests)>. Acessado em: agosto de 2017.
38. JOST, H.P. Lubrification (Tribology) – A Report of the Present Position and Industry Needs. **Dep. of Education and Science**, H.M. Stationary Office, London, 1966.
39. ZUM GAHR, K.-H. **Microstructure and Wear of Materials**. Wear, 1987.
40. HOPPERT, S. Alumina Ceramics – Superior Materials for Protection Against Wear and Corrosion. **Siegburg**, p.3-11, 1989.
41. PETERSON, M.B. Classification of Wear Processes. **Wear Control Handbook**, New York, p. 9-15, 1980.
42. GATES, J.D., GORE, G.J. Wear of Metals: Philosophies and Practicalities. **Materials Forum**, V. 19, p. 53-89, 1995.
43. Deutsches Institut für Normung. **DIN 50320**: Wear, Terms, System Analysis of Wear Processes, Classification of the Field of Wear. Alemanha, 1979.
44. BALL, A. The Mechanisms of Wear , and the Performance of Engineering Materials. **J.S. Afr. Inst. Min. Metall.** V. 86, N.1, p. 1-13, 1986.
45. GOU, D.Z., WANG, L.J., LI, J.Z. Erosive Wear of Low Chromium White Cast Iron. **Wear**, V. 161, p.173-178, 1992.
46. BERTHIER, Y. Experimental Evidence of Friction and Wear Modeling. **Wear**, V. 139, p. 77-92. 1990.
47. FINNIE, I. Some Reflections on the Past and Future of Erosion. **Wear**, V 186-187, p. 1-10, 1995.
48. SUNDARARAJAN, G., ROY, M. Solid Particle Erosion Behavior of Metallic Materials at Room and Elevated Temperatures. **Tribology International**, V.30, p. 339-359, 1997.
49. MONTGOMERY, J.E., CLARKE, J.M. **SAE Summer Meetings**, New York, paper 538A, 1962.

50. YOUNG, J.P., RUFF, A.W. **J. Eng. Mater. Tech**, trans ASME, V.99, p.121, 1977.
51. GOODWIN, J.E., SAGE, W., TILLY, G.P. **Proc. Inst. Of Mech. Eng.**, V.279, p.184, 1969-1970.
52. WOOD. C.D., ESPENSCHADE, P.W. **SAE Summer Meetings**, New York, paper 880, 1964.
53. SHELDON, G.L., FINNIE, I. **Trans. ASME**, V.88B, p. 387,1966.
54. ZHOU, J.R., BAHADUR, B. Effect of Blending of Silicon Carbide Particles in Varying Sizes on the Corrosion of Ti-6Al-4V. **Wear**, V.132, p. 235-246, 1989.
55. BAHADUR, S., BADRUDDIN, R. Erodent Particle Characterization and the Effect of Particle Size and Shape on Erosion. **Wear**, V. 138, p. 189-208, 1990.
56. BROWN, R., KOSCO, S., JUN, E.J. The Effect of Particle Shape and Size on Erosion of Aluminum Alloy 1100 at 90° Impact Angles. **Wear**, V. 88, p. 181, 1983.
57. COUSENS, A.K., HUTCHINGS, I.M. **Proc. 6<sup>th</sup> Int. Conf. on Erosion by Liquid and Solid Impacts** (Eds. Field, J.F. and Corney, N.S.) Cavendish Laboratory, Cambridge University, 1983.
58. LEIBHARD, M., LEVY, A.J. The Effect of Erodent Particle Characteristics on the Erosion of Metals. **Wear**, V. 151, p. 381-390, 1991.
59. LEVY, A.V., CHIK, P. The Effects of Erodent Composition and Shape on the Erosion of Steel. **Wear**, V. 89, p. 151-162, 1983.
60. LEVY, A.V. **Solid Particle Erosion and Erosion-Corrosion of Materials**. ASM International, EUA, 1995.
61. WADA, S., WATANABE, N. Solid Particle Erosion of Brittle Materials (Part 3) – The Interaction with Material Properties of Target and That of Impingement Particle on Erosive Wear Mechanism. **Yogio Kyodai Shi**, V. 95, p. 573- 578, 1987.
62. MARQUES, C.M. **Relação Entre microestrutura e Desgaste Erosivo a Frio e a Quente em Materiais Cerâmicos a Base de Alumina**. 170 f. Tese (Doutorado em Engenharia) UFRGS, Porto Alegre, 2006.
63. SUBASH, G., MAITI, S., GEUBELLE, P.H., GHOSH, D. Recent Advances in Dynamic Indentation Fracture, Impact Damage and Fragmentation of Ceramics. **J. Am. Ceram. Soc.**, V.91, p. 2777-2791, 2008.
64. WELLMAN, R.G., ALLEN, C. The Effects of Angle of Impact and Material Properties on the Erosion Rates of Ceramics. **Wear**, V. 186-187, p. 117-122, 1995.
65. LAWN, B.R., MARSHALL, D.B. Hardness, Toughness and Brittleness: an Indentation Analysis. **J. Am. Ceram. Soc.** V. 62, p. 347-350, 1979.
66. QUINN, G.. Hardness Testing of Ceramics. Disponível em: <<http://www.metallography.com/ceramics/ceramics.htm>>. Acesso em: set. 2017.

67. GHARAGOZLOU, Y.. Instron. Disponível em: <<http://www.instron.us/en-us/our-company/library/test-types/hardness-test/knoop-test>>. Acesso em: set. 2017.
68. MATHERS, G.. Hardness Testing Part 1. Disponível em: <<http://www.twi-global.com/technical-knowledge/jobknowledge/hardness-testing-part-1-074/>>. Acesso em: set. 2017.
69. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C1327-15**: Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of advanced Ceramics. Pensilvânia, EUA, 2015.
70. ROESLER, F.C. **Proc. Phys. Soc. London**. V. B69, p. 981-992, 1956.
71. WIEDERHORN, S.M.; LAWN, B.R. Strength Degradation of Glass Resulting from Impact with Spheres. **J. Am. Ceramic Soc.**, V. 60, p. 451-458, 1977.
72. TRAITEL, M. **Desenvolvimento de cerâmicos à base de alumina infiltrada com vidro para próteses fixas odontológicas**. Dissertação (Mestrado em Materiais) IME, Rio de Janeiro, 2006.
73. RANDALL, M. **Fundamentals of Sintering**. Engineering of Sciences and Mechanics Department, Ceramic Monographs, Schmid Verlag, Alemanha, p. 260-269, 1991.
74. GARVIE, R.G, HANNINK, R.H., PASCOE, R.T. Ceramic Steel? **Nature**, V. 258, N. 5537, p. 703-704, 1975.
75. SUBBARAO, E.C., MAITI, H.S., SRIVASTAVA, K.K. Martensitic Transformation in Zirconia. **Phys. Stat. Sol.**, V.21, p.9-40, 1974.
76. SUH, M.-S., KOHYAMA, A. Effect of Porosity on Particle Erosion Wear Behaviour of Lab. Scale SiC<sub>f</sub>/SiC Composites. **Int. J. of Modern Physics**, Kyoto University, 2008.
77. Portal da web on-line (*Kyocera Corporation*) disponível em: <<https://global.kyocera.com/prdct/fc/product/pdf/material.pdf>>. Acessado em: setembro de 2017.
78. Portal da web on-line (*Airblast Abrasives*) disponível em: <<https://www.airblast.com/media/org/55958221b65680098c3712420f6ebd78.pdf>>. Acessado em: setembro de 2017.
79. Portal da web on-line (*Associação Brasileira de Cerâmica*) disponível em: <<http://abceram.org.br/materias-primas-sinteticas/>>. Acessado em: setembro de 2017.
80. Portal da web on-line (*Jinlin Corundum*) disponível em: <<http://www.fusedalumina1.com/80.html>>. Acessado em: setembro de 2017.
81. RUFF, A.W. Characterization of Debris Particles Recovered from Wearing Systems. **Wear**, V. 42, p. 49-62, 1977.
82. HUTCHINGS, I. M. Mechanical and Metallurgical Aspects of the Erosion of Metals. **Wear**, p. 393-427, 1979.
83. OKA, Y. I. *et al.* Control and Evaluation of Particle Impact Conditions in a Sand Erosion Test Facility. **Wear**, V. 250, p. 736-743, 2001.

84. SMELTZER, G. L. et al. Mechanism of sand and Dust Erosion in Gas Turbine Engines. **Usaav Labs. Tech. Rept.**, p 36-70, 1970.
85. MIZUHARA, H.; MALLY, K. Ceramic-to-Metal Joining with active Brazing Filler Metal. **Welding Journal**, p. 27-32, 1985.
86. BITTER, J.G.A. A Study of Erosion Phenomena. **Wear**, V.6, p. 5-21, 1963.
87. RUFF, A.W., IVES, L.K. Measurement of Solid Particle Velocity in Erosive Wear. **Wear**, V.35, p.195-199, Netherlands, 1975
88. HOVIS, S.K. ANAND, K., CONRAD, H., SCATTERGOOD, R.O. A New Method of Velocity Calibration for Erosion Testing. **Wear**, V.101, p. 69-76, Netherlands, 1985.
89. HOLMAN, J.P. **Experimental Methods for Engineers**. 8 Ed. McGraw Hill, EUA – 2012.
90. CELOTTA, D.W.; QURESHI, U.A.; STEPANOV, E.V.; GOULET, E.P.; BUCKBERRY, C.H.; HILL, R.; SHERICAR, R.V.; MOSHREFI-TORBATI, M.; WOOD, R.J.K.. Sand Erosion Testing of Novel Compositions of Hard Ceramics. **Wear**, V. 265, p. 278-283, 2007.
91. OKA, Y.I.; OHNOGI, H.; HOSOKAWA, T.; MATSUMARA, M. The Impact Angle Dependence of Erosion Damage Caused by Solid Particle Impact. **Wear**, V. 205-204. P. 573-579, 1997.
92. SHIPWAY, P.H.; HUTCHINGS, L.M. The Rôle of Particle Properties in the Erosion of Brittle Materials. **Wear**, V. 193, p. 105-113, 1996.
93. GULDEN, M.E. Solid Particle Erosion of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Materials. **Wear**, V.69, p. 115-129, 1981.
94. RITTER, J.E.; CHOI, S.R.; JAKUS, K.; WHALEN, P.J.; RATEICK, R.G.Jr. Effect of Microstructure on the Erosion and Impact Damage of Sintered Silicon Nitride. **J. of Mat. Sc.**, V. 26, p. 5543-5546, 1991.
95. FANG, M.; LIU, F.; MIN, X.; HUANG, Z.; LIU, Y.; WU, X.; TANG, C.; ZHANG, L.; PENG, F. Effect of temperature on solid particle impact erosion wear mechanism of 5% Yttria Sabilized Zirconia ceramics. **Ceramics International**, V. 41, P 6807-6811, 2015.
96. SWAB, J. Properties of Yttria-Tetragonal Zirconia Polycrystal (Y-TZP) Materials After Long-Term Exposure to Elevated Temperatures. **U.S. Dept. Energy**, 1989.
97. ISHIHARA, S., GOSHIMA, T., McEVELY, A.J., ISHIZAKI, T. On Fatigue Damage and Small-Crack Growth Behavior of Silicon Nitride Under Cyclic Thermal-Shock Loading. **Wear**, 1999.
98. ANDREIUOLO, R.; GONÇALVES, S. A.; DIAS, K. R. H. C. A Zircônia na Odontologia Restauradora. **Rev. Bras. Odontol.**, V. 68, n. 1, p. 49-53, 2011.
99. KELLY, R.; DENRY, I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: An overview. **Dental Materials**, V. 24, p. 289-298, 2008.

100. VAGKOPOULOUS, T. et al. Zirconia in Dentistry: Part 1. Discovering the Nature of a Upcoming Bioceramic. The European Journal of Esthetic Dentistry, v. 4, n. 2, 2009. Disponível em: < <http://befaith.com.tw/UserFiles/File/JOURNAL/2010%2004/52.pdf> >.
101. WANG, X. Phase transformation in TZP-ZrO<sub>2</sub> under local stress and numerical simulation. Tese de Doutorado 7 Mathematisch-Naturwissenschaftliche Fakultät, Tübingen.2010.
102. ZOLOTAR, M. S. Degradação da Microestrutura e da Tenacidade à Fratura da Zircônia Tetragonal Policristalina com Adições de Ítria em Meio Aquoso Fisiológico. Dissertação de Mestrado Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Estadual de Campinas, Campinas - SP.1995.
103. SANTOS, H.E.S.; ELIAS, C.N.; SANTOS, C.; RESENDE, C.R.S.. Caracterização da Zircônia Policristalina Estabilizada por Ítria por Difração de Raios-X. **CIT**, P. 41-57, 1º trimestre 2014.
104. CHOI, H.- J.; HAN, D.- H.; PARK, D. – S.; KIM, H.- D.; HAN, B.- D.; LIN, D.- S.; KIM, I.- S. . Erosion Characteristics of Silicon Nitride Ceramics. **Ceram. Intr.**, V. 29, P. 713-719, 2003.
105. MORE, S.R.; BHATT, D.V.; MENGHANI, J.V.. Recent Research Status on Erosion Wear – An Overview. **Mat. Today**, V. 4, P. 257-266, 2017.
106. Portal da web on-line (Science Direct) disponível em: < <https://www.sciencedirect.com/> >. Acessado em: junho de 2018.
107. ZHOU, J., BAHADUR, S. Erosion Characteristics of Alumina Ceramics at High Temperatures. **Wear**, V. 181-183, P. 178 – 188, 1995.
108. BOCANEGRA-BERNAL, M.H.; MATOVIC, B. Mechanical Properties of Silicon Nitride – Based Ceramics and Its Use in Structural Applications at High Temperatures. **Mat. Science and Engineering**, V. A 527, P. 1314 – 1338, 2010.
109. SÁNCHEZ – GONZÁLEZ, E.; MIRANDA, P.; MELÉNDEZ – MARTÍNEZ, J. J. ; GUIBERTEAU F.; PAJARES, A. Temperature Dependence of Mechanical Properties of Alumina up to the Onset of Creep. **J. of the European Ceramic Soc.**, V. 27, P. 3345 – 3349, 2007.
110. HOFFMANN, M. J. High Temperature Properties of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Ceramics. **MRS Bulletin**, P. 28 – 32, fevereiro 1995.
111. ALPERT, C.P.; CHAN, H.M.; BENNISON, S.J.; LAWN, B.R. Temperature Dependence of Hardness of Alumina - Based Ceramics. **J. Am. Ceram. Soc.**, V. 71, P. C-371 – C-373, 1988.
112. RAMADASS, N.; MOHAN, S.C.; REDDY, S.R., SRINIVASAN, R.; SAMDANI, S.G. Studies on the Metastable Phase Retention and Hardness in Zirconia Ceramics. **Mat. Sc. and Eng.**, V.60, P. 65-72, 1983.
113. SUCKLING, M.; ALLEN, C. The Design of An Apparatus to Test Wear of a Boiler Tubes. **Wear**, V. 186-187, P. 266 – 272, 1995.

114. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM G40-17**: Standard Test Method for Conducting Erosion Tests by Solid Particle Impingement Using Gas Jets. Pensilvânia, EUA, 2017.
115. WANG, D.F.; MAO, Z. Y. A Study for Erosion of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Ceramics by Impact of Solid Particles. **Wear**, V. 199, P. 283-286, 1999.
116. OKA, Y.I.; MIHARA, S.; YOSHIDA, T. Impact-Angle Dependence and Estimation of Erosion Damage to Ceramic Materials Caused by Solid Particle Impact. **Wear**, V. 267, P. 129-135, 2009.