

**MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL**

**Escola de Engenharia
Programa de Pós-Graduação de Engenharia de Minas,
Metalúrgica e de Materiais – PPGEM**

**RELAÇÃO ENTRE MICROESTRUTURA E DESGASTE
EROSIVO A FRIO E A QUENTE EM MATERIAIS
CERÂMICOS À BASE DE ALUMINA**

Caio Marcelo Marques

Tese para obtenção do título de Doutor em Engenharia

Porto Alegre

2006

**MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL**

**Escola de Engenharia
Programa de Pós-Graduação de Engenharia de Minas,
Metalúrgica e de Materiais – PPGEM**

**RELAÇÃO ENTRE MICROESTRUTURA E DESGASTE
EROSIVO A FRIO E A QUENTE EM MATERIAIS
CERÂMICOS À BASE DE ALUMINA**

Caio Marcelo Marques

Engenheiro Mecânico

Proposta de tese apresentada ao programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGEM, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Doutorado em Engenharia.

Área de concentração: Ciência e Tecnologia dos Materiais.

Esta tese foi julgada para obtenção do título de Doutor em Engenharia, na área de concentração de Ciência e Tecnologia dos Materiais e aprovada em sua forma final, pelo Orientador e pela Banca Examinadora do Curso de Pós-Graduação.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Pérez Bergmann

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. Lalgudi Venkataraman Ramanathan

Prof. Dr. Elídio Angioletto

Prof. Dr. Saulo Roca Bragança

Prof. Dr. Antônio Cezar Farias Vilela

Coordenador do PPGEM

AGRADECIMENTOS

Ao CNPQ pela concessão de bolsas de mestrado e doutorado o que possibilitou a realização desse e de muitos outros trabalhos de pesquisa no LACER sob a orientação do Prof. Bergmann.

Aos meus pais pelo apoio, paciência e, é claro, pela educação, que é o principal requisito para que se possa ser capaz de enfrentar os inacabáveis desafios que surgem à medida que os anos vão passando e as responsabilidades vão aumentando.

Aos meus colegas de laboratório pelo respeito e também pela parceria tanto nas horas de trabalho como nas horas de se divertir. Em especial aos colegas Saulo, Daniela e Antônio que sempre deram apoio e orientação tanto pra mim quanto para a equipe que trabalhou no grupo de erosão.

Aos amigos Margarete, João Marcos, Ladeira, Trommer, Tânia, Andréia, Mônica, Rubens, Hugo, Topolski, Chambão, Xexa, Zimmer, Sérgio, Bruno e Andrei. Obrigado pela paciência de me agüentar todos esses anos. Eu sou muito chato mesmo.

Gostaria de dedicar os mais especiais agradecimentos para algumas pessoas sem as quais esse trabalho teria sido apenas uma boa idéia escrita no papel:

Ao colega Marcio por quem eu tenho enorme admiração. Foi uma pessoa que me ajudou muito e não vou enumerar suas qualidades profissionais e humanas porque vai acabar a tinta da impressora.

Aos bolsistas de iniciação científica Fernando, Ricardo, Matheus “caxa”, Fred e Bento. Essas pessoas foram as mais importantes para realização da parte prática desse trabalho, cada um dentro de suas qualidades e habilidades. Serei eternamente grato pela competência e pela dedicação de cada um deles que viveram comigo os intermináveis desafios propostos por esse trabalho. A disposição dessas pessoas em vencer esses desafios sem nunca pensar em desistir foi o que me fez acreditar que eu seria capaz concluir esse estudo.

À minha colega Juliane com quem eu convivo e trabalho há muitos anos. A “Ju” é uma pessoa que eu amo muito nesse laboratório (que o Lucas não me ouça). Ela sempre foi a pessoa com quem eu mais pude contar esses mais de 10 anos de LACER e certamente ela pode contar comigo para o que precisar agora no desenvolvimento da sua tese de doutorado.

Ao Prof. Bergmann que foi o principal responsável pela realização desse estudo. Através dele eu sempre tive recursos financeiros e humanos para trabalhar assim como a total confiança para utilizá-los. Além disso, acredito que o incentivo que ele sempre me deu, muitas vezes na forma de desafios, foi capaz de me transformar em uma pessoa mais segura e mais certa de ser capaz de lutar por aquilo que acredita. Minha gratidão por tudo isso é impossível de ser medida e não consigo expressá-la na forma de palavras.

A essa Universidade que me possibilitou um ensino gratuito e de qualidade.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	IX
LISTA DE TABELAS	XVI
LISTA DE SÍMBOLOS	XVII
RESUMO	XXI
ABSTRACT	XXII
1. INTRODUÇÃO	23
2. OBJETIVOS	28
2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	28
3. LIMITAÇÕES DO TRABALHO DE PESQUISA	30
4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	31
4.1 DESGASTE	31
4.2 EROÇÃO.....	33
4.2.1 <i>Erosão em Materiais Cerâmicos</i>	41
4.2.2 <i>Resistência à Erosão</i>	44
4.2.3 <i>Teoria da Formação de Pits</i>	55
4.2.4 <i>Teoria da Formação de uma Fratura Lateral</i>	57
4.3 MATERIAS CERÂMICOS À BASE DE ALUMINA	59
4.3.1 <i>Alumina</i>	59
4.3.1.1 <i>Estrutura e Propriedades da Alumina</i>	60
4.3.2 <i>Processamento Cerâmico</i>	66
4.3.2.1 <i>Sinterização</i>	66
5. METODOLOGIA	73
5.1 MATERIAIS.....	74
5.1.1 <i>Alumina</i>	74
5.1.2 <i>Vidro</i>	76
5.1.3 <i>Alumina Eletrofundida</i>	78
5.2 MÉTODOS.....	79
5.2.1 <i>Fabricação dos Corpos-de-Prova</i>	79
5.2.1.1 <i>Formulação</i>	80

5.2.1.2	Conformação	81
5.2.1.3	Secagem	81
5.2.1.4	Queima	82
5.2.2	<i>Caracterização dos Corpos Cerâmicos</i>	83
5.2.2.1	Porosidade Aparente, Densidade Aparente e Porosidade Total ...	83
5.2.2.2	Retração Linear	84
5.2.2.3	Resistência Mecânica	85
5.2.2.4	Determinação da Dureza e do K_{IC} dos Materiais	86
5.2.2.5	Densidade	89
5.2.2.6	Análise Microestrutural	89
5.2.3	<i>Equipamento de Desgaste Erosivo</i>	90
5.2.3.1	Sistema de Pré-Aquecimento do Ar.....	92
5.2.3.2	Sistema de Alimentação de Partículas Erodentes	93
5.2.3.3	<i>Sistema Venturi-Acelerador de Partículas</i>	95
5.2.3.4	Forno de Ensaios.....	97
5.2.4	<i>Calibração do Equipamento de Desgaste e Definição dos Parâmetros de Ensaio</i>	99
5.2.4.1	Tempo de Ensaio.....	99
5.2.4.2	Temperatura de Ensaio	99
5.2.4.3	Fluxo de Partículas	99
5.2.4.4	Vazão de Ar	101
5.2.4.5	Ângulo de Incidência do Erodente	102
5.2.4.6	Velocidade das Partículas Erodentes	103
5.2.5	<i>Ensaio de Erosão</i>	104
5.2.5.1	Determinação do Desgaste	106
5.2.6	<i>Erro das Medidas</i>	106
6.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	108
6.1	ADIÇÃO DE FASE VÍTREA.....	126
7.	CONCLUSÕES	150
8.	SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS	152
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	154
	– ANEXO I –	162

RESULTADOS DAS CARACTERIZAÇÕES EFETUADAS PARA OS CORPOS CERÂMICOS	162
--	------------

LISTA DE FIGURAS

- Figura 4.1. Tipos de desgaste: (a) abrasivo; (b) adesivo; (c) erosivo e d) cavitação (adaptado de Ball, 1986)..... 32
- Figura 4.2. Resultados experimentais para a erosão de um metal dúctil (linha contínua) e três mecanismos postulados para remoção de material (Finnie, 1995)..... 34
- Figura 4.3. 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 de grão (Madruça, Silveira e Bergmann, 1994)..... 34
- Figura 4.4. Comportamento da taxa de erosão para materiais dúcteis e frágeis (Sundararajan *et al.*, 1997)..... 36
- Figura 4.5. Variação da taxa de erosão do aço com o tamanho de partículas, em um impacto normal para diferentes velocidades de impacto (Goodwin *et al.*, 1969)..... 37
- Figura 4.6. Influência do ângulo de impacto na taxa de erosão no caso de partículas esféricas e angulares (Sundararajan e Roy., 1997)..... 38
- Figura 4.7. Influência da taxa de fluxo de partículas erosivas na taxa de erosão de um aço 1018 (Anand *et al.*, 1987)..... 39
- Figura 4.8. Diagrama típico de uma caldeira de dois passes. São indicados, o intervalo da velocidade do gás e da temperatura dos tubos (Suckling e Allen, 1997)..... 40
- Figura 4.9. Formação de uma fratura lateral causada pelo impacto de partículas duras sobre a superfície do material. A fratura lateral se forma pelo alívio de tensões da zona deformada plasticamente após gerar uma fratura radial (Wensink e Elwenspoek, 2002)..... 44
- Figura 4.10. Taxa de erosão para três diferentes erodentes em função da velocidade de impacto das partículas erodentes (Shipway e Hutchings, 1996)..... 49
- Figura 4.11. Taxa de erosão a 60 m/s colocada em função da razão entre as durezas do material base e do erodente (Shipway e Hutchings, 1996). 49
- Figura 4.12. Taxa de erosão em função de uma combinação de parâmetros base para os erodentes SiC e SiO₂ a 60 m/s (Shipway e Hutchings, 1996). 50
- Figura 4.13. Expoente de velocidade colocado em função da razão Ht/Hp. (a) Material base: vidros. (b) Material base: cerâmicos (Shipway e Hutchings, 1996)..... 51

Figura 4.14. Superfície dos vidros após a erosão. (a) Vidro borossilicato após erosão com SiC em ângulo normal e velocidade de 76 m/s. (b) Vidro sodocálcico erodido com SiC em ângulo normal e velocidade de 29 m/s (Shipway e Hutchings, 1996).....	51
Figura 4.15. Morfologia da superfície do carbeto de silício após erosão em ângulo de 90°. (a) Erodente: carbeto de silício a 76 m/s. (b) Erodente: sílica a 79 m/s (Shipway e Hutchings, 1996).	52
Figura 4.16. Morfologia da superfície do carbeto de boro após erosão em ângulo de 90°. (a) Erodente: carbeto de silício a 82 m/s. (b) Erodente: alumina a 80 m/s (Shipway e Hutchings, 1996).....	52
Figura 4.17. Superfície da zircônia após o desgaste erosivo em ângulo de 90°. (a) Erodido por SiO ₂ a 79 m/s. (b) Erodido por alumina a 74 m/s (Shipway e Hutchings, 1996).	52
Figura 4.18 – Superfície da alumina após o desgaste erosivo em ângulo de 90°. (a) Erodido por SiC a 26 m/s. (b) Erodido por SiO ₂ a 40 m/s (Shipway e Hutchings, 1996).	53
Figura 4.19. Variação da taxa de desgaste em função do tamanho de grão no processo de desgaste erosivo obtidos para diferentes aluminas (Wellman e Allen, 1995).	53
Figura 4.20. Taxa de erosão em função da temperatura em impacto normal a 50 m/s (Zhou e Bahadur, 1995).	55
Figura 4.21. Superfície da alumina Al ₄ Si após desgaste erosivo em ângulo normal. (a) 25°C (b) 800°C (Zhou e Bahadur, 1995).....	55
Figura 4.22. Formação de uma fratura lateral (Sirinivasan e Scatergood, 1988).	57
Figura 4.23. Diagrama representando os diferentes caminhos utilizados pelo processo Bayer para se obter alumina (Gallagher, 1991).	61
Figura 4.24. Forma de empacotamento das estruturas A ₂ X ₃ (coríndon) (Bonnell, 1991).	63
Figura 4.25. Variação da resistência à flexão de um material cerâmico à base de alumina em função da porosidade (Coble e Kingery, 1956 <i>apud</i> Callister, 2005).	63
Figura 4.26. Variação do módulo de elasticidade em função da porosidade de uma alumina (Coble e Kingery, 1956 <i>apud</i> Callister, 2005).	64
Figura 4.27. Variação da resistência mecânica de uma alumina policristalina sem fase vítrea (Miyayama, 1991).	65
Figura 4.28. Compactação de pós, contemplando empacotamento e elevada área superficial, fatores promotores da densificação do corpo cerâmico por sinterização (Kingery, Bowen e Uhlmann, 1976).	67

Figura 4.29. Processo de sinterização sem fase vítrea. (a) Pó apenas compactado. (b) Estágio inicial (contração do volume de poros). (c) Estágio intermediário (contornos de grãos formando contatos). (d) Estágio final (eliminação de poros) (Randall, 1991).	69
Figura 4.30. Estágio inicial da formação do pescoço entre duas partículas (Randall, 1991).	70
Figura 4.31. Transporte de matéria durante os estágios iniciais da sinterização (Kingery, Bowen e Uhlmann, 1976).	70
Figura 4.32. Modelo de retração pelo rearranjo de duas partículas adequadas para dissolução de partículas menores e reprecipitação de grandes partículas (Tomandl e Rödel, 1984).	72
Figura 4.33. Modelo clássico para sinterização por fase líquida. Na região de contato entre as partículas são geradas tensões de compressão devido à presença de fase líquida (Kwon, 1991).	72
Figura 5.1. Fluxograma da metodologia utilizada para realização deste trabalho.	73
Figura 5.2. Análise mineralógica por difração de raios-x da alumina A-2G ALCOA. A análise mostra a presença das fases coríndon (Al_2O_3) e diaoiudaoita ($NaAl_{11}O_7$).	74
Figura 5.3. Distribuição granulométrica por difração a <i>laser</i> da alumina A-2G. Tamanho médio de partícula: 4,7 μm .	75
Figura 5.4. Distribuição granulométrica por difração a <i>laser</i> da alumina APC 2011. O tamanho médio de partícula é de 2,1 μm .	76
Figura 5.5. Distribuição granulométrica por difração a <i>laser</i> do vidro após moagem e desagregação na peneira <i>mesh</i> 325. O tamanho médio de grão é de 19 μm .	78
Figura 5.6. Distribuição granulométrica por difração a <i>laser</i> da alumina eletrofundida. O tamanho médio de grão é de 184 μm .	79
Figura 5.7. Curva de queima para as formulações de (a) AL0 e AL1 e (b) AL2, AL4 e AL8.	82
Figura 5.8 – Representação esquemática do corpo-de-prova para ensaio de resistência mecânica à flexão a quatro pontos (A) e diagrama de distribuição de solicitações, momento fletor (B).	86
Figura 5.9. Indentação provocada pelo cone de diamante na superfície do vidro polido. O tamanho da indentação é a medido entre as extremidades do cone e o valor é lido em uma escala graduada do microscópio. O valor da dureza Vickers é lido em uma tabela e está associado com o tamanho a indentação e a carga aplicada na superfície do material.	87

Figura 5.10. (a) Corpo-de-prova de alumina entalhado para a determinação do K_{IC} , (b) diagrama esquemático das medições do entalhe e altura do corpo-de-prova (Amin, 1191).....	88
Figura 5.11. (a) Trincas geradas a partir de uma indentação feita por uma pirâmide de diamante na superfície do vidro, (b) diagrama esquemático das medições das trincas geradas no corpo-de-prova (Amin, 1191).....	89
Figura 5.12. Equipamento para ensaios de desgaste erosivo indicando as partes principais: (1) sistema de pré-aquecimento do ar, (2) sistema de alimentação de partículas erodentes; (3) Sistema venturi-acelerador de partículas e (4) Forno para os ensaios.....	91
Figura 5.13. Sistema de pré-aquecimento do ar comprimido do aparato de desgaste erosivo (a) vista externa do forno elétrico, (b) vista interna do forno elétrico e, visualização das serpentina.....	92
Figura 5.14. Desenho esquemático do sistema de dosagem de partículas erodentes.....	93
Figura 5.15. Sistema do funil alimentador de partículas, bem como do disco dosador em detalhe e a parte final do funil.....	94
Figura 5.16. Sistema alimentador de partículas do aparato de desgaste erosivo (a) vista externa, (b) vista interna.....	95
Figura 5.17. Diagrama esquemático do sistema de aceleração de partículas e desgaste erosivo.....	96
Figura 5.18. Diagrama esquemático do venturi, dispositivo que suga as partículas erosivas, misturando e homogeneizando-as com ao ar aquecido.....	97
Figura 5.19. Diagrama esquemático do forno apresentando algumas dimensões do aparato de desgaste erosivo.....	98
Figura 5.20. Detalhe do porta-amostra no interior do forno de ensaios. O termopar entra em contato direto com a amostra a ser erodida.....	98
Figura 5.21. Sistema dosador de partículas. (a) O funil preenche as cavidades do disco. (b) Detalhe do disco dosador.....	100
Figura 5.22. Exemplo de ensaio de desgaste erosivo com fluxo de erodente atingindo a amostra em 60° e temperatura de 600°C	102
Figura 5.23. Princípio do <i>double disk</i> utilizado para calibrar as velocidades das partículas erodentes nos ensaios de erosão.....	103
Figura 5.24. (a) Medidor de velocidade <i>double disk</i> projetado para o equipamento de desgaste erosivo. (b) Detalhe apresenta a zona de impacto deslocada em relação à posição abaixo da abertura do disco superior.....	105

- Figura 5.25. Ângulo α medido no disco inferior. Assume-se que o centro da zona de impacto representa a velocidade média das partículas.....105
- Figura 6.1. Variação da taxa de erosão, em perda de volume por massa de erodente impactada, em função do ângulo de incidência do erodente, da temperatura de ensaio, e da porosidade dos corpos cerâmicos à base ensaiados (AL0_{10%}= porosidade medida de 9,5% e AL0_{28%}= porosidade medida 28,2%).108
- Figura 6.2. Micrografias da superfície alumina AL0_{28%} e AL0_{10%} após erosão a 25°C com ângulo de ataque de 90°. A imagem foi obtida por microscopia óptica em aumento de 40 vezes.109
- Figura 6.3. Micrografias da superfície alumina AL0_{28%} antes e após erosão a 25°C com ângulo de 90°. A imagem foi obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em aumento de 1600 vezes.....110
- Figura 6.4. Micrografias da superfície alumina AL0_{10%} antes e após erosão a 25°C com ângulo de 90°. A imagem foi obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em aumento de 1600 vezes.....111
- Figura 6.5. Micrografias da superfície alumina AL0_{28%} e AL0_{10%} após erosão a 25°C com ângulo de 90°. A imagem foi obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em aumento de 800 vezes.....113
- Figura 6.6. Micrografias da superfície alumina AL0_{28%} e AL0_{10%} após erosão a 25°C com ângulo de 90°. A imagem foi obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em aumento de 6400 vezes. O poro assemelha-se bastante com o da Figura 4.20a e é característico de um processo de erosão de materiais frágeis onde não há deformação plástica.114
- Figura 6.7. Micrografias da superfície alumina AL0_{28%} e AL0_{10%} após erosão a 25°C com ângulo de ataque de 30°. A imagem foi obtida por microscopia óptica em aumento de 40 vezes.115
- Figura 6.8. Micrografias da superfície alumina AL0_{28%} e AL0_{10%} após erosão a 800°C com ângulo de ataque de 90°. A imagem foi obtida por microscopia óptica em aumento de 40 vezes.116
- Figura 6.9. Micrografias da superfície alumina AL0_{28%} e AL0_{10%} após erosão a 800°C com ângulo de ataque de 30°. A imagem foi obtida por microscopia óptica em aumento de 40 vezes.117
- Figura 6.10. Microestrutura da AL0_{28%} erodida a 90° e 30° nas temperaturas de 25°C e 800°C. Aumentos: 100x, 400x e 1600x.118
- Figura 6.11. Variação da resistência à flexão de um material cerâmico em função da porosidade (Coble e Kingery, 1956 *apud* Callister, 2005). No gráfico são indicados os valores determinados experimentalmente para a resistência mecânica para os corpos cerâmicos AL0_{28%} e AL0_{10%}.....120

- Figura 6.12. Variação do módulo de elasticidade em função da porosidade de um material cerâmico (Coble e Kingery, 1956 *apud* Callister, 2005). No gráfico são indicados os módulos de elasticidade deduzidos a partir da porosidade para os corpos cerâmicos $AlO_{28\%}$ e $AlO_{10\%}$ 121
- Figura 6.13. Exemplo da formação de um “*pit*” de erosão na alumina $AlO_{28\%}$ erodida em ângulo de 90° e temperatura de $25^\circ C$ 125
- Figura 6.14. Taxa de erosão a temperatura ambiente, em perda de volume por massa de erodente impactada sobre o corpo cerâmico à base de alumina, para diferentes ângulos de incidência do erodente (30° , 60° e 90°) em função do percentual em peso de adição de vidro à alumina em sua formulação. Os valores plotados para AlO correspondem a $AlO_{28\%}$ e $AlO_{10\%}$ 127
- Figura 6.15. Microestrutura da alumina $AlO_{10\%}$ e $Al8$ sem ataque, $Al8$ após o ataque químico, e $Al8$ após ataque químico e térmico. Aumento de 400 vezes. 129
- Figura 6.16. Microestrutura da alumina $AlO_{28\%}$, $Al2$ e $Al8$ após a erosão por partículas impactantes em ângulo de incidência de 90° a temperatura ambiente. Aumento de 200 vezes. 130
- Figura 6.17. Microestrutura da alumina $AlO_{28\%}$, $Al2$ e $Al8$ após a erosão com ângulo de incidência de 90° à temperatura ambiente. Aumento de 800 vezes. 132
- Figura 6.18. Microestrutura da alumina $AlO_{28\%}$, $Al2$ e $Al8$ após a erosão por partículas impactantes em ângulo de incidência de 90° a temperatura ambiente. Aumento de 3200 vezes. 133
- Figura 6.19. Microestrutura da alumina $AlO_{28\%}$ e $Al8$ após a erosão por partículas impactantes em ângulo de incidência de 90° a temperatura ambiente. Aumento de 50 vezes. 134
- Figura 6.20. Taxa de erosão do vidro (cotejada com $AlO_{28\%}$ e $AlO_{10\%}$) em função do ângulo de incidência do erodente para diferentes temperaturas. 135
- Figura 6.21. Microestrutura do vidro submetido ao desgaste erosivo a $600^\circ C$, com um ângulo de ataque de $90^\circ C$ 136
- Figura 6.22. Taxa de erosão, resistência mecânica, módulo de elasticidade, razão entre dureza do erodente e dureza do material alvo, em função da porosidade total das amostras. 137
- Figura 6.23. Microestrutura da alumina $AlO_{10\%}$, $Al2$ e $Al8$ após a erosão por partículas impactantes em ângulo de incidência de 90° , a temperatura ambiente. Aumento de 800 vezes. 139
- Figura 6.24. Taxa de erosão à temperatura ambiente em função da tenacidade à fratura dos corpos cerâmicos investigados em ângulos de incidência do erodente de 30 , 60 e 90° 141

Figura 6.25. Taxa de erosão à temperatura ambiente em função da dureza dos corpos cerâmicos investigados em ângulos de incidência do erodente de 30, 60 e 90°.....	142
Figura 6.26. Variação da taxa de erosão, em perda de volume por massa de erodente impactada em função da temperatura de ensaio para o ângulo de incidência das partículas erodentes de 30°.....	143
Figura 6.27. Variação da taxa de erosão, em perda de volume por massa de erodente impactada em função da temperatura de ensaio para o ângulo de incidência das partículas erodentes de 60°.....	143
Figura 6.28. Variação da taxa de erosão, em perda de volume por massa de erodente impactada em função da temperatura de ensaio para o ângulo de incidência das partículas erodentes de 90°.....	144
Figura 6.29. Microestrutura das aluminas AL0 _{10%} , AL0 _{28%} e AL8 em temperatura ambiente e a 600°C e 800°C, após a erosão por partículas impactantes em ângulo de incidência de 90°. Aumento de 800 vezes.....	146
Figura 6.30. Superfície da AL2 erodida a 90° na temperatura de 200°C. O aumento é de 400 vezes. As setas apontam para as regiões de interface onde um grande fluxo de partículas erodentes atingiu a amostra. A região marcada com um círculo é mostrada em aumento de 1600 vezes na Figura 6.31.....	147
Figura 6.31. Superfície da AL2 erodida a 90° na temperatura de 200°C. Região assinalada na Figura 6.29 com um círculo em aumento de 1600 vezes.....	148
Figura 6.32. Superfície da alumina AL8, erodida a 90° na temperatura de 200°C. As regiões mais claras da foto evidenciam características do tipo de dano causado pelo fenômeno do desgaste erosivo neste material.....	148

LISTA DE TABELAS

Tabela 4.1: Valores encontrados para os materiais apresentados utilizando-se a Equação 4.3. A dureza e a tenacidade foram determinadas por microdureza Vickers, com carga de 4,9N (Shipway e Hutchings, 1996).....	48
Tabela 4.2: Propriedades dos materiais utilizados como erosivo. A dureza e a tenacidade foram determinadas por microdureza Vickers, com carga de 1,97N (Shipway e Hutchings, 1996).....	48
Tabela 4.3: Composição e tamanho de grão médio das formulações estudadas, Zhou e Bahadur (1995).	54
Tabela 4.4: Propriedades mecânicas das formulações estudadas, segundo Zhou e Bahadur (1995).	54
Tabela 5.1: Análise granulométrica por difração a <i>laser</i> da alumina A-2G.....	75
Tabela 5.2: Análise granulométrica por difração a <i>laser</i> da alumina APC 2011...	76
Tabela 5.3: Composição química por fluorescência de raios-X do vidro sodo-cálcico (em óxidos).	77
Tabela 5.4. Valores representativos da análise granulométrica por difração a <i>laser</i> do vidro sodo-cálcico utilizado.	78
Tabela 5.5: Valores representativos da análise granulométrica por difração a <i>laser</i> da alumina eletrofundida.....	79
Tabela 5.6: Formulações investigadas em função de sua porcentagem em massa.	80
Tabela 5.7: Temperaturas utilizadas para ensaios de erosão no forno de ensaio e de pré-aquecimento.	100
Tabela 6.1: Propriedades do comportamento mecânico das aluminas AL _{010%} e AL _{028%}	122
Tabela 6.2: Taxa de erosão à temperatura ambiente, com ângulo de ataque de 90°, e propriedades mecânicas dos corpos cerâmicos investigados.	138
Tabela 6.3: Valores medidos para velocidade de ensaio em diferentes temperaturas e como seria a variação da taxa de erosão de acordo com a relação $\Delta E = \Delta E_0 \cdot V^p$	149

LISTA DE SÍMBOLOS

α	ângulo entre a posição da abertura e o ponto médio da região de impacto (rad)
γ	energia de fratura do contorno de grão (N.m)
σ	tensão máxima de ruptura à flexão (MPa)
σ_{rf}	resistência à flexão do material com porosidade (MPa)
ρ_{ap}	densidade aparente (g/cm ³)
ρ_c	densidade do compósito (g/cm ³)
$\rho_{calibragem}$	peso específico do gás (relativo ao ar) de calibragem nas condições normais (g/cm ³)
ρ_e	densidade das partículas erodentes (Mg/m ³)
ρ_i	densidade de cada constituinte (g/cm ³)
$\rho_{medição}$	peso específico do gás (relativo ao ar) de medição nas condições normais (g/cm ³)
$\rho_{liquido}$	densidade do líquido (g/cm ³)
ΔE	taxa de desgaste erosivo (g _{alvo} /g _{erodente})
ΔE_o	taxa de desgaste erosivo para temperatura ambiente (g _{alvo} /g _{erodente});
ΔF	erro da função calculada
ΔV	volume de material removido (m ³)
ΔW	taxa de erosão em massa (g _{alvo} /g _{erodente})
A	área de contato projetada da partícula (m ²)
a	metade do comprimento diagonal do indentador na determinação do K_C (m)
AL0	formulação apenas de alumina
AL1	formulação de alumina e 1% de vidro
AL2	formulação de alumina e 2% de vidro

AL4	formulação de alumina e 4% de vidro
AL8	formulação de alumina e 8% de vidro
b	base do corpo-de-prova (mm)
c	comprimento do entalhe (m), conforme a Figura 5.10b
c_r	comprimento total da fratura radial na determinação do K_C (m).
c_1	tamanho da fratura lateral (m)
C_o	Comprimento do centro da indentação até a ponta da trinca na determinação do K_{IC} (m)
$C\%E_{repetibilidade}$	erro de repetibilidade para uma confiança de C%
d	altura do corpo-de-prova (mm)
d_d	distância entre os discos (m)
d_e	diâmetro médio das partículas erodentes (m)
d_g	diâmetro médio do grão (m)
D	tamanho do buraco (m)
E	módulo de elasticidade (GPa)
E_0	módulo de elasticidade sem a presença da porosidade, teórico (GPa)
E_{total}	erro total considerando os erros sistemáticos e de repetibilidade
f_i	fração em volume de cada constituinte
F_i	força no indentador (N)
F_r	força residual na formação de uma fratura lateral (N)
h	profundidade da penetração da partícula – região plástica (m)
H	dureza (GPa)
H_p	dureza da partícula erodente (HV)
H_t	dureza do material alvo (HV)
J_1, J_2 e J_3	variáveis para o cálculo da vazão real
K_C	tenacidade à fratura ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$)
K_{IC}	tenacidade à fratura – modo I ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$)

l	distância entre os apoios superiores (mm)
L	distância entre os apoios inferiores (mm)
L_1, \dots, L_n	grandezas medidas
L_f	comprimento após a queima (mm)
L_i	comprimento após a conformação e secagem (mm)
m	expoente do tamanho das partículas
m_e	massa de erodente utilizada (g)
m_f	massa final da amostra (g)
m_i	massa inicial da amostra (g)
n	constante experimental na determinação da resistência mecânica com porosidade
n_a	número de amostras
n_p	número de grãos por <i>pit</i>
p	expoente da velocidade, constante do material
P	porosidade (fração volumétrica)
P_{ap}	porosidade aparente (%)
$P_{calibragem}$	pressão absoluta do gás nas condições de calibragem (atm)
P_f	carga máxima aplicada no ensaio de flexão (N)
P_i	peso do material imerso (g)
P_s	peso do material seco em estufa (g)
$P_{serviço}$	pressão absoluta do gás nas condições de serviço (atm)
P_{total}	porosidade total (%)
P_u	peso do material úmido (g)
q	expoente relacionado com a dureza na determinação da taxa de erosão em massa, pode assumir valores entre -0,24 e 0,11
R	raio médio da partícula erodente (m)
RL	retração linear de queima (%)
s	expoente da densidade das partículas na determinação da taxa

	de erosão em massa
<i>S</i>	desvio padrão das medidas
<i>T_{calibragem}</i>	temperatura absoluta do gás nas condições de calibragem (°C)
<i>T_{serviço}</i>	temperatura absoluta do gás nas condições de serviço (°C)
<i>T_{volume}</i>	taxa de erosão volumétrica (cm ³ _{alvo} /g _{erodente})
<i>t_{α/2}</i>	função do nível de confiança desejado
<i>U_k</i>	energia cinética das partículas impactantes (N.m)
<i>V</i>	velocidade de impacto (m/s)
<i>V_{lida}</i>	vazão lida no rotâmetro (m ³ /h)
<i>V_{real}</i>	vazão real (m ³ /h)
<i>V_{angular}</i>	velocidade angular medida com o auxílio de um tacômetro (rad/s)
<i>w</i>	expoente empírico da relação entre as durezas do material alvo e da partícula erodente
<i>Y</i>	fator de forma
<i>z</i>	profundidade de penetração da partícula no alvo (m)

RESUMO

Este trabalho investigou o fenômeno da degradação de um material cerâmico à base de alumina, submetido à erosão, desde a temperatura ambiente até 800°C, relacionando a resistência à erosão à sua microestrutura. O material erodido foi alumina com adições de vidro nas proporções de 0, 1, 2, 4 e 8% em massa. Para os ensaios de erosão foi construído um equipamento capaz variar condições experimentais como velocidade, fluxo, ângulo de incidência do erodente, além da temperatura de ensaio.

A alumina foi preparada pelo processo de prensagem uniaxial. A superfície das amostras foi levemente lixada antes de serem erodidas para que pudesse obter um padrão único de rugosidade. As amostras foram submetidas a um fluxo de partículas controlado, em ângulos de incidência de 30, 60 e 90°, a uma velocidade mantida em torno de 50 m/s. As temperaturas estudadas foram de 25, 200, 400, 600 e 800°C. O material foi caracterizado quanto a sua microestrutura (por microscopia ótica e eletrônica de varredura, porosimetria e difração por raios-x) e também quanto a propriedades mecânicas como resistência mecânica, dureza e tenacidade à fratura.

Os resultados indicaram que há uma forte tendência ao aumento do desgaste em função da temperatura. A alumina sem fase vítrea resultou no material de maior resistência à erosão. As propriedades mecânicas como resistência mecânica, dureza e tenacidade à fratura concorreram para uma maior resistência ao desgaste. A porosidade influencia decisivamente a resistência à erosão, pois implica em uma menor área de contato entre os grãos, facilitando seu arranque do corpo cerâmico sob ataque erosivo. A presença de fase vítrea melhorou a resistência ao desgaste em relação às amostras com elevada porosidade, para todo o intervalo de temperatura investigado, devido ao preenchimento de vazios e conseqüente aumento da resistência mecânica. Embora o mecanismo de fratura preponderante tenha sido o frágil por formação de *pits*, pôde-se constatar deformação plástica em materiais cerâmicos com quantidade crescentes de fase vítrea, devido ao fluxo viscoso do vidro a temperaturas mais elevadas.

ABSTRACT

This work investigated the phenomenon of the degradation of alumina based ceramic bodies, submitted to erosive attack from ambient temperature up to 800°C, relating the erosion resistance to their microstructures. The eroded material was alumina with glass additions in the ratios of 0, 1, 2, 4 and 8 w%. For the erosion tests, it was developed an equipment capable to vary experimental conditions such as erodent velocity, flow, and angle of incidence, besides the temperature.

Alumina based ceramic bodies were prepared by the process of uniaxial pressing. The samples surface was gently sandpapered before being eroded so that it could achieve a homogeneous standard of roughness. The samples had been submitted to a controlled particle flow, in angles of incidence of 30°, 60° and 90°. The erodent velocity was kept around 50 m/s. The studied temperatures were 25°, 200°, 400°, 600° and 800°C. The material microstructure was characterized by optical microscope, scanning electronic microscope, porosity and x-rays diffraction. The mechanical properties evaluated were strength, hardness and fracture toughness.

The results indicated a strong trend to the increase of erosion rate in function of temperature increasing. Alumina without glass phase resulted in the material of higher resistance to erosion. The mechanical properties as mechanical strength, hardness and toughness contributed for a higher wearing resistance of the investigated materials. The porosity decisively influences the erosion resistance, therefore it implies in a lesser area of contact between the grains, facilitating grain pull out of the ceramic body under erosive attack. The presence of glassy phase improved the erosion resistance for the samples with higher porosity content, for all of testing temperatures. This is explained by the filling of the pores with glass phase, increasing material strength. Brittle fracture during *pits* formation was considered the predominant erosion mechanism. However, it was observed an incremental viscous flow with the increase of glass content in the ceramic mix and with the increase of temperature.

1. INTRODUÇÃO

Os materiais cerâmicos, mesmo os tradicionais, pelas suas propriedades características, têm sido cada vez mais requisitados como materiais de Engenharia. Propriedades como alto ponto de fusão, inércia química e alta resistência ao desgaste, entre outras, fazem com que estes materiais encontrem aplicações nos mais diversos campos.

As propriedades dos materiais cerâmicos têm sido exaustivamente pesquisadas visando melhorar sua *performance* para aplicações onde, por exemplo, resistência mecânica, desgaste e corrosão a altas temperaturas são necessárias. Novas alternativas de materiais cerâmicos para fazer frente a condições de serviço cada vez mais exigentes fazem com que esses materiais assumam importância estratégica para a viabilização de projetos na Engenharia moderna.

Nos últimos anos, tem aumentado o interesse na utilização de materiais cerâmicos na produção de energia, indústria aeroespacial e outras aplicações avançadas de Engenharia por causa de um conjunto de propriedades típicas, que inclui estabilidade química, alta dureza e resistência a altas temperaturas. Acima de temperaturas críticas, as ligas metálicas (que geralmente não suportam por longo tempo temperaturas acima de 850°C) sofrem consideráveis mudanças em suas propriedades, incluindo uma oxidação severa, que afetam significativamente a eficiência e a vida útil desses materiais quando em serviço.

Comparados aos metais, os materiais cerâmicos são muito mais estáveis em serviço, sob o efeito da temperatura. Assim, a utilização de materiais cerâmicos na produção de energia promoveria melhorias na eficiência térmica, evitando a necessidade de complexos sistemas de resfriamento, diminuindo peso, e necessidade de paradas para manutenção em geral. No entanto, em muitas aplicações a quente, o problema da erosão em altas temperaturas permanece. Típicos exemplos são seções quentes de turbinas a gás, em economizadores em termoelétricas a carvão mineral, em partes como hélices, válvulas, palhetas e combustores (Zhou e Bahadur, 1995).

A questão da substituição de materiais, especialmente quando envolve uma alternativa a metais, deve levar em conta, além do estudo técnico, fatores relevantes como a economicidade, a durabilidade e a questão da disponibilidade da matéria-prima. O sucesso da aplicação de cerâmicas avançadas depende grandemente da habilidade do engenheiro projetista em desenvolver estruturas e componentes que utilizem com vantagens as propriedades dos materiais cerâmicos e minimize o impacto de suas limitações.

O óxido de alumínio, ou alumina, é um material cerâmico que apresenta tipicamente elevada refratariedade, resistência mecânica, resistência química, dureza e baixas condutividades elétrica e térmica, que lhe são favoráveis, como conjunto de propriedades, quando se estabelece uma comparação com os metais, principalmente para aplicações em temperaturas elevadas.

As cerâmicas à base de alumina têm sido o material cerâmico mais empregado em peças de alta tecnologia. A sua forma alotrópica coríndon, termodinamicamente estável, apresenta elevada estabilidade térmica e elevada resistência ao desgaste. A característica iônica das ligações de Al_2O_3 , em contraposição às substâncias de ligações homopolares, permite obter corpos sinterizados de alta compactação. As difusões termicamente ativadas no estado sólido dos elementos alumínio e oxigênio possibilitam a elevada densificação, sem necessidade de uso de pressão externa ou o auxílio de fases líquidas a temperatura de sinterização. Em relação à resistência ao desgaste, cerâmicas à base de alumina apresentam uma excelente *performance*.

No entanto, as propriedades de interesse em um material não são obtidas apenas por suas características intrínsecas, mas também, através de processos de fabricação a que são submetidos, definindo sua microestrutura final. O termo microestrutura é utilizado para descrever as características estruturais encontradas nos materiais poligranulares (policristalinos ou polifásicos). As microestruturas podem ser caracterizadas pelo tipo, proporção, composição, forma, tamanho, distribuição e orientação das fases presentes.

Estas características microestruturais estão tão intrinsecamente ligadas aos materiais cerâmicos que não se pode ignorá-las em qualquer projeto de Engenharia onde esses materiais estejam envolvidos. A análise da microestrutura

é empregada para explicar diferentes propriedades e, conseqüentemente, diferentes aplicações para os materiais. Muitas vezes, um corpo cerâmico de um material de mesma composição química pode apresentar um comportamento mecânico bem superior a outro, mesmo que ambos tenham passado por semelhante processamento. Este fato, não raro para materiais cerâmicos, quase sempre encontra explicação ao estudar-se a microestrutura, observando-se, por exemplo, o tamanho de grão, quantidade de fase vítrea, quantidade, tamanho e forma de poros, entre outras características.

Materiais cerâmicos preparados por compactação de pós geralmente apresentam porosidade, que pode ser caracterizada pela fração de volume dos poros presentes e seu tamanho, forma e distribuição comparada com outras fases. Em geral, a presença de poros pode estar associada ao processo de queima, quando ocorre liberação de gases provenientes de reações como formação/dissolução/decomposição de fases.

Poros tendem a enfraquecer o material pela concentração de tensões que proporcionam e, conforme seu tamanho, forma e localização influenciam diretamente na resistência mecânica do material. Muitas propriedades, além da resistência mecânica, são fortemente dependentes da forma do poro e sua distribuição (Ashby, 1998 e Kingery, 1960). Portanto, uma análise da microestrutura a partir da presença de poros pode fornecer informações importantes para uma boa compreensão das propriedades dos materiais.

Além da porosidade, a presença de fases vítreas coexistindo com fases cristalinas, e possíveis combinações destas, definem propriedades nos materiais cerâmicos. Por exemplo, fases cristalinas dispersas em uma matriz vítrea atuam no sentido de barrar a propagação de trincas, aumentando a energia de fratura e conseqüentemente, a resistência mecânica. Em trabalhos experimentais, Hasselman *apud* Bragança, 2004 observou que para baixos volumes de fase dispersa, a resistência mecânica era função do volume (ou quantidade) desta fase; em volumes elevados de fase dispersa, a resistência mecânica era função do volume e do diâmetro de partícula da fase dispersa.

Para aplicações a altas temperaturas, características microestruturais, como porosidade e a presença de uma fase vítrea, principalmente esta última,

assumem papel de relevância na definição do comportamento mecânico dos materiais cerâmicos. Assim, na análise de materiais para emprego a altas temperaturas, é necessário dar-se uma devida ênfase à questão do conjunto de propriedades presentes no material a partir da análise de sua microestrutura. É a partir desta análise, por exemplo, que se pode supor como o material fará frente às condições de serviço em aplicações onde ocorram solicitações típicas do desgaste erosivo.

O desgaste, como definição genérica, é um fenômeno superficial devido ao contato de superfícies e o meio em movimento, que resulta no desprendimento de partículas da superfície. Os fatores que afetam o desgaste são numerosos, tais como o tipo e o modo de carga, velocidade, temperatura, materiais envolvidos e tipo, quantidade e natureza do meio. A variedade de fatores torna o estudo do desgaste bastante complexo, ainda mais que mecanismos de naturezas diversas podem ocorrer simultaneamente.

Erosão é o termo aplicado ao dano produzido pelo choque sucessivo de partículas em um fluido em movimento contra a superfície de uma peça, caracterizando-se, pelo número, direção e velocidade das partículas no meio. A perda de material da superfície atacada ocorre tanto por colisão sucessiva, como por corte direto.

O fator determinante do desgaste por impacto sucessivo de partículas que ocorre durante a erosão é o comportamento elástico ou inelástico do material submetido ao ataque. A essa suposição estão associados os dois modelos distintos relativos ao desgaste erosivo encontrados na literatura. São os modelos de erosão frágil e erosão dúctil. Na erosão frágil, o material é removido da superfície pela formação de trincas enquanto que no processo dúctil a remoção é feita pelo processo de corte e formação de sulcos.

A erosão de materiais cerâmicos por partículas duras é um processo complexo no qual o material é arrancado da superfície do material base por um processo de fratura frágil. Os tamanhos e tipo de trincas que se formam na superfície atingida podem levar ao desgaste erosivo pelo comprometimento da

resistência mecânica desses materiais. Em decorrência, os materiais cerâmicos podem ter seu desempenho, e vida útil, definitivamente comprometidos.

Zhou e Bahadur (1995) verificaram a *performance* de aluminas com diferentes adições de vidro expostas a condições agressivas de desgaste erosivo. Foi constatado nesse trabalho que a adição de vidro, preenchendo a porosidade da alumina, é capaz de melhorar a resistência à erosão desse material.

Para um estudo mais aprofundado nos mecanismos responsáveis pela degradação de um material cerâmico à base de alumina por desgaste erosivo faz-se necessária a abordagem a partir de sua microestrutura considerando não apenas as fases presentes, mas sua quantidade, distribuição, tamanho e morfologia. São esses critérios de análise da microestrutura que irão subsidiar a discussão dos resultados obtidos aqui nesta investigação para materiais cerâmicos à base de alumina, submetidos ao desgaste erosivo até temperaturas de 800°C.

2. OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho é investigar o fenômeno da degradação de um material cerâmico à base de alumina submetido a condições de desgaste erosivo a frio e a quente. A partir do estudo dos mecanismos responsáveis pela degradação, a resistência à erosão dos corpos cerâmicos, sob influência de variáveis como temperatura e ângulo de impacto das partículas erodentes, será relacionada a sua microestrutura, notadamente à porosidade e à presença de fases cristalinas e fases vítreas.

2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Para a execução deste trabalho foi necessário atingir os seguintes objetivos específicos:

- Obtenção de corpos cerâmicos à base de alumina e preparo de sua superfície para a obtenção de uma rugosidade padrão para todas as amostras;
- Caracterização dos corpos cerâmicos de alumina quanto a sua microestrutura e propriedades físicas e mecânicas;
- Desenvolvimento de um aparato experimental que possa simular solicitações de desgaste erosivo a frio e a quente e permita o controle de parâmetros de teste como velocidade, ângulo, temperatura e fluxo de partículas erosivas;
- Determinação da taxa de desgaste dos materiais submetidos às condições de desgaste erosivo a frio e a quente;
- Análise da superfície erodida, incluindo microscopia óptica e eletrônica de varredura;
- Investigar o efeito do amolecimento da fase vítrea na erosão à quente;

- Estabelecer as relações existentes entre desgaste, microestrutura e propriedades associadas dos materiais à base de alumina (como dureza, tenacidade à fratura, resistência mecânica e porosidade);
- Investigar os possíveis mecanismos de erosão e sua dependência com as propriedades dos materiais, sua microestrutura e as variáveis experimentais temperatura e ângulo de impacto das partículas erosivas.

3. LIMITAÇÕES DO TRABALHO DE PESQUISA

A investigação científica realizada neste trabalho apresenta limitações quanto à sua interpretação. Entre estas, destacam-se:

- i) a alumina utilizada é referente a uma amostragem pontual do material utilizado industrialmente, podendo variar quanto à sua composição química, mineralógica e granulométrica;
- ii) a conformação dos corpos cerâmicos foi feita por prensagem uniaxial. A utilização de outros processos de conformação pode acarretar em modificações na densificação e formação da microestrutura dos mesmos;
- iii) o processo de queima utilizado, em forno elétrico tipo mufla, pode apresentar variações de temperatura de queima em função da posição dos corpos cerâmicos em relação às resistências, eventualmente acarretando em diferenças na microestrutura dos corpos cerâmicos obtidos;
- iv) o equipamento que simula a erosão dos corpos cerâmicos foi desenvolvido visando-se controlar os parâmetros temperatura, velocidade fluxo de erodente e ângulo de ataque. A interpretação dos resultados obtidos de taxas de erosão com o uso deste equipamento devem considerar seu princípio de funcionamento e metodologia de aplicação de solicitações erosivas a quente. Além disso, deve-se considerar o tipo, morfologia e granulometria das partícula erodente, e o fluido utilizado. A variação da velocidade das partículas erodentes com a temperatura, devido à expansão do fluido com o aquecimento, foi desconsiderada.

4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

4.1 DESGASTE

Desgaste é definido como 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 (Hoppert, 1989). Pode-se ainda supor que, em algumas situações, coexistam fenômenos de natureza química, como a corrosão, propiciando condições ainda mais drásticas de degradação do material em serviço.

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. O desgaste resultante é sempre uma propriedade do sistema tribológico e depende da combinação dos materiais envolvidos e suas propriedades físicas e químicas (Hoppert, 1990).

No estudo dos mecanismos de desgaste, Gates e Gore (1995) definem desgaste como um processo fundamentalmente microscópico, a partir do qual o material é removido da superfície. Segundo Peterson (1980), 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.

Segundo a norma DIN 50320, há quatro mecanismos de desgaste: adesão, abrasão, erosão e reação triboquímica (corrosão-desgaste). Esta mesma norma cita ainda que, além destes mecanismos, existem outros tipos de desgaste tais como: por cavitação, fadiga de contato, *fretting* e *scuffing*, que também são causas de deterioração do material. Para Ball (1986), o desgaste está dividido em três categorias distintas: desgaste abrasivo, adesivo e erosivo.

Devido à variada tipologia do desgaste tal como abordado na literatura por diferentes autores, este trabalho, para efeito de revisão bibliográfica, diferenciará no geral quatro categorias básicas: abrasão, erosão, desgaste adesivo e por cavitação. A Figura 4.1 ilustra cada uma dessas categorias citadas.

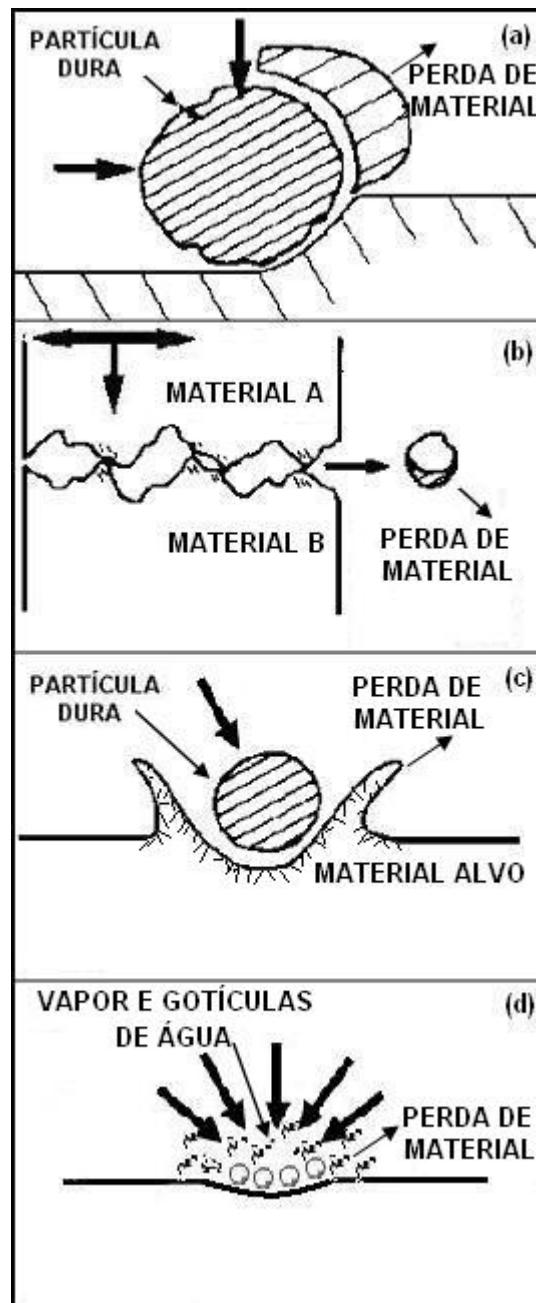


Figura 4.1. Tipos de desgaste: (a) abrasivo; (b) adesivo; (c) erosivo e d) cavitação (adaptado de Ball, 1986).

O desgaste abrasivo ocorre quando o material é retirado da superfície por ação de partículas duras. A taxa de desgaste depende do grau de penetração do abrasivo na superfície do material que está sofrendo abrasão. O desgaste será maior quanto mais duro for o abrasivo em relação à superfície que está sofrendo desgaste. A superfície desgastada está sujeita a uma carga elevadíssima (em uma pequena área) que causa não somente a penetração do abrasivo, mas pode

causar também a fratura de fases duras presentes na superfície e a própria deformação plástica da matriz. Para Dong, Jahamir e Hsu (1991), os fatores que afetam a taxa de desgaste abrasivo são as propriedades da superfície e do abrasivo, assim como a natureza e a severidade das interações entre si.

O desgaste adesivo ocorre pela perda progressiva de material a partir de superfícies sólidas em contato e em movimento. O desgaste adesivo é iniciado por pontos de contato localizados entre estas superfícies. A origem deste tipo de desgaste está geralmente baseada no mesmo fenômeno que é responsável pela fricção. Para Karl (1987), o desgaste por adesão é um fenômeno que resulta em forças atrativas entre as duas superfícies em contato fechado. Adesão interfacial pode ser devido a ligações iônicas, covalentes, metálicas, pontes de hidrogênio ou forças de van der Waals. Ligações adesivas são favorecidas por deformação plástica e pela ausência de impurezas na superfície.

O desgaste por cavitação é um fenômeno que ocorre em máquinas hidráulicas, tubulações e, de modo geral, em qualquer dispositivo onde exista fluxo/escoamento de fluidos. É definido como o crescimento e colapso de microbolhas, devido à variação de pressão durante o escoamento. As microbolhas são formadas em regiões de baixa pressão durante o escoamento e sofrem colapso nas regiões de elevada pressão, removendo material da superfície e formando microcavidades (Hammit *et al.*, 1947).

4.2 EROÇÃO

Segundo a ASTM G 40-92, erosão é a perda progressiva de material de uma superfície sólida devido à interação mecânica entre a superfície e um fluido, ou um fluido multicomponente ou partículas líquidas ou sólidas impactantes. Hoppert (1989) sugere que o desgaste erosivo em um material pode ocasionar deformação plástica na superfície, ou simples sulcos de partículas do material desgastado, além disso, a alta energia de impacto pode causar fratura do material. Em materiais dúcteis, como metais e polímeros, o desgaste erosivo ocorre preferencialmente através da deformação plástica, por descascamento ou corte a partir da superfície. O mecanismo de erosão em materiais dúcteis está mostrado na Figura 4.2 em função do ângulo de incidência do erodente.

Já os materiais frágeis, como os cerâmicos, têm grande susceptibilidade a trincas e microfissuras, portanto, são removidos preferencialmente pela interligação de trincas que divergem do ponto de choque da partícula com a superfície (Hoppert, 1990). A Figura 4.3 ilustra, esquematicamente, o mecanismo de desgaste de materiais frágeis, para ângulos próximos a 90°, segundo Madruga, Silveira e Bergmann (1994).

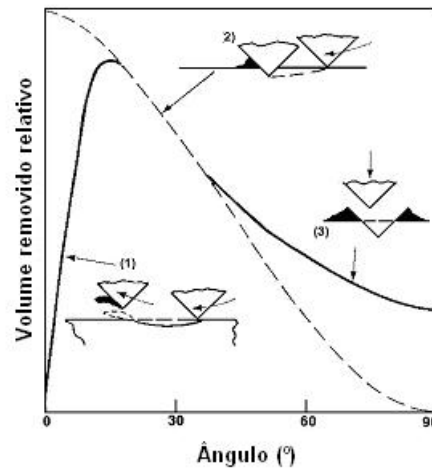


Figura 4.2. Resultados experimentais para a erosão de um metal dúctil (linha contínua) e três mecanismos postulados para remoção de material (Finnie, 1995).

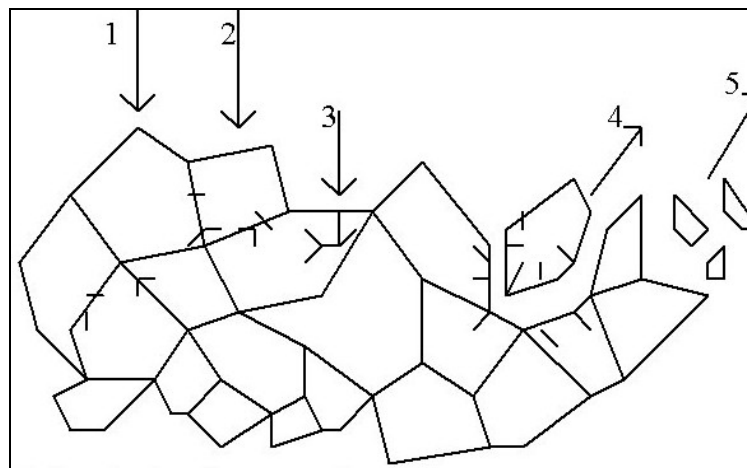


Figura 4.3. Mecanismo de desgaste. 1. Fadiga da fase intergranular; 2. Microtrincas no contorno de grão; 3. Indução de microtrincas no grão; 4. Desprendimento do grão; 5. Desprendimento de fragmentos de grão (Madruga, Silveira e Bergmann, 1994).

Segundo Ball (1986), as principais variáveis que afetam a severidade da erosão incluem tamanho, natureza, massa da partícula, tipo e velocidade do fluxo e ângulo de impacto. Hoppert (1989) salienta ainda que a resistência à erosão do material alvo depende também de sua estabilidade no meio, bem como de suas propriedades físicas e mecânicas.

Portanto, segundo Finnie (1995), 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 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 erodentes tem um significativo efeito sobre a taxa de erosão (ΔE) de um material. O valor de ΔE é dado pela razão entre a quantidade de material perdido no desgaste e sua quantidade original. A dependência da velocidade é caracterizada por um expoente p e dada pela Equação 4.1 (Sundararajan *et al.*, 1997).

$$\Delta E = \Delta E_o \cdot V^p \quad \text{Equação (4.1)}$$

onde:

ΔE = taxa de desgaste erosivo ($g_{\text{alvo}}/g_{\text{erodente}}$);

ΔE_o = taxa de desgaste erosivo para temperatura ambiente ($g_{\text{alvo}}/g_{\text{erodente}}$);

V = velocidade de impacto (m/s);

p = constante do material.

No caso de materiais metálicos, uma quantidade bastante grande de experimentos realizados por Hutchings (1979) mostra que para ângulos abaixo de 90° , o valor de p é igual a 2,4. Em estudos similares realizados por Sundararajan e Shewmon (1983), o valor de p encontrado foi de 2,55. Estes valores contrastam com os valores encontrados para cerâmicos e polímeros que são de 3 e 5 respectivamente.

O expoente p também depende de outros fatores importantes como ângulo de impacto, tamanho de partículas, entre outros. Goodwin *et al.* (1969) constataram que o valor de p decresce com a diminuição do tamanho das partículas. Também foi observado que p seria função da forma da partícula erodente.

Segundo Sundararajan *et al.* (1997), o ângulo de impacto é definido como sendo o ângulo formado pela superfície do material alvo e a linha de trajetória entre as partículas erodentes. A influência do ângulo de impacto nas taxas de erosão se dá em função da natureza do material alvo. Em materiais dúcteis como metais e ligas, a máxima taxa de erosão acontece com ângulos entre 15° e 30° . Em contraste, para materiais frágeis, a taxa máxima de erosão se dá em ângulos normais (90°), conforme descrito pela Figura 4.4.

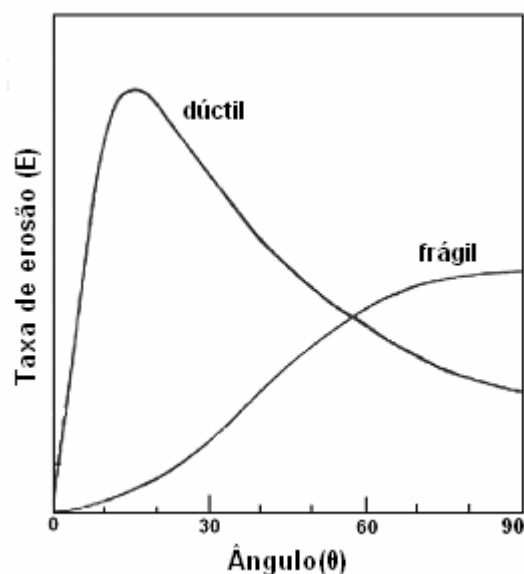


Figura 4.4. Comportamento da taxa de erosão para materiais dúcteis e frágeis (Sundararajan *et al.*, 1997).

O tamanho de partículas também é uma importante variável no estudo do comportamento da erosão. Conforme a Figura 4.5 (Goodwin *et al.*, 1969), a taxa de erosão aumenta em função do aumento do tamanho de partículas. Esta relação se dá com partículas de tamanho entre de 50 a 100 μm . A partir de 100 μm , a taxa de erosão não depende mais do tamanho de partícula. Resultados similares obtiveram Montgomery e Clark (1962), Wood e Espenschade (1964), Sheldon e Finnie (1966), Zhou e Bahadur (1989) Yerramarredy e Bahadur (1991) e Bahadur e Badruddin (1990). Estes últimos autores, entretanto, investigaram a erosão de aço martensítico por partículas de SiC, Al₂O₃, e SiO₂, e constataram que a taxa de erosão aumentou com o aumento do tamanho de partículas para o caso do Al₂O₃ e do SiC. Para partículas de SiO₂, ocorreu o inverso.

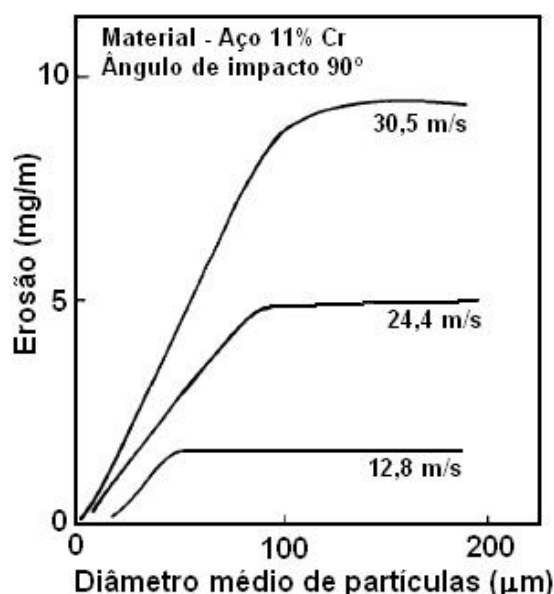


Figura 4.5. Variação da taxa de erosão do aço com o tamanho de partículas, em um impacto normal para diferentes velocidades de impacto (Goodwin *et al.*, 1969).

A influência da forma da partícula nas taxas de erosão tem sido estudada por diversos autores. Brown *et al.* (1983), Cousen e Hutchings (1983), Levy e Chik (1983) e Liebhard e Levy (1991), observaram significativo aumento da taxa de erosão em diversos materiais metálicos, quando erodidos por partículas de superfícies irregulares do que com partículas esféricas. De acordo com Kleis (1966), a maior taxa de erosão em função do ângulo de impacto muda de 90°

para 30° quando microesferas de vidro são substituídas por partículas angulosas de vidro como erodente.

Reddy e Sudararajam (1987) observaram a maior taxa de erosão para o cobre e suas ligas em impactos a ângulos normais, sendo usada granalha de aço esférica como erodente. Suas observações estão mostradas na Figura 4.6, na qual se observa que quando partículas angulares (não esféricas) de SiC são utilizadas como erodente, o mesmo cobre e ligas de cobre aproximam-se de um comportamento dúctil. Desta forma, quanto mais angular for a partícula de ataque, mais similar ao comportamento dúctil da Figura 4.4 será a *performance* do material sob erosão. Ou seja, um máximo de desgaste ocorre para ângulos de ataque crescentes, à medida que a partícula se torna mais esférica.

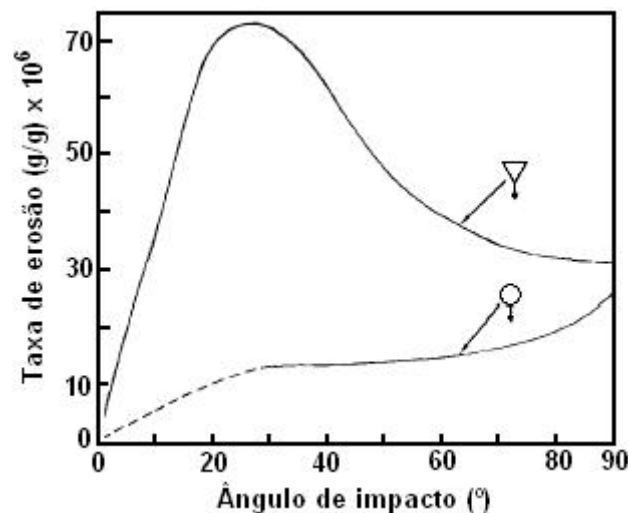


Figura 4.6. Influência do ângulo de impacto na taxa de erosão no caso de partículas esféricas e angulares (Sundararajan e Roy., 1997).

Além da forma das partículas erodentes, Levy (1995) investigou a influência da dureza das partículas erodentes na taxa de erosão de aços. Em seu estudo, notou que para partículas erodentes com dureza pelo menos duas vezes maior que a do material alvo não há influência desta propriedade na taxa de erosão. Para partículas com dureza semelhante ao material alvo, a taxa de erosão cai consideravelmente.

Durante a erosão, outro fator de influência é a taxa de fluxo de partículas. Resultados experimentais, como os obtidos por Montgomery e Clarke (1962) e Young e Ruff (1977) mostraram que um excesso de fluxo acarreta em um decréscimo na taxa de erosão devido ao choque das partículas incidentes contra as partículas que ricocheteiam após o impacto contra a superfície. Anand *et al.* (1987) fizeram um modelo sobre esse efeito do choque entre as partículas e concluíram que a taxa de erosão decresceria exponencialmente com o aumento do fluxo (Figura 4.7).

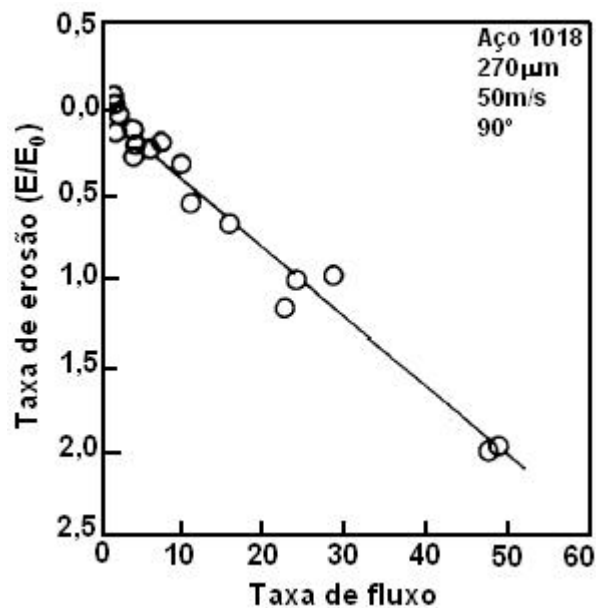


Figura 4.7. Influência da taxa de fluxo de partículas erosivas na taxa de erosão de um aço 1018 (Anand *et al.*, 1987).

A temperatura influencia diretamente o processo de erosão por atuar tanto nas propriedades dos materiais envolvidos no processo (erosivo e material sob erosão) quanto nas variáveis processuais. Experimentos realizados por Suckling e Allen (1997) mostraram que o efeito da temperatura em metais com ausência de corrosão pode ser menor do que esperado. Isto se dá porque as alterações causadas pela temperatura em propriedades diretamente relacionadas com o processo de erosão, como a dureza do erodente, são relativamente pequenas. Entretanto, em um estudo erosão-corrosão, a taxa com a qual as partículas

atingem a superfície é uma variável importante, pois vai determinar se estas estão erodindo primariamente o metal base ou o óxido formado na corrosão.

Suckling e Allen (1997), em um estudo sobre as variáveis, tipo de partículas, tamanho, fluxo, velocidade e temperatura na erosão em tubos de caldeiras de aço ligado, relatam um exemplo do que pode ocorrer em uma usina de geração de energia pela queima de carvão mineral (Figura 4.8).

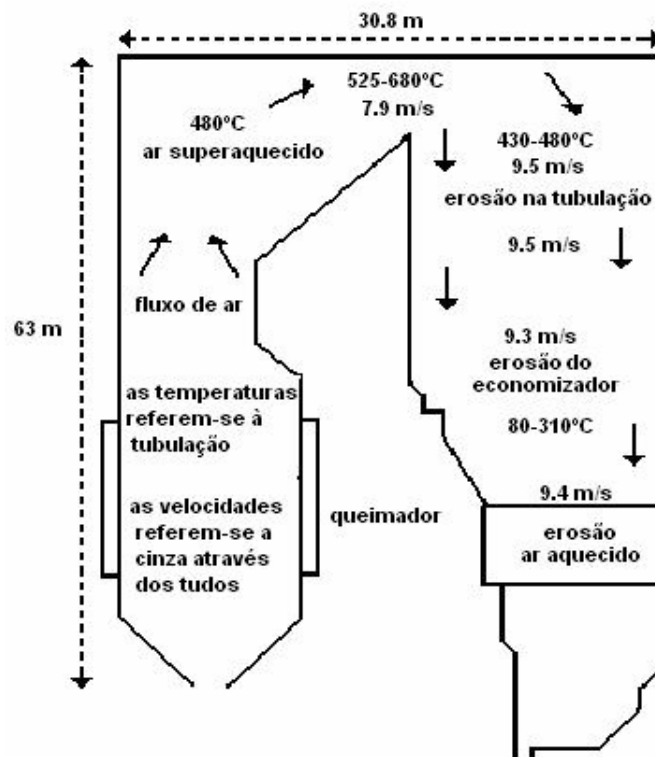


Figura 4.8. Diagrama típico de uma caldeira de dois passes. São indicados, o intervalo da velocidade do gás e da temperatura dos tubos (Suckling e Allen, 1997).

Esses autores, investigando a erosão causada por três diferentes erosivos (cinzas leve de carvão mineral, SiC e SiO₂), em função da temperatura de ensaio (até 550°C), obtiveram um comportamento similar para a taxa de erosão quando provocada por partículas de SiC e SiO₂. Houve um aumento acentuado do desgaste no intervalo de temperaturas entre 300 e 400°C. No caso das cinzas, ocorreu um aumento, porém, não tão significativo, no mesmo intervalo de temperatura.

A diferença observada foi imputada a características como mineralogia, densidade, microdureza e morfologia das partículas erosivas. As partículas de SiC apresentavam superfícies angulares, mais íntegras, com uma microdureza da ordem de 2481HV, assim, como as partículas de SiO₂, com aparência mais arredondada que o SiC, mas também de microdureza elevada (1374HV). Já as cinzas leves de carvão mineral apresentavam, além de menor microdureza e uma superfície bastante porosa, uma friabilidade excessiva, o que prejudicava a transferência de energia da partícula ao material durante o choque contra a superfície deste. Considerável parte da energia era utilizada na fragmentação da partícula incidente de cinzas de carvão, e não para causar dano à superfície submetida à erosão. Com o aumento da temperatura, haveria ainda o efeito de um possível amolecimento das cinzas de carvão, já que para temperaturas mais elevadas, a taxa de desgaste causado pelas partículas de cinzas foi apenas 36% daquela observada para as partículas de SiC e SiO₂ (75% à temperatura ambiente).

Estes resultados, de certa forma, estão de acordo com Levy e Chick (1986), os quais mostraram que quando se utiliza partículas de SiO₂, SiC e Al₂O₃, as taxas de erosão em um aço dúctil eram constantes para partículas com dureza maior que 700HV. Estes pesquisadores argumentaram que a dureza e friabilidade estão co-relacionadas para essas partículas. Partículas mais duras não quebram no impacto e causam dano, resultando em uma perda de volume de material submetido ao desgaste. Somente quando a dureza das partículas aproxima-se da dureza do alvo, a forma da partícula influencia na taxa de desgaste erosivo Suckling e Allen (1997).

4.2.1 EROSIÃO EM MATERIAIS CERÂMICOS

Segundo Zhou e Bahadur (1993), para explicar a erosão em materiais cerâmicos alguns autores (como Butler, 1989, Kato, 1990 e Bhushan e Sibley, 1981) têm usado o mecanismo de fratura por indentação produzido pelo impacto de partículas. Basicamente, há duas classificações que usualmente são aceitas para explicar o mecanismo de fratura desses materiais. Uma está baseada no

mecanismo de fratura puramente elástica e a outra no mecanismo de fratura elasto-plástica. Estes mecanismos vão depender do tamanho das partículas impactantes.

A fratura puramente elástica funciona bem para partículas nas quais o raio no ponto de impacto é maior que o raio crítico (maior que $200\mu\text{m}$) e produzem trincas cônicas chamadas trincas de *Hertzian*. A outra teoria é aceita para partículas pequenas, as quais produzem trincas laterais e radiais. Entretanto, para o caso da fratura puramente elástica é necessário que haja uma intersecção entre várias fraturas cônicas para haja o desprendimento do material da superfície. No caso da fratura elástico-plástica, a remoção de material pode acontecer sem que haja essa intersecção entre as trincas.

Para Zhou e Bahadur (1993), considerando o modelo elasto-plástico, duas teorias são consideradas: quase estática e dinâmica. A maior diferença entre estas é que na teoria dinâmica o cálculo da força de impacto das partículas inclui o efeito de tensões dinâmicas e, na teoria quase estática, a energia cinética das partículas é absorvida completamente na forma de deformação plástica.

A literatura cita que há tanto concordância como discrepância entre a teoria e resultados experimentais. Em testes de erosão de vidro, atingido por partículas esféricas relativamente grosseiras, Finnie (1960) encontrou evidências claras de material removido da superfície pela intersecção de trincas cônicas de *Hertzian*. Já Sheldon (1970) e Sheldon e Finnie (1966), em outros experimentos, não conseguiram justificar o desgaste por erosão a partir do mesmo fenômeno.

Ritter *et al.* (1984) e Evans (1982) observaram clivagem e fraturas intergranulares em um *pit* formado na superfície de uma alumina erodida por SiC com tamanho de $508\mu\text{m}$ em velocidade de 75m/s . Porém, não observaram trincas radiais na região de contato conforme o esperado. Esse tipo de erosão por *pit* pode ser formado devido a extensos contornos de grão fraturados pelo impacto das partículas. Fenômeno similar também foi observado por Wiederhorn e Hockey (1983) na erosão de alumina.

Morrison *et al.* (1985) analisaram o impacto produzido em mulita ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) por partículas de alumina com tamanho de $270\mu\text{m}$ em velocidade de

100m/s, com ângulo de impacto de 90°. Neste caso, a zona atingida consistiu em uma cratera central com trincas radiais e trincas laterais com dimensões aproximadamente iguais ao tamanho das partículas impactantes. Observações similares foram feitas por esses mesmos autores com erodente de tamanho igual a 37µm.

Soderberg *et al.* (1981) observaram os defeitos em aluminas com pureza de 99,7, 99 e 94% por partículas em ângulo de 45° e velocidade de 66 m/s. Os defeitos foram basicamente por fratura intergranular. Em alguns casos observaram apenas fraturas transgranulares. No caso da alumina 99,7% de pureza, foram encontrados fragmentos do erodente. O mecanismo de erosão foi considerado o mesmo para os três casos.

Zhou e Bahadur (1993) analisaram o impacto de partículas em ângulo de 90° para aluminas com diferentes adições de vidro e de zircônia, assim como alumina pura em temperatura ambiente. O erodente foi SiC com tamanho de grão de 120µm e velocidade de 50m/s. Estes autores observaram que o mecanismo de fratura foi basicamente do tipo intergranular sem sinais de deformação plástica. Em alguns casos, trincas se formaram e se propagaram sem que houvesse desprendimento de grãos da superfície. Algumas trincas radiais puderam ser observadas a partir das bordas da região impactada. Isto é característico de uma fratura por indentação, o que leva a formação de trincas laterais. No caso da alumina aditivada com zircônia, foram observadas trincas transgranulares.

Wensink e Elwenspoek (2002) observaram que, quando um material frágil é atingido por partículas na sua superfície, a área de contato acaba sendo deformada plasticamente devido à alta compressão e tensões de cisalhamento e uma trinca radial é formada. Após o impacto, a deformação plástica leva a um aumento nas tensões internas do material que resulta na remoção de pedaços da superfície deste. Através da Figura 4.9, pode-se observar de forma simplificada como ocorre essa formação da chamada fratura lateral.

A partir das investigações até aqui realizadas e relatadas na literatura, observa-se que diferentes teorias são levantadas sobre o processo de desgaste erosivo em materiais cerâmicos, dependendo suas conclusões enormemente do

sistema tribológico envolvido, isto é, qual o erodente (tipo, granulometria, morfologia), qual o material alvo e condições operacionais, como temperatura, ângulo de ataque e velocidade das partículas erosivas.

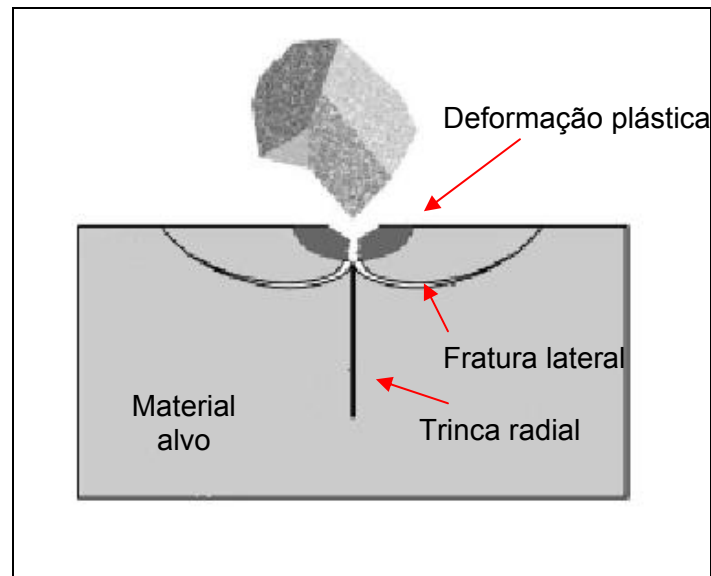


Figura 4.9. Formação de uma fratura lateral causada pelo impacto de partículas duras sobre a superfície do material. A fratura lateral se forma pelo alívio de tensões da zona deformada plasticamente após gerar uma fratura radial (Wensink e Elwenspoek, 2002).

4.2.2 RESISTÊNCIA À EROSÃO

O processo erosivo, que resulta em remoção de material de uma superfície pelo impacto de partículas, depende basicamente de fatores como, propriedades do material base e do erodente e das condições de impacto das partículas.

Os modelos de desgaste erosivo proposto por Evans *et al.* (1996) e Wiederhorn e Lawn (1979) levavam em conta, o tipo de fratura (frágil ou dúctil), assumindo que as partículas erodentes são realmente fortes e não se deformam. Entretanto, os resultados obtidos por alguns pesquisadores mostraram que as propriedades das partículas têm uma importante função em relação às taxas de erosão. Wada e Watanabe (1987), por exemplo, utilizaram resultados da literatura para mostrar que para várias combinações entre partículas erodentes e materiais cerâmicos alvo, a taxa de erosão varia com as durezas do material alvo e das partículas, H_t e H_p , respectivamente segundo a Equação 4.2.

$$\Delta E \propto \left(\frac{H_t}{H_p} \right)^w \quad \text{Equação (4.2)}$$

onde:

H_t = Dureza do material alvo (HV);

H_p = Dureza da partícula erodente (HV);

w = expoente empírico.

Esta relação funciona como uma aproximação e indica a importância da razão H_t/H_p . Se a força durante o impacto é alta, então deverá ocorrer deformação plástica na superfície do material alvo e uma fratura lateral, o que ocasionará altas taxas de erosão. Esta teoria estaria, então, de acordo com a teoria de Wensink e Elwenspoek (2002) ilustrada na Figura 4.9.

A importância da dureza das partículas também foi relatada por Gulden (1978). Ele observou que a dureza das partículas ocasiona mudanças no mecanismo da erosão. Foram comparados materiais como Si_3N_4 e uma sílica leve, onde se observou que no caso da sílica não há fratura lateral como mecanismo de deformação plástica. Entretanto, este tipo de comportamento ocorre com o nitreto de silício. O autor sugeriu que esta mudança de comportamento está associada à deformação plástica do erodente e propôs que partículas moles não devem causar este tipo de efeito em materiais duros. Ainda coloca que, nestes casos, o material é removido por pequenos lascamentos e estes estão associados a baixas taxas de erosão. Outra observação é que abaixo das condições de contorno para haver deformação plástica do material base, o expoente w diminui, ficando em torno de uma unidade para erosão de nitreto de silício prensado a quente com partículas de sílica.

Srinivasan e Scattergood (1988), em contraste, sugeriram que partículas moles podem provocar fratura lateral em materiais duros, entretanto, seria necessário obter maiores níveis de tensão para que o acúmulo de defeitos no material possa levar à formação de fraturas. Estes autores testaram diferentes materiais cerâmicos à base de alumina com diferentes propriedades. Verificaram

uma relação mais forte entre a taxa de erosão e a dureza do material base do que com a tenacidade à fratura (K_C) nestes materiais.

Outros estudos propõem que a tenacidade à fratura do material é um fator mais determinante para as taxas de erosão do que a relação entre a dureza do erodente e do material alvo. O valor da tenacidade relevante ao desgaste erosivo, que envolve fratura em escala bem pequena, não é o mesmo quando se trata de experimentos em escala macroscópica. Embora não se possa tratar dureza e tenacidade à fratura como variáveis independentes, o envolvimento de alguma outra propriedade do material com características elásticas pode esconder esta dependência.

Alguns autores relacionaram a dureza e a tenacidade à fratura em uma única equação, com o objetivo de avaliar sua influência em conjunto na resistência à erosão de um material. Zhou e Bahadur (1995) baseados na teoria de Sheldon e Finnie (1991) e Evans *et al.* (1978) propuseram a Equação 4.3 para avaliar a taxa de erosão em massa (ΔW) em função das propriedades em referência, baseada no modelo elásto-plástico proposto para materiais frágeis. A constante de proporcionalidade desta relação depende do modelo de contato utilizado. O expoente p varia entre 2,0 a 3,2, dependendo de condições como forma de contato e forma do erodente. O expoente s é 1,2 e o expoente q , relacionado com a dureza pode assumir valores entre -0,24 e 0,11.

$$\Delta W \propto V^p d_e^{2/3} \rho_e^s K_{IC}^{-4/3} H_t^q \quad \text{Equação 4.3}$$

onde:

ΔW = taxa de erosão em massa ($g_{\text{alvo}}/g_{\text{erodente}}$);

d_e = diâmetro médio das partículas erodentes (m);

ρ_e = densidade das partículas erodentes (Mg/m^3);

Com o intuito de investigar a importância das propriedades no desgaste erosivo de materiais frágeis, Shipway e Hutchings (1996) fizeram um estudo com sete materiais diferentes e quatro tipos de erodentes. A microdureza e a tenacidade à fratura por indentação dos materiais foram medidas em um ensaio

Vickers (onde o indentador é uma pirâmide de diamante). Para calcular a tenacidade à fratura, foi utilizado o critério de Ponton e Rawlings (1989), através da Equação 4.4.

$$K_C = 0,00141 \left(\frac{F_i}{a^{1,5}} \right) \left(\frac{E}{H} \right)^{0,4} \log_{10} \left(\frac{8,4a}{c_r} \right) \quad \text{Equação (4.4)}$$

onde:

K_C = tenacidade à fratura (MPa.m^{0,5});

F_i = força no indentador (N);

a = metade do comprimento diagonal do indentador (m);

E = módulo de elasticidade (GPa);

H = dureza (GPa);

c_r = comprimento total da fratura radial (m).

Os valores encontrados estão apresentados na Tabela 4.1. As propriedades do material erodente estão mostradas na Tabela 4.2. A forma utilizada para medir a microdureza é muito importante. Isto porque uma comparação entre dureza e tenacidade à fratura só é válida para as mesmas condições de indentação.

Os resultados do trabalho investigativo de Shipway e Hutchings (1996) são apresentados nas Figura 4.10 a 4.18. A Figura 4.10 apresenta a variação da taxa de erosão em função da velocidade de impacto das partículas de erodente. Neste caso, a taxa de erosão foi caracterizada por perda de massa do material alvo por unidade de massa de erodente utilizado, que é proporcional a V^n , exceto no caso do carbetto de boro erodido por partículas de sílica.

Na Figura 4.11, os valores de taxa de erosão foram plotados em função da razão H_p/H_t para uma velocidade de impacto de 60m/s. A Figura 4.12 mostra as taxas de erosão para vários materiais erodidos por SiC a 60m/s em ângulo de impacto de 90°, plotados em função de parâmetros do material alvo sugeridos por Ruff e Wiederhorn (1979). A Figura 4.13 mostra o expoente de velocidade n colocado em função da razão H_p/H_t .

Tabela 4.1: Valores encontrados para os materiais apresentados utilizando-se a Equação 4.3. A dureza e a tenacidade foram determinadas por microdureza Vickers, com carga de 4,9N (Shipway e Hutchings, 1996).

Material base	Composição (% peso)	H (GPa)	K _c (MPa. m ^{0,5})	Cristalinidade - Tamanho de grão (μm)
Vidro sodo-cálcico	72 SiO ₂ , 15 Na ₂ O, 5 CaO, 4MgO	6,14	1,08	amorfo
Vidro borossilicato	81 SiO ₂ , 13 B ₂ O ₃ , 4Na ₂ O	8,10	1,37	amorfo
Sílica fundida	100 SiO ₂	5,54	1,62	amorfo
Zircônia (PSY)	95 ZrO ₂ , 5 Y ₂ O ₃	14,0	3,37*	3 – 5
Alumina	86 Al ₂ O ₃ , 11 SiO ₂	12,7	4,79**	<1
Carbeto de silício	99 SiC	30,5	3,71**	3 – 10
Carbeto de boro	96 B ₄ C, 3C	36,3	3,59	20 – 50 e 1 – 3

Obs.:*carga microdureza Vickers 49N

**idem 98,1N

Tabela 4.2: Propriedades dos materiais utilizados como erosivo. A dureza e a tenacidade foram determinadas por microdureza Vickers, com carga de 1,97N (Shipway e Hutchings, 1996).

Partículas	Composição (% peso)	H (GPa)	K _{IC} (MPa. m ^{0,5})	Observações
Silício	100 Si	9,3	1,3	monocristalino e morfologia angular
Sílica	99 SiO ₂	13,1	1,4	policristalino e morfologia arredondada
Alumina	95 Al ₂ O ₃ , 3TiO ₂	26,5	3,4	policristalino e morfologia angular
Carbeto de silício	99 SiC	33,4	3,5	monocristalino e morfologia angular

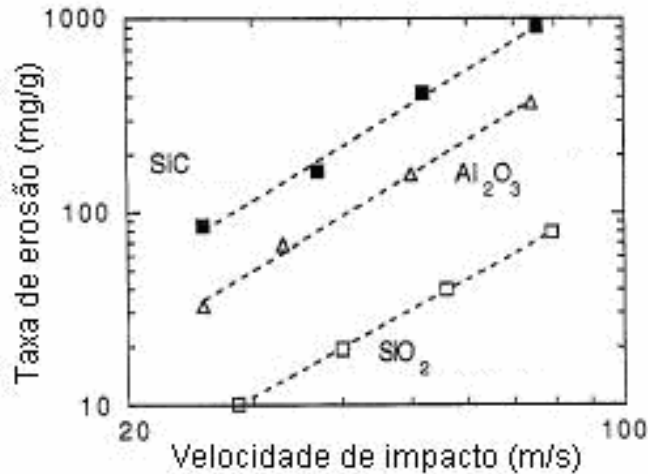


Figura 4.10. Taxa de erosão para três diferentes erodentes em função da velocidade de impacto das partículas erodentes (Shipway e Hutchings, 1996).

Todos os vidros apresentaram fratura por indentação independente do tipo de material erodente ou da velocidade de impacto para todos os casos deste estudo. As superfícies erodidas mostraram a clara evidência de fratura lateral pela presença de fraturas em forma de concha (Figura 4.14). Os BC e SiC como material alvo apresentaram fratura por indentação quando erodidos por SiC (durezas comparáveis entre material alvo e erodente), mas apresentaram lascamentos em pequena escala quando comparados com sílica e alumina (Figuras 4.15 e 4.16).

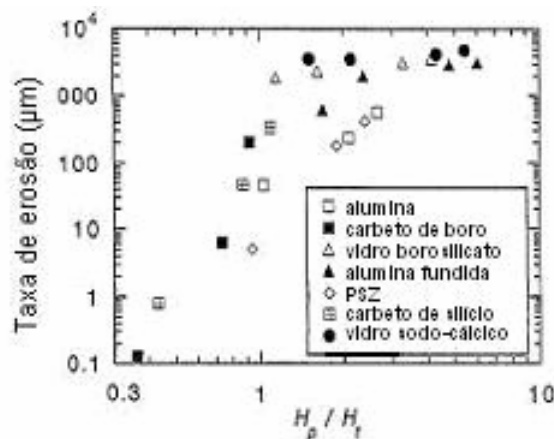


Figura 4.11. Taxa de erosão a 60 m/s colocada em função da razão entre as durezas do material base e do erodente (Shipway e Hutchings, 1996).

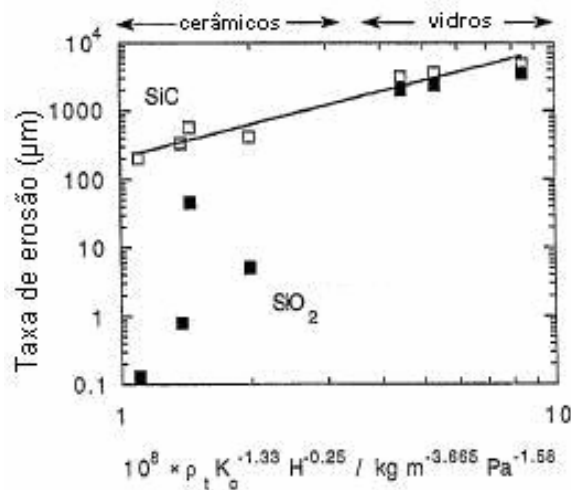


Figura 4.12. Taxa de erosão em função de uma combinação de parâmetros base para os erodentes SiC e SiO₂ a 60 m/s (Shipway e Hutchings, 1996).

Para a zircônia (Figura 4.17) a identificação dos mecanismos responsáveis pela erosão foi mais complicada. Para os erodentes de menor dureza o principal mecanismo identificado foi o de lascamento. No caso dos erodentes duros o processo de indentação ocorreu de forma diferente do que acontece usualmente para outros materiais cerâmicos. A superfície indentada estava muito mais rugosa do que a erodida com sílica. Na zircônia, o processo de falha por indentação foi suprimido por uma alta tenacidade abaixo das condições em que isto poderia ser esperado. Entretanto, as partículas erodentes causaram indentações profundas, visto por apresentarem maior dureza que o material alvo. O material removido apresentou um escoamento plástico que prevaleceu ao comportamento frágil.

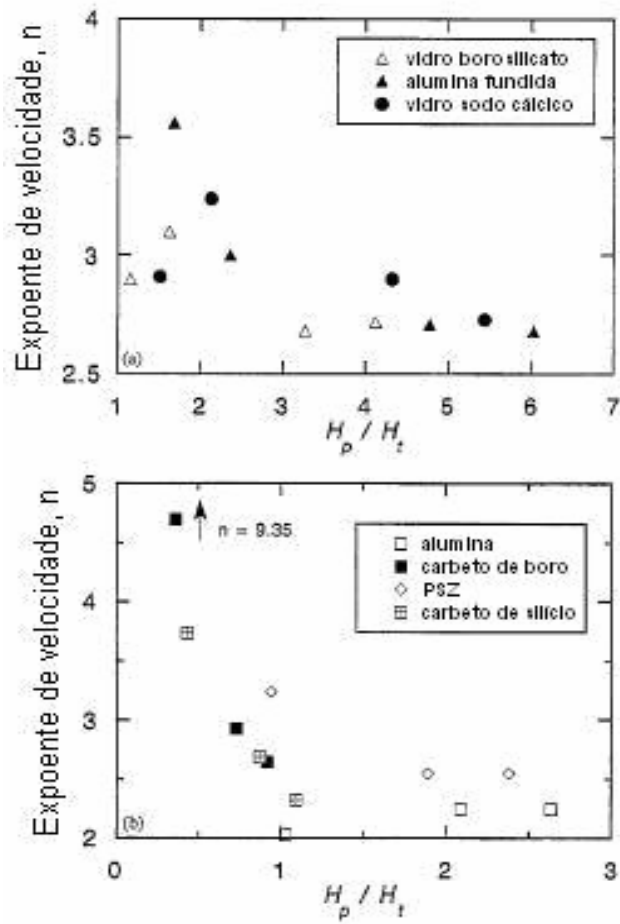


Figura 4.13. Expoente de velocidade colocado em função da razão H_t/H_p . (a) Material base: vidros. (b) Material base: cerâmicos (Shipway e Hutchings, 1996).

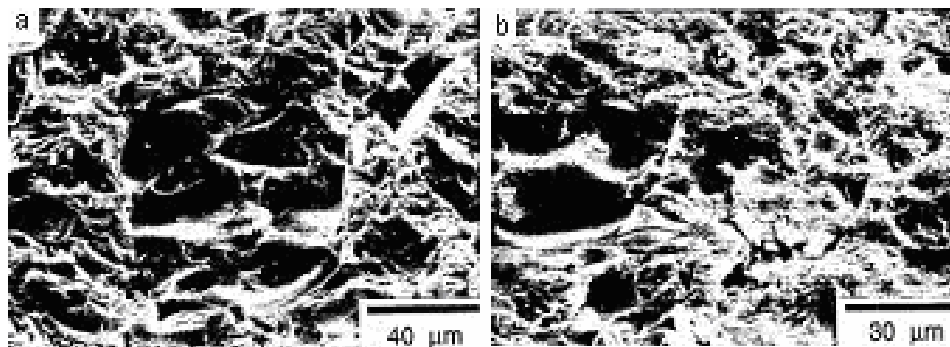


Figura 4.14. Superfície dos vidros após a erosão. (a) Vidro borossilicato após erosão com SiC em ângulo normal e velocidade de 76 m/s. (b) Vidro sodo-cálcico erodido com SiC em ângulo normal e velocidade de 29 m/s (Shipway e Hutchings, 1996).

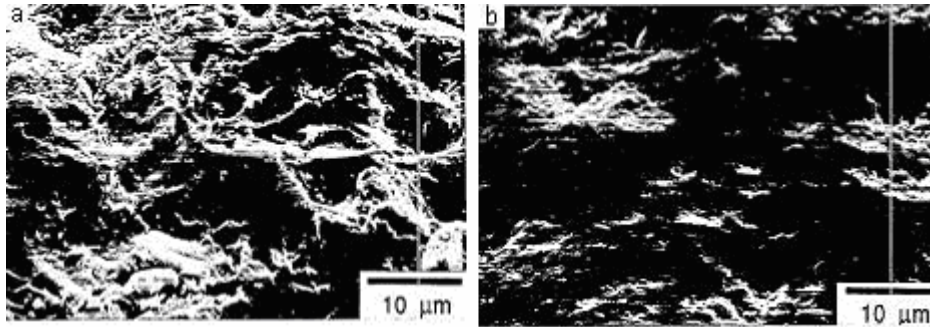


Figura 4.15. Morfologia da superfície do carbeto de silício após erosão em ângulo de 90°. (a) Erodente: carbeto de silício a 76 m/s. (b) Erodente: sílica a 79 m/s (Shipway e Hutchings, 1996).

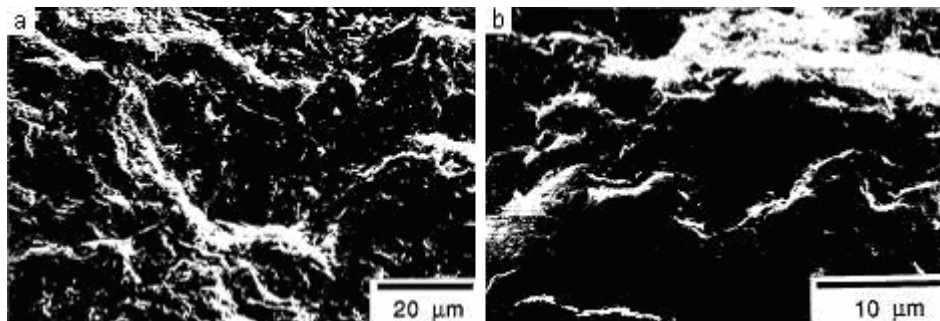


Figura 4.16. Morfologia da superfície do carbeto de boro após erosão em ângulo de 90°. (a) Erodente: carbeto de silício a 82 m/s. (b) Erodente: alumina a 80 m/s (Shipway e Hutchings, 1996).

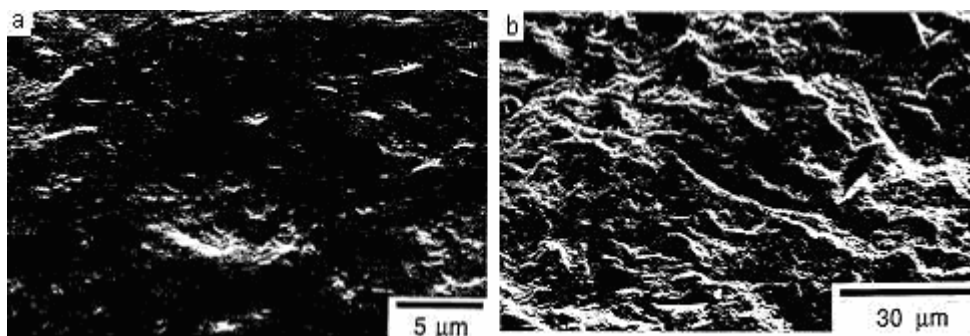


Figura 4.17. Superfície da zircônia após o desgaste erosivo em ângulo de 90°. (a) Erodido por SiO_2 a 79 m/s. (b) Erodido por alumina a 74 m/s (Shipway e Hutchings, 1996).

No caso da alumina (Figura 4.18), foram notados dois diferentes mecanismos de desgaste erosivo. Para o erodente esférico (SiO_2), não foi

observada a fratura nos contornos de grão, mas isto ocorreu para o erodente angular (SiC).

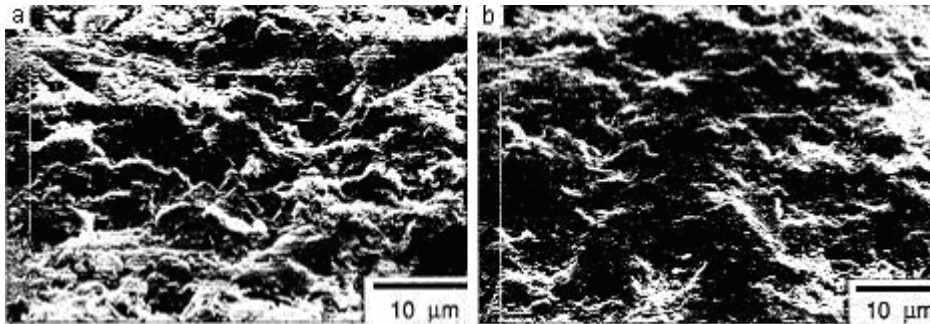


Figura 4.18 – Superfície da alumina após o desgaste erosivo em ângulo de 90°. (a) Erodido por SiC a 26 m/s. (b) Erodido por SiO₂ a 40 m/s (Shipway e Hutchings, 1996).

Além da tenacidade à fratura e dureza, Wellman e Allen (1995) observaram que o desgaste erosivo pode ser função do tamanho de grão do material alvo. Estes autores apresentaram então uma relação nesse sentido, cujo gráfico representativo é o da Figura 4.19, obtidos no desgaste de diferentes aluminas.

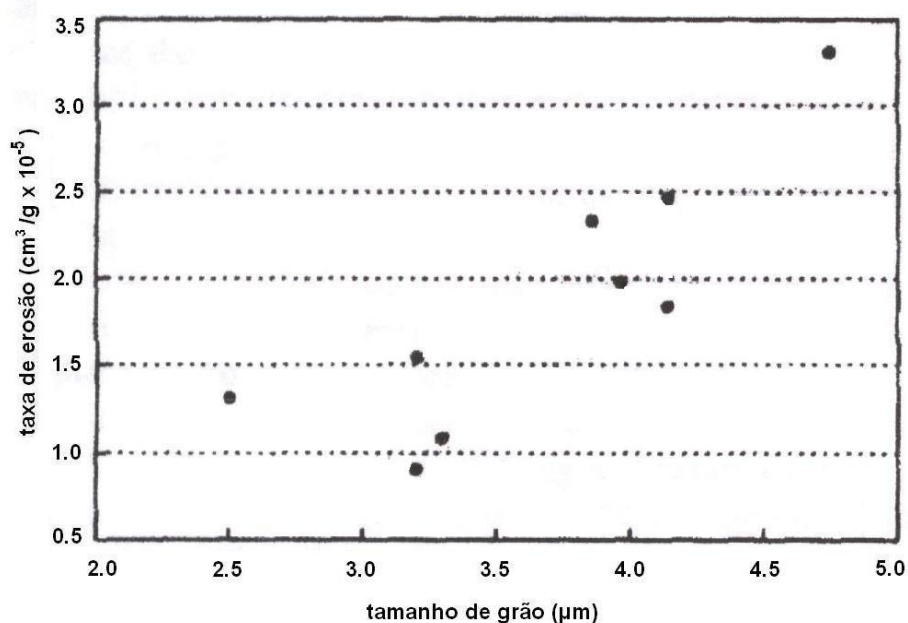


Figura 4.19. Variação da taxa de desgaste em função do tamanho de grão no processo de desgaste erosivo obtidos para diferentes aluminas (Wellman e Allen, 1995).

No mesmo intuito, Zhou e Bahadur (1995) investigaram o desgaste erosivo de cinco diferentes formulações com base de alumina. A composição, tamanho de grão e propriedades dos diferentes corpos-de-prova estão listados nas Tabelas 4.3 e 4.4. A Figura 4.20 apresenta os resultados obtidos para a variação da taxa de erosão para todas as formulações em função da temperatura do ensaio erosivo.

Pelos resultados, foi possível constatar que até uma temperatura de 400°C não há considerável alteração nas taxas de erosão. Em temperaturas elevadas, o mecanismo de arrancamento de partículas mostra-se alterado com a evidência de um processo de deformação plástica na formação do *pit*. Isto pode ser mais bem percebido através da Figura 4.21.

Tabela 4.3: Composição e tamanho de grão médio das formulações estudadas, Zhou e Bahadur (1995).

Nome (código)	Composição	Tamanho de grão (µm)	Representação
2140	90% alumina + 10% SiO ₂	7,6	Al10Si
6928	96% alumina + 4% SiO ₂	6,2	Al4Si
M-RCHP-4PD	99,5% alumina	8,0	Al
6935	zircônia-alumina + 4% SiO ₂	6,0	ZTA4Si
ZTA-GF-A	zircônia-alumina	6,0	ZTA

Tabela 4.4: Propriedades mecânicas das formulações estudadas, segundo Zhou e Bahadur (1995).

	Al	ZTA	ZTA4Si	Al4Si	Al10Si
Dureza (HV)	1710	1610	1260	1660	1250
Tenacidade à fratura (MPa.m ^{0.5})	4,0	5,5	5,5	4,1	3,9
Módulo de elasticidade (MPa)	344-740	289-580	289-580	303-370	268-900
Resistência à compressão (MPa)	2758	2900	2900	2620	2410

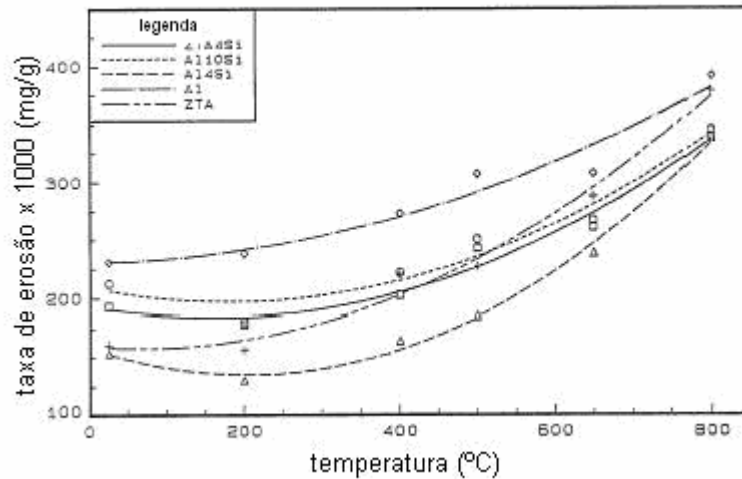


Figura 4.20. Taxa de erosão em função da temperatura em impacto normal a 50 m/s (Zhou e Bahadur, 1995).



Figura 4.21. Superfície da alumina Al4Si após desgaste erosivo em ângulo normal. (a) 25°C (b) 800°C (Zhou e Bahadur, 1995).

4.2.3 TEORIA DA FORMAÇÃO DE PITS

Segundo Ritter (1985), observando-se a natureza do dano provocado pelo impacto de partículas de alta dureza em materiais frágeis, constata-se a formação de *pits* (cavidades), que são resultado do arrancamento de grãos da superfície. A dimensão do *pit* corresponderia a do impacto de uma ponta angulosa do erodente no choque contra a superfície do material alvo.

Supondo-se que a energia cinética envolvida no choque do erodente contra a superfície do material frágil seja absorvida através dos contornos de grão adjacentes à zona de impacto, gerando um *pit* de formato anular, esta será

proporcional à energia de fratura do contorno de grão γ . Esta relação pode ser descrita pela Equação 4.5.

$$U_k \propto n_p \gamma d_g^2 \quad \text{Equação (4.5)}$$

onde:

U_k = energia cinética das partículas impactantes (N.m);

n_p = número de grãos por *pit*;

γ = energia de fratura do contorno de grão (N.m);

d_g = diâmetro médio de grão (m).

Desta forma, assume-se que o dano da zona atingida por partículas está na forma do rompimento do contorno de grão. A energia associada à formação de um *pit* vai ser a energia de fratura do contorno de grão multiplicado pelo número de grãos por *pit* e a área superficial por grão. Desde que o número de grãos por buraco seja proporcional à razão entre o volume do buraco para um tamanho de grão médio, e a área superficial por grão seja proporcional a área média do diâmetro do grão d_g , então o tamanho D do buraco será proporcional à energia cinética U_k das partículas impactantes, conforme a Equação 4.6 (Ritter, 1985).

$$D \propto \left(\frac{d_g U_k}{\gamma} \right)^{\frac{1}{3}} \quad \text{Equação (4.6)}$$

onde:

D = tamanho do buraco (m);

O volume de material removido pelo impacto (ΔV , em m^3) é obtido a partir do cubo do diâmetro da cavidade resultante na superfície do material. Assim, o desgaste erosivo ΔV é proporcional à energia cinética, conforme a Equação 4.7, a partir da Equação 4.5.

$$\Delta V \propto \frac{dU_k}{\gamma} \quad \text{Equação (4.7)}$$

A validade da Equação (4.7) pode ser examinada assumindo-se que a energia de fratura do contorno de grão é proporcional à tenacidade à fratura - modo I (K_{IC}) conforme a Equação (4.8).

$$\gamma \propto \frac{K_{IC}^2}{E} \quad \text{Equação (4.8)}$$

onde:

K_{IC} = tenacidade à fratura – modo I (MPa.m^{0,5});

Desta forma, o volume removido de material pode ser escrito conforme a Equação (4.9).

$$\Delta V \propto \frac{dEU_k}{K_{IC}^2} \quad \text{Equação (4.9)}$$

4.2.4 TEORIA DA FORMAÇÃO DE UMA FRATURA LATERAL

Assumindo-se o dano na forma de uma cavidade redonda e uma partícula de raio R , a fratura lateral terá tamanho c_1 , com uma penetração h e uma força residual F_r e pode ser calculada pela Equação 4.10. Esta relação está mostrada na Figura 4.22 (Sirinivasan e Scatergood, 1988).

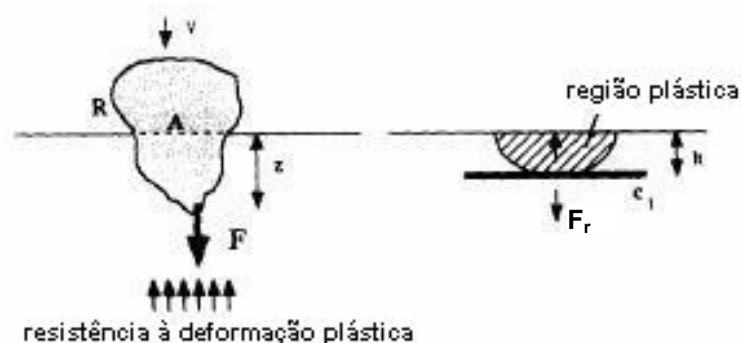


Figura 4.22. Formação de uma fratura lateral (Sirinivasan e Scatergood, 1988).

$$\Delta E \propto \frac{\Delta V}{R^3} \propto \frac{\pi c_1^2 h}{R^3} \quad \text{Equação (4.10)}$$

onde:

R = raio médio da partícula erodente (m);

c_1 = tamanho da fratura lateral (m);

h = profundidade da penetração da partícula – região plástica (m).

O valor de c_1 obedece a Equação 4.11 e a profundidade da penetração h é dada pela Equação 4.12.

$$c_1 \propto \left(\frac{F_r}{K_{IC}} \right)^{\frac{2}{3}} \quad \text{Equação (4.11)}$$

onde:

F_r = força residual na formação da fratura lateral (N).

$$h \propto (Az)^{\frac{1}{3}} \quad \text{Equação (4.12)}$$

onde:

A = área de contato projetada da partícula (m²);

z = profundidade de penetração da partícula no alvo (m).

Então, a taxa de erosão será dependente de R , V e do K_{IC} do material alvo, segundo a Equação 4.13.

$$\Delta E \propto R^m V^p K_{IC}^{-\frac{4}{3}} \quad \text{Equação (4.13)}$$

onde:

m e p = expoentes do tamanho e velocidade das partículas, respectivamente. São função da forma da partícula.

4.3 MATERIAS CERÂMICOS À BASE DE ALUMINA

4.3.1 ALUMINA

Segundo Brown *et al.* (1991), a alumina é encontrada na crosta terrestre como um componente em minerais de aluminossilicatos como a bauxita. Sua principal forma de obtenção é através do processo *Bayer*. A bauxita é encontrada em diferentes estados de pureza e é dividida em duas classificações: mineral refratário e mineral metalúrgico.

O mineral refratário de bauxita é fornecido pela China, Brasil e Guiana através da calcinação em alta temperatura do material: diáspore ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$) na China e gibsite ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) na Guiana e Brasil. Em ambos os casos a calcinação deve atuar no controle de determinadas especificações físicas e químicas, assim como na pureza da alumina obtida. Durante a calcinação, fases complexas de coríndon (Al_2O_3), mulita, silicatos e titanato de alumínio (em menor quantidade) podem ser formadas.

A bauxita, para a extração do metal alumínio, é encontrada no Brasil, Jamaica, Austrália e leste da África, contendo como principais impurezas óxido de sódio, ferro e sílica. A alumina é extraída do minério quando dissolvida em hidróxido de sódio formando uma solução de aluminato de sódio onde é separado do óxido de ferro e da sílica que saem na forma de um rejeito conhecido como lama vermelha.

A alumina pura é precipitada a partir do aluminato de sódio e calcinada para várias graduações de alumina. Aproximadamente 92% da alumina produzida por esse método é utilizada para produzir alumínio pelo processo *Hall-Heront*, que leva a uma grande quantidade de aplicações químicas e cerâmicas.

As aluminas de alta pureza utilizadas na indústria cerâmica e derivadas do processo *Bayer* são classificadas como: alumina tabular, alumina fundida e alumina especialmente calcinada.

A alumina tabular é produzida pela calcinação em alta temperatura (~2000°C) em grandes fornos rotatórios a óleo. A alumina fundida é produzida

pela fusão elétrica da alumina calcinada. Ambas as aluminas contêm mais de 99,5 % de Al_2O_3 com Na_2O como a maior impureza ($\leq 0,3\%$) e porosidade menor que 5%. As aluminas tabular e fundida são utilizadas na indústria de refratários nas formas moída e graduada para uso em uma grande quantidade de produtos de alta qualidade como refratários para fundição e monolíticos em aplicações em altos fornos e na indústria petroquímica.

Os pós de alumina calcinada são a maior matéria-prima pura bruta utilizada na indústria cerâmica para aplicações eletrônicas e de Engenharia. Os pós são produzidos em uma grande quantidade de graduações para alcançar exatamente especificações químicas, tamanho de partícula e forma cristalina para atender um grande número de produtos. A quantidade normal de Na_2O proveniente do processo *Bayer* pode ser reduzida a quantidades específicas de sódio durante o refino e calcinação, enquanto propriedades físicas podem ser ajustadas durante a calcinação no forno rotativo e subseqüentemente na moagem a seco.

Tendências atuais conduzem a tornar melhor o controle graduado da alumina visando-se produzir materiais com tamanho médio de partículas abaixo de $0,5 \mu\text{m}$, bem como no suprimento de grãos atomizados. O processo de atomização dos pós é bastante utilizado em fábricas de materiais cerâmicos.

4.3.1.1 ESTRUTURA E PROPRIEDADES DA ALUMINA

Um grande número de estruturas transitórias de Al_2O_3 pode ser formado no aquecimento inicial dos hidratos de alumina durante os processos de calcinação e sinterização. Entretanto, todas as estruturas são transformadas irreversivelmente para $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ (coríndon). Esta estrutura é do tipo hexagonal e é estável em temperaturas acima de 1200°C , sendo utilizada em diversas aplicações estruturais e elétricas. A $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\gamma$ é utilizada em aplicações de catálise. Os diferentes caminhos pelos quais se obtém alumina através do processo *Bayer* estão mostrados na Figura 4.23, assim como as fases formadas durante o processo. Com o aumento da pressão, tamanho de partícula e taxa de aquecimento, o diagrama se desloca para a direita (Gallagher, 1991).

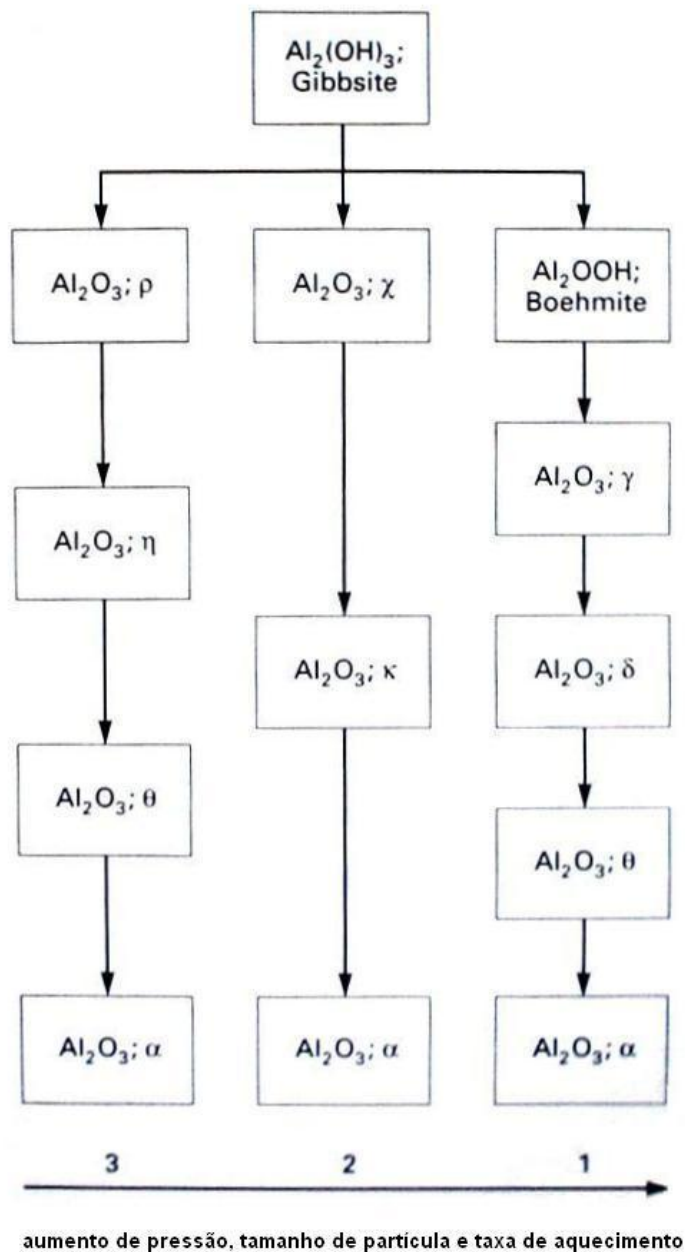


Figura 4.23. Diagrama representando os diferentes caminhos utilizados pelo processo *Bayer* para se obter alumina (Gallagher, 1991).

Devido a uma forte ligação química entre os íons Al^+ e O^- (pois tem alto calor de formação (-400Kcal/mol)), a alumina tem uma estabilidade química até muito próximo do seu ponto de fusão (2050°C), a maior dureza dentre os óxidos industrialmente utilizados e alta resistência mecânica. Quanto as suas propriedades físicas e mecânicas, pode-se observar que a resistência mecânica é alta em temperatura ambiente, mas diminui bastante a partir de temperaturas

acima de 1100°C. Entretanto, como o coeficiente de expansão térmica é elevado, a resistência ao choque térmico é menor que para materiais como Si₃N₄ e SiC, que também são materiais de alta resistência. A tenacidade a fratura (K_{IC}) em temperatura ambiente varia de 3,85 a 3,95MPa.m^{0,5} para uma alumina sinterizada com uma densidade relativa de 95% e tamanho de grão de 2µm. Para uma alumina prensada à quente com densidade relativa de 99,5% e tamanho de grão de 2µm, K_{IC} varia de 4,18 a 5,9MPa.m^{0,5} (Gallagher, 1991). Quanto às propriedades elétricas, a alumina é um material tipicamente isolante elétrico. A resistividade para cerâmicos de alta pureza com uma baixa concentração alcalina é maior que 10¹⁵Ω, a temperatura ambiente.

Em relação às propriedades químicas, a alumina é quimicamente bastante estável e tem uma alta resistência à corrosão. Esse material é insolúvel em água e muito pouco solúvel em ácidos fortes e soluções alcalinas. A pressão de vapor (em KPa) é pequena inclusive em altas temperaturas: 0,13 em 2148°C, 1,33 em 2385°C e 13,3 em 2665°C.

A estrutura cristalina da alumina é característica das estruturas A₂X₃. Nesta estrutura cristalina têm-se os ânions formando quase um sistema hexagonal de empacotamento fechado e os cátions ocupando 2/3 dos interstícios octaédricos. Os cátions estão aproximadamente numa coordenação octaedral. Quando estão na posição octaedral se repelem, de modo que acabam por não estar centrado no interstício. As posições dos ânions estão também distorcidas entre 2 e 4% (Bonnell, 1991). A Figura 4.24 apresenta o empacotamento das estruturas de coríndon (A₂X₃).

Assim como para os materiais cerâmicos em geral, a alumina tem muitas de suas propriedades de interesse como material para Engenharia vinculada a sua microestrutura. A perda da resistência mecânica com o aumento da porosidade é bem conhecida para os materiais cerâmicos (Coble e Kingery, 1956 *apud* Callister, 2005). A Equação 4.14, de origem empírica, descreve esta relação para corpos cerâmicos à base de alumina, onde a resistência à flexão (σ_{ff}) diminui exponencialmente em função da fração volumétrica da porosidade (P). O gráfico de pontos experimentais é apresentado na Figura 4.25.

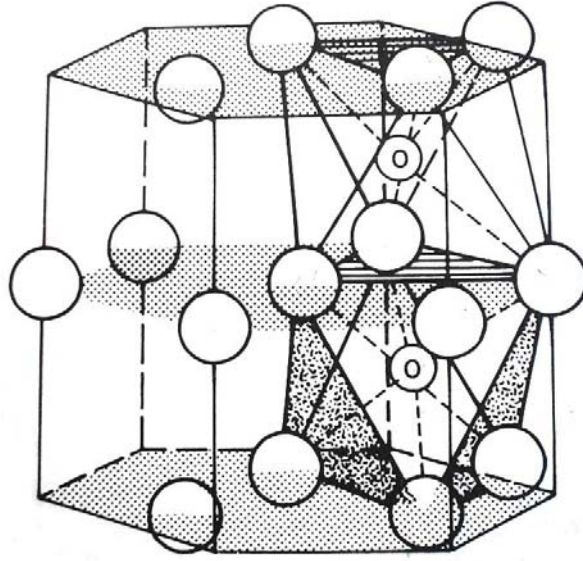


Figura 4.24. Forma de empacotamento das estruturas A_2X_3 (coríndon) (Bonnell, 1991).

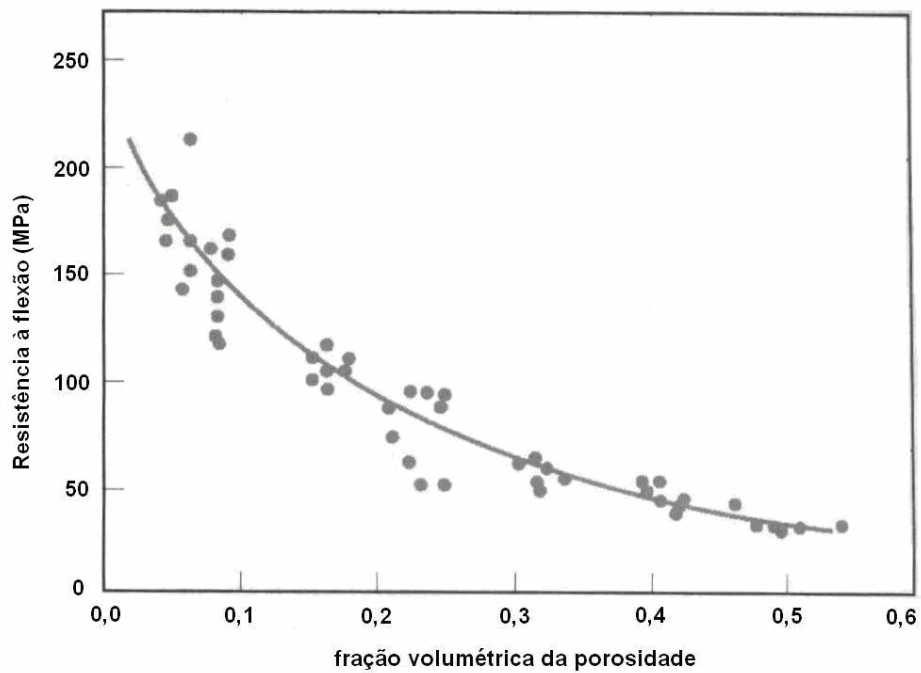


Figura 4.25. Variação da resistência à flexão de um material cerâmico à base de alumina em função da porosidade (Coble e Kingery, 1956 *apud* Callister, 2005).

$$\sigma_{rf} = \sigma \cdot \exp(-nP)$$

Equação (4.14)

onde:

σ_{rf} = resistência à flexão do material com porosidade (MPa);

n = constante experimental;

P = porosidade (fração volumétrica).

Além da resistência mecânica, o módulo de elasticidade de um material cerâmico também está sujeito a mudanças em função de sua porosidade. Um aumento da fração de porosidade de um corpo cerâmico deve levar a uma diminuição na rigidez, o que provoca uma queda no módulo de elasticidade (Coble e Kingery, 1956 *apud* Callister, 2005). A relação entre estas propriedades está descrita na Equação 4.15. O gráfico que representa esta relação está mostrado na Figura 4.26.

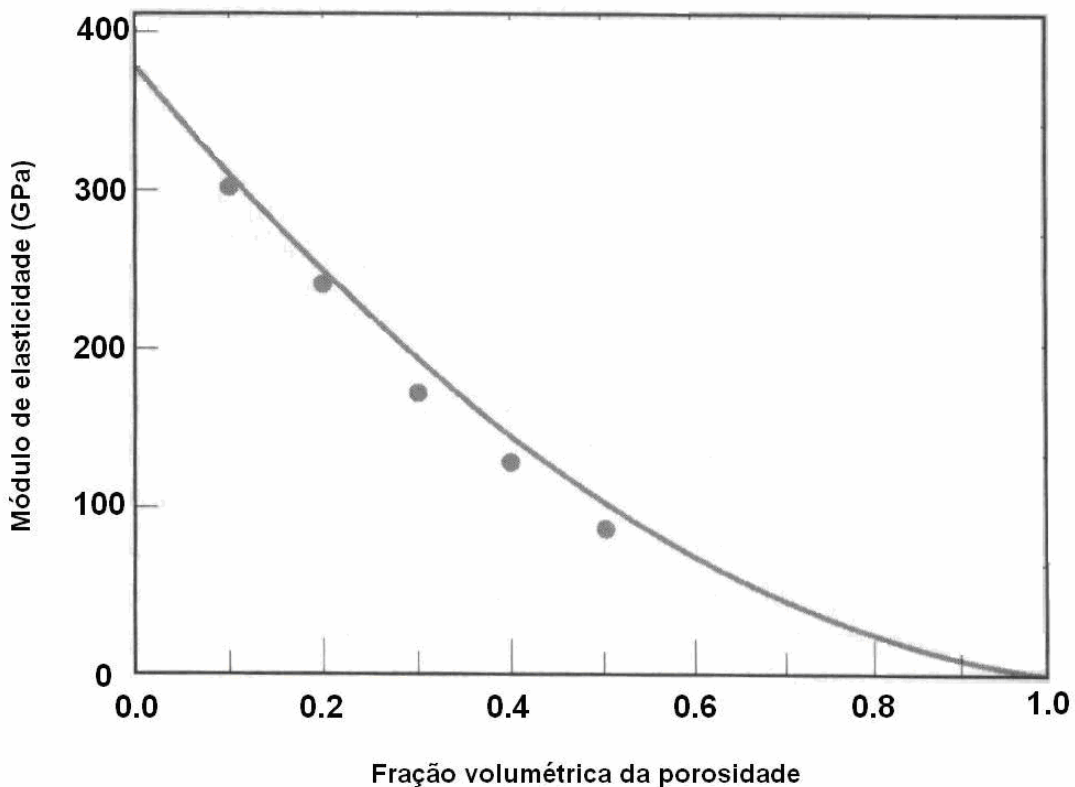


Figura 4.26. Variação do módulo de elasticidade em função da porosidade de uma alumina (Coble e Kingery, 1956 *apud* Callister, 2005).

$$E = E_0(1 - 1.9P + 0.9P^2)$$

Equação (4.15)

onde:

E_0 = módulo de elasticidade sem a presença da porosidade, teórico (GPa);

O efeito da temperatura sobre as propriedades mecânicas da alumina pode ser resumido pela Figura 4.27. A temperatura provoca uma diminuição da resistência mecânica, bastante acentuada para temperaturas maiores que 1000°C. Na verdade, o gráfico da Figura 4.27 pode ser dividido em 3 áreas. Uma, até ~500°C, onde a fratura é frágil, e a resistência mecânica é determinada pelos defeitos pré-existentes. Segundo alguns autores, poderia aqui haver uma união entre defeitos localizados na superfície com outros imediatamente abaixo desta, fazendo com que a resistência mecânica caia em função do aumento do defeito principal (Meredith e Pratt *apud* Davidge, 1979). Uma segunda região, entre ~500°C e ~1100°C, de estabilidade da resistência mecânica. A terceira região, para temperaturas acima de 1100°C, é caracterizada pela deformação plástica ocorrente no contorno de grão, antes da clássica deformação plástica por movimento de discordâncias, a altas temperaturas (>1400°C) (Davidge, 1979).

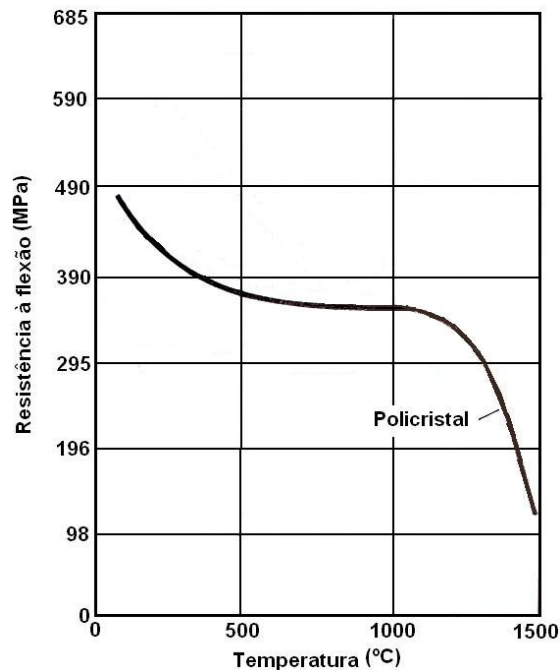


Figura 4.27. Variação da resistência mecânica de uma alumina policristalina sem fase vítrea (Miyayama, 1991).

4.3.2 PROCESSAMENTO CERÂMICO

A razão de ser da cerâmica, bem como a sua importância econômica, se baseia no fato de que a queima de massas cerâmicas, previamente moldadas, provoca uma modificação completa de suas propriedades. A queima é um processo que envolve o aquecimento do material a altas temperaturas de forma a promover vitrificação ou mesmo a sinterização de partículas.

Após a secagem, o corpo cerâmico é queimado a temperaturas variadas que depende da composição das matérias-primas e das propriedades desejadas ao produto final. Durante a operação de queima, a densidade do produto é aumentada, enquanto que a porosidade é diminuída e as propriedades mecânicas apresentam uma melhora significativa.

A obtenção de tais características tem uma estreita relação com as complexas transformações físicas e químicas que ocorrem durante o processo de queima. É importante salientar que a sinterização é um processo espontâneo onde se observa uma diminuição da energia livre em função da redução da área superficial total das partículas. A força motriz mais importante é exatamente a redução da área superficial, crescendo as partículas grandes às expensas das menores. A microestrutura resultante é composta de grãos individuais, separados pelos contornos de grão e, freqüentemente, por uma porosidade residual.

4.3.2.1 SINTERIZAÇÃO

A sinterização é um processo que ocorre para materiais cerâmicos a altas temperaturas, promovendo redução de área superficial e volume, densificação e aumento na resistência mecânica. Ainda que a sinterização de sistemas multicomponentes possa envolver concomitantemente alterações químicas, a sinterização é eminentemente um processo físico.

Tomandl e Rödel (1984) salientam que na prática, variáveis como o uso de aditivos, o tamanho de partícula, a pressão de conformação, a curva de aquecimento e o patamar de queima são fundamentais no resultado da sinterização. O uso de aditivos permite a formação de uma fase líquida, a

formação de fases secundárias que controlam fenômenos como crescimento de grãos.

As características dos pós cerâmicos, no que diz respeito ao tamanho de partícula, distribuição de tamanho, condições dos aglomerados e homogeneidade química, são fundamentais na busca da alta densidade. Em geral, partículas de pequenos tamanhos, conseqüentemente com maior energia superficial, favorecem as forças que regem a sinterização (Figura 4.28).

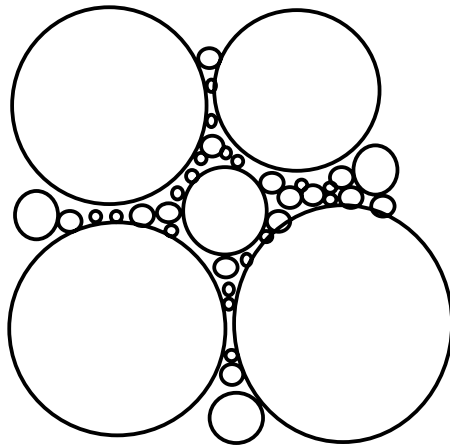


Figura 4.28. Compactação de pós, contemplando empacotamento e elevada área superficial, fatores promotores da densificação do corpo cerâmico por sinterização (Kingery, Bowen e Uhlmann, 1976).

A sinterização como uma densificação de partículas pode ocorrer por:

- i) **Sinterização na fase sólida:** sem a presença de fase vítrea;
- ii) **Sinterização por fase líquida:** com fase vítrea presente

Sinterização na fase sólida. Para Randall (1991), a sinterização sem fase vítrea é um processo tendo a difusão como fenômeno de transporte de massa predominante. As partículas a serem sinterizadas, quando em contato, por meio de um deslocamento atômico entre si tendem a eliminar a energia superficial associada. A energia superficial por unidade de volume é inversamente

proporcional ao diâmetro da partícula. Assim, quanto menor é a partícula, maior é a energia e mais rapidamente ocorre a sinterização.

Segundo Kingery (1976), a sinterização de um pó compactado é dirigida pela força de redução das energias interfaciais e, termodinamicamente, significa que este processo ocorre se a energia livre do sistema for menor que zero. Desta forma, pode-se observar que a diminuição da energia livre da superfície é maior que o aumento da energia livre do contorno de grão nos primeiros estágios de sinterização. Assim, a área superficial da partícula diminui e a área de contorno de grão aumenta. No estágio final de sinterização, uma redução adicional da energia livre da superfície pode ser dificultada e a energia livre do contorno de grão será reduzida por um aumento proporcional no tamanho do grão (crescimento do grão).

Durante a sinterização, ocorre a formação e o crescimento de um pescoço devido ao transporte de massa, reduzindo a energia superficial com uma diminuição da área superficial total. A estrutura associada ao crescimento do pescoço depende do mecanismo de transporte, que geralmente é a difusão. A difusão é termicamente ativada, significando que existe um mínimo de energia necessário para ocorrer uma movimentação atômica ou iônica (Randall, 1991).

A Figura 4.29 ilustra o processo de sinterização em etapas, conforme descrito por Randall (1991). O processo de sinterização entra em ação porque, segundo Kingery (1976), o esforço do sistema em reduzir sua área superficial é ativado pela temperatura e devido à difusão, pois a energia livre do sistema decresce como um resultado da eliminação da interface sólido-gás.

Assim como Tomandl e Rödel (1984), Randall (1991) divide a sinterização em três estágios:

(i) **Estágio inicial:** o pó é sinterizado nos pontos de contato, onde ocorre a formação do pescoço, conforme pode ser observado na Figura 4.29b. A densificação chega à ordem de 50% a 60%. Algum rearranjo também pode ocorrer. Durante este estágio, a cinética é dominada pelo gradiente de curvatura das partículas próximas. A estrutura do poro é aberta e completamente interconectada, apesar do poro não ser muito liso. O

detalhe da formação do pescoço no seu estágio inicial está mostrado na Figura 4.30. Este estágio ocorre quando a razão X/D (Figura 4.30) ainda é menor que 0.3;

- (ii) **Estágio intermediário:** os poros e o pó compactado formam uma malha de interseção com os limites de grãos. Posteriormente, a superfície do pescoço pode ser englobada por outro pescoço em crescimento. Então, diminui a fase porosa e a densificação chega a ordem de 92% a 95%. Comprova-se também o início do crescimento do grão, destacando-se os contornos de grãos na densificação da estrutura (Figura 4.29c);
- (iii) **Estágio final:** os poros adquirem forma esférica contendo gases. O crescimento dos grãos também ocorre. A forma dos poros pode ser observada na Figura 4.29d.

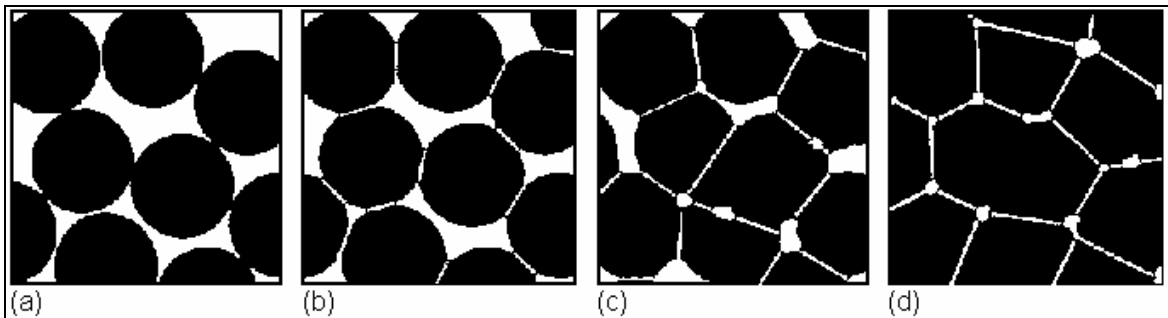


Figura 4.29. Processo de sinterização sem fase vítrea. (a) Pó apenas compactado. (b) Estágio inicial (contração do volume de poros). (c) Estágio intermediário (contornos de grãos formando contatos). (d) Estágio final (eliminação de poros) (Randall, 1991).

A transferência de massa pode ocorrer por mecanismos distintos, sendo algumas vezes simultâneos. Estes mecanismos estão ilustrados na Figura 4.31. Cada um dos mecanismos citados pode predominar num dado material. Hlavác (1983) ressalta que a sinterização de sólidos puros se processa bem abaixo do ponto de fusão, normalmente 0,8 a 0,9 da temperatura absoluta do ponto de fusão (em K).

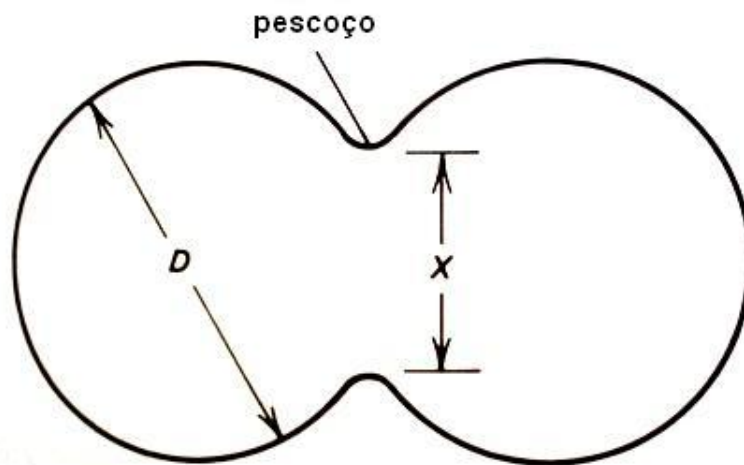


Figura 4.30. Estágio inicial da formação do pescoço entre duas partículas (Randall, 1991).

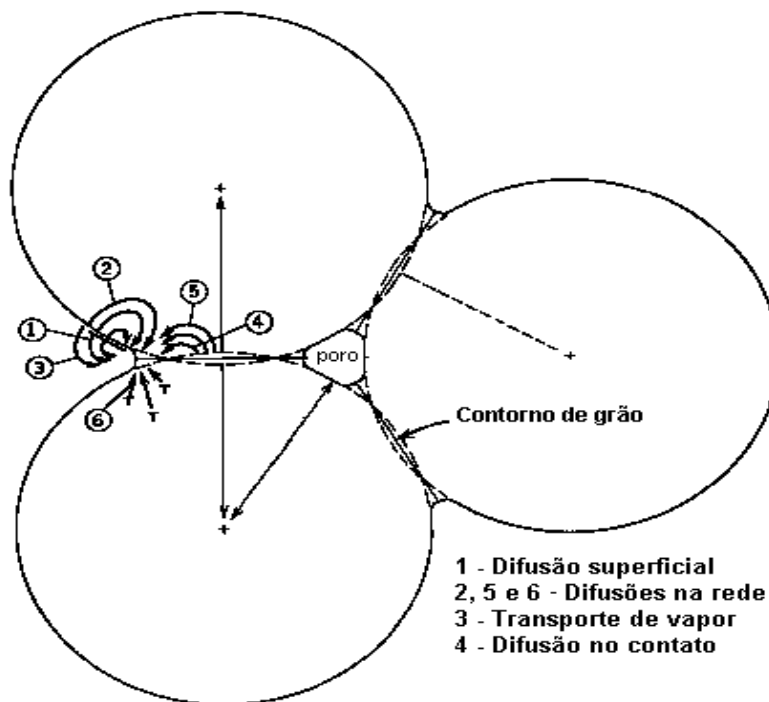


Figura 4.31. Transporte de matéria durante os estágios iniciais da sinterização (Kingery, Bowen e Uhlmann, 1976).

Sinterização por fase líquida. A sinterização na presença de uma fase líquida é a que permite com mais facilidade a obtenção de um produto de alta densidade. Ainda que o processo de sinterização sob este aspecto seja mais eficiente, a presença de uma segunda fase vítrea pode causar uma severa degradação da resistência mecânica a altas temperaturas, já que a tendência dessa fase de se deformar pode se manifestar, o que é crítico para materiais empregados a temperaturas elevadas.

Segundo Tomandl e Rödel (1984), a sinterização com presença de fase vítrea pode ser dividida em três estágios:

i) **Primeiro estágio:** fluxo líquido e rearranjo de partículas ocorrem no instante em que pontes de fase líquida são formadas entre as partículas. Estas podem ser atraídas ou repelidas pelo líquido. O rearranjo de partículas ocorre enquanto pescoços assimétricos são formados e novos contatos são criados;

ii) **Segundo estágio:** pode ocorrer a dissolução da fase sólida, quando a fase reage com as partículas sólidas, levando à desintegração ou alto encolhimento do rearranjo. Normalmente, ocorre o crescimento de grão, dependendo da maneira como o grão se acomoda. Pequenas partículas são dissolvidas e reprecipitadas, de modo não uniforme, como grandes grãos, se o espaço permitir. Se a fase líquida não dissolver quantidades substanciais de partículas sólidas, o rearranjo cessa quando as partículas formarem uma consistente malha;

iii) **Terceiro estágio:** se o equilíbrio químico for alcançado, começa o estágio final. No caso das partículas formarem um esqueleto resistente de fase sólida, uma densificação suplementar pode ser obtida por sinterização no estado sólido. O crescimento dos grãos dentro de uma fase líquida resulta no aumento do tamanho médio das partículas proporcional à raiz quadrada do tempo de sinterização (Figura 4.32).

No escoamento viscoso, é predominante o processo de sinterização das partículas vítreas. Em temperaturas elevadas ocorre um aumento intenso da

velocidade de sinterização, pois a velocidade do fluxo, analogamente à viscosidade, está relacionada logarithmicamente com o inverso da temperatura.

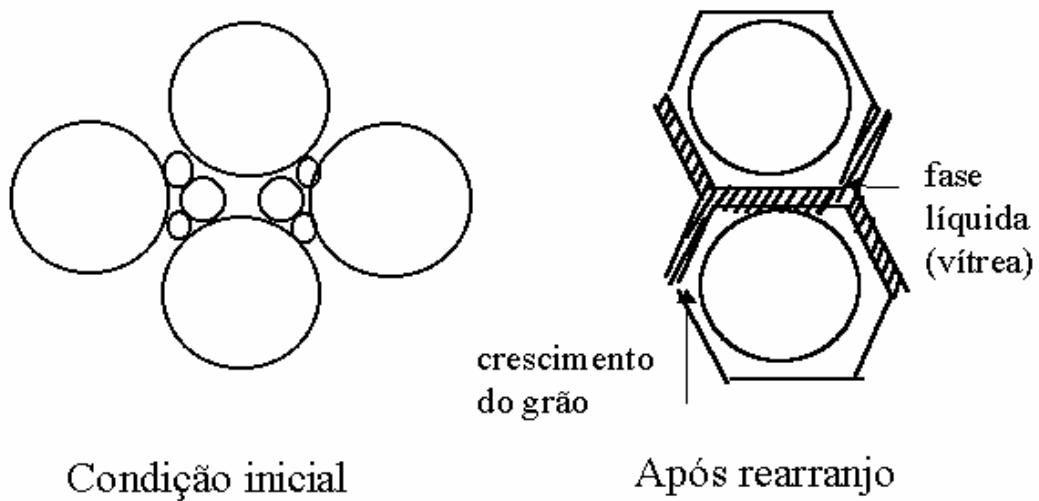


Figura 4.32. Modelo de retração pelo rearranjo de duas partículas adequadas para dissolução de partículas menores e reprecipitação de grandes partículas (Tomandl e Rödel, 1984).

O modelo clássico para sinterização entre duas esferas com a presença de fase líquida está mostrado na Figura 4.33 (Kwon, 1991).

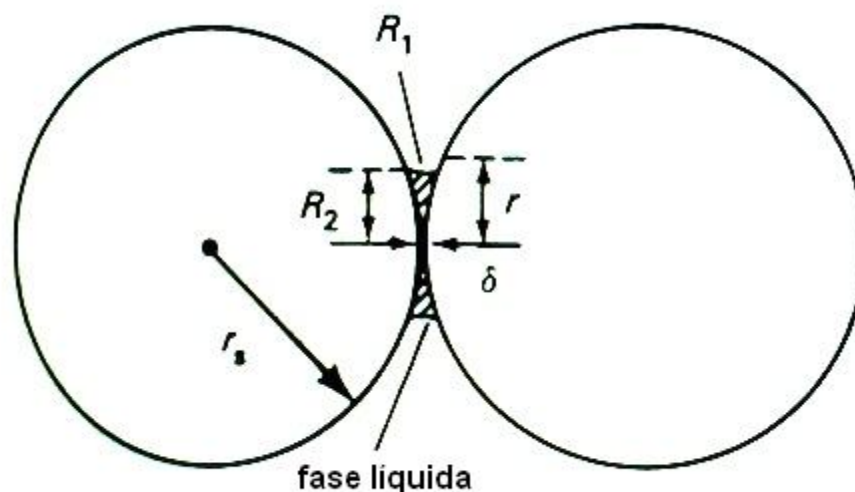


Figura 4.33. Modelo clássico para sinterização por fase líquida. Na região de contato entre as partículas são geradas tensões de compressão devido à presença de fase líquida (Kwon, 1991).

5. METODOLOGIA

A metodologia utilizada para realização desse trabalho seguiu o fluxograma da Figura 5.1.

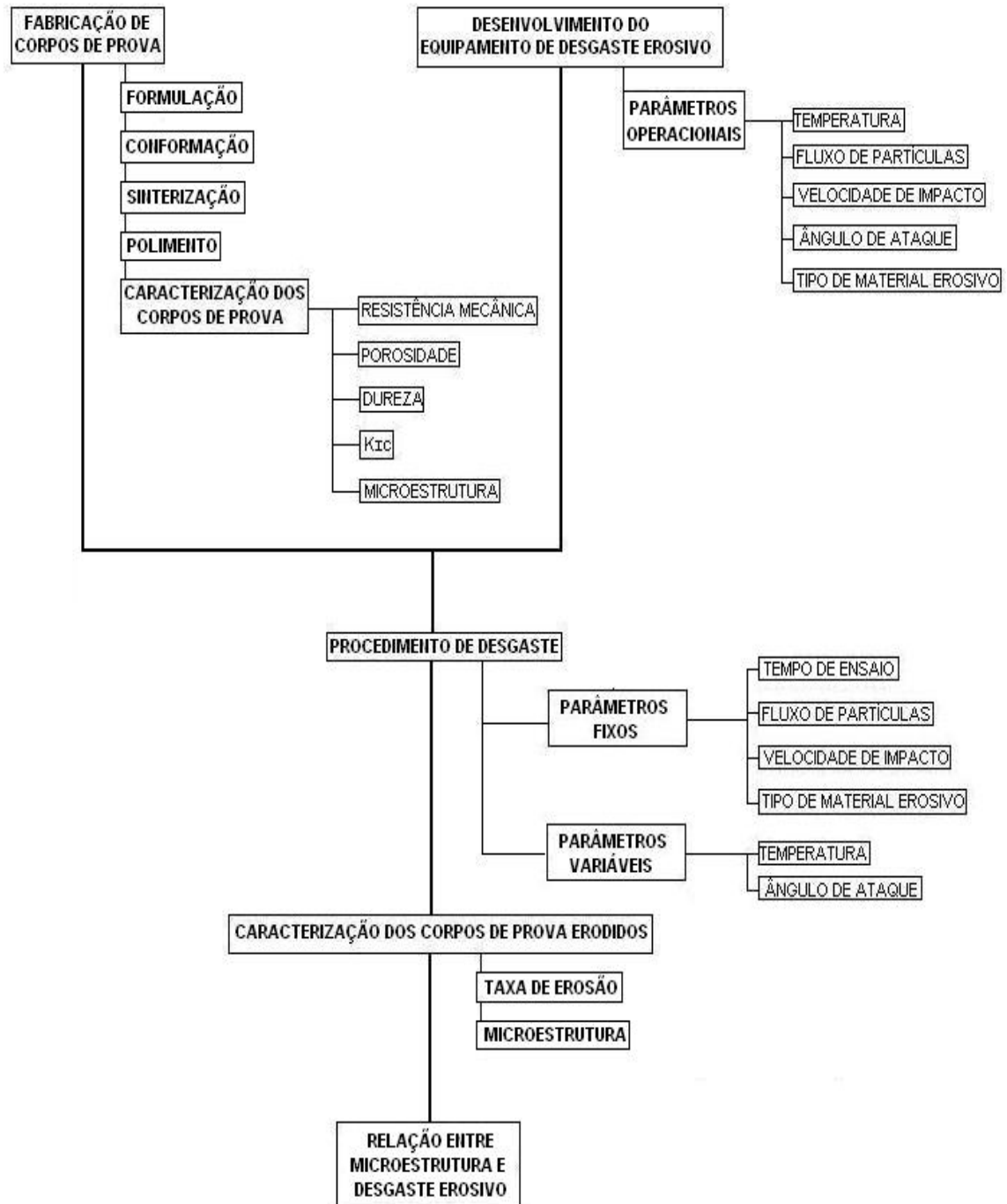


Figura 5.1. Fluxograma da metodologia utilizada para realização deste trabalho.

5.1 MATERIAIS

No desenvolvimento deste trabalho, utilizou-se duas matérias-primas para a obtenção dos corpos cerâmicos densos à base de alumina (alumina e vidro) e uma como erodente (alumina eletrofundida). A seguir apresenta-se a caracterização destas matérias-primas.

5.1.1 ALUMINA

Foram utilizadas duas aluminas para a fabricação dos corpos cerâmicos à base de alumina: a APC 2011 e a A-2G, ambas fornecidas pela ALCOA. A principal diferença entre essas aluminas é a distribuição de tamanho de suas partículas. A composição mineralógica dessas aluminas foi determinada por difração de raios X em um equipamento Phillips modelo X'Pert – MPD e é apresentada na Figura 5.2. Para a determinação da distribuição granulométrica, foi utilizada a técnica de difração a laser em um equipamento Cilas 1800.

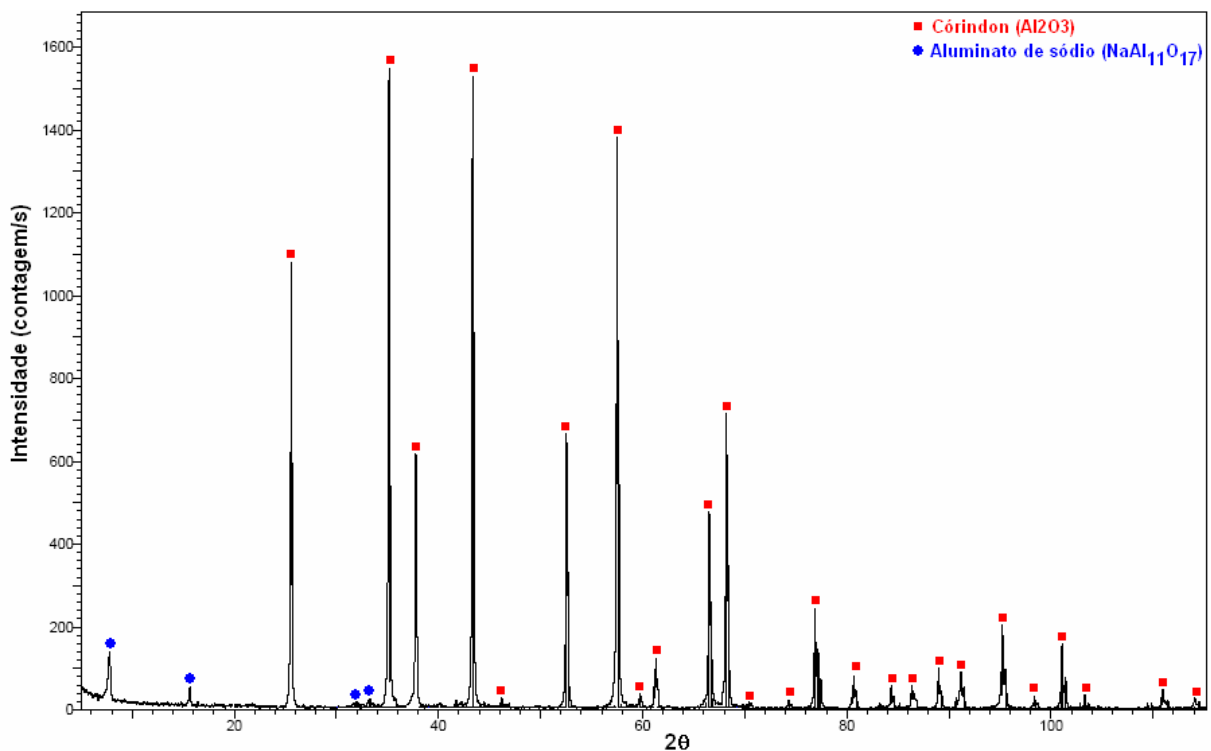


Figura 5.2. Análise mineralógica por difração de raios-x da alumina A-2G ALCOA. A análise mostra a presença das fases coríndon (Al₂O₃) e diaoiudaoita (NaAl₁₁O₇).

Através da análise da Figura 5.2, observa-se que as aluminas utilizadas apresentam as fases coríndon (Al_2O_3) e diaoidoita ($\text{NaAl}_{11}\text{O}_7$). Ambas as fases estão associadas ao processo *Bayer* de obtenção da alumina.

A Figura 5.3 e a Tabela 5.1 apresentam a distribuição de tamanhos de partículas da alumina A-2G ALCOA. O tamanho médio de partículas da alumina A-2G foi determinado em $4,7\mu\text{m}$. A distribuição granulométrica da alumina APC 2011 é apresentada pela Figura 5.4 e dada pela Tabela 5.2. A alumina APC 2011 foi empregada pelo tamanho de partícula 50% menor que da alumina A-2G, com o intuito de aumentar a densificação dos corpos cerâmicos objeto de investigação.

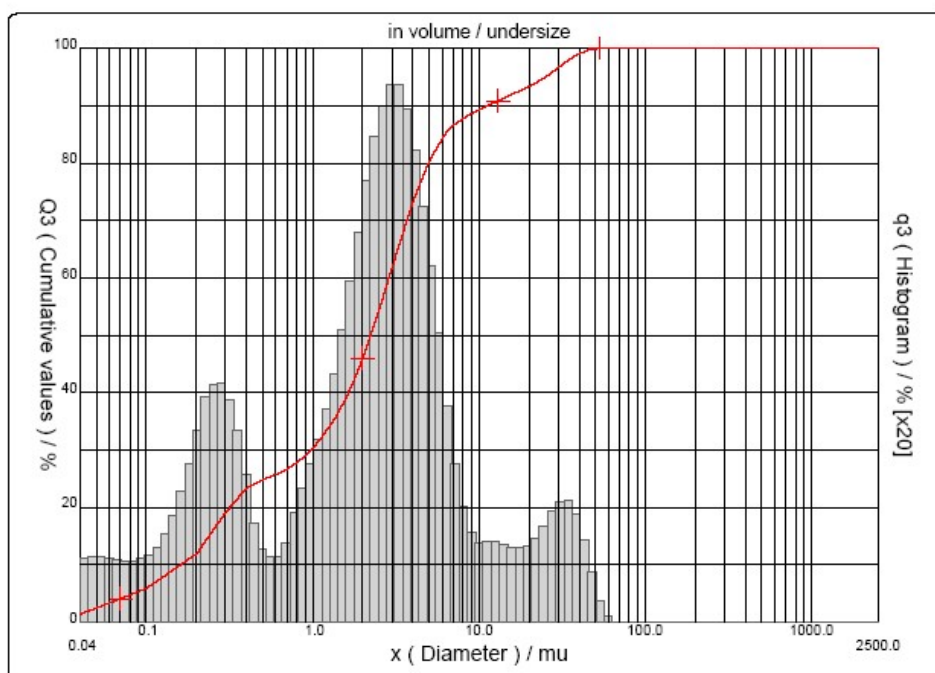


Figura 5.3. Distribuição granulométrica por difração a *laser* da alumina A-2G. Tamanho médio de partícula: $4,7\mu\text{m}$.

Tabela 5.1: Análise granulométrica por difração a *laser* da alumina A-2G.

Matéria-prima	$D_{10}(\mu\text{m})$	$D_{50}(\mu\text{m})$	$D_{90}(\mu\text{m})$	$D_{\text{médio}}(\mu\text{m})$
Alumina A-2G	0,2	2,2	10,1	4,7

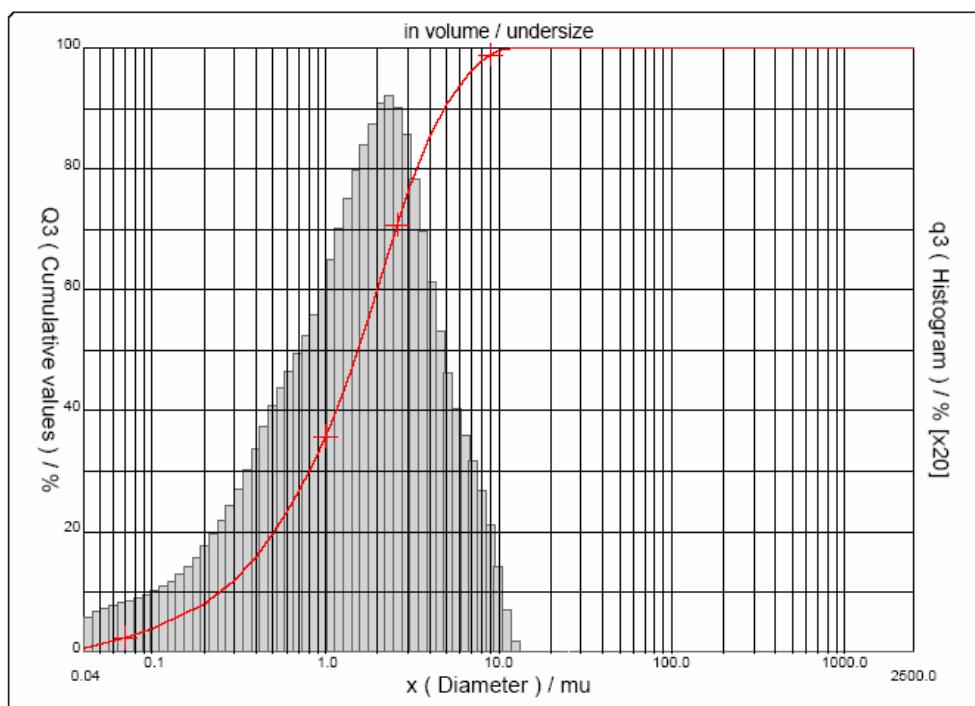


Figura 5.4. Distribuição granulométrica por difração a *laser* da alumina APC 2011. O tamanho médio de partícula é de 2,1 μm .

Tabela 5.2: Análise granulométrica por difração a *laser* da alumina APC 2011.

Matéria-prima	D ₁₀ (μm)	D ₅₀ (μm)	D ₉₀ (μm)	D _{médio} (μm)
Alumina A-2G	0,3	1,5	4,9	2,1

5.1.2 VIDRO

Para a obtenção de corpos cerâmicos à base de alumina com fase vítrea, utilizou-se como material formador de fase vítrea um vidro sodo-cálcico, proveniente de embalagens de vidro incolor.

Inicialmente, o vidro foi lavado e seco ao ar, para então ser triturado até a obtenção de partículas menores do que 10mm. Estas partículas foram secas em estufa a $110 \pm 5^\circ\text{C}$ para retirada da umidade residual. A seguir, foi realizada a moagem do material em moinhos de bolas até 100% ser passante pela peneira 325 ABNT ($45\mu\text{m}$). Após a moagem, o vidro foi caracterizado quanto à composição química e distribuição granulométrica.

A Tabela 5.3 apresenta a análise química realizada por fluorescência de raios-X do vidro sodo-cálcico. Pode-se verificar a presença predominante de SiO₂, Na₂O e CaO, característica desse tipo de vidro.

Tabela 5.3: Composição química por fluorescência de raios-X do vidro sodo-cálcico (em óxidos).

Óxidos	Teor (%)
Fe ₂ O ₃	0,15
MnO	0,03
TiO ₂	0,08
CaO	11,58
K ₂ O	0,75
P ₂ O ₅	0,05
SiO ₂	71,25
Al ₂ O ₃	2,12
MgO	1,62
Na ₂ O	12,38
Total	100,01

A Figura 5.5 e a Tabela 5.4 apresentam o resultado da distribuição granulométrica por difração a *laser* do vidro sodo-cálcico, após moagem. Pode-se verificar que o diâmetro médio do vidro após moagem e peneiramento ficou próximo de 19µm, cerca de quatro vezes maior que o diâmetro médio da alumina A-2G.

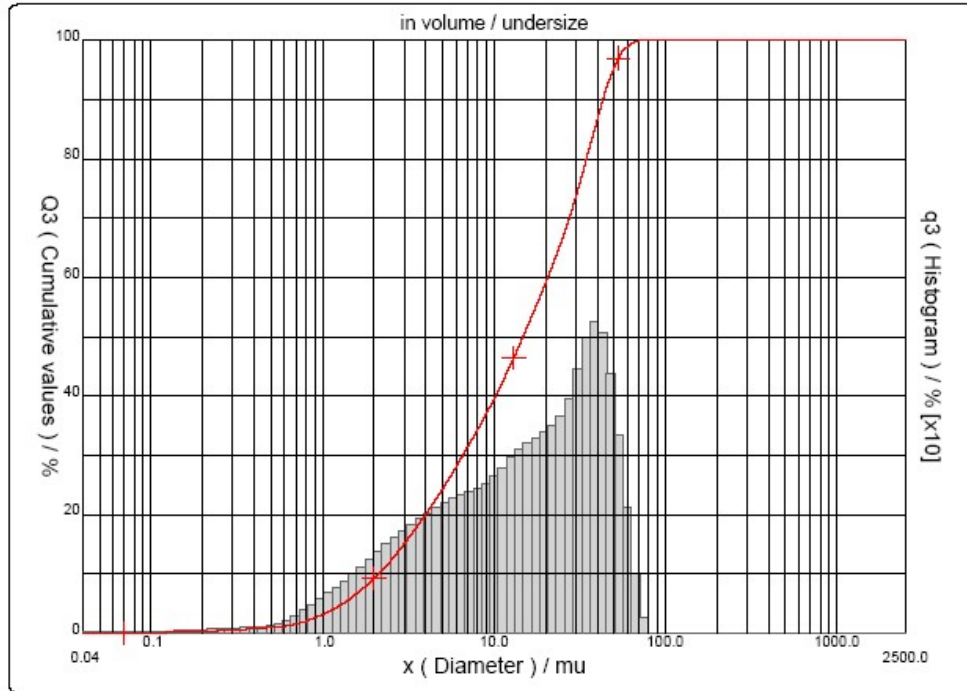


Figura 5.5. Distribuição granulométrica por difração a *laser* do vidro após moagem e desagregação na peneira *mesh* 325. O tamanho médio de grão é de 19 μm .

Tabela 5.4. Valores representativos da análise granulométrica por difração a *laser* do vidro sodo-cálcico utilizado.

Matéria-prima	D ₁₀ (μm)	D ₅₀ (μm)	D ₉₀ (μm)	D _{médio} (μm)
Vidro	2,1	13,5	43,2	19,25

5.1.3 ALUMINA ELETROFUNDIDA

A Figura 5.6 e a Tabela 5.5 apresentam dados da distribuição granulométrica por difração a *laser* da alumina eletrofundida utilizada neste trabalho como erodente.

A alumina eletrofundida é uma alumina que apresenta elevada densificação, dureza e resistência mecânica, apropriada para o uso como abrasivo e erodentes. Tem como matéria-prima principal o bauxito calcinado que, em mistura com coque de petróleo, ilmenita e cavaco de ferro, sofre um processo de fusão em fornos elétricos especiais. O bloco fundido obtido, após resfriamento

adequado, é cominuído a granulometria desejada (*internet*, http://www.abceram.org.br/asp/abc_54.asp, disponível em 04-02-2005).

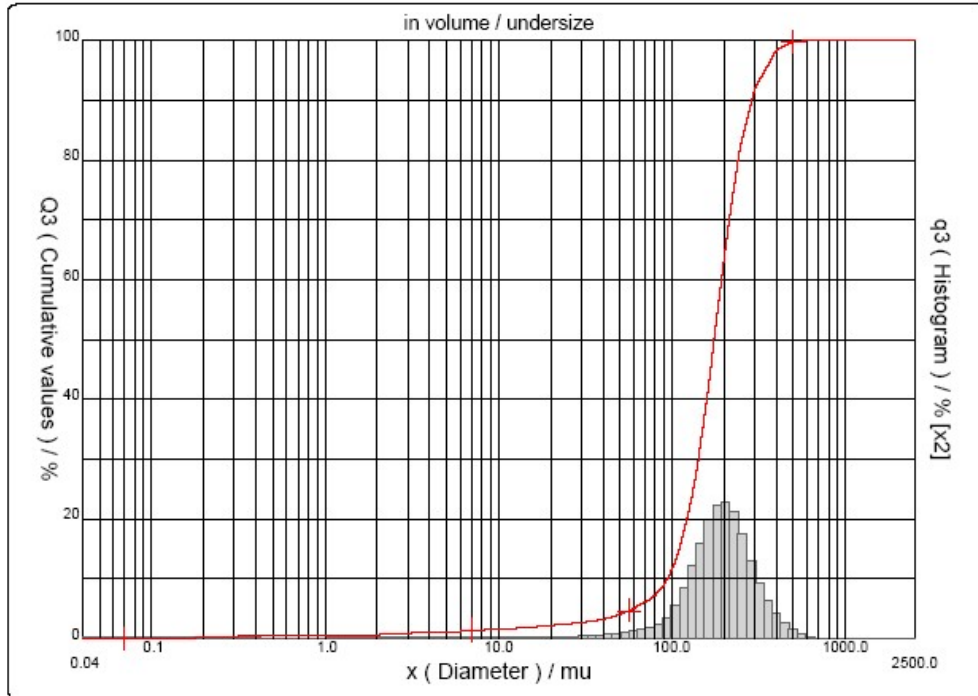


Figura 5.6. Distribuição granulométrica por difração a *laser* da alumina eletrofundida. O tamanho médio de grão é de 184 μm .

Tabela 5.5: Valores representativos da análise granulométrica por difração a *laser* da alumina eletrofundida.

Matéria-prima	D ₁₀ (μm)	D ₅₀ (μm)	D ₉₀ (μm)	D _{médio} (μm)
Alumina eletrofundida	94,1	174,7	288,8	184,4

5.2 MÉTODOS

5.2.1 FABRICAÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA

A fabricação dos corpos-de-prova para serem submetidos ao ataque erosivo seguiu-se um processamento cerâmico convencional para a obtenção de

alumina sinterizada. Esse processo compreende as etapas de formulação, conformação, secagem e queima.

5.2.1.1 FORMULAÇÃO

Para este trabalho, diferentes formulações foram estudadas em função da adição do vidro sodo-cálcico na alumina em quantidades de 1, 2, 4 e 8% em massa. A Tabela 5.6 apresenta as formulações investigadas e sua denominação.

Para as formulações de alumina e alumina com 1% de vidro, utilizou-se a alumina APC2011 moída, pois verificou-se em pré-testes que tamanhos superiores a este correspondiam a porosidades totais superiores às demais. Já para as demais formulações de alumina com 2%, 4% e 8% de vidro, utilizou-se a alumina A-2G.

Tabela 5.6: Formulações investigadas em função de sua porcentagem em massa.

Matéria-prima (% em massa)	AL0	AL1	AL2	AL4	AL8
Alumina	100	99	98	96	92
Vidro	0	1	2	4	8

Antes da formulação, as aluminas foram passadas na peneira *mesh* 270 ABNT (53 μ m), para evitar a presença de agregados que poderiam dificultar na homogeneização da massa cerâmica. Foram adicionados, como aditivos de prensagem, o estearato de zinco, o álcool polivinílico (PVA) e o polietilenoglicol (PEG).

O estearato de zinco foi adicionado ao pó para facilitar a prensagem e ajudar na ejeção da peça compactada do corpo da matriz agindo como lubrificante. A quantidade utilizada foi de 0,5% sobre a massa total da mistura alumina e vidro.

O PVA tem a função de ligante, ou seja, manter as partículas agregadas após o processo de conformação, no caso a prensagem uniaxial. O PEG tem a função de plastificante, isto é, sua presença no processo de conformação atribui

plasticidade ao pó, possibilitando um melhor deslizamento entre as partículas na matriz da prensa, diminuindo também a recuperação da deformação elástica, causada pela presença do PVA na formulação.

Ambos aditivos, PVA e PEG foram previamente misturados em água. A solução com água, PVA e PEG foi preparada com 25% de PVA, 25% de PEG e 50% água. A quantidade total da solução foi equivalente a 6% sobre massa total de pó prensado.

Após serem misturados os pós (alumina, vidro e estereato de zinco), adicionou-se a solução de ligantes. Essa adição é feita em pequenas quantidades e a aglomeração resultante foi homogeneizada com auxílio de uma colher. Após umidificada, a formulação é passada na peneira de *mesh* 16 ABNT (1,18mm) para desaglomerar, sendo, então, colocada por 24 horas em um sistema vedado, visando homogeneizar sua umidade.

5.2.1.2 CONFORMAÇÃO

Os corpos-de-prova foram produzidos através do processo de prensagem uniaxial de simples efeito. Foram conformados corpos-de-prova para os ensaios de erosão e para sua caracterização mecânica (resistência mecânica, tenacidade à fratura, dureza, microestrutura).

Os corpos-de-prova para os ensaios de erosão foram conformados na forma de discos com 37mm de diâmetro e espessura de 7mm, em média. Para os ensaios de caracterização mecânica, foram confeccionados corpos-de-prova prismáticos com cerca de $5 \times 5 \times 60 \text{mm}^3$, empregados na determinação da tenacidade à fratura (K_{IC}) e cerca de $20 \times 7 \times 60 \text{mm}^3$, para a determinação de resistência mecânica por flexão a quatro pontos. A pressão de conformação utilizada para todos os casos foi de 80MPa.

5.2.1.3 SECAGEM

A secagem dos corpos-de-prova após a conformação foi realizada de forma que não ocorresse uma brusca retirada de água ou ligantes do material recém conformado, gerando trincas e comprometendo as propriedades finais dos

corpos cerâmicos. Assim, os corpos-de-prova foram secos naturalmente ao ar por 24 horas e depois conservados em estufa, por mais 24 horas, a 110°C, antes de serem queimados.

5.2.1.4 QUEIMA

Diferentes temperaturas foram utilizadas para a sinterização dos corpos-de-prova a serem erodidos, em função da quantidade de vidro na formulação e tamanho das partículas de alumina. As formulações com 0 e 1% de vidro foram queimadas a 1650°C conforme a curva de queima mostrada na Figura 5.7a. Observa-se que até 400°C, foi praticada uma taxa de aquecimento (100K/h) mais lenta para proporcionar uma saída gradual dos ligantes utilizados no processo de conformação, evitando a ocorrência de fissuras nos corpos-de-prova. Estes permanecem nessa temperatura por 2 horas e depois foram aquecidos com uma taxa de 300K/h até atingir a temperatura de 1650°C, onde permaneceram por mais 4 horas.

Os corpos-de-prova formulados com 2, 4 e 8% de vidro foram queimados a partir da mesma curva utilizada para a alumina sem vidro e para alumina com 1% de vidro, porém, a temperatura máxima utilizada foi de 1600°C, pois nesta já foi possível obter-se a máxima densificação para esse tamanho de grão. A curva de queima esquemática destas formulações é mostrada na Figura 5.7b.

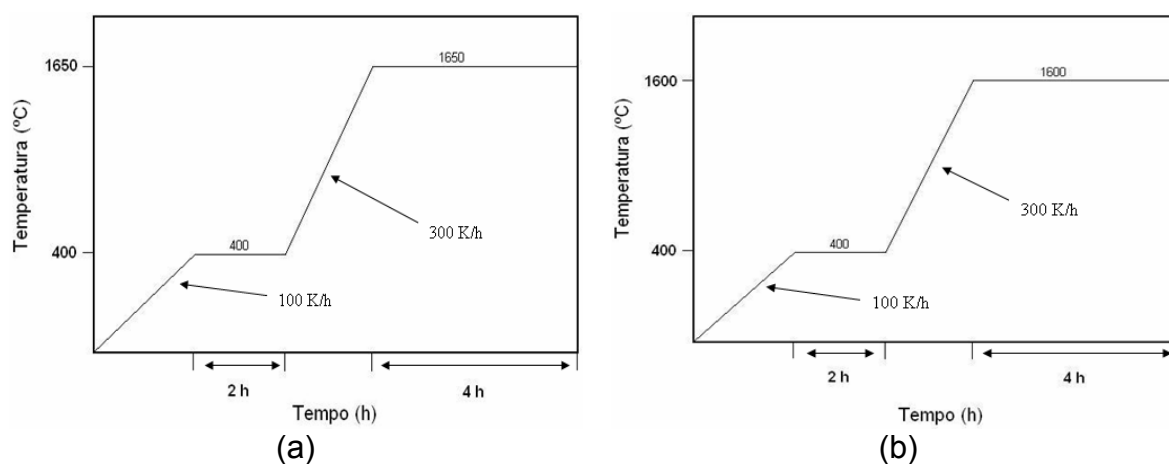


Figura 5.7. Curva de queima para as formulações de (a) AL0 e AL1 e (b) AL2, AL4 e AL8.

5.2.2 CARACTERIZAÇÃO DOS CORPOS CERÂMICOS

5.2.2.1 POROSIDADE APARENTE, DENSIDADE APARENTE E POROSIDADE TOTAL

O procedimento para a obtenção da porosidade aparente baseou-se na determinação do peso da amostra seca (P_s) e dos pesos úmido (P_u) e imerso (P_i), segundo a norma ASTM C - 133/94.

Para que se pudesse realizar a pesagem do corpo cerâmico imerso e úmido, foi necessário que os corpos-de-prova fossem previamente imersos em água pelo menos por 24 horas. A determinação do peso imerso baseia-se no princípio de Arquimedes, onde é determinado através do deslocamento de um fluido.

Assim, utilizando-se o método de Arquimedes, determinou-se a porosidade aparente dos corpos-de-prova, expressa pela Equação 5.1.

$$P_{ap} = \frac{P_u - P_s}{P_u - P_i} * 100 \quad \text{Equação (5.1)}$$

onde:

P_{ap} = porosidade aparente (%);

P_u = peso do material úmido (g);

P_s = peso do material seco em estufa (g);

P_i = peso do material imerso (g).

Através desse mesmo método, pode-se determinar a densidade aparente (ρ_{ap}) das amostras através da Equação 5.2.

$$\rho_{ap} = \frac{P_s}{P_u - P_i} * \rho_{líquido} \quad \text{Equação (5.2)}$$

onde:

ρ_{ap} = densidade aparente (g/cm³);

$\rho_{líquido}$ = densidade do líquido (g/cm³).

A porosidade total dos corpos-de-prova foi determinada pela razão entre a diferença da densidade teórica e densidade aparente. Para tanto, determinou-se a densidade teórica das formulações, a partir da regra das misturas, utilizada em materiais compósitos (Askeland, 2000). Isto porque, certas propriedades de compósitos particulados dependem somente da quantidade relativa e de propriedades dos constituintes individuais. Assim, a regra das misturas pode, com exatidão, prever estas propriedades. A densidade de um compósito pode ser determinada pela seguinte regra, baseada na fração em volume de cada constituinte, expressa na Equação 5.3.

$$\rho_c = \sum f_i \rho_i \quad \text{Equação (5.3)}$$

onde:

ρ_c = densidade do compósito (g/cm^3);

f_i = fração em volume de cada constituinte;

ρ_i = densidade de cada constituinte (g/cm^3).

Portanto, a partir da determinação da densidade teórica, e com os dados calculados da densidade aparente, determinou-se a porosidade total dos corpos-de-prova, conforme a Equação 5.4.

$$P_{total} = \frac{\rho_c - \rho_{ap}}{\rho_c} * 100 \quad \text{Equação (5.4)}$$

onde:

P_{total} = porosidade total (%).

5.2.2.2 RETRAÇÃO LINEAR

Para a determinação da retração linear, procedeu-se a medição do comprimento do corpo-de-prova após a conformação e secagem (ao ar livre e estufa) e após a queima. A Equação 5.5 relaciona as dimensões medidas do corpo-de-prova para a obtenção desta propriedade.

$$RL = \frac{L_i - L_f}{L_f} * 100 \quad (\text{Equação 5.5})$$

onde:

RL = retração linear de queima (%);

L_i = comprimento após a conformação e secagem (mm);

L_f = comprimento após a queima (mm).

5.2.2.3 RESISTÊNCIA MECÂNICA

A resistência mecânica dos corpos-de-prova após queima foi avaliada através da determinação da resistência à flexão a quatro pontos, com base na norma ASTM C - 133/97. Para a realização do ensaio de resistência mecânica, utilizou-se uma máquina de ensaios universal, marca ATS.

A Figura 5.8 ilustra, esquematicamente, a disposição dos corpos-de-prova para efetuar-se o ensaio de resistência à flexão a quatro pontos, bem como o diagrama de distribuição de solicitações (momento fletor). O ensaio de flexão a quatro pontos é mais utilizado em materiais cerâmicos, pois a probabilidade da maior falha presente no material se encontrar na área sujeita à carga é mais elevada que em um ensaio a três pontos, apresentando, portanto, uma melhor caracterização do material.

A Equação 5.6 apresenta a fórmula utilizada para o cálculo da resistência mecânica à flexão dos corpos-de-prova, seguindo a representação esquemática mostrada na Figura 5.8.

$$\sigma = \frac{3}{2} * \frac{P * (L-l)}{b * d^2} \quad (\text{Equação 5.6})$$

onde:

σ = tensão máxima de ruptura (MPa);

P = carga máxima aplicada (N);

b = base do corpo-de-prova (mm);

d = altura do corpo-de-prova (mm);

l = distância entre os apoios superiores (mm);

L = distância entre os apoios inferiores (mm).

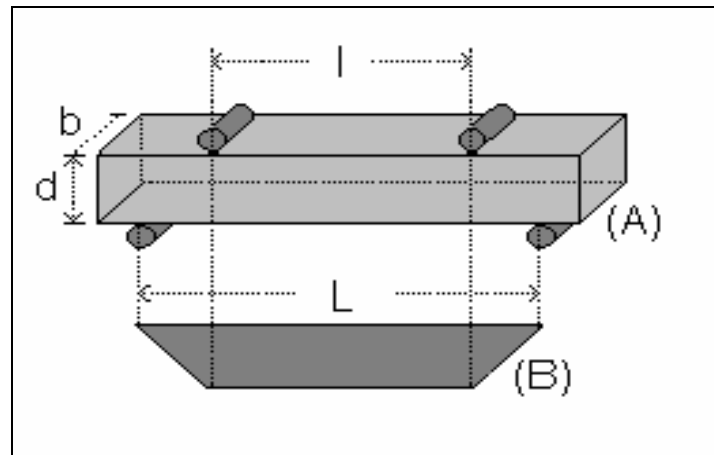


Figura 5.8 – Representação esquemática do corpo-de-prova para ensaio de resistência mecânica à flexão a quatro pontos (A) e diagrama de distribuição de solicitações, momento fletor (B).

5.2.2.4 DETERMINAÇÃO DA DUREZA E DO K_{IC} DOS MATERIAIS

A determinação da dureza dos materiais envolvidos (erodente e a amostra) é bastante conveniente, visto que alguns autores costumam estabelecer uma relação entre a dureza do material erodido e do erodente. Para se determinar a dureza dos materiais foi utilizado um microdurômetro *Micromet 2001* da Buettler. Este equipamento tem capacidade de aplicar cargas que variam de 10 a 500Kg através de uma pirâmide de diamante sobre a superfície do material. A indentação é medida no microscópio e, em função do seu tamanho e da carga aplicada, o valor da dureza Vickers é lido em uma tabela. A Figura 5.9 mostra a indentação causada na superfície do vidro.

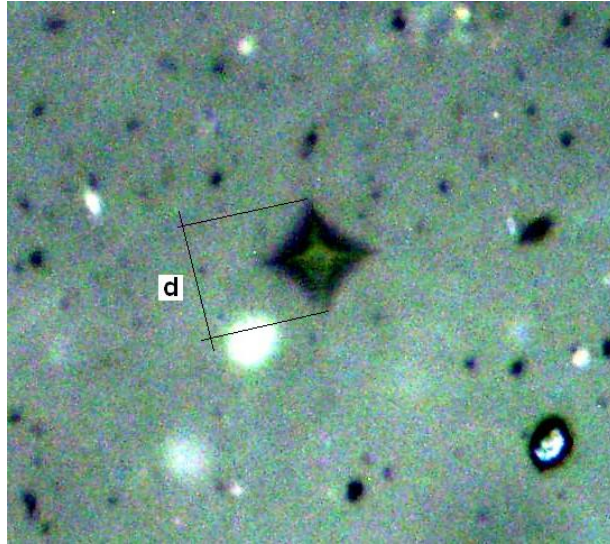


Figura 5.9. Indentação provocada pelo cone de diamante na superfície do vidro polido. O tamanho da indentação é a medido entre as extremidades do cone e o valor é lido em uma escala graduada do microscópio. O valor da dureza Vickers é lido em uma tabela e está associado com o tamanho a indentação e a carga aplicada na superfície do material.

Para determinação do K_{IC} dos corpos cerâmicos, dois diferentes métodos foram utilizados em função das características de cada material. Para as amostras de alumina e alumina com fase vítrea, utilizou-se o método do entalhe. Já para as amostras de vidro puro utilizou-se o método da indentação. Estes métodos foram assim escolhidos porque, no caso da alumina com fase vítrea, não foi possível obter os corpos-de-prova em dimensões adequadas para o ensaio do entalhe, pois ocorre uma deformação nos mesmos com a queima. Para as demais formulações, não se empregou o método da indentação, pois a carga máxima do microdurômetro utilizado era de 500g, insuficiente para gerar trincas nestes corpos-de-prova.

O método do entalhe consiste em produzir em um corpo-de-prova um entalhe de tamanho conhecido e em seguida mede-se a resistência mecânica desta amostra. Para isso, amostras de aproximadamente 60mm de comprimento e secção quadrada de aresta de 5mm foram entalhadas e medidas. A Figura 5.10a apresenta um corpo-de-prova utilizado para a determinação do K_{IC} , e a Figura 5.10b, apresenta, esquematicamente, como são feitas as medições do entalhe e altura do corpo-de-prova.

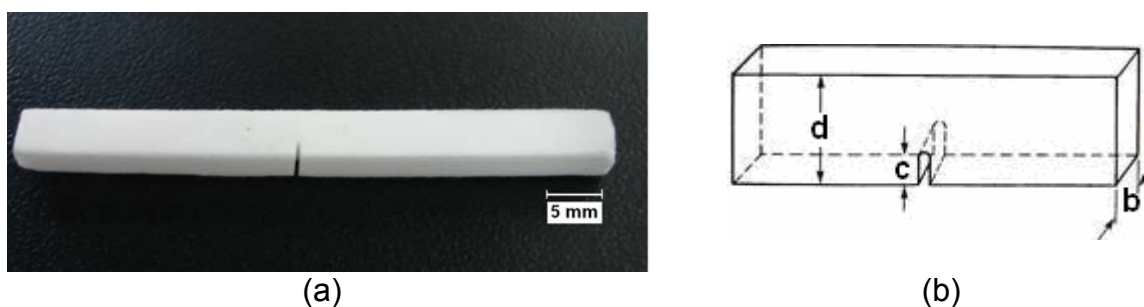


Figura 5.10. (a) Corpo-de-prova de alumina entalhado para a determinação do K_{IC} , (b) diagrama esquemático das medições do entalhe e altura do corpo-de-prova (Amin, 1991).

O K_{IC} do material é calculado pela Equação 5.7, segundo Amin (1991).

$$K_{IC} = \sigma \times Y \times \sqrt{c} \quad (\text{Equação 5.7})$$

onde:

Y = fator de forma;

c = comprimento do entalhe (m), conforme a Figura 5.10b.

O fator de forma para esse tipo de entalhe é dado pela Equação 5.8. A medição de c e d está representada na Figura 5.10b.

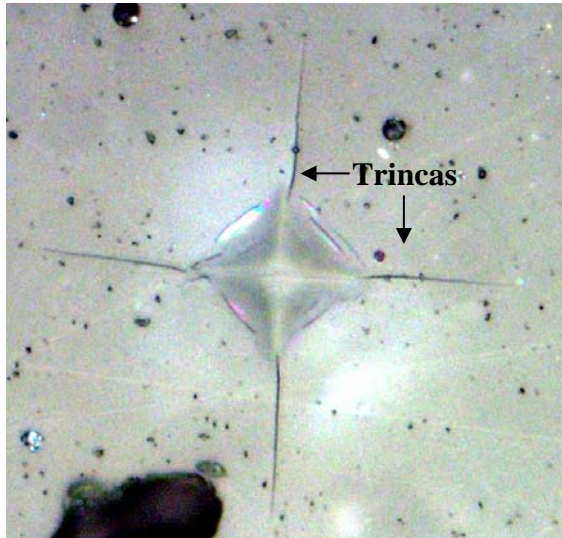
$$Y = 1,99 - 2,47\left(\frac{c}{b}\right) + 12,97\left(\frac{c}{b}\right)^2 - 23,17\left(\frac{c}{b}\right)^3 + 24,8\left(\frac{c}{b}\right)^4 \quad (\text{Equação 5.8})$$

Para mensurar o K_{IC} do vidro foi utilizado o método da indentação. Para tal, deve-se utilizar uma carga no microdurômetro capaz de provocar uma trinca nas extremidades da indentação gerada pelo cone de diamante. A Figura 5.11a apresenta as trincas geradas a partir de uma indentação feita por uma pirâmide de diamante na superfície do vidro, enquanto que a Figura 5.11b apresenta, esquematicamente a medida das trincas geradas. Para a determinação do K_{IC} utiliza-se a Equação 5.9, segundo Amim (1990), onde é necessário determinar o valor de C_o , a medida do centro da indentação até a extremidade da trinca.

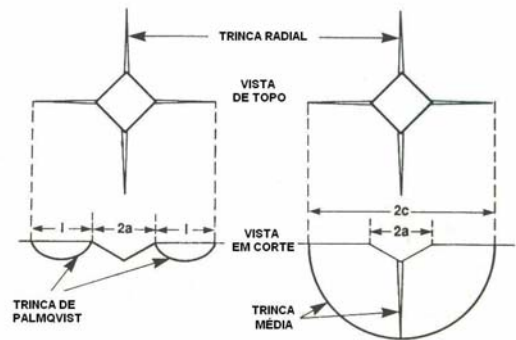
$$K_{IC} = 0,016 \frac{F_i}{C_o^{1,5}} \left(\frac{E}{H}\right)^{0,5} \quad (\text{Equação 5.9})$$

onde:

C_o = Comprimento do centro da indentação até a ponta da trinca (m);



(a)



(b)

Figura 5.11. (a) Trincas geradas a partir de uma indentação feita por uma pirâmide de diamante na superfície do vidro, (b) diagrama esquemático das medições das trincas geradas no corpo-de-prova (Amin, 1991).

5.2.2.5 DENSIDADE

A densidade real das amostras foi determinada pela técnica de picnometria, em um picnômetro Nova 1000, marca Quantacrome. O equipamento utiliza o gás Hélio para determinar o volume real do material e a densidade é calculada pela razão massa, volume.

5.2.2.6 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

A análise microestrutural dos corpos cerâmicos investigados foi realizada por microscopia óptica e eletrônica de varredura. Na microscopia óptica, foi utilizado um microscópio Olympus BXS1M, empregado basicamente na avaliação da superfície dos corpos cerâmicos após desgaste. Na microscopia eletrônica de varredura, empregou-se um equipamento Philips XL-20, sendo as amostras metalizadas com ouro.

Na avaliação do tamanho de grão e da fase vítrea dos corpos cerâmicos, as amostras eram seccionadas com uma serra circular, embutidas em baquelite e lixadas, utilizando-se uma lixa de diamante de tamanho de grão 30 μ m. O polimento final era realizado em uma politriz automática com pasta de diamante com duas diferentes granulometrias, de 3,0 e 0,5 μ m. Para os corpos cerâmicos com fase vítrea, realizou-se um ataque ácido, visando-se a reação com a fase vítrea superficial. Neste caso, utilizou-se ácido fluorídrico 10%, durante 10 segundos, à temperatura ambiente.

5.2.3 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 G-76. O desenvolvimento deste equipamento foi uma etapa de grande importância para este trabalho, pois, conforme consta na literatura, o aparato experimental que simula a erosão, influi diretamente nos resultados obtidos.

Ruff (1977) salienta que, em se tratando de erosão por partículas sólidas, alguns aspectos devem ser relacionados, como os equipamentos de medida e simulação da erosão, corpos-de-prova para a obtenção de dados quanto à resistência à erosão, bem como a velocidade e a temperatura do ensaio.

Hutchings (1979) também aponta que no estudo do desgaste erosivo existem variáveis importantes, além do ângulo de impacto de partículas erosivas e o efeito da razão tensão deformação do alvo, a forma de aplicação da erosão por partículas sólidas. Este autor afirma ainda que a simulação de condições particulares da erosão é uma área em constante crescimento. Além disso, Hutchings (1979) comprovou, comparando o estudo da erosão de diversos autores, que é possível observar a dependência do tipo de ensaio e aparato de teste usado, com os resultados no desgaste erosivo.

Segundo Oka *et al.* (2001), análises quantitativas da taxa de erosão não estão de acordo com alguns pesquisadores. A razão para isto é que a quantidade

de erosão pode ser influenciada não somente pela velocidade, ângulo e outras condições do impacto, mas também pela inadequada compreensão do controle e condições de um equipamento de desgaste. Deve-se considerar que algumas variáveis do equipamento são fundamentais, como a alimentação de partículas, acelerações destas e interferência das mesmas no fluxo, antes e após o impacto. A partir daí, deve-se referenciar o tipo de equipamento empregado, e alguns detalhes de seu funcionamento. Assim, mais facilmente podem ser feitas comparações da taxa de erosão dos materiais.

A partir das considerações retratadas na literatura desenvolveu-se o equipamento apresentado na Figura 5.12, ressaltando as quatro partes principais: i) sistema de pré-aquecimento do ar (1), ii) sistema de alimentação de partículas erodentes (2), iii) sistema venturi-acelerador de partículas (3) e iv) forno para os ensaios (4).



Figura 5.12. Equipamento para ensaios de desgaste erosivo indicando as partes principais: (1) sistema de pré-aquecimento do ar, (2) sistema de alimentação de partículas erodentes; (3) Sistema venturi-acelerador de partículas e (4) Forno para os ensaios.

5.2.3.1 SISTEMA DE PRÉ-AQUECIMENTO DO AR

O sistema de pré-aquecimento do ar tem por objetivo proporcionar a secagem e o aquecimento do ar comprimido. Este aquecimento é feito em um forno elétrico com serpentinas internas de aço inoxidável. O ar é aquecido ao passar pelo interior das serpentinas. O forno tem capacidade de atingir uma temperatura de 1000°C com uma vazão de ar de 25m³/h. O limitador do fluxo de ar é um fluxômetro acoplado na entrada das serpentinas, externo ao forno, cujo máximo de escala é 25m³/h. Na saída, o ar aquecido é enviado ao início do sistema de aceleração de partículas por um venturi. A Figura 5.13a apresenta o sistema de pré-aquecimento, o forno elétrico e a Figura 5.13b apresenta este sistema internamente, salientando as serpentinas.



Figura 5.13. Sistema de pré-aquecimento do ar comprimido do aparato de desgaste erosivo (a) vista externa do forno elétrico, (b) vista interna do forno elétrico e, visualização das serpentinas.

5.2.3.2 SISTEMA DE ALIMENTAÇÃO DE PARTÍCULAS ERODENTES

O sistema de alimentação de partículas tem por objetivo proporcionar a alimentação constante do sistema de aceleração de partículas. A Figura 5.14 apresenta o diagrama esquemático do sistema de alimentação de partículas, consistindo de motor, funil alimentador, disco dosador e redutor.

No motor de indução (tipo gaiola, da marca Weg, de 0,5HP e 1720rpm), está acoplado um sistema de polias de três tamanhos. Já no redutor (com redução de 1 para 40), fixou-se uma polia de 15cm, ligada ao motor, e uma roda dentada de 30mm ligada a outra roda dentada do disco dosador. O conjunto motor e redutor (e suas polias) é responsável por proporcionar movimento ao dosador. Juntamente com um inversor de frequências (que utiliza 5 a 200% da potência nominal do conjunto), acoplado externamente, este conjunto pode gerar rotações mínimas de 0,16rpm.

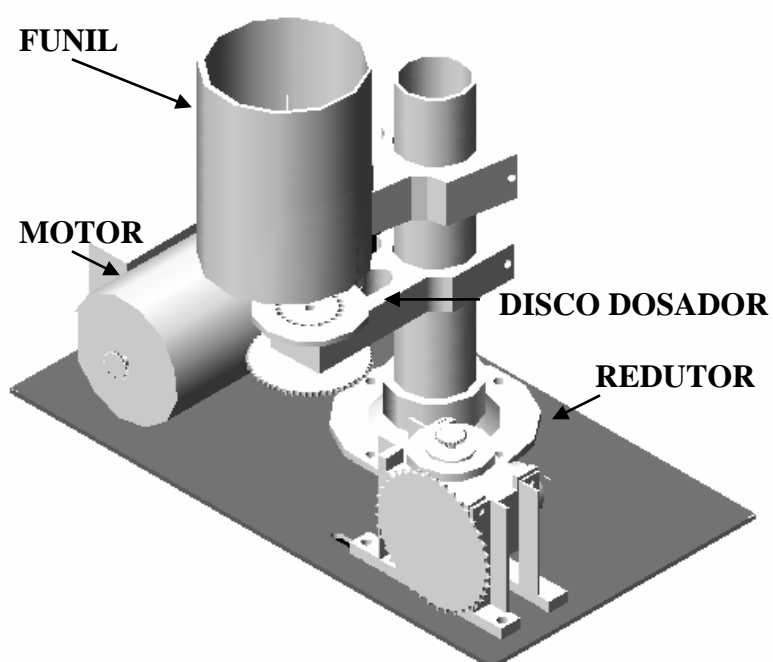


Figura 5.14. Desenho esquemático do sistema de dosagem de partículas erodentes.

O funil alimentador é utilizado para fornecer partículas, que serão dosadas e enviadas ao sistema de aceleração. Para que ocorra uma alimentação

eficiente, a parte inferior interna do funil, feita em teflon, é acoplada de forma raspante no disco dosador, através de uma mola interna. Desta forma, sempre ocorrerá uma leve pressão entre o funil e o disco dosador, não permitindo que haja um enchimento externo aos orifícios do disco. A Figura 5.15 mostra em detalhe o disco dosador, bem como a parte inferior do funil.

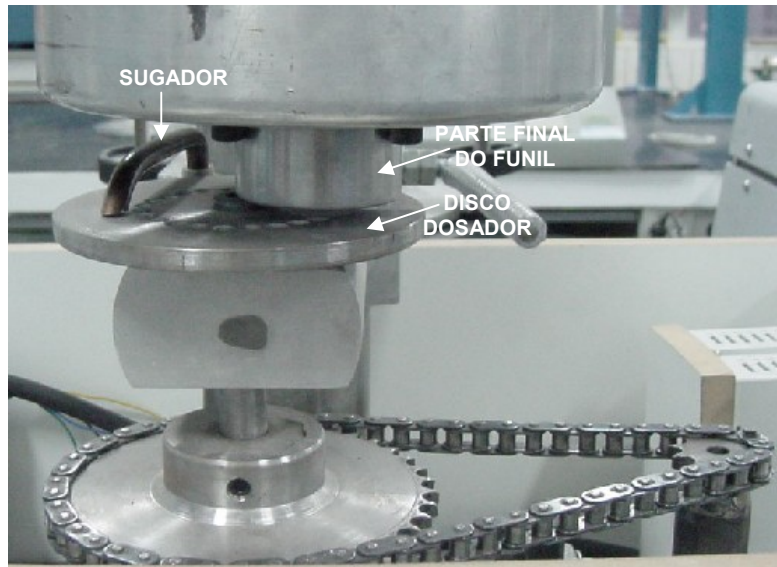


Figura 5.15. Sistema do funil alimentador de partículas, bem como do disco dosador em detalhe e a parte final do funil.

Segundo autores como Hutchings (1979), Finnie (1960), Ruff (1977) e Suckling (1995), normalmente utilizam-se fluxos de partículas na ordem de 2 a 10g/min. Fluxos menores são utilizados se o interesse do pesquisador for determinar a resistência ao desgaste erosivo no impacto de uma única partícula ao material alvo. Desta forma, o disco dosador, neste trabalho, foi projetado para fornecer um fluxo de partículas de alumina acima de 2g/min. Este disco giratório de 125mm de diâmetro, feito em alumínio, contém 24 cavidades (semi-esféricas) de 6,5mm de diâmetro e 4,5mm de profundidade onde o erodente é depositado por gravidade a partir do funil. A taxa de erosivo enviada ao sistema de aceleração é controlada pela rotação impingida ao disco. Sobre este disco foi colocado um sugador (Figura 5.15), responsável em 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). A

Figura 5.16 apresenta em (a) a vista externa e em (b) a vista interna do sistema de alimentação de partículas.



Figura 5.16. Sistema alimentador de partículas do aparato de desgaste erosivo (a) vista externa, (b) vista interna.

5.2.3.3 SISTEMA VENTURI-ACELERADOR DE PARTÍCULAS

O sistema de aceleração de partículas e desgaste erosivo tem a função de misturar o ar aquecido com as partículas e acelerá-las até o material alvo, proporcionando o fenômeno da erosão. A Figura 5.17 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 aquecido, e outra para as partículas. O carregamento das partículas só é possível devido à estricção dentro do venturi. Desta forma, o ar aquecido 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 5.18 mostra um diagrama esquemático do venturi.

O fluxo de partículas erosivas é, então, injetado e acelerado em um longo tubo metálico. Segundo Smeltzer *et al.* (1970), a utilização de longos tubos de

aceleração garante que todas as partículas alcancem a velocidade do fluxo de gás, similar ao que sugeriu Finnie (1960).

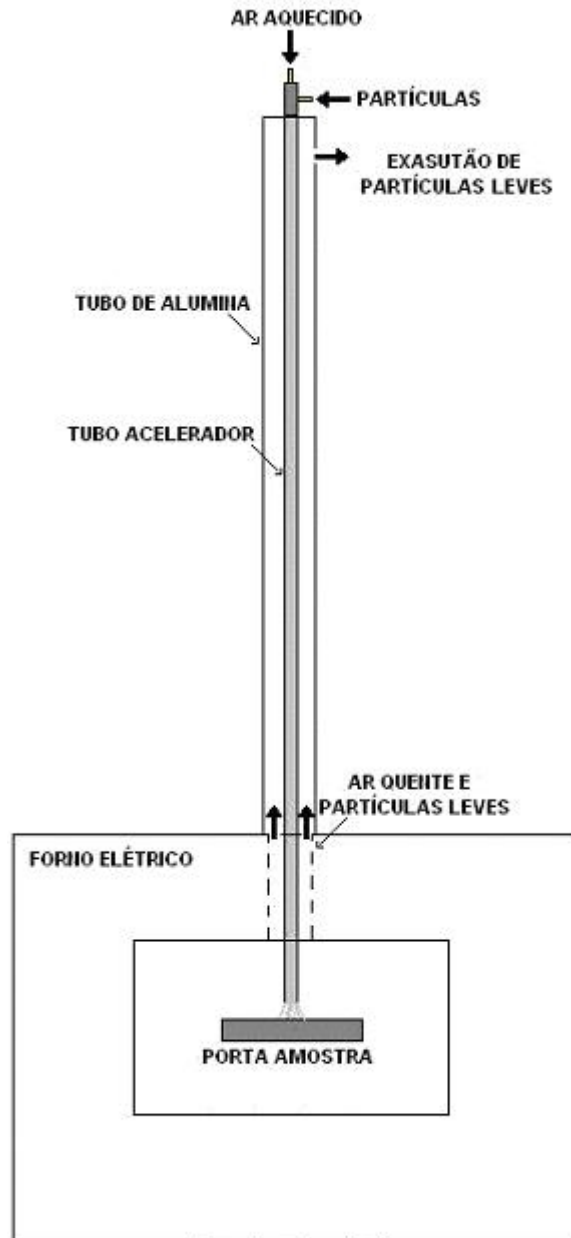


Figura 5.17. Diagrama esquemático do sistema de aceleração de partículas e desgaste erosivo.

O tubo metálico utilizado é de aço inoxidável 316, de 1,5m e com diâmetro interno de 7,8mm, permitindo que as partículas se distribuam com maior homogeneidade na corrente de ar aquecido, levando ao o equilíbrio de

velocidades das partículas e do ar aquecido. A velocidade do fluxo de ar será controlada pela pressão medida na entrada do estrangulamento (venturi).

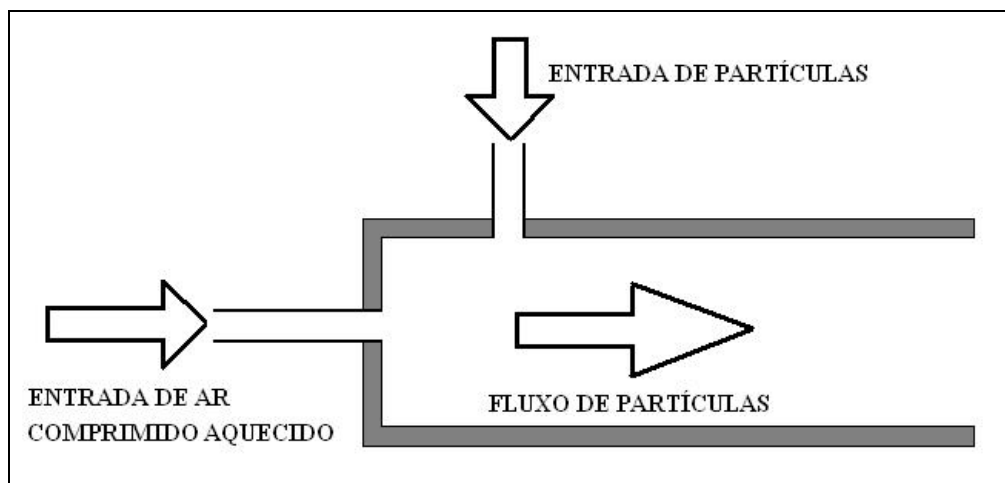


Figura 5.18. Diagrama esquemático do venturi, dispositivo que suga as partículas erosivas, misturando e homogeneizando-as com o ar aquecido.

Tendo em vista que o estudo do desgaste erosivo sugerido neste trabalho é feito em temperaturas elevadas, para que não ocorram grandes perdas térmicas do fluxo de partículas, foi feito um encapsulamento do tubo acelerador de aço inoxidável com um tubo de alumina de diâmetro interno de 25,5mm e uma espessura de parede de 10mm. Esse sistema permite o aquecimento do ar que entra no forno a partir do ar que sai do forno e passa pelo interior desse tubo.

5.2.3.4 FORNO DE ENSAIOS

O forno de ensaios é o local onde ocorre o ensaio de desgaste erosivo. O porta-amostra é fixado no interior do forno, preso por uma haste acoplada a um sistema de rolamentos. Este sistema é capaz girar o porta-amostra entre 10 e 90°, o que torna possível o estudo do fenômeno da erosão em função do ângulo de incidência das partículas erosivas. Um termopar é inserido na parte inferior do porta-amostra e entra em contato direto com o corpo-de-prova que esta sendo erodido. Sendo assim, os ensaios iniciam no momento em que o corpo-de-prova atinge a temperatura desejada e o sistema entra em um equilíbrio térmico. A

Figura 5.19 apresenta, esquematicamente, o forno e a Figura 5.20 mostra o detalhe do porta-amostra.

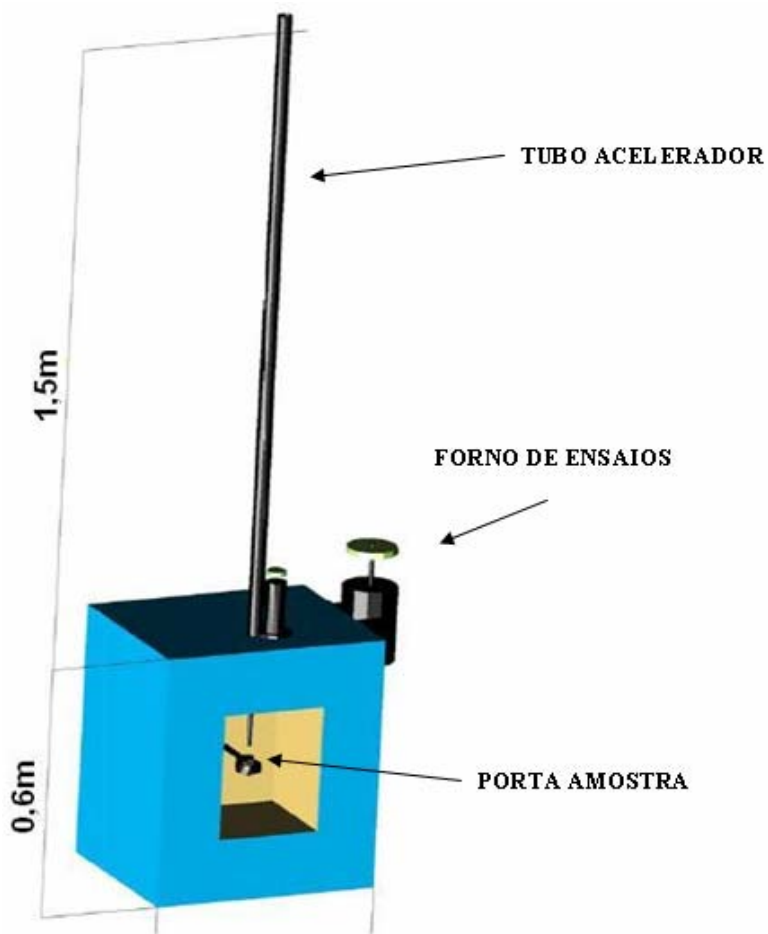


Figura 5.19. Diagrama esquemático do forno apresentando algumas dimensões do aparato de desgaste erosivo.

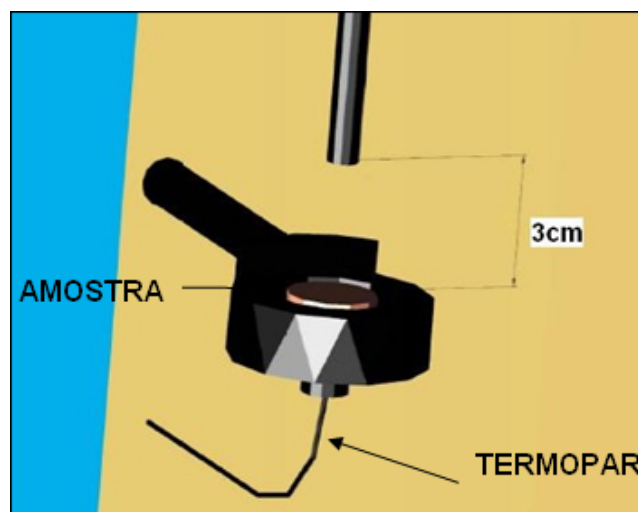


Figura 5.20. Detalhe do porta-amostra no interior do forno de ensaios. O termopar entra em contato direto com a amostra a ser erodida.

5.2.4 CALIBRAÇÃO DO EQUIPAMENTO DE DESGASTE E DEFINIÇÃO DOS PARÂMETROS DE ENSAIO

5.2.4.1 TEMPO DE ENSAIO

Para realização dos ensaios de desgaste erosivo, foi necessária a realização de pré-testes a fim de determinar o tempo de ensaio que cada corpo-de-prova pudesse suportar. Este tempo de ensaio não poderia ser excessivo, levando à perda do corpo-de-prova por perfuração devido à erosão, mas deveria ser o suficiente para fornecer dados por perda de massa para a determinação da taxa de erosão. Assim, neste trabalho, os corpos cerâmicos com teores de 1, 2, 4 e 8% de vidro foram expostos ao erodente por uma hora. Para corpos cerâmicos mais porosos, assim como a amostra ensaiada de vidro sinterizado, o desgaste erosivo foi realizado apenas por trinta minutos.

5.2.4.2 TEMPERATURA DE ENSAIO

Para que o ensaio de desgaste erosivo fosse executado na temperatura desejada, foi necessário ajustar corretamente as temperaturas dos dois fornos, de ensaio e de pré-aquecimento. Para medir a temperatura dos corpos-de-prova, estes continham um pequeno orifício na face posterior ao desgaste, onde um termopar de 0.5mm era inserido (conforme a Figura 5.20).

Uma pré-calibragem do equipamento em função da temperatura de ensaio levou a adoção dos parâmetros apresentados na Tabela 5.7 para os fornos de ensaio e pré-aquecimento. A partir das temperaturas calibradas em cada forno, pôde-se realizar os ensaios de erosão nas temperaturas objetivadas, isto é: 25, 200, 400, 600 e 800°C.

5.2.4.3 FLUXO DE PARTÍCULAS

O fluxo de partículas erodentes era controlado pelo sistema baseado do disco dosador, onde o erodente era depositado em quantidades limitadas pelo tamanho das cavidades. O sistema permitia que o fluxo fosse alterado variando-se a velocidade com que o disco dosador girava através de um inversor de frequências acoplado ao motor. As Figuras 5.21a e 5.21b apresentam o sistema

de dosagem de partículas erodentes e o detalhe do disco dosador, respectivamente.

Tabela 5.7: Temperaturas utilizadas para ensaios de erosão no forno de ensaio e de pré-aquecimento.

Ensaio: corpo-de-prova	Temperatura (°C)	
	Forno de ensaio	Forno pré-aquecimento
100	100	180
200	200	350
300	300	470
400	400	660
600	660	800
800	900	980



(a)



(b)

Figura 5.21. Sistema dosador de partículas. (a) O funil preenche as cavidades do disco. (b) Detalhe do disco dosador.

Como visto anteriormente no item 5.2.3.2 (sistema de alimentação de partículas erodentes) alguns autores sugerem fluxos de partículas na ordem de 2 a 10g/min. Neste trabalho, o fluxo de partículas erodentes foi fixado, e calibrado, para $0,00076\text{g/mm}^2\text{s}$, isto é, com o tubo acelerador de diâmetro interno de 7,8mm, o fluxo foi da ordem de 8,667g/min.

5.2.4.4 VAZÃO DE AR

A entrada de ar é controlada por um medidor de vazão do tipo rotâmetro da marca Applitech. O equipamento utilizado é calibrado para operar na condição de pressão de 10atm. Em diferentes pressões, deve-se considerar a pressão do sistema, temperatura do ar e densidade do ar. Para tanto, o fabricante recomenda utilizar a Equação 5.13.

$$Va_{real} = Va_{lida} \cdot J_1 \cdot J_2 \cdot J_3 \quad (\text{Equação 5.13})$$

onde:

Va_{real} = vazão real (m³/h);

Va_{lida} = vazão lida no rotâmetro (m³/h).

O cálculo das variáveis J_1 , J_2 e J_3 está baseado nas Equações 5.14, 5.15 e 5.16 respectivamente.

$$J_1 = \frac{P_{serviço}}{P_{calibragem}} \quad (\text{Equação 5.14})$$

onde:

$P_{serviço}$ = pressão absoluta do gás nas condições de serviço (atm);

$P_{calibragem}$ = pressão absoluta do gás nas condições de calibragem (atm).

$$J_2 = \frac{T_{serviço}}{T_{calibragem}} \quad (\text{Equação 5.15})$$

onde:

$T_{serviço}$ = temperatura absoluta do gás nas condições de serviço (°C);

$T_{calibragem}$ = temperatura absoluta do gás nas condições de calibragem (°C).

$$J_3 = \frac{\rho_{medição}}{\rho_{calibragem}} \quad (\text{Equação 5.16})$$

onde:

$\rho_{medição}$ = peso específico do gás (relativo ao ar) de medição nas condições normais (g/cm^3);

$\rho_{calibragem}$ = peso específico do gás (relativo ao ar) de calibragem nas condições normais (g/cm^3).

Neste trabalho, a variação da vazão de ar real em função do aquecimento do ar foi desconsiderada, mantendo constante a velocidade das partículas, para qualquer temperatura de ensaio.

5.2.4.5 ÂNGULO DE INCIDÊNCIA DO ERODENTE

O porta-amostra, conforme descrito em 5.2.3.4, é acoplado em um sistema de rolamentos que permite girar entre 10° e 90° . Neste trabalho, foi investigada a erosão dos corpos-de-prova para ângulos de incidências de 30° , 60° e 90° . A Figura 5.22 mostra o caso de um ensaio de desgaste erosivo realizado com fluxo atingindo a amostra em 60° .



Figura 5.22. Exemplo de ensaio de desgaste erosivo com fluxo de erodente atingindo a amostra em 60° e temperatura de 600°C .

5.2.4.6 VELOCIDADE DAS PARTÍCULAS ERODENTES

A velocidade das partículas erodentes foi medida utilizando-se o método proposto por Scattergood *et al.* (1985), conhecido por *double disk*. O método consiste na utilização de dois discos que giram em um mesmo eixo e são colocados logo abaixo da extremidade do tubo acelerador, por onde são expelidos ar e erodente. No disco mais próximo do da extremidade do tubo acelerador fez-se uma abertura que permite a passagem de erodente. Visto que os discos giram na mesma velocidade, as partículas, ao passarem pelo rasgo, deverão atingir o disco inferior, porém, em uma posição deslocada em S da posição logo abaixo da abertura. Sendo assim, sabendo-se a velocidade do giro dos discos, a distância entre eles e o deslocamento S , é possível determinar a velocidade das partículas erodentes através da Equação 5.17. A Figura 5.23 apresenta, esquematicamente, o princípio de funcionamento dos discos giratórios, conhecido por *double disk*. O deslocamento S é medido no centro da zona de impacto e representa a velocidade média das partículas.

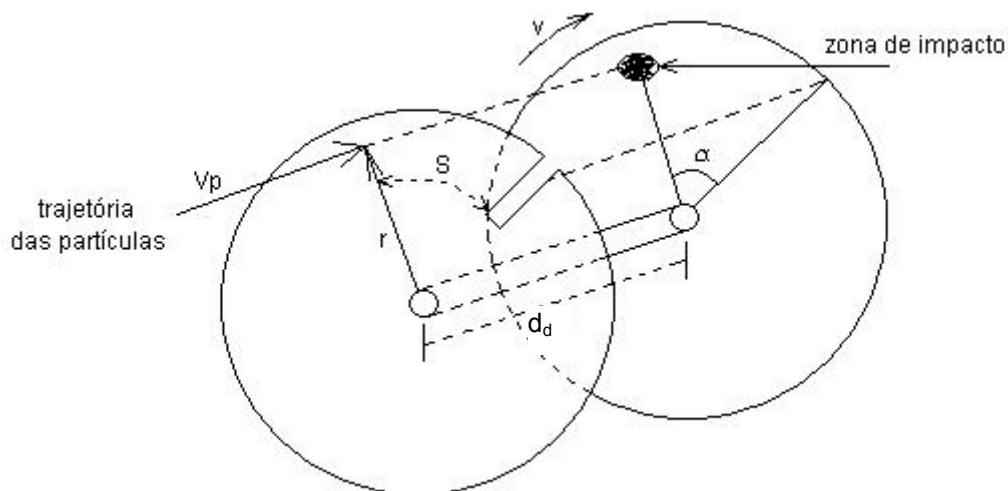


Figura 5.23. Princípio do *double disk* utilizado para calibrar as velocidades das partículas erodentes nos ensaios de erosão.

$$V = \frac{d_d \cdot V_{angular}}{\alpha} \quad (\text{Equação 5.17})$$

onde:

d_d = distância entre os discos (m);

$V_{angular}$ = velocidade angular medida com o auxílio de um tacômetro (rad/s);

α = ângulo entre a posição da abertura e o ponto médio da região de impacto (rad).

A Equação 5.17 foi utilizada para determinar a velocidade das partículas em cada temperatura de ensaio, efetuando-se a calibragem do equipamento, pois com a expansão do ar aquecido, há um aumento da pressão no interior da tubulação de aço. Para tanto, executou-se a seguinte seqüência:

- i) fixação dos discos no eixo dentro do forno com uma distância entre o disco e o tubo acelerador de 20mm e entre os discos de 30mm. Além disso, o disco inferior foi pintado com uma barbotina de alumina e água, para determinar a marca da zona de impacto das partículas;
- ii) aquecimento do ar até a temperatura desejada;
- iii) acionamento do motor para por os discos em rotação;
- iv) acionamento do fluxo de erodente por 30s;
- v) determinação da rotação do eixo com o auxílio de um tacômetro digital, modelo Optho Tako HT1300 (resolução de 1rpm para a faixa de 61 a 9.999rpm), durante o impacto de partículas.

A Figura 5.24 apresenta o sistema de medição de velocidade *double disk* na posição de avaliação da velocidade. E a Figura 5.25 apresenta a indicação do ângulo entre a posição da abertura e o ponto médio da região de impacto.

5.2.5 ENSAIOS DE EROSÃO

Os corpos cerâmicos para a erosão foram lixados (lixa de granulometria # 80 (180 μ m)) na superfície a ser erodida a fim de se obter uma rugosidade padrão para todas as amostras. Após o desbaste na lixa, os corpos-de-prova foram lavados e colocados em estufa por 24 horas. A seguir, antes do ensaio de erosão, cada corpo cerâmico é pesado em uma balança analítica e então, colocado no porta-amostra.

Atingida a temperatura de ensaio, o fluxo de erodente era aberto. Ao fim do tempo de ataque erosivo, o fluxo de erodente era interrompido e a amostra retirada do forno, lavada e colocada na estufa por mais 24 horas e, então, pesada novamente.

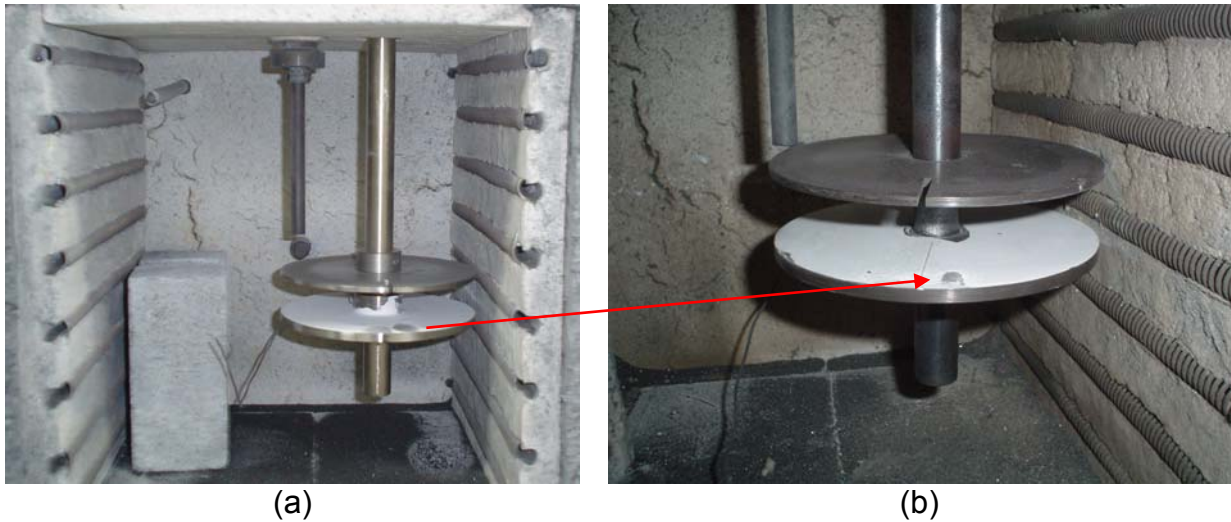


Figura 5.24. (a) Medidor de velocidade *double disk* projetado para o equipamento de desgaste erosivo. (b) Detalhe apresenta a zona de impacto deslocada em relação à posição abaixo da abertura do disco superior.

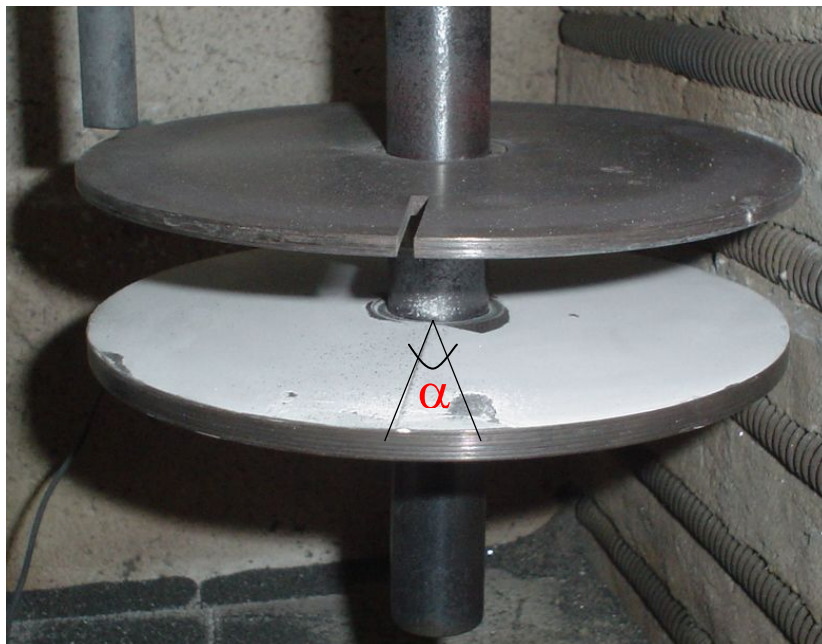


Figura 5.25. Ângulo α medido no disco inferior. Assume-se que o centro da zona de impacto representa a velocidade média das partículas.

5.2.5.1 DETERMINAÇÃO DO DESGASTE

A taxa de desgaste erosivo foi determinada pela perda de volume, a partir da perda de massa, considerando a densidade aparente dos diferentes corpos cerâmicos investigados. Esta relação é dada pela Equação 5.18.

$$T_{volume} = \frac{(m_i - m_f)}{\rho_{ap} \times m_e} \quad (\text{Equação 5.18})$$

onde:

T_{volume} = taxa de erosão volumétrica ($\text{cm}^3_{\text{alvo}}/\text{g}_{\text{erodente}}$);

m_i = massa inicial da amostra (g);

m_f = massa final da amostra (g);

m_e = massa de erodente utilizada (g).

5.2.6 ERRO DAS MEDIDAS

Os métodos utilizados para o cálculo das incertezas dos resultados apresentados neste trabalho envolvem os erros sistemáticos (método de Kleine e Mc Clintock) e por aleatoriedade (distribuição *t-student*).

Para o cálculo do erro sistemático, foi utilizado o método de Kleine e Mc Clintock, segundo Hollmann (1996), onde o erro experimental é função das variáveis medidas conforme a Equação 5.19.

$$\Delta F = \left(\left(\frac{\partial F}{\partial L_1} \cdot \Delta L_1 \right)^2 + \left(\frac{\partial F}{\partial L_2} \cdot \Delta L_2 \right)^2 + \left(\frac{\partial F}{\partial L_3} \cdot \Delta L_3 \right)^2 + \dots + \left(\frac{\partial F}{\partial L_n} \cdot \Delta L_n \right)^2 \right)^{0,5} \quad (\text{Equação 5.19})$$

onde:

ΔF = 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%. Este erro pode ser calculado pela Equação 5.20, para um número de amostras inferior a 30.

$$C\%E_{repetibilidade} = t_{\frac{\alpha}{2}} \cdot \frac{S}{m^{0.5}} \quad (\text{Equação 5.20})$$

onde:

$C\%E_{repetibilidade}$ = 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.

Para se determinar a reprodutibilidade dos ensaios foram feitos cinco ensaios de erosão em uma alumina sinterizada a 1600°C. O erro por aleatoriedade calculado para o equipamento com essas amostras ficou em $\pm 15\%$.

O erro total (E_{total}) foi determinado a partir da Equação 5.21 que leva em consideração os erros sistemáticos e de repetibilidade.

$$E_{total} = ((\Delta F)^2 + (\Delta E)^2)^{0.5} \quad \text{Equação 5.21}$$

Para a medida da velocidade do erodente, o erro foi calculado pelo método de Kleine e Mc Clintock, ficando em ± 1.3028 m/s. Os valores obtidos para taxa de erosão, e de porosidade aparente, dureza, tenacidade à fratura e resistência mecânica, com os respectivos valores de erro total, determinados pelo método de Kleine e Mc Clintock utilizando a Equação 5.21, são apresentados no ANEXO I.

6. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 6.1 apresenta a variação da taxa de erosão, em perda de volume por massa de erodente impactada sobre corpos cerâmicos à base de alumina, em função do ângulo de incidência do erodente, da temperatura de ensaio, e da porosidade dos corpos cerâmicos ensaiados $AL_{10\%}$ (porosidade medida de 9,5%) e $AL_{28\%}$ (porosidade medida 28,2%). Os resultados individuais correspondentes são apresentados no ANEXO I.

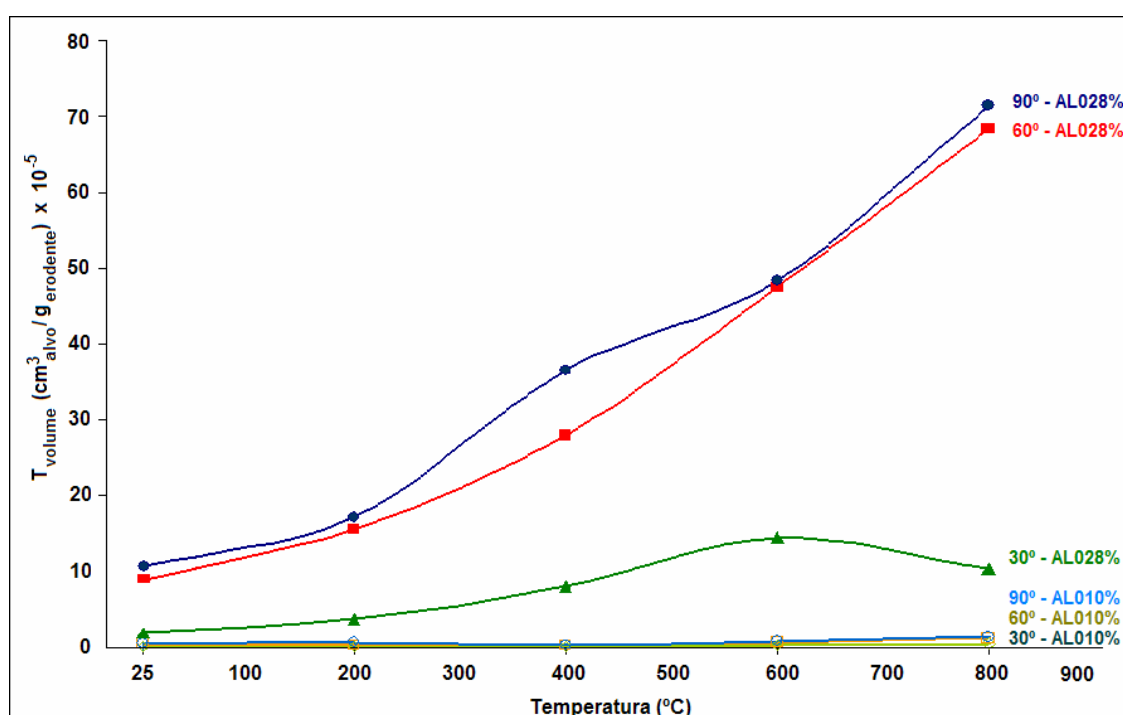


Figura 6.1. Variação da taxa de erosão, em perda de volume por massa de erodente impactada, em função do ângulo de incidência do erodente, da temperatura de ensaio, e da porosidade dos corpos cerâmicos à base erodidos ($AL_{10\%}$ = porosidade medida de 9,5% e $AL_{28\%}$ = porosidade medida 28,2%).

Pelo gráfico da Figura 6.1, pode-se observar que um aumento, tanto da porosidade como da temperatura, atua no sentido de aumentar o desgaste da alumina. Este aumento é mais acentuado para os corpos cerâmicos de maior porosidade. De fato, para a alumina $AL_{10\%}$, o desgaste foi muito pouco perceptível. Já a alumina $AL_{28\%}$ sofreu um desgaste mais do que 5 vezes maior no intervalo de temperatura investigado (entre 25 e 800°C).

A Figura 6.2 apresenta as superfícies erodidas de ambas as aluminas ensaiadas, $AlO_{28\%}$ e $AlO_{10\%}$, obtidas por microscopia óptica, após erosão a $25^{\circ}C$ e 90° como ângulo de ataque.

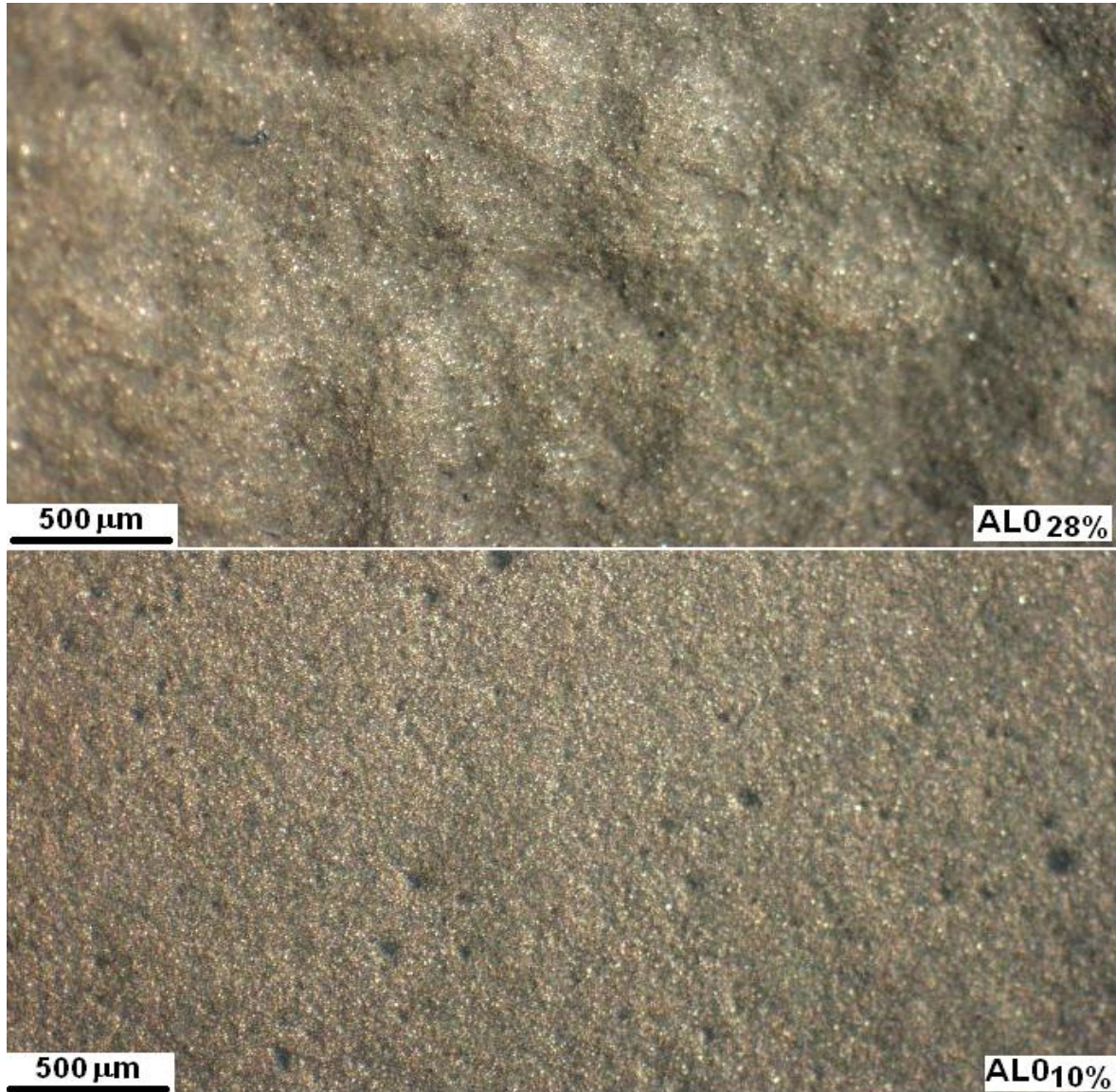


Figura 6.2. Micrografias da superfície alumina $AlO_{28\%}$ e $AlO_{10\%}$ após erosão a $25^{\circ}C$ com ângulo de ataque de 90° . A imagem foi obtida por microscopia óptica em aumento de 40 vezes.

Por essas micrografias, pode se observar que a incidência do erodente na superfície do corpo cerâmico provoca a formação de um relevo com protuberâncias suaves, considerando a ordem de aumento utilizada, de 40 vezes. Estas protuberâncias são bem mais destacadas na superfície da $AlO_{28\%}$ do que na da $AlO_{10\%}$, devido ao maior desgaste sofrido pela primeira.

No intuito de se obter informações sobre os mecanismos de desgaste atuantes, a Figura 6.3 e a Figura 6.4 apresentam comparativamente micrografias dos mesmos corpos cerâmicos $AlO_{28\%}$ e $AlO_{10\%}$, antes e após erosão a $25^{\circ}C$, com ângulo de ataque de 90° . As imagens foram obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), em aumento de 1600 vezes.

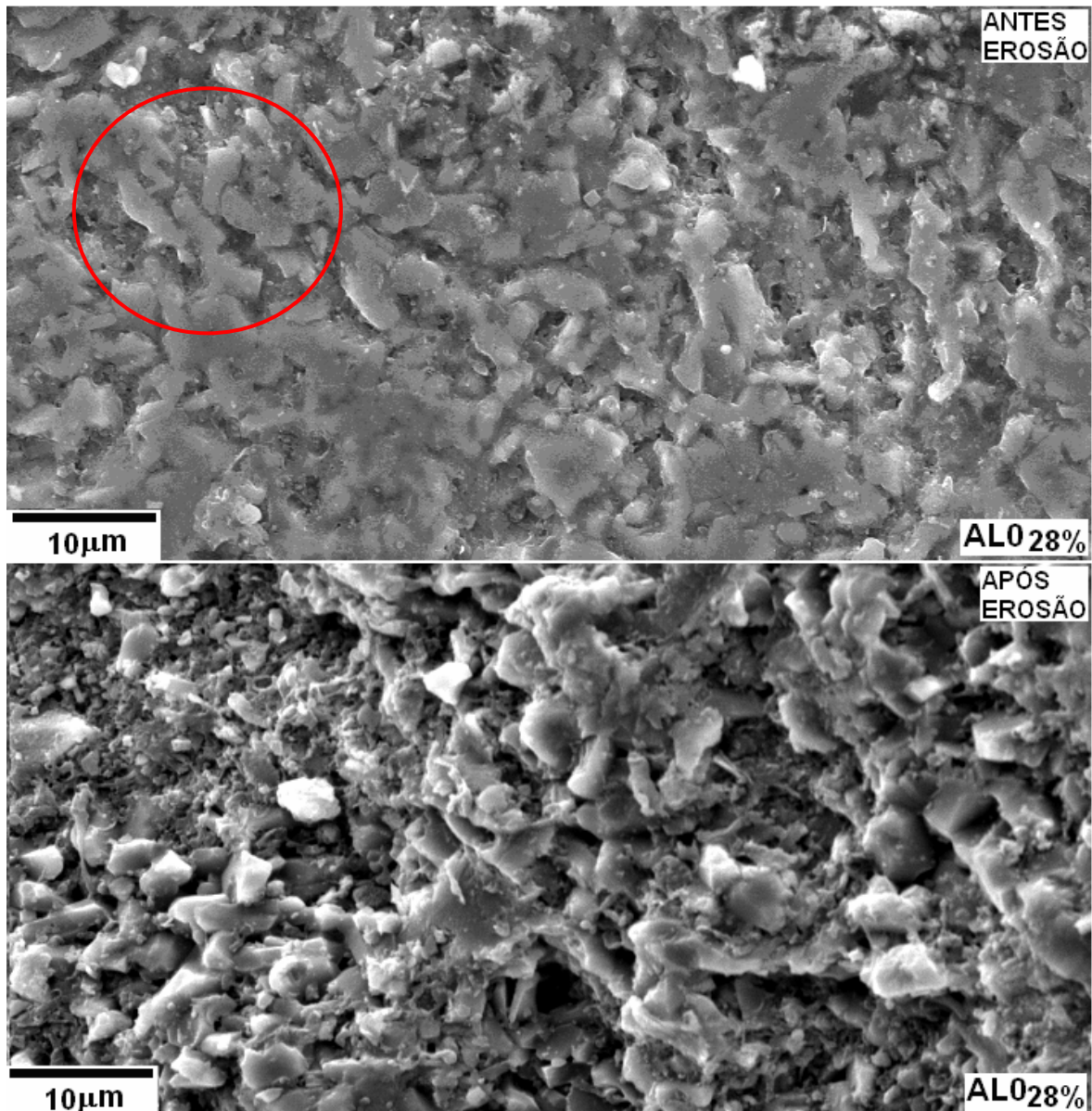


Figura 6.3. Micrografias da superfície alumina $AlO_{28\%}$ antes e após erosão a $25^{\circ}C$ com ângulo de 90° . A imagem foi obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em aumento de 1600 vezes.

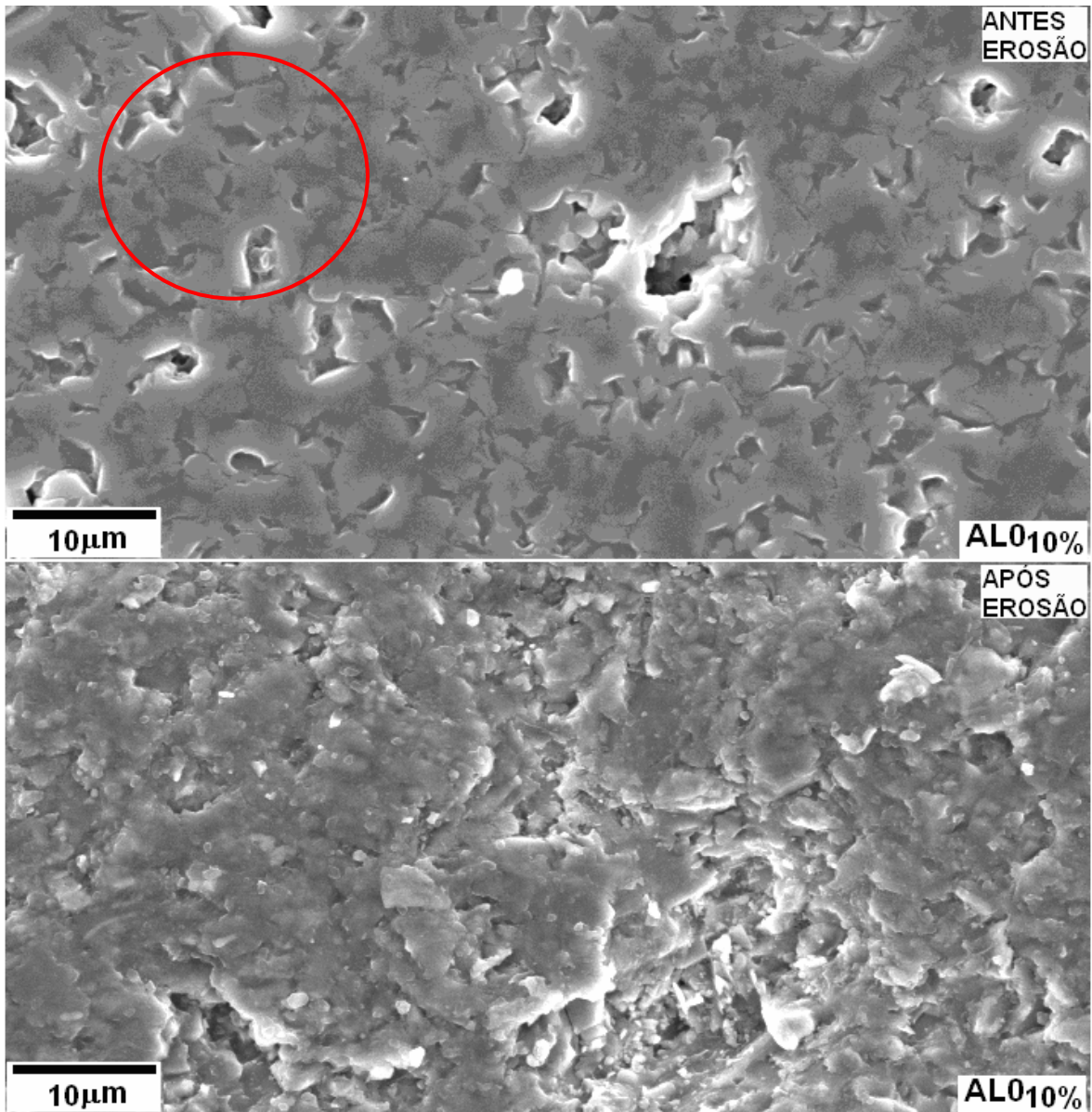


Figura 6.4. Micrografias da superfície alumina $ALO_{10\%}$ antes e após erosão a $25^{\circ}C$ com ângulo de 90° . A imagem foi obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em aumento de 1600 vezes.

Pela análise das micrografias anteriores, pode-se inferir que não há claramente uma diferença qualitativa em termos de tipo de degradação entre ambas as superfícies erodidas. A diferença seria quantitativa, a $ALO_{28\%}$ apresenta uma superfície que corresponde a uma taxa de erosão bastante elevada, bem superior a que foi medida para a alumina $ALO_{10\%}$.

Esta maior taxa verificada para a $ALO_{28\%}$ deve-se muito provavelmente a sua maior porosidade, o que corresponde a um número menor de pontos de contato entre as partículas de alumina. Nas Figuras 6.3 e 6.4, exemplifica-se

através de um círculo, diferenças bem marcantes em termos de pontos de contato entre as partículas de alumina em cada microestrutura aqui considerada.

Menor número de pontos de contato entre partículas representa menor ancoramento dessas, o que viria a facilitar o arrancamento de grãos inteiros da superfície, quando houvesse a solicitação erosiva. Como este processo ocorre a nível micrométrico (o tamanho de grão da alumina em questão é da ordem de 3 a 4 μ m), a morfologia macroscópica da superfície após ataque não revela essa agudeza, pelo aumento de 40 vezes da Figura 6.2.

Entretanto, maiores aumentos na investigação por microscopia eletrônica de varredura das microestruturas dos corpos cerâmicos $AlO_{28\%}$ e $AlO_{10\%}$, apresentadas nas Figura 6.5 e Figura 6.6, propiciam uma observação comparativa mais detalhada do tipo de dano que ocorre nas aluminas quando submetidas à erosão.

Com aumento de 800 vezes (Figura 6.5), é possível visualizar grãos irregulares e microporosidades na microestrutura do corpo cerâmico, sugerindo o tipo de fratura ocorrido no desgaste por erosão à temperatura ambiente. Tanto para a $AlO_{28\%}$ como para a $AlO_{10\%}$, a morfologia da superfície, erodida à temperatura ambiente sob ataque de 90°, é típica de fratura frágil, onde o arrancamento de material ocorre principalmente ao longo dos contornos de grãos.

A Figura 6.6 oferece subsídios para esta constatação, por um detalhamento maior da microestrutura em referência, pelo aumento a 6400 vezes da região indicada na Figura 6.5. A micrografia sugere a forma da perda de material no desgaste erosivo e reforça o papel da porosidade no mecanismo de desgaste por fratura frágil.

Também, considerando-se a variação de ângulo de ataque do erodente e a temperatura de ensaio, as morfologias obtidas foram bastante semelhantes às dos corpos cerâmicos ensaiados à temperatura ambiente, com ataque frontal do erodente. Embora essa semelhança, o gráfico da Figura 6.1 é bastante evidente na variação do desgaste por erosão com o ângulo de ataque, aumentando significativamente essa diferença em função da temperatura de ensaio, notoriamente no caso da alumina com maior porosidade.

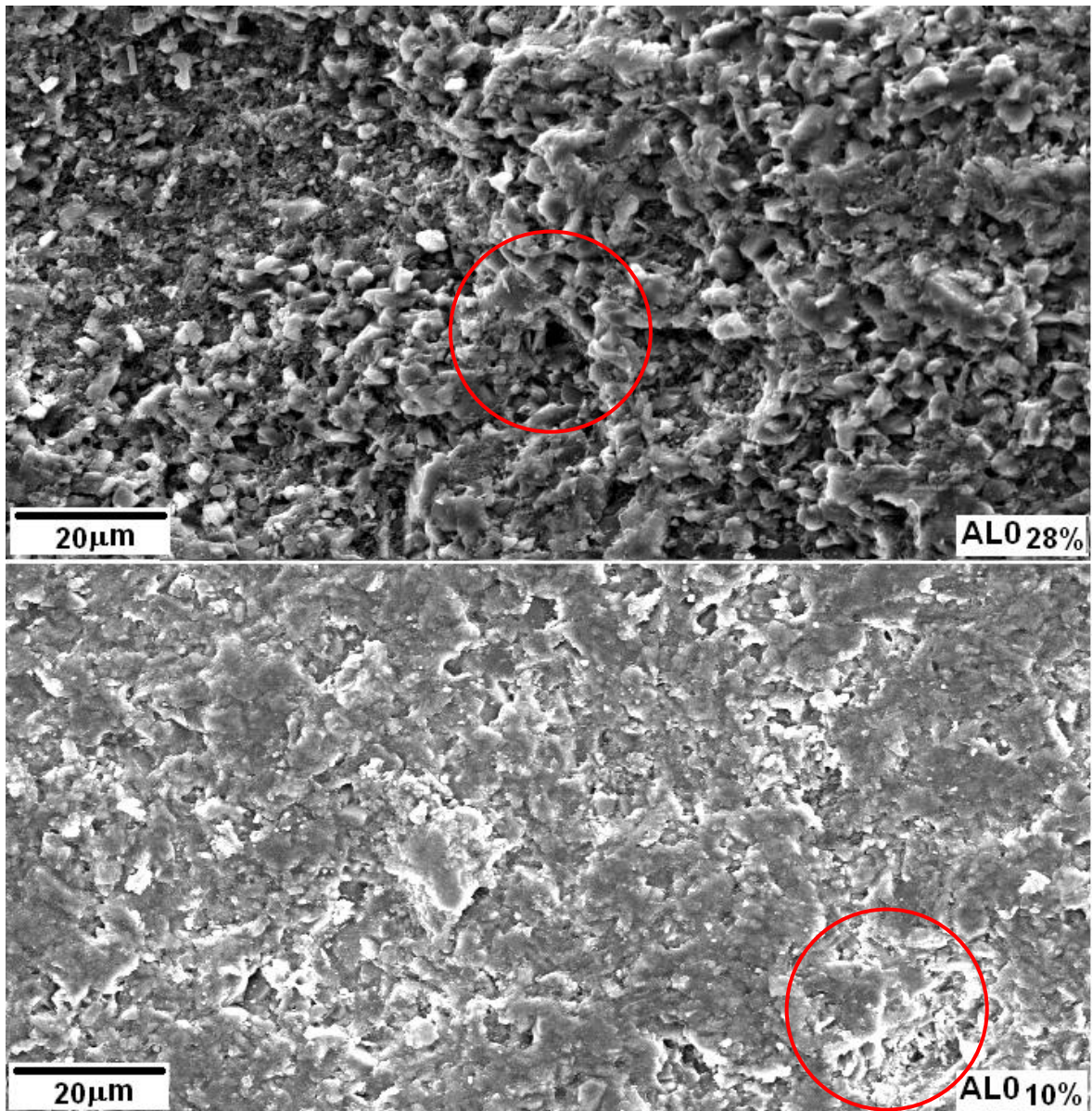


Figura 6.5. Micrografias da superfície alumina $ALO_{28\%}$ e $ALO_{10\%}$ após erosão a $25^{\circ}C$ com ângulo de 90° . A imagem foi obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em aumento de 800 vezes.

Assim, a $ALO_{28\%}$, quando submetida a um ângulo de ataque de 30° , apresentou uma taxa de desgaste significativamente inferior ao verificado para os mesmos corpos cerâmicos quando erodidos com ângulo de ataque de 60° e 90° . Essa diferença foi ainda maior quanto maior a temperatura de erosão.

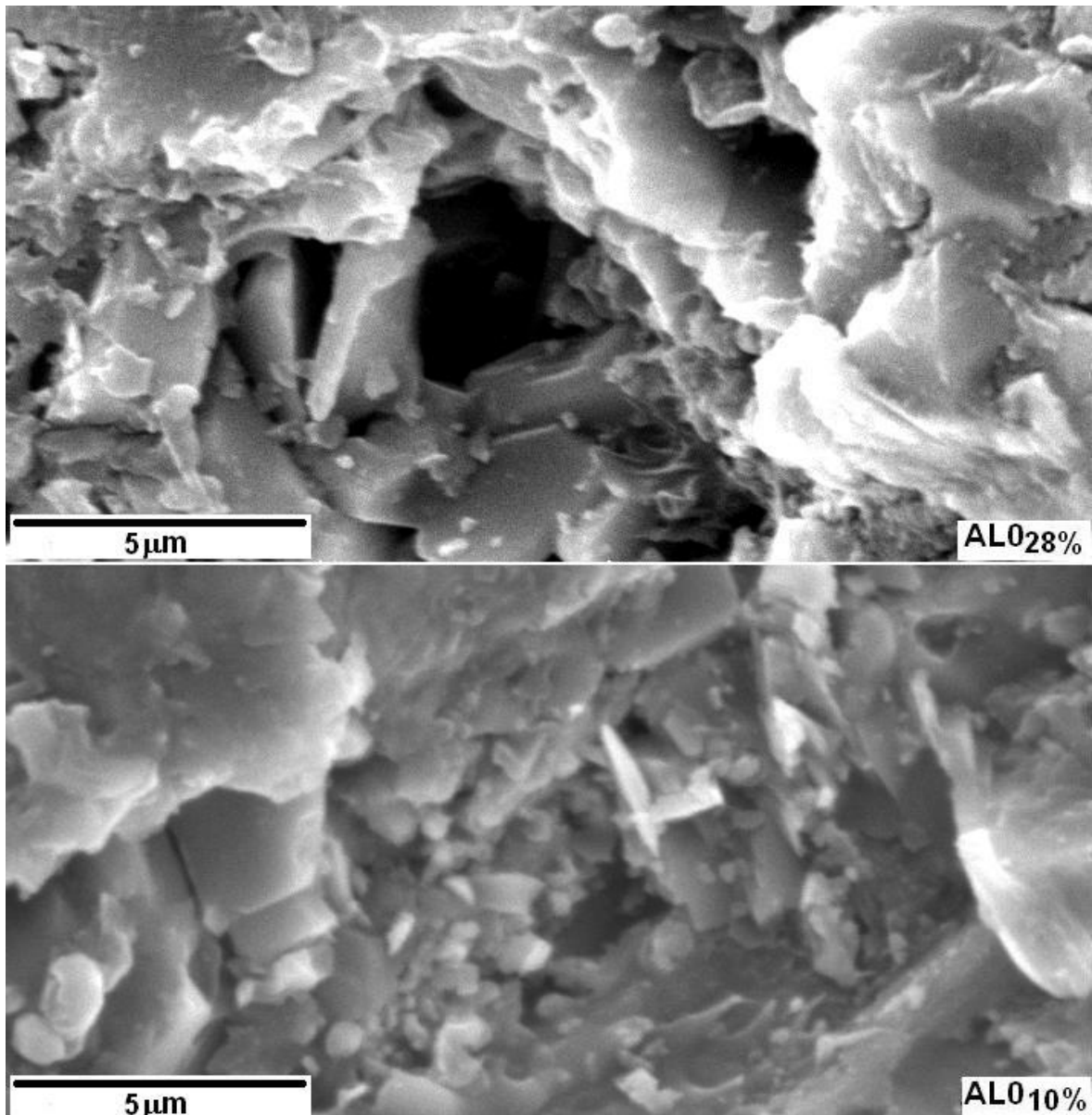


Figura 6.6. Micrografias da superfície alumina $AL_{28\%}$ e $AL_{10\%}$ após erosão a $25^{\circ}C$ com ângulo de 90° . A imagem foi obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em aumento de 6400 vezes. O poro assemelha-se bastante com o da Figura 4.21a e é característico de um processo de erosão de materiais frágeis onde não há deformação plástica.

A Figura 6.7 apresenta comparativamente imagens por microscopia óptica das $AL_{28\%}$ e $AL_{10\%}$ após ataque erosivo nas temperaturas ambiente e 30° . E as Figuras 6.8 e 6.9 das mesmas aluminas após desgaste a $800^{\circ}C$, com ângulos de ataque de 30° e 90° , respectivamente. Do mesmo modo, as microestruturas da $AL_{28\%}$ são apresentadas na Figura 6.10 em imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura, em aumentos de 100, 400 e 1600 vezes.

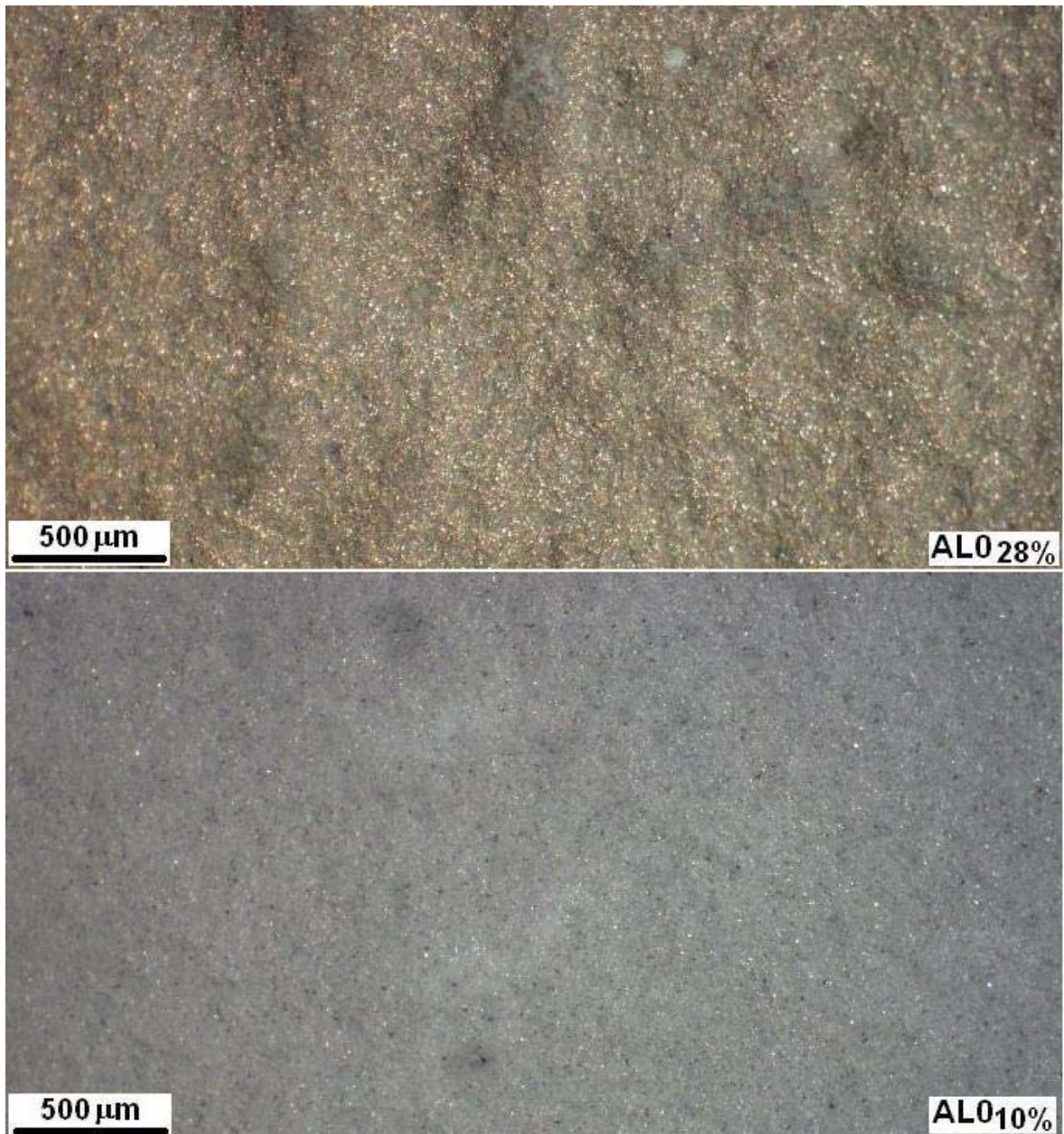


Figura 6.7. Micrografias da superfície alumina $AL_{028\%}$ e $AL_{010\%}$ após erosão a $25^{\circ}C$ com ângulo de ataque de 30° . A imagem foi obtida por microscopia óptica em aumento de 40 vezes.

Pela análise da Figura 6.10, pode-se extrapolar para todo o intervalo de temperatura investigado e para qualquer ângulo de ataque (30° , 60° , 90°) o que foi constatado na comparação entre os desgastes sofridos pelas $AL_{028\%}$ e $AL_{010\%}$ a temperatura ambiente e a 90° de ângulo de ataque. Esta extrapolação estaria baseada no fato de que o aspecto da superfície dos corpos cerâmicos após erosão é bastante similar. Assim, o mecanismo seria o mesmo atuando para qualquer ângulo de ataque do erodente sobre a superfície, e no caso dos corpos cerâmicos à base de alumina, para todo o intervalo de temperatura considerado.

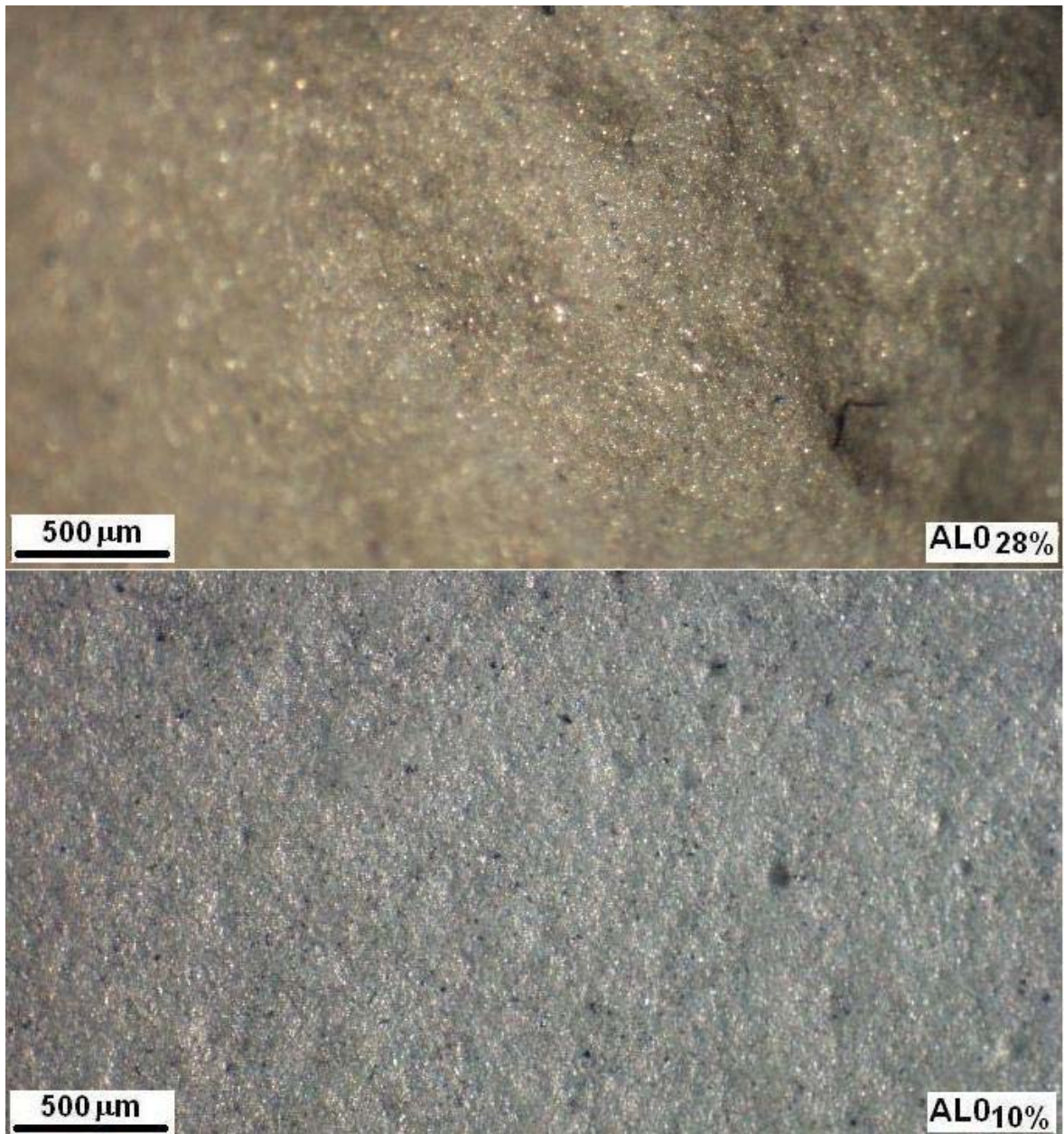


Figura 6.8. Micrografias da superfície alumina $AL_{28\%}$ e $AL_{10\%}$ após erosão a $800^{\circ}C$ com ângulo de ataque de 90° . A imagem foi obtida por microscopia óptica em aumento de 40 vezes.

De fato, para aluminas sem fase vítrea, como as até aqui consideradas, as perdas nas propriedades mecânicas até $800^{\circ}C$ são relativamente pequenas. Somente para temperaturas bem superiores a $1100^{\circ}C$, poder-se-ia esperar alguma deformação plástica com a temperatura, o que subsidiaria uma modificação no mecanismo de fratura durante o ataque erosivo. Esta observação também foi feita por Zhou e Bahadur, 1995.



Figura 6.9. Micrografias da superfície alumina $ALO_{28\%}$ e $ALO_{10\%}$ após erosão a $800^{\circ}C$ com ângulo de ataque de 30° . A imagem foi obtida por microscopia óptica em aumento de 40 vezes.

O aumento do desgaste por erosão, verificado mais claramente para a $ALO_{28\%}$, crescente no intervalo de temperatura investigado, estaria baseado na perda incipiente de propriedades mecânicas dos materiais com o aumento da temperatura. De fato, se os dados de taxa de desgaste obtidos para as aluminas $ALO_{28\%}$, apresentados no gráfico da Figura 6.1, forem cotejados com o gráfico para a variação da resistência mecânica da alumina da Figura 4.25, pode-se observar

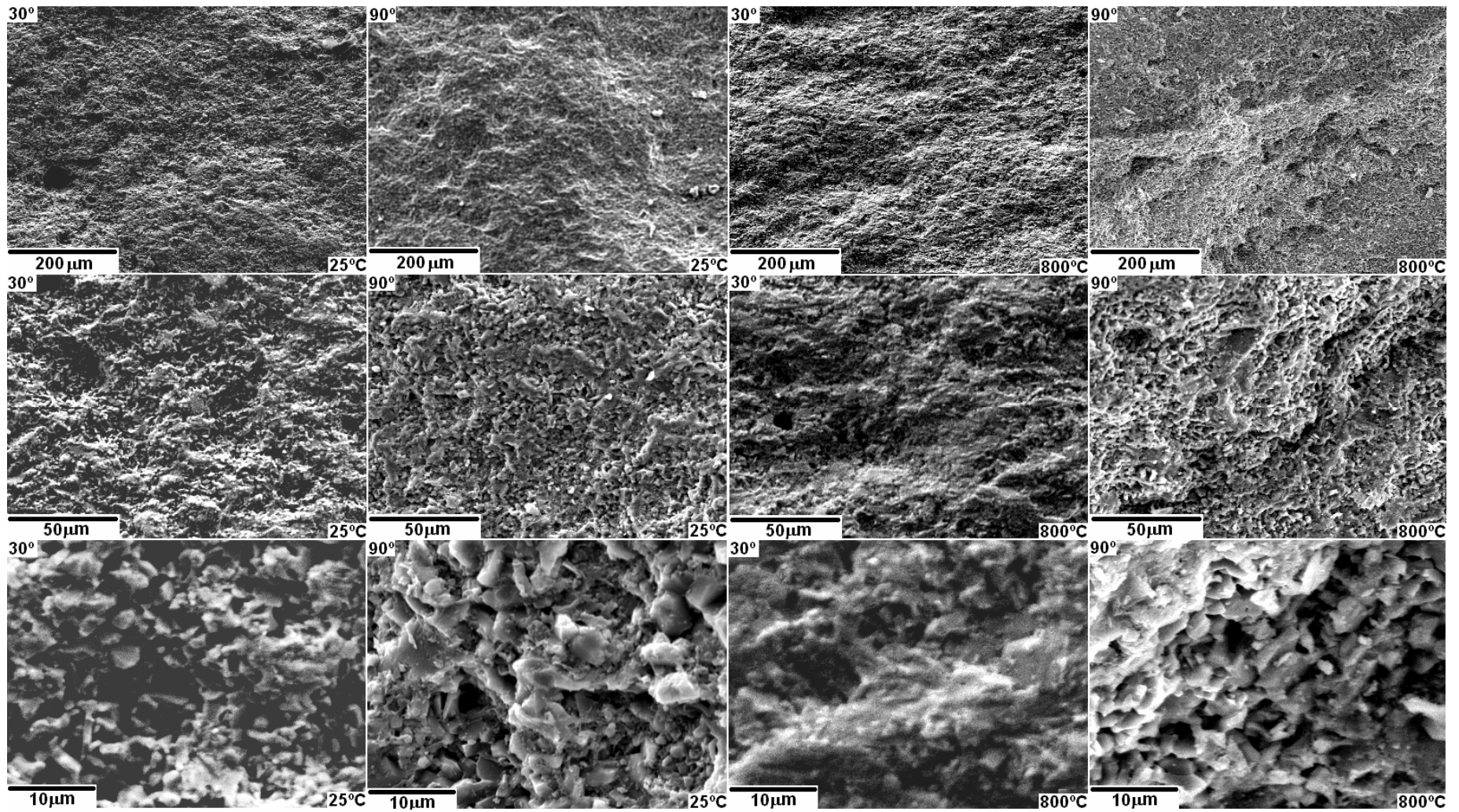


Figura 6.10. Microestrutura da $AlO_{28\%}$ erodida a 90° e 30° nas temperaturas de 25°C e 800°C. Aumentos: 100x, 400x e 1600x.

uma correspondência entre o aumento do desgaste e a perda da resistência mecânica, com o aumento da temperatura. Este decréscimo seria explicado pelo enfraquecimento das ligações químicas, devido à maior energia térmica, fazendo com que, sob tensão, poros da superfície sejam unidos a outros poros, logo abaixo da superfície (Davidge, 1979).

Ainda, pela análise do gráfico da Figura 6.1, destaca-se o menor desgaste observado para ângulos de ataque menores que 90° , na seqüência 60° e 30° . É bastante conhecida a maior resistência ao desgaste por fratura frágil com a diminuição do ângulo de ataque. No entanto, destaca-se a quebra na tendência do aumento da erosão com o aumento da temperatura, averiguada para a erosão a 800°C e 30° de ângulo de ataque. Normalmente, poder-se-ia esperar uma mudança no mecanismo de desgaste, de frágil para dúctil, quando acontece esta quebra na tendência do aumento de desgaste, pois é sabido que materiais dúcteis suportam maiores solicitações erosivas em altos ângulos de ataque. A Figura 6.10 de certa forma não ajuda a esclarecer o ocorrido.

Pela análise das microestruturas apresentadas até aqui, é marcante uma densificação mais efetiva na alumina $\text{ALO}_{10\%}$ se comparada à alumina $\text{ALO}_{28\%}$. A maior densificação da $\text{ALO}_{10\%}$ foi obtida pelo aumento da área superficial das partículas devido à redução do tamanho médio das partículas de alumina de $4,7$ para $2,0\mu\text{m}$. A maior área superficial promove um processo de sinterização mais intenso, facilitando a formação do “pescoço”, característico do processo de sinterização de fases sólidas.

Como visto, a porosidade (microporosidade) significaria menos pontos de contato e fixação das partículas de alumina na constituição do corpo cerâmico, aumentando a suscetibilidade ao arrancamento pelos impactos sucessivos de erodentes contra a superfície do corpo cerâmico. Esta constatação havia sido feita anteriormente por Zhou e Bahadur, 1995, que identificaram este mecanismo através da Figura 4.21a (item 4.2.2), como processo característico de desgaste erosivo para materiais frágeis.

Como é sabido, a porosidade de um corpo cerâmico repercute diretamente no seu comportamento mecânico. Se for usada a resistência mecânica como critério para a avaliação da efetividade dos pontos de contato entre as partículas de alumina sinterizada, verifica-se que a alumina $\text{ALO}_{10\%}$ apresenta uma

resistência mecânica cerca de 2,5 vezes superior à da $AlO_{28\%}$ (159 MPa e 61 MPa, respectivamente).

Esta perda da resistência mecânica com o aumento da porosidade é bem conhecida para os materiais cerâmicos (Coble e Kingery, 1956 *apud* Callister, 2005), tendo sido citada no item 4.3.1.1, sendo representada pela Figura 4.25. A Figura 6.11 apresenta novamente o gráfico da Figura 4.25, incluindo os pontos experimentais referentes aos valores de resistência à flexão determinados para as $AlO_{28\%}$ e $AlO_{10\%}$. Constata-se, assim, o enquadramento dos valores obtidos na relação exponencial prevista pela Equação 4.14

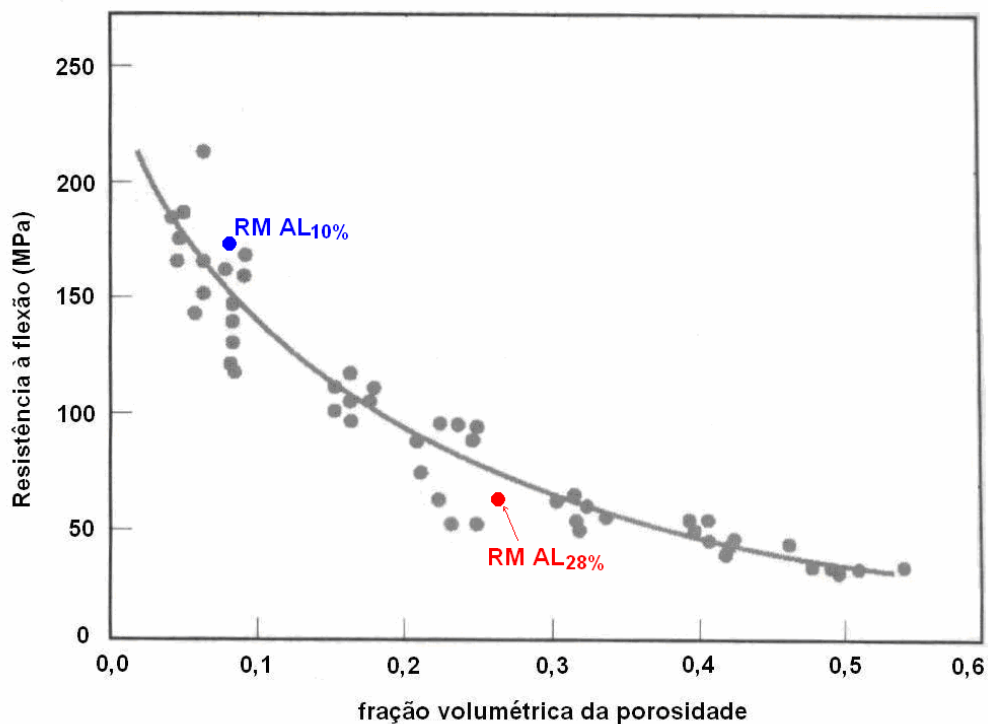


Figura 6.11. Variação da resistência à flexão de um material cerâmico em função da porosidade (Coble e Kingery, 1956 *apud* Callister, 2005). No gráfico são indicados os valores determinados experimentalmente para a resistência mecânica para os corpos cerâmicos $AlO_{28\%}$ e $AlO_{10\%}$.

Utilizando-se desta previsibilidade do comportamento mecânico de um material cerâmico em função da sua porosidade, pode-se estimar seu o módulo de elasticidade. A relação entre a porosidade e módulo de elasticidade foi descrita no mesmo item 4.3.1.1 e pela Equação 4.15. O gráfico que representa esta

relação foi mostrado na Figura 4.26. Assim, os valores de módulo de elasticidade para as aluminas $AlO_{10\%}$ e $AlO_{28\%}$, calculados em 322GPa e 212GPa, respectivamente e estão plotados na Figura 6.12, com base na Figura 4.26.

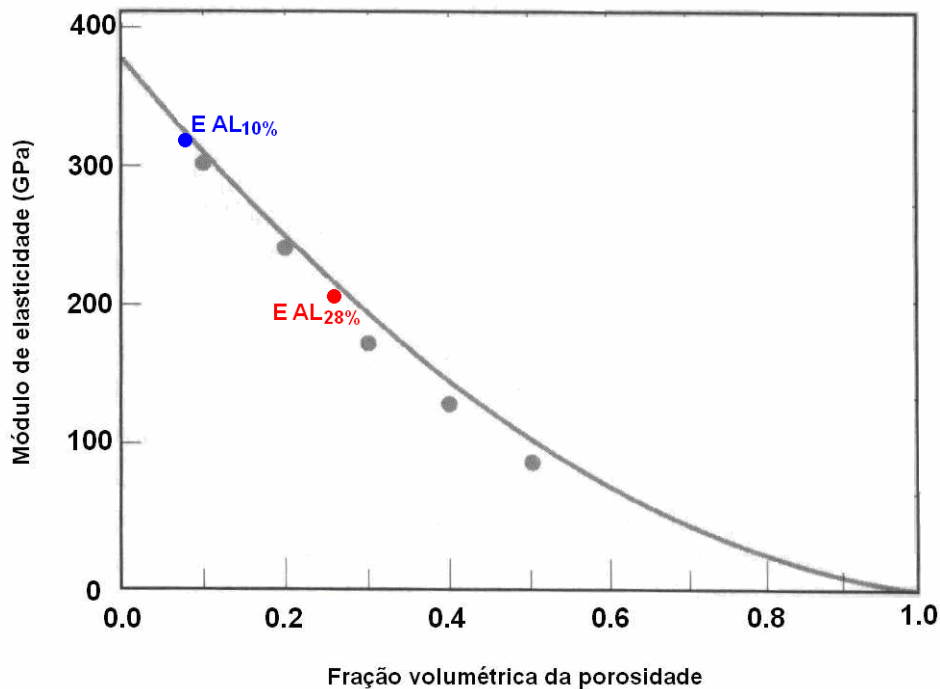


Figura 6.12. Variação do módulo de elasticidade em função da porosidade de um material cerâmico (Coble e Kingery, 1956 *apud* Callister, 2005). No gráfico são indicados os módulos de elasticidade deduzidos a partir da porosidade para os corpos cerâmicos $AlO_{28\%}$ e $AlO_{10\%}$.

Como visto, comparando-se as microestruturas das aluminas $AlO_{10\%}$ e $AlO_{28\%}$ antes da erosão (Figura 6.3 e 6.4), pode-se observar a diferença na porosidade, em tamanho e quantidade de poros. Observa-se ainda que a redução do tamanho de partícula da alumina gerou uma superfície bem mais densa. Ou seja, a sinterização por formação de pescoço (sinterização de fase sólida) resultou em um material mais denso, com maior resistência mecânica, maior rigidez (maior módulo de elasticidade), e maior resistência à erosão.

Portanto, evidência-se que a porosidade, no caso, microporosidade, tem um papel relevante no processo de erosão por partículas sólidas. Existe uma correlação entre um decréscimo de propriedades mecânicas do material (como analisados anteriormente, resistência mecânica e módulo de elasticidade)

acompanhado de um aumento da taxa de erosão. O aumento da taxa de erosão em função da porosidade das aluminas $ALO_{10\%}$ e $ALO_{28\%}$ pôde ser observado com clareza na Figura 6.1, para qualquer ângulo de incidência.

Além da resistência mecânica e módulo de elasticidade, outras propriedades do comportamento mecânico dos corpos cerâmicos também são influenciadas pela porosidade, como é o caso da dureza e da tenacidade à fratura. Para efeito de comparação, a Tabela 6.1 sumariza as propriedades do comportamento mecânico para os corpos cerâmicos à base de alumina até aqui considerados. Também está incluída a taxa de desgaste medida para cada alumina, a $25^{\circ}C$ e ângulo de ataque de 90° .

Tabela 6.1: Propriedades do comportamento mecânico das aluminas $ALO_{10\%}$ e $ALO_{28\%}$.

	$ALO_{10\%}$	$ALO_{28\%}$
K_{IC} ($MPa \cdot m^{0,5}$)	2,73	2,30
E (GPa)	322	212
Dureza (Vickers)	1411	504
Taxa de erosão ($cm^3/g \times 10^{-5}$)	0,552	10,783

Através da análise da Tabela 6.1, observa-se que um aumento na tenacidade à fratura de um material o torna mais resistente ao desgaste erosivo, conforme havia sido verificado anteriormente por Wellman e Allen (1995). Estes autores também verificaram um comportamento similar para a relação do desgaste erosivo com a dureza, o que também corresponde aos dados da Tabela 6.1.

Uma análise dos resultados a partir da Equação 4.3, item 4.2.2, que relaciona a dureza e a tenacidade à fratura, para avaliar a taxa de erosão em massa (ΔW), como proposta por vários autores baseada no modelo elasto-plástico de materiais frágeis, leva à constatação que a razão entre a perda de massa para as aluminas $ALO_{28\%}$ e $ALO_{10\%}$, para um valor médio do expoente q , ($\Delta W_{ALO_{28\%}}/\Delta W_{ALO_{10\%}} = 1,34$) é bastante discrepante. Os valores experimentais

obtidos para as aluminas $ALO_{28\%}$ e $ALO_{10\%}$ corresponderam a cerca de 19,5, já que as taxas de desgaste foram, respectivamente, 10,783 e $0,552 \text{ cm}^3/\text{g} \times 10^{-5}$. Portanto, pode-se inferir que a Equação 4.3, proposta por Zhou e Bahadur (1995), não é capaz de prever o comportamento dos materiais aqui investigados, para todo o intervalo de temperatura considerado, com qualquer ângulo de ataque do erodente. Logo, os fatores correlacionados na Equação 4.3, não satisfazem para a avaliação da taxa de erosão em perda de massa de material.

Outros autores simplificam a Equação 4.3, associando a taxa de desgaste diretamente à relação entre as durezas do corpo cerâmico submetido ao desgaste e a dureza do material utilizado como erodente. Shipway e Hutchings (1995) já haviam observado que há um aumento nas taxas de desgaste quando a relação entre as durezas dos materiais (erodente e alvo) aumenta (Figura 4.11).

Aplicando a Equação 4.2 $((H_t/H_p)^w)$, do item 4.2.2, proposta por Wada e Watanabe (1987), a partir dos valores da Tabela 6.1 e da dureza do erodente (2651Hv), conclui-se que o valor do coeficiente w deveria assumir um valor entre 5 e 6, para que houvesse correspondência entre os valores experimentais e a razão H_t/H_p . Este valor é bastante maior que os obtidos por Guildin (1978), por exemplo, para o Si_3N_4 e uma SiO_2 , ficando em torno de 1.

Outros estudos propõem que a tenacidade à fratura do material é um fator mais determinante para as taxas de erosão do que a relação entre a dureza do erodente e do material alvo. A partir da análise dos dados da Tabela 6.1, constata-se uma diferença relativamente pequena entre os valores experimentais de K_{IC} para as aluminas investigadas, 2,73 e 2,30 $MPa \cdot m^{0,5}$, respectivamente, para a $ALO_{10\%}$ e $ALO_{28\%}$. Embora uma maior tenacidade à fratura da alumina $ALO_{10\%}$ tenha correspondência com sua maior resistência ao desgaste erosivo, conforme havia sido verificado anteriormente por Wellman e Allen (1995), apenas essa diferença não comportaria toda a justificativa para taxas de erosão tão diferentes quanto as determinadas para as aluminas em questão.

Razão para isso, talvez seja a consideração de que assim como a dureza e resistência mecânica, a tenacidade à fratura envolva fratura em escala microscópica, desprezando boa parte do conjunto de fenômenos atuantes que levam à ruptura e perda de material por parte do corpo submetido à erosão.

Embora não se possa tratar resistência mecânica, dureza e tenacidade à fratura como variáveis independentes, o envolvimento de outros aspectos microestruturais dos materiais investigados deve-se fazer necessário para representar todos os fatores atuantes no sistema.

Como não é possível desvincular a resistência à erosão de um material de suas propriedades mecânicas, é evidente que o mais correto é levar em consideração um balanço energético, ocorrente no momento do choque do erodente contra a superfície do material, como o preconizado por diversos autores anteriormente referidos na revisão da literatura. A energia incidente corresponderia às energias cinética e térmica das partículas erodentes. O dano resultaria da transformação desta energia em deformação elástica (e ricocheteamento das partículas incidentes), deformação plástica, microtrincamento, microruptura e aquecimento da superfície do material alvo. O dano estaria assim diretamente associado, por exemplo, ao microtrincamento e microruptura do material, no que a resistência mecânica e a tenacidade à fratura correspondem a uma maior energia de ligação entre as partículas de um material.

Segundo Ritter (1985), observando-se a natureza do dano provocado pelo impacto de partículas de alta dureza em materiais frágeis, constata-se a formação de *pits* (cavidades), que são resultado do arrancamento de grãos da superfície, como foi visto nas Figuras 6.3 e 6.4 para as aluminas $AlO_{28\%}$ e $AlO_{10\%}$, respectivamente.

A Figura 6.13 apresenta um exemplo de *pit* na superfície da alumina $AlO_{28\%}$, sugerido pela linha em vermelho desenhada sobre a micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura com aumento de 3200 vezes. A dimensão do *pit* corresponderia a do impacto de uma ponta angulosa do erodente no choque contra a superfície do material alvo (ver Figura 4.9, item 4.2.1).

Conforme Ritter, (1985), a energia cinética envolvida no choque do erodente contra a superfície da alumina seria absorvida através dos contornos de grão adjacentes à zona de impacto, gerando um *pit* de formato anular, proporcional à energia de fratura do contorno de grão, que seria função da tenacidade à fratura (Equação 4.9, item 4.2.3).

Assim, a energia consumida para a formação de um dano na forma de um *pit* na superfície do corpo cerâmico submetido à erosão seria maior para materiais com menor tamanho de grão, aumentando assim sua resistência à erosão e, portanto, quanto maior a quantidade de contornos de grão mais energia de impacto pode ser absorvida pelo material alvo antes de ocorrer o dano. Utilizando a Equação 4.9 (item 4.2.3), estima-se que o volume de material removido na formação de um *pit* obedeça à relação $V_{AL010\%} = 0,912 V_{AL028\%}$.

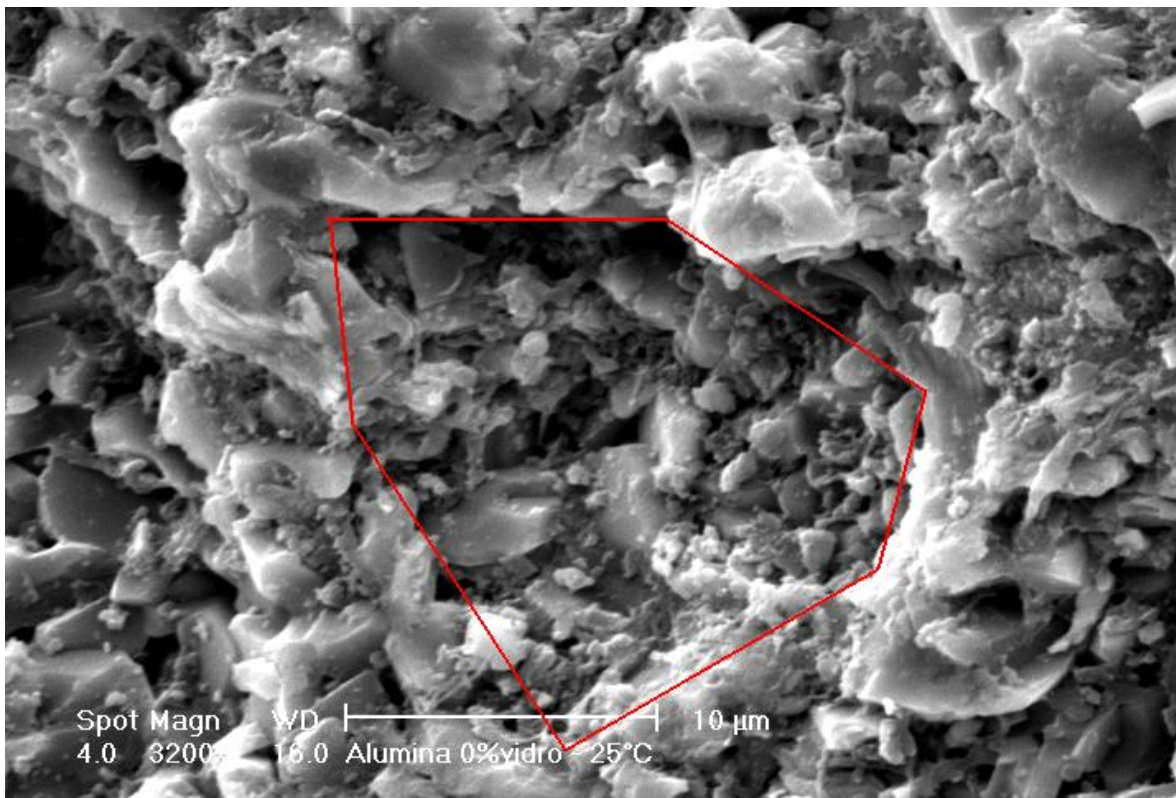


Figura 6.13. Exemplo da formação de um “*pit*” de erosão na alumina $AlO_{28\%}$ erodida em ângulo de 90° e temperatura de $25^\circ C$.

Os valores obtidos para o tamanho de grão ($AlO_{10\%} = 2,64\mu m$ e $AlO_{28\%} = 3,14\mu m$) foram determinados utilizando imagens de microscopia eletrônica de varredura e um programa de análise de imagens (*Image Tool*). Esses valores tendem a ser menores do que os reais, tendo em vista que a maior área de secção dos grãos não é obrigatoriamente a coincidente com a superfície sob análise. Esta eventual diferença foi aqui desconsiderada.

Comparando-se os resultados obtidos com os anteriormente determinados por Wellman e Allen (1995) (Figura 4.20, item 4.2.2), constata-se uma discrepância de valores, notoriamente para a $AlO_{28\%}$. Fatores microestruturais, como a diferenças na porosidade e a coexistência de outras fases poderiam explicar essa discrepância. Nesse sentido, a introdução de uma fase vítrea na microestrutura dos corpos cerâmicos à base de alumina permite um aprofundamento da investigação da relação entre microestrutura e desgaste erosivo.

6.1 ADIÇÃO DE FASE VÍTREA

A Figura 6.14 apresenta a variação da taxa de erosão, em perda de volume por massa de erodente impactada sobre o corpo cerâmico à base de alumina, para diferentes ângulos de incidência do erodente (30° , 60° e 90°) em função do percentual em peso da adição de vidro à alumina em sua formulação. Os corpos cerâmicos foram erodidos em temperatura ambiente ($25^\circ C$). Os valores plotados para AlO correspondem a $AlO_{28\%}$ e $AlO_{10\%}$.

Como se pode observar na Figura 6.14, se comparada com a alumina $AlO_{28\%}$, a adição de uma fase vítrea tende a diminuir o desgaste erosivo dos corpos cerâmicos a temperatura ambiente. A adição de apenas 1% de vidro ($Al1$) reduz significativamente (em torno de 80%) as taxas de erosão do material. Zhou e Bahadur (1994) obtiveram semelhantes resultados para essa mesma temperatura e observaram que a alumina sem fase vítrea apresenta taxas de erosão maiores que a alumina com vidro, mesmo que esta apresente menor resistência mecânica e menor dureza.

As aluminas utilizadas por Zhou e Bahadur (1994) têm tamanho médio de partícula variando entre 6,2 e $7,6\mu m$. Os corpos cerâmicos preparados com essa alumina apresentaram porosidade em torno de 5%. Sendo assim, a adição de vidro provavelmente preencheu a matriz, aumentando a quantidade de ligações entre as partículas possivelmente através de uma sinterização por fase vítrea, diminuindo a porosidade final do material.

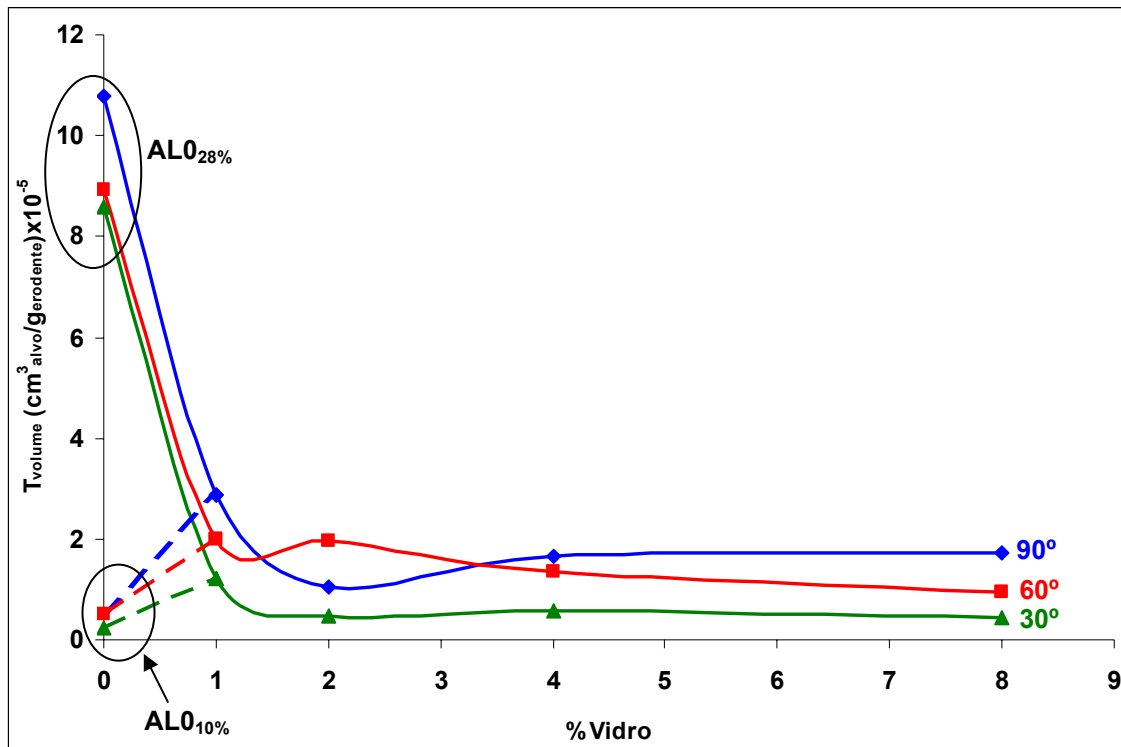


Figura 6.14. Taxa de erosão a temperatura ambiente, em perda de volume por massa de erodente impactada sobre o corpo cerâmico à base de alumina, para diferentes ângulos de incidência do erodente (30°, 60° e 90°) em função do percentual em peso de adição de vidro à alumina em sua formulação. Os valores plotados para AL0 correspondem a AL0_{28%} e AL0_{10%}.

Tendo em vista que a alumina AL0_{28%} apresenta uma porosidade bastante elevada (em torno de 28%), pode-se esperar que a fase vítrea formada a partir do vidro adicionado à alumina preencha os poros abertos e aumente a densificação do material. Assim, os poros que se localizam entre os grãos de alumina são preenchidos pela fase vítrea e a porosidade total baixou para cerca de 10% para amostras com 2, 4 e 8% de vidro (AL2, AL4 e AL8). Como consequência desse processo, houve uma considerável melhora na resistência mecânica do material e menor perda de material quando submetido ao desgaste erosivo.

No entanto, pelo mesmo gráfico da Figura 6.14, é possível observar que a adição de vidro na microestrutura da alumina, considerando agora como referência a alumina AL0_{10%}, houve um significativo aumento da taxa de erosão, válido para todos os teores de aditivação de vidro na alumina.

A Figura 6.15 apresenta a microestrutura das aluminas AL0_{10%} e AL8 (cuja formulação possui 8% em peso de vidro), destacando a formação de fase vítrea

no corpo cerâmico, intercalando partículas de alumina. Isto fica bastante evidenciado após o ataque químico com ácido fluorídrico, o qual remove a fase vítrea da microestrutura do corpo cerâmico. Assim, as microestruturas atacadas química e termicamente acabam revelando a disseminação da fase vítrea no corpo cerâmico. Como consequência, a resistência mecânica tende a aumentar não só pela intensificação das ligações entre os grãos de alumina e fase vítrea, mas principalmente pela diminuição das descontinuidades e vazios internos (trincas e poros) que atuam como defeitos controladores da resistência mecânica, via concentração de tensões.

Além da redução da porosidade, pode-se supor também que a presença da fase vítrea tenha um papel no balanço energético que ocorre entre a partícula erosiva incidente e a superfície do corpo cerâmico submetido à erosão. Esta suposição estaria baseada no fato de que a fase vítrea possui um módulo de elasticidade tipicamente menor que o da alumina, numa relação de 1 para 5.

Assim, a fase vítrea poderia transformar parte da energia recebida no choque do erodente em deformação elástica, sem concentrar tensões nos defeitos como trincas e microtrincas, associadas, ou não, às porosidades, o que diminuiria as consequências do impacto do erosivo sobre a superfície do corpo cerâmico.

Isto significa que a inserção do vidro em uma matriz de alumina, provavelmente, está modificando o mecanismo de desgaste no corpo cerâmico. De fato, ao observar a microestrutura da alumina $AL_{0,28\%}$ erodida em um ângulo de 90° , comparando-se com a microestrutura da AL2 e da AL8, constata-se algumas diferenças. A Figura 6.16 reúne essas microestruturas, após erosão à temperatura ambiente e a 90° , em um aumento de 200 vezes. A partir da análise dessas microestruturas, pode-se observar algumas diferenças no modo como ocorre a erosão:

- i) a superfície após ataque parece ser mais irregular, rugosa, conforme aumenta a quantidade de vidro adicionada à alumina. Assim, a retirada de material da alumina $AL_{0,28\%}$ é mais uniforme em comparação a AL2 e AL8. As regiões circundadas na Figura 6.16 corroboram esta constatação;

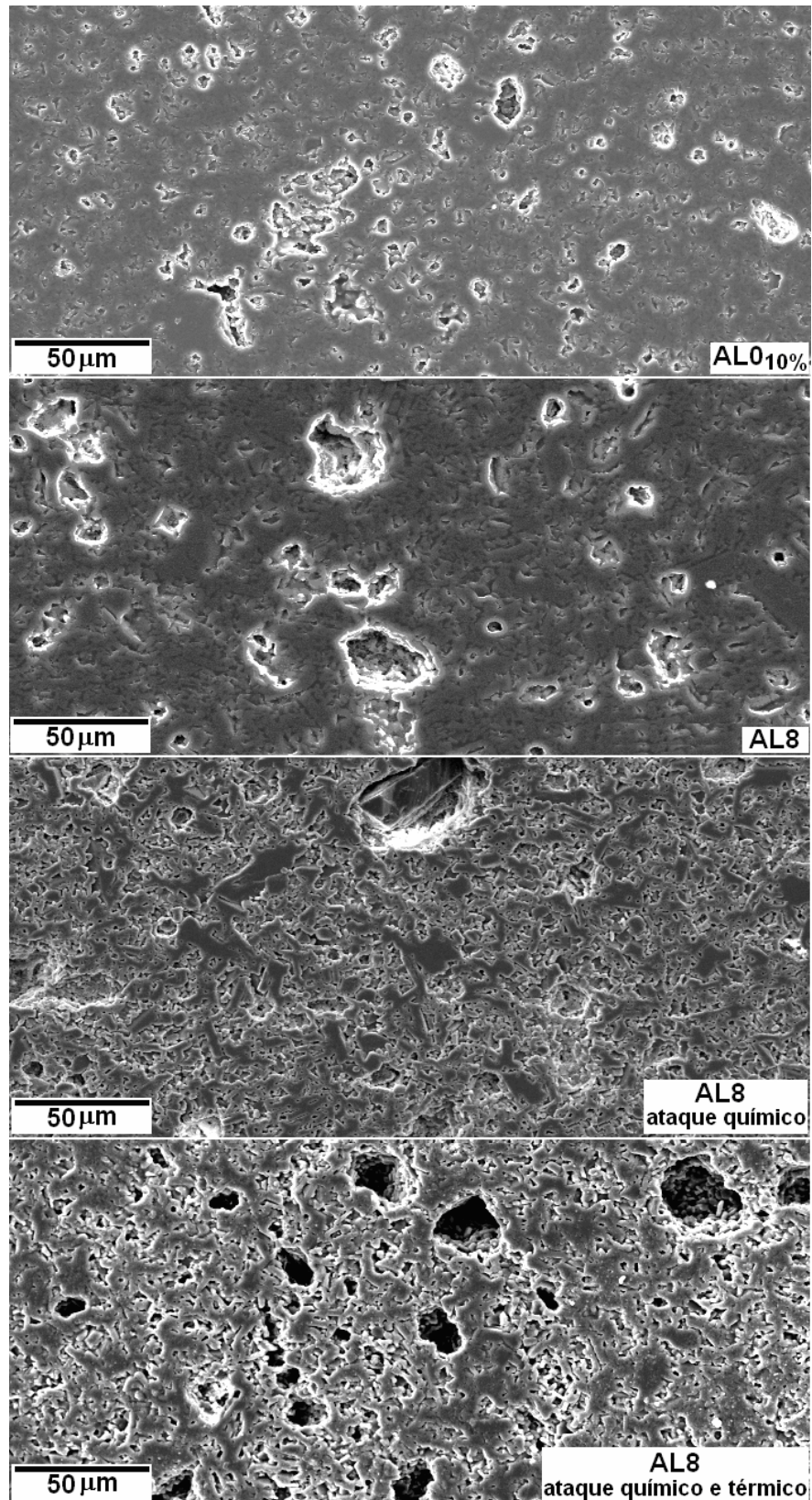


Figura 6.15. Microestrutura da alumina $AL_{0.10\%}$ e AL8 sem ataque, AL8 após o ataque químico, e AL8 após ataque químico e térmico. Aumento de 400 vezes.

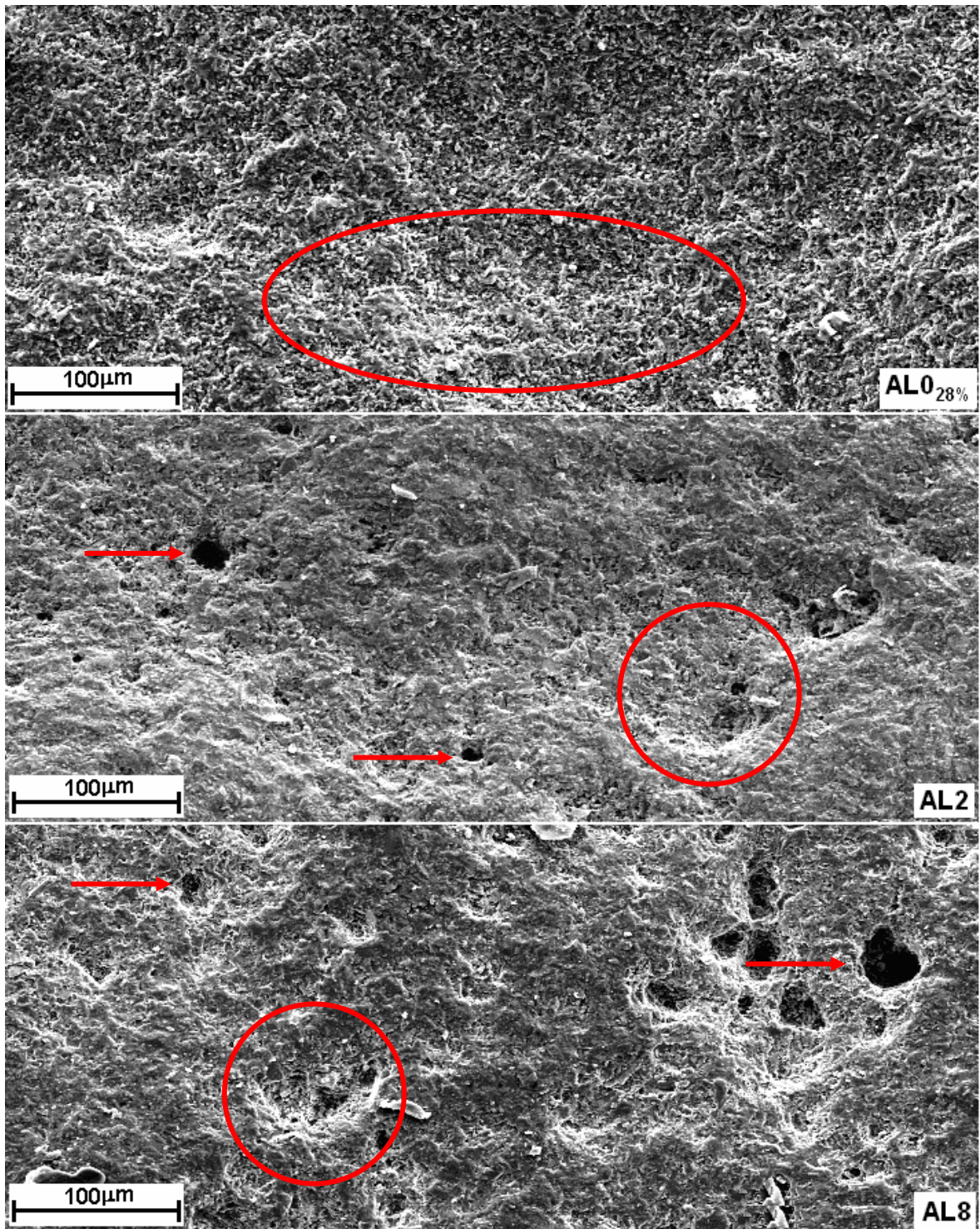


Figura 6.16. Microestrutura da alumina $AL_{0.28\%}$, AL2 e AL8 após a erosão por partículas impactantes em ângulo de incidência de 90° a temperatura ambiente. Aumento de 200 vezes.

- ii) a microestrutura das aluminas com vidro (AL2 e AL8) apresenta poros bastante maiores se comparada com a microestrutura da $AL_{0.28\%}$. Eventualmente, isso tenha ocorrido devido à presença do vidro em uma

temperatura de sinterização elevada, e um processo de incipiente de *blosting* no corpo cerâmico, formando poros arredondados (indicados por setas na Figura 6.16). A maior adição de vidro levaria a uma maior incidência deste fenômeno.

Um aumento de 800 vezes dos mesmos corpos cerâmicos permite constatar algumas diferenças microestruturais mais intrínsecas, proporcionadas pela adição de fase vítrea à alumina. Através da análise da Figura 6.17, pode-se observar:

- i) uma estrutura mais aberta da alumina $AL_{0,28\%}$ em comparação a alumina com acréscimo de vidro (AL2 e AL8);
- ii) os impactos parecem ser mais agressivos para a alumina $AL_{0,28\%}$, pois pode-se identificar uma maior quantidade de reentrâncias e saliências, em comparação as aluminas AL2 e AL8;
- iii) a forma de retirada do material é diferenciada. Este fato pode ser constatado através da observação na microestrutura da alumina $AL_{0,28\%}$ de partículas mais angulosas. Enquanto que nas aluminas AL2 e AL8, nota-se uma menor quantidade dessas partículas, bem como, a presença de partículas arredondadas nas regiões erodidas.

Portanto, é provável que com a presença de fase vítrea não ocorra mais o fenômeno de microtrincamento ou, se ocorrer, em menor intensidade, pois a fase vítrea, provavelmente, está fazendo o papel de absorvedor da energia de impacto das partículas, via deformação elástica e deformação plástica por fluxo viscosos.

Um maior detalhamento da investigação por microscopia eletrônica de varredura é apresentado na Figura 6.18, para os mesmos corpos cerâmicos após a erosão em aumento de 3200 vezes. Pela análise das micrografias apresentadas, fica mais evidente o arredondamento (típico de fluxo viscoso) nas regiões erodidas nos corpos cerâmicos com a presença de fase vítrea, podendo-se cotejá-las com as partículas angulares na alumina porosa.

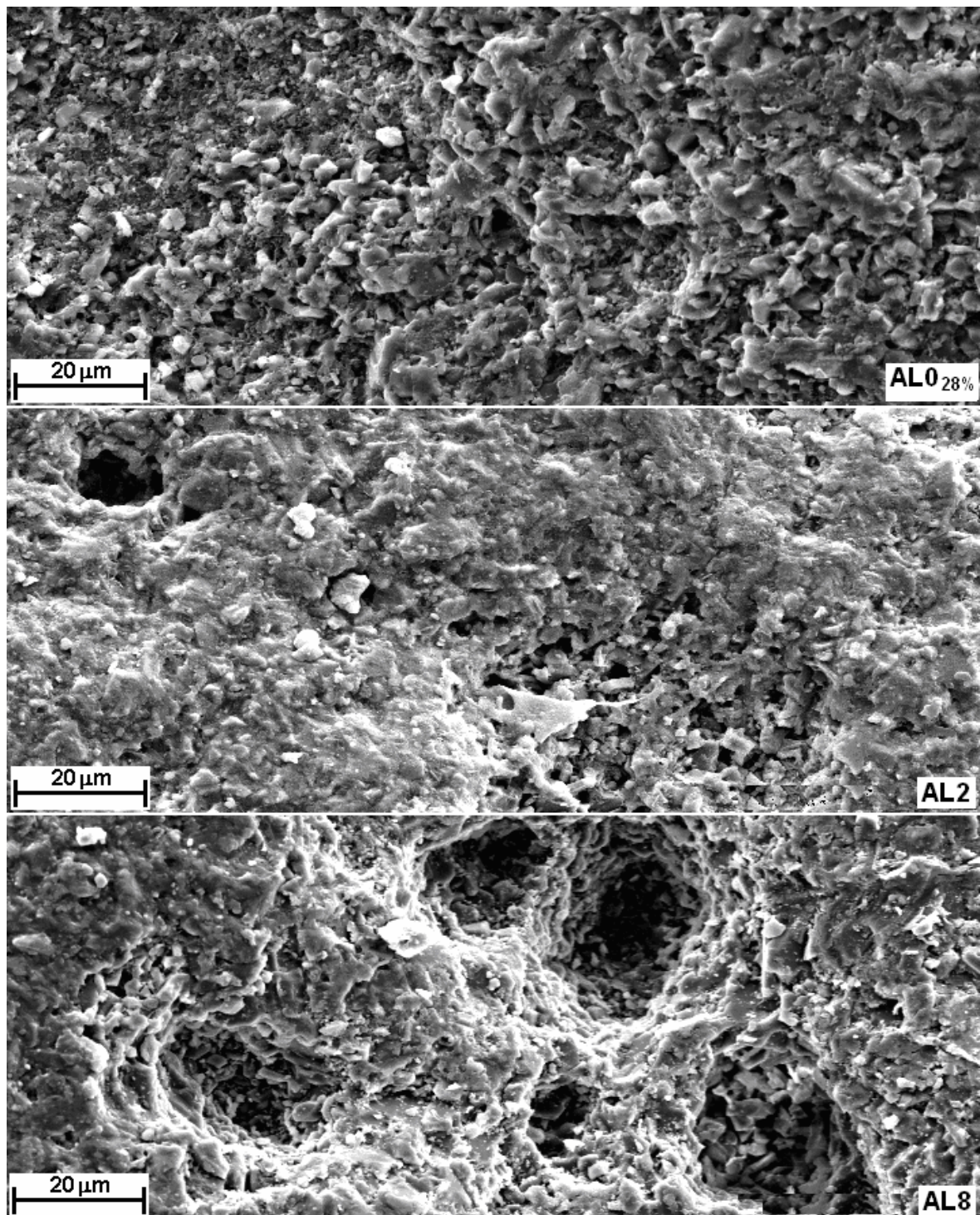


Figura 6.17. Microestrutura da alumina $AL0_{28\%}$, AL2 e AL8 após a erosão com ângulo de incidência de 90° à temperatura ambiente. Aumento de 800 vezes.

Wensick e Elwenspoek (2002) citaram, em seu trabalho, que a formação de crateras em materiais frágeis acontece desde que o erodente tenha energia cinética suficiente para iniciar a propagação de trincas no material base. Caso isso não ocorra, o processo de desgaste se limita apenas à deformação plástica

da superfície. No caso deste trabalho, observando os defeitos em aumento de 3200 vezes (Figura 6.18) é possível encontrar evidências do processo de fratura frágil, pela forma dos danos provocados pela erosão, principalmente no que tange a alumina $AL_{0,28\%}$.

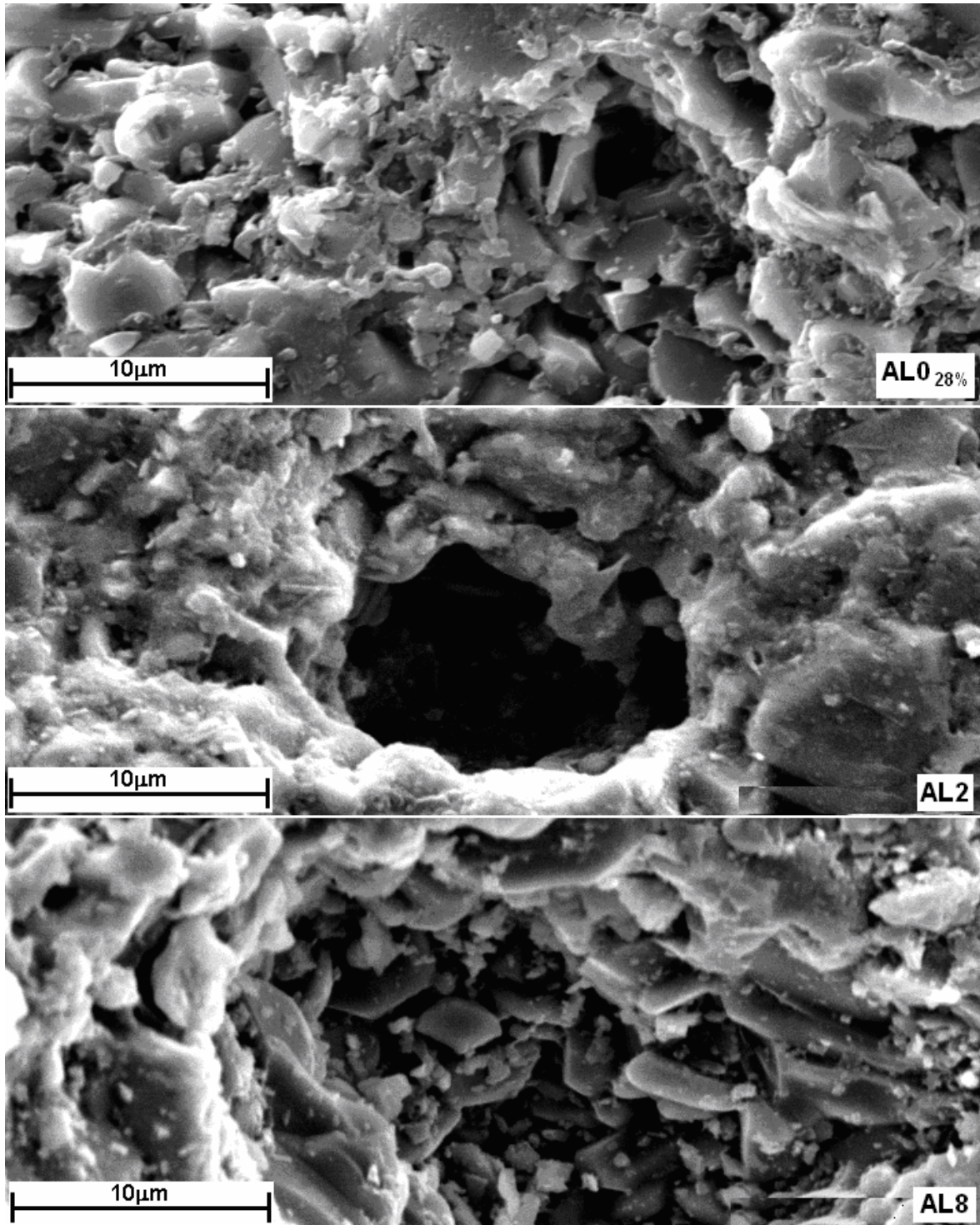


Figura 6.18. Microestrutura da alumina $AL_{0,28\%}$, AL2 e AL8 após a erosão por partículas impactantes em ângulo de incidência de 90° a temperatura ambiente. Aumento de 3200 vezes.

Pela análise das microestruturas da Figura 6.18, verifica-se que com o acréscimo de vidro, a suposição que só tenha ocorrido a erosão de forma frágil fica prejudicada, pois as bordas das crateras apresentam-se mais arredondadas. Porém, uma notável diferença na microestrutura das amostras erodidas sem vidro ($AL_{0_{28\%}}$) e com 8% de vidro (AL8) é percebida em aumentos menores, de 50 vezes, apresentadas na Figura 6.19.

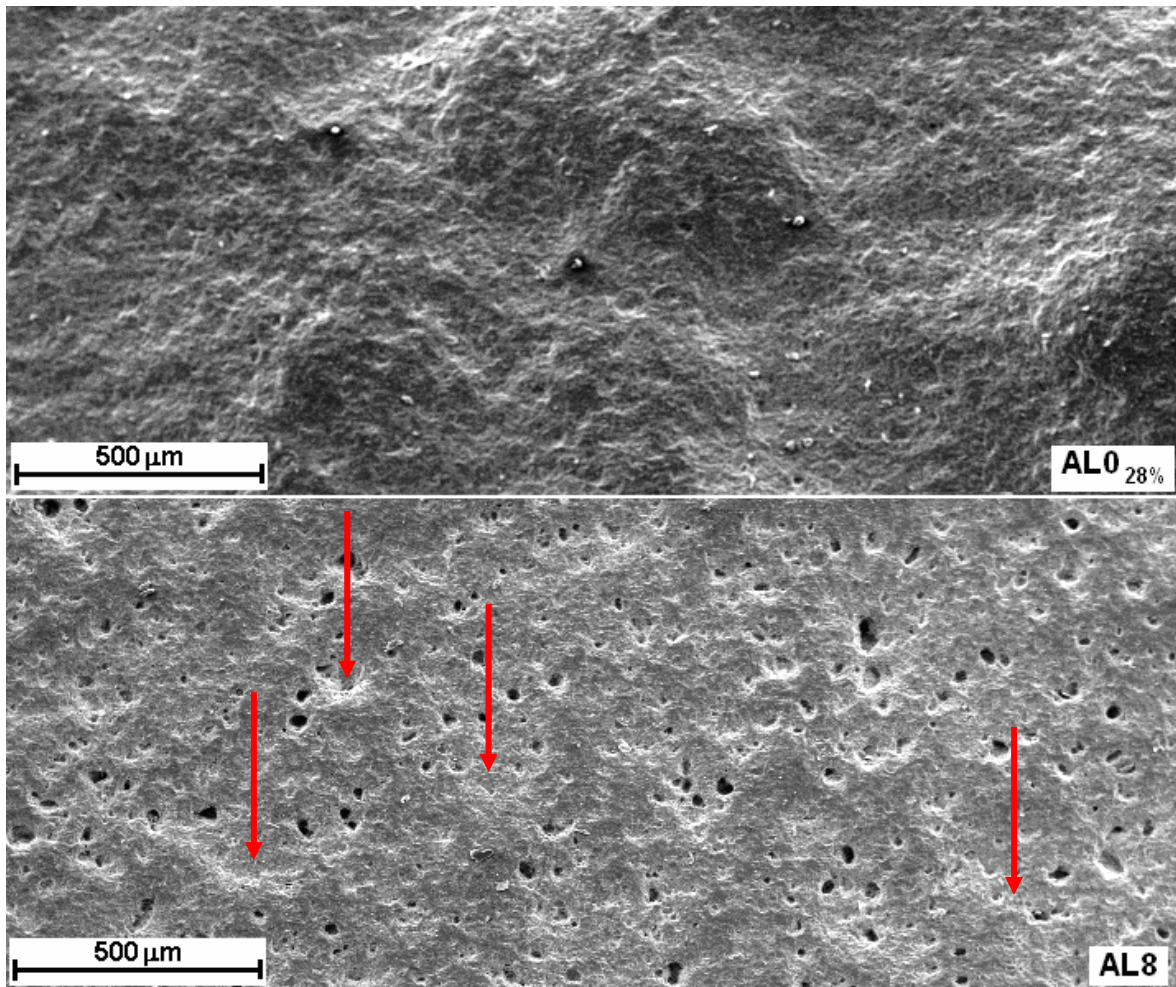


Figura 6.19. Microestrutura da alumina $AL_{0_{28\%}}$ e AL8 após a erosão por partículas impactantes em ângulo de incidência de 90° a temperatura ambiente. Aumento de 50 vezes.

Comparando-se as imagens da Figura 6.19, observa-se que a alumina sem fase vítrea ($AL_{0_{28\%}}$) apresenta uma série de ondulações na superfície erodida enquanto que, na alumina com 8% de vidro (AL8) as marcas do desgaste aparecem sem estas ondulações e estão indicadas pelas setas.

Wensink *et al.* (2002) mostrou que o processo de formação de trincas causado por desgaste erosivo envolve a formação de uma trinca radial causada pela deformação plástica da superfície de contato do erodente com o material alvo. Essa trinca é a principal responsável pela formação da fratura lateral (*lateral crack*), pois as tensões resultantes da sua formação não têm como se aliviar no sentido radial e acabam se propagando no sentido lateral.

O que se pode observar até aqui é que o vidro modifica a forma de degradação do corpo cerâmico, mas, provavelmente, isto também deve estar associado à modificação das propriedades físicas e mecânicas do material.

Uma informação importante para esta discussão é a que fornece a Figura 6.20, onde estão plotados os resultados obtidos para o desgaste por erosão de corpos cerâmicos formulados apenas com vidro, em função da temperatura de ensaio e do ângulo de incidência. As condições de desgaste foram exatamente as mesmas anteriormente aplicadas aos corpos cerâmicos à base de alumina aqui investigados. No mesmo gráfico da Figura 6.20, estão plotados, para efeito de comparação, os dados de duas dessas aluminas, a $AlO_{28\%}$ e $AlO_{10\%}$.

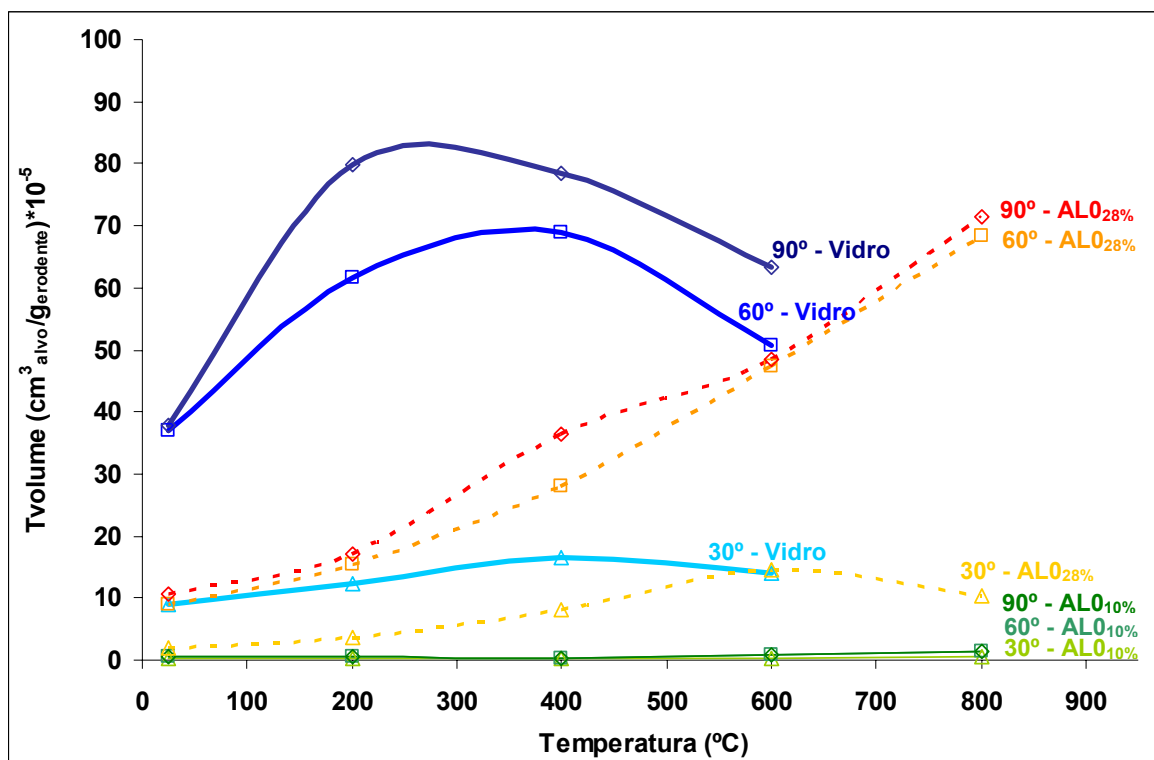


Figura 6.20. Taxa de erosão do vidro (cotejada com $AlO_{28\%}$ e $AlO_{10\%}$) em função do ângulo de incidência do erodente para diferentes temperaturas.

Os resultados obtidos mostraram, em regra, uma taxa de desgaste erosivo bastante mais elevada para o vidro, em relação aos corpos cerâmicos à base de alumina. Interessante observar no gráfico da Figura 6.20 que a taxa de desgaste erosivo para o vidro, para todos os ângulos de ataque (30°, 60° e 90°), cai com o aumento da temperatura, de 200°C para 400°C e mais ainda para 600°C. Não foi possível ensaiar o vidro a temperatura de 800°C. Evidentemente, que o vidro com o aumento de temperatura fica mais susceptível a deformação plástica por fluxo viscoso. Assim, é de se supor, que a temperaturas mais elevadas, haja processos de fratura dúctil, o que contribuiria substancialmente para mudanças no balanço energético que se estabelece no impacto do erodente sobre a superfície exposta à erosão. O maior consumo de energia na deformação plástica por parte do vidro, por exemplo, a 600°C faz com que a taxa de erosão desse material se assemelhe a da $AlO_{28\%}$ à mesma temperatura para 60° e 90°, onde se supõe apenas a fratura frágil. A Figura 6.21 apresenta uma imagem da microestrutura do vidro submetido ao desgaste erosivo a 600°C, com um ângulo de ataque de 90°C. O aspecto não tão anguloso dessa microestrutura sugere a presença de deformação plástica devido ao fluxo viscoso da fase vítrea a essa temperatura.

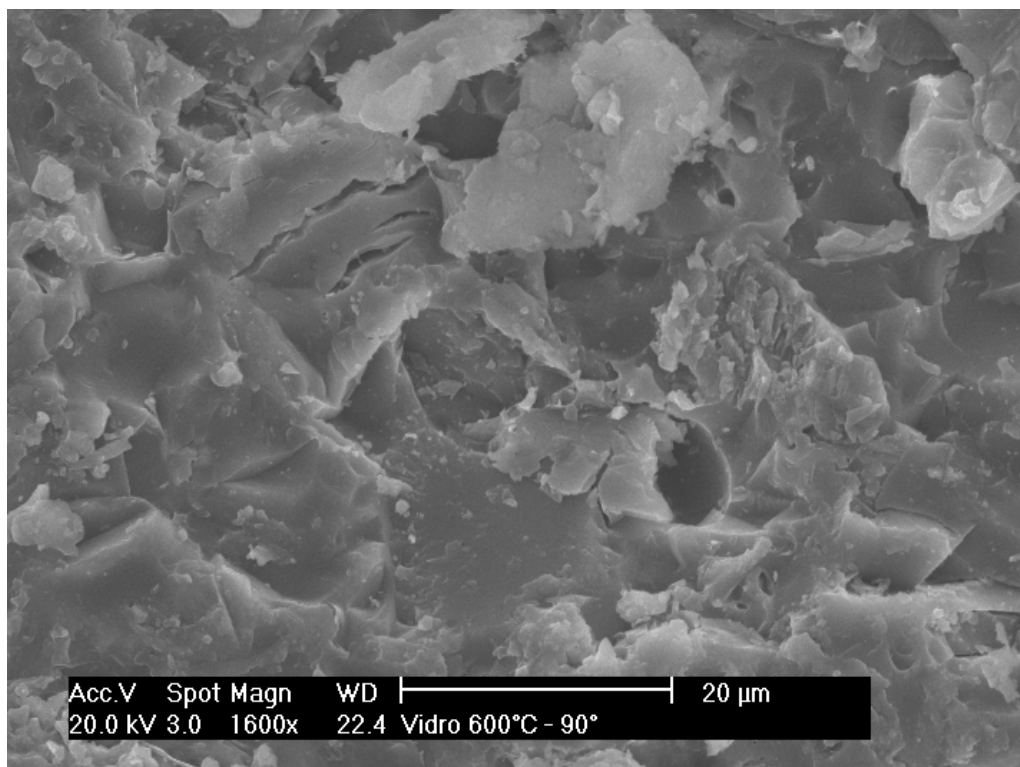


Figura 6.21. Microestrutura do vidro submetido ao desgaste erosivo a 600°C, com um ângulo de ataque de 90°C.

A partir da análise do gráfico da Figura 6.22, e com auxílio das micrografias das Figuras 6.15 a 6.19, pode-se então compreender o papel da fase vítrea a temperaturas mais elevadas nos corpos cerâmicos à base de alumina. Sua atuação ocorreria então, não só na modificação das propriedades mecânicas dos materiais investigados, como também na natureza da fratura ocorrente durante o ataque do erodente.

A Figura 6.22 faz um apanhado dos resultados obtidos para a erosão a 90° e temperatura ambiente, para os corpos cerâmicos com e sem fase vítrea, graficando-os em função da porosidade, resistência mecânica, módulo de elasticidade (estimado segundo a regra das fases para essa propriedade, conforme (Callister, 2005)) e razão entre as durezas do erodente e material alvo. A Tabela 6.2 sumariza os valores individuais considerados.

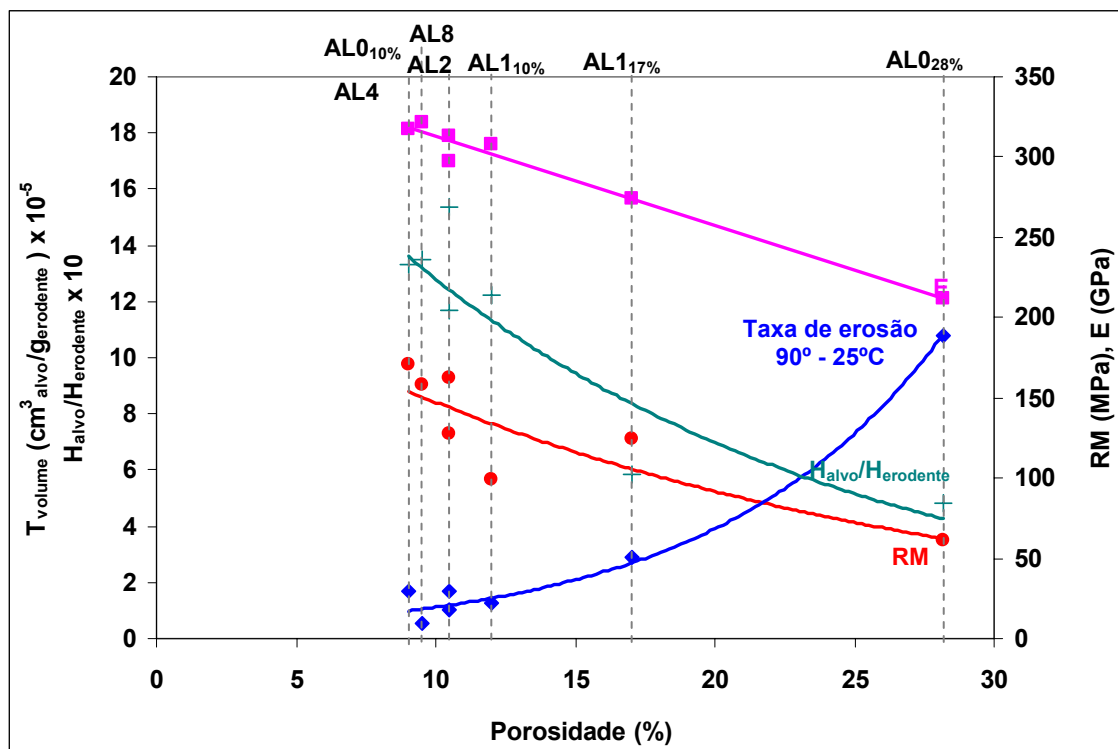


Figura 6.22. Taxa de erosão, resistência mecânica, módulo de elasticidade, razão entre dureza do erodente e dureza do material alvo, em função da porosidade total das amostras.

Através da análise do gráfico da Figura 6.22, pode-se observar que os corpos cerâmicos com maior porosidade tiveram maior taxa de erosão, ou seja, a alumina AL0_{28%} e alumina AL1_{17%}. Em contrapartida, a resistência mecânica dos

corpos cerâmicos aumentou à medida que foi adicionado vidro na formulação, preenchendo a porosidade. Embora os pontos representem aluminas com microestruturas diferentes (diferentes tamanhos de grão e diferentes adições de fase vítrea), a Figura 6.22 sugere fortemente que um acréscimo na porosidade representa uma piora na resistência ao desgaste de um material quando exposto ao choque de partículas de elevada dureza na sua superfície.

Tabela 6.2: Taxa de erosão à temperatura ambiente, com ângulo de ataque de 90°, e propriedades mecânicas dos corpos cerâmicos investigados.

	$T_{\text{volume}}^{(1)}$	$E^{(2)}$	$RM^{(3)}$	$K_{IC}^{(4)}$	Dureza ⁽⁵⁾	P
AL0_{10%}	0,55	321	159	2,7	1411	9,5
AL1_{10%}	1,24	307	99	3,0	1277	12
AL0_{28%}	10,78	211	61	2,9	504	28,2
AL1_{17%}	2,88	274	125	3,1	614	17
AL2	1,03	313	128	3,6	1222	10,5
AL4	1,66	318	171	3,6	1390	9,0
AL8	1,71	297	162	3,2	1604	10,5
Vidro	37,72	70	50	0,63	471	<1

Unidades: (1) $\text{cm}^3_{\text{alvo/gerodente}} \cdot 10^{-3}$, (2) GPa, (3) MPa, (4) $\text{MPa} \cdot \text{m}^{0,5}$, (5) Vickers, (6) P - porosidade em %.

Na Figura 6.22, observa-se também que o módulo de elasticidade diminui com o aumento da porosidade. Sob outro ponto de vista, o fechamento de poros através de uma fase vítrea proporciona acréscimos no módulo de elasticidade. De fato, a introdução do vidro preenche a fase porosa, de módulo de elasticidade nulo, portanto incrementa o valor do módulo de elasticidade do corpo cerâmico produzido. Porém, a diminuição da porosidade pela fase vítrea tem um efeito menor no módulo de elasticidade do que se a porosidade for diminuída pela própria alumina, através de uma maior densificação do corpo cerâmico. Como ilustração da presença da fase vítrea fechando porosidades, a Figura 6.23 apresenta uma comparação entre as microestruturas da alumina AL0_{10%} e as aluminas com acréscimo de vidro, AL2 e AL8, erodidas a temperatura ambiente, com ângulo de ataque de 90°.

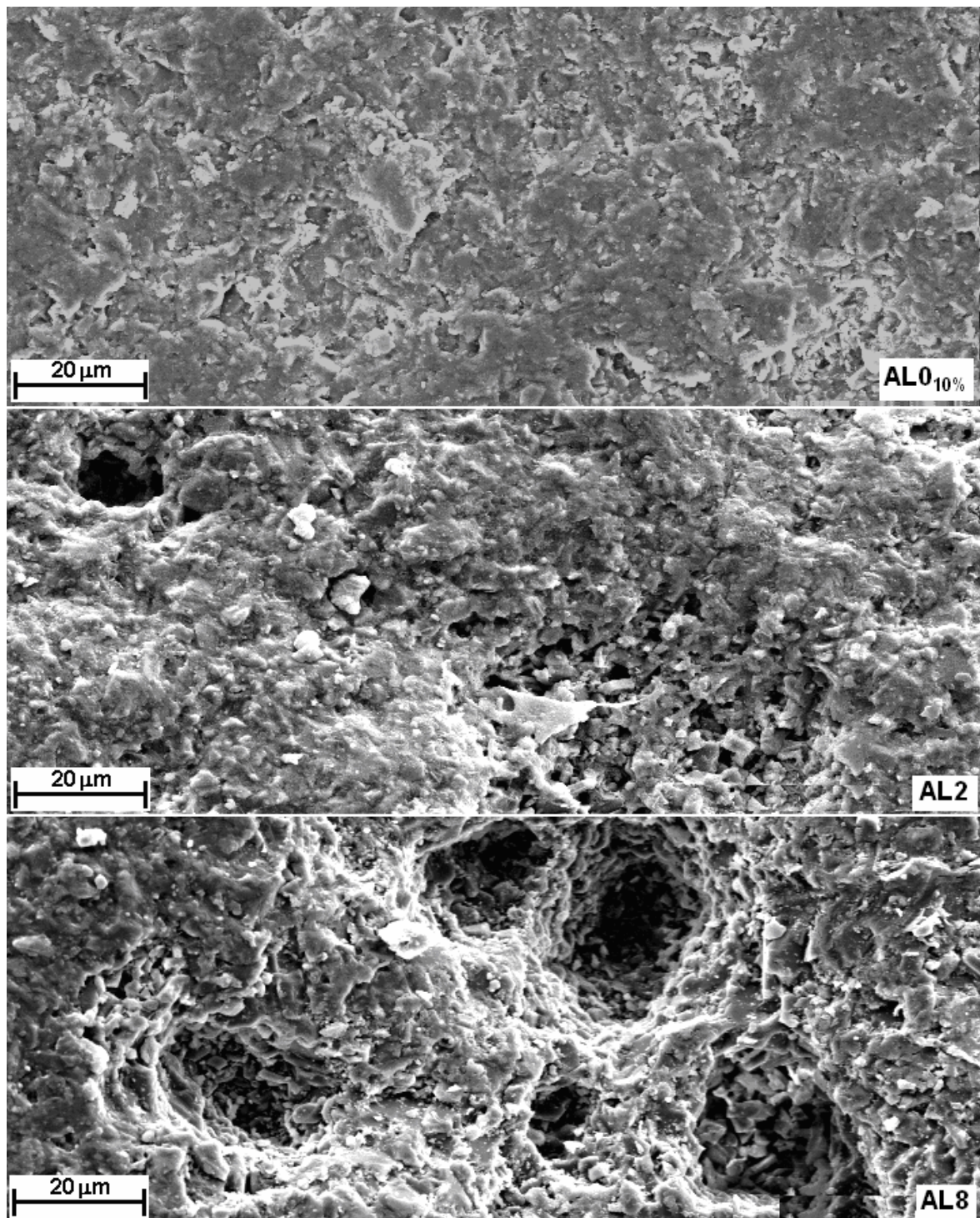


Figura 6.23. Microestrutura da alumina AL0_{10%}, AL2 e AL8 após a erosão por partículas impactantes em ângulo de incidência de 90°, a temperatura ambiente. Aumento de 800 vezes.

O menor módulo de elasticidade da fase vítrea presente nos corpos cerâmicos à base de alumina favorece um melhor desempenho quanto ao desgaste erosivo para temperatura de 25°C. É bem conhecido que ângulos de impacto de partículas erodentes em torno de 90° são menos efetivos em

promover desgaste em materiais mais resilientes ou tenazes, pela sua maior capacidade de absorver energia e transformá-la em deformação elástica ou plástica. Esta transformação é tanto mais efetiva quanto mais normal for o ângulo de ataque. De fato, é possível constatar, conforme o comportamento mostrado na Figura 6.20, que os casos de maior desgaste erosivo aconteceram para ângulo de incidência de 90°. No entanto, materiais de menor módulo de elasticidade, seja pela presença de poros ou pela presença de fase vítrea, ou o próprio vidro investigado, foram os que apresentaram maior taxa de erosão.

Assim, pode-se afirmar que o efeito proporcionado pela fase vítrea, de uma maior deformação elástica do material alvo, consumindo energia do impacto do erodente, seria secundário em relação ao reforço que promove no preenchimento de poros da matriz de alumina. Como ambos os efeitos não são excludentes, supõe-se que o reforço da matriz seja muito mais importante, já que atua diretamente para fortalecer a ligação entre os grãos da alumina na microestrutura.

Este reforço da matriz proporcionado pela fase vítrea repercutiria não só na resistência mecânica como nas propriedades do comportamento mecânico de maneira geral, como por exemplo, na tenacidade à fratura, pois esta está relacionada com a energia necessária para propagação de trincas no material. É válido supor que quanto maior a tenacidade à fratura de um material maior será a sua resistência ao desgaste erosivo que é um fenômeno de natureza mecânica.

De fato, como pode ser observado na Figura 6.24, que apresenta a taxa de erosão em função da tenacidade à fratura das formulações investigadas (incluindo o vidro), em função do ângulo de incidência do erodente, um aumento na tenacidade à fratura de um material o torna mais resistente ao desgaste erosivo conforme havia sido verificado anteriormente por Wellman e Allen (1995). Estes autores também verificaram um comportamento similar para a relação do desgaste erosivo com a dureza. Isto é, a dureza também é uma propriedade mecânica considerada relevante para a definição do comportamento de um material quando submetido ao desgaste, e está em boa consonância com os valores obtidos para a taxa de erosão dos materiais investigados, conforme a Figura 6.22.

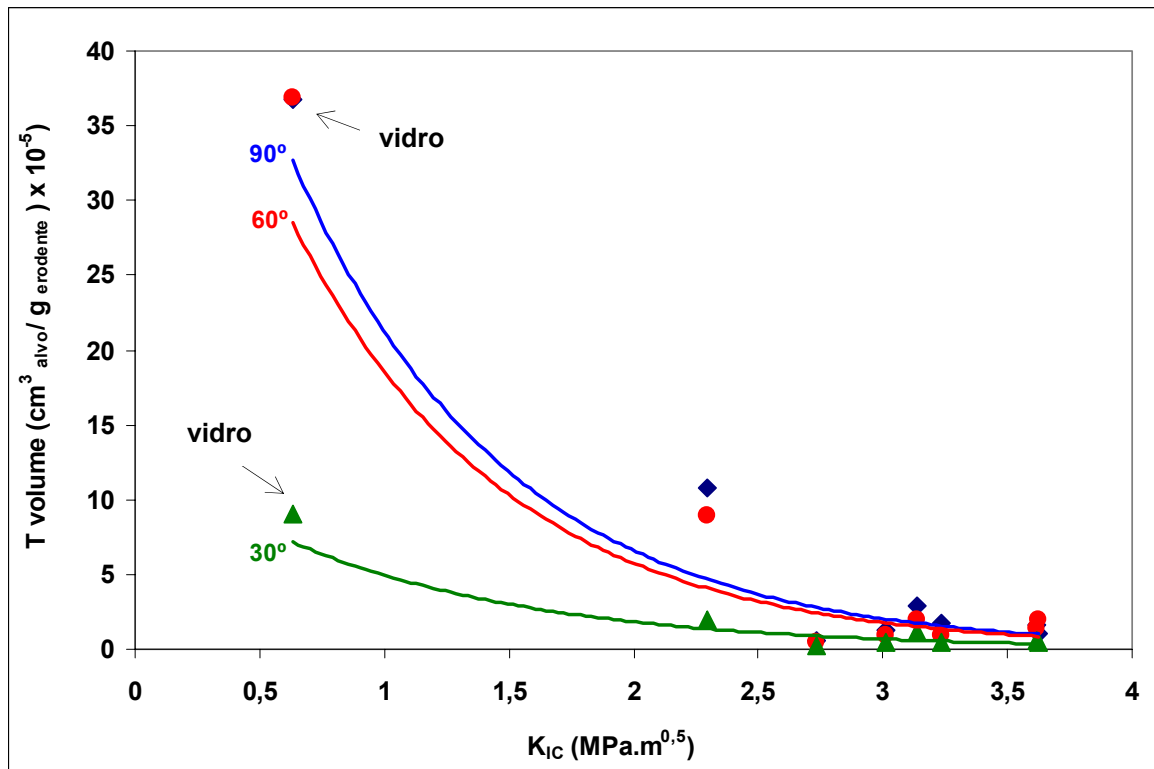


Figura 6.24. Taxa de erosão à temperatura ambiente em função da tenacidade à fratura dos corpos cerâmicos investigados em ângulos de incidência do erodente de 30, 60 e 90°.

Isto fica mais evidente através da Figura 6.25, que relaciona a taxa de erosão apenas com os valores de dureza dos materiais investigados. Para os três diferentes ângulos de incidência do erodente (30, 60 e 90°), é possível perceber que para temperatura de 25°C, apenas 1% de vidro adicionado à alumina causa uma significativa queda nas taxas de erosão. A partir desta quantidade de vidro não há significativa alteração nas taxas de erosão para esta temperatura, apesar do constante crescimento da dureza nas formulações investigadas. Na mesma Figura 6.25, estão plotados os dados de dureza do vidro, pelos quais se pode verificar um enquadramento na tendência de maior dureza, menor desgaste por erosão.

No intuito de avaliar o efeito da temperatura sobre a taxa de desgaste dos corpos cerâmicos com a adição de vidro, pois como se sabe, a temperatura de amolecimento do vidro sodo-cálcico é baixa, foram construídos os gráficos das Figuras 6.26, 6.27 e 6.28, onde são plotados dados de taxa de erosão em função

da temperatura e do ângulo de incidência do erodente, respectivamente, 30°, 60° e 90°.

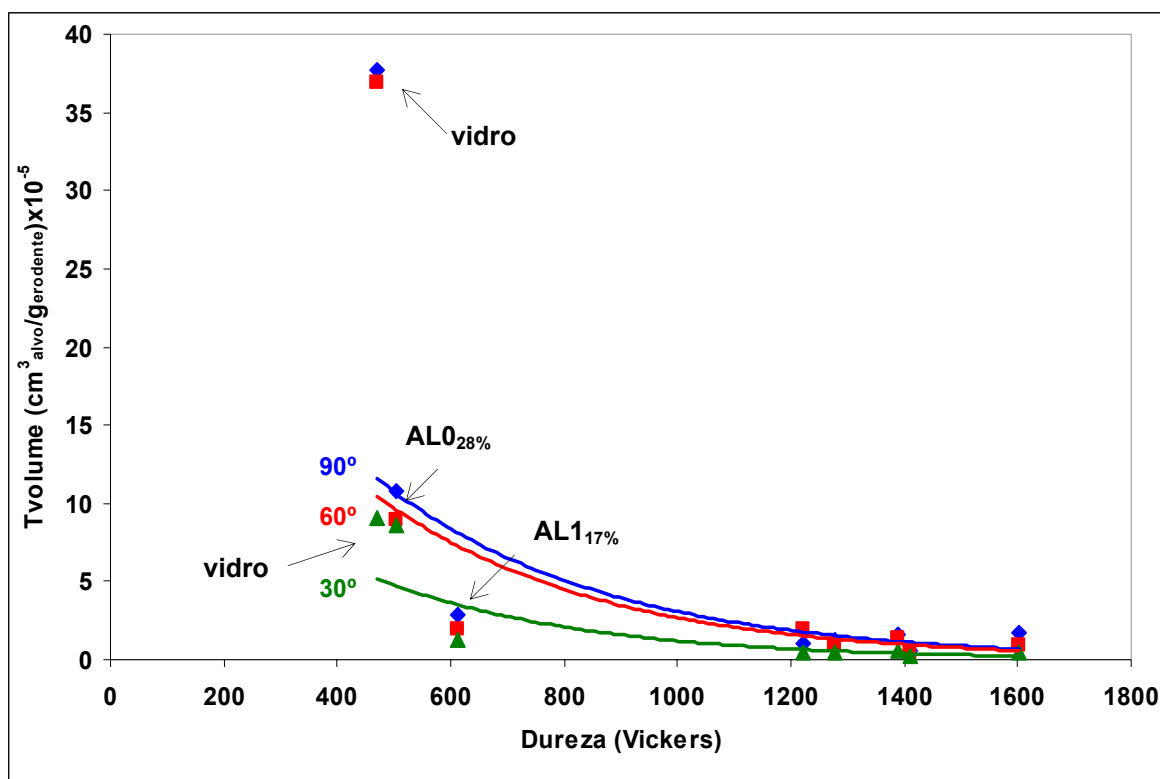


Figura 6.25. Taxa de erosão à temperatura ambiente em função da dureza dos corpos cerâmicos investigados em ângulos de incidência do erodente de 30, 60 e 90°.

A partir da análise das Figuras 6.26, 6.27 e 6.28, observa-se que o incremento na temperatura tende a aumentar o desgaste erosivo, para todas as formulações estudadas, bem como para qualquer ângulo de ataque das partículas incidentes, como já havia sido observado na avaliação da Figura 6.1. Em função da quantidade de vidro adicionado a alumina, para os diferentes ângulos estudados, observa-se que a adição de fase vítrea no material causa uma redução bastante significativa no desgaste das amostras, se comparadas a alumina AL0_{28%}. Porém, mais uma vez se comparadas à alumina AL0_{10%}, nota-se que a fase vítrea está degradando a resistência a erosão do material.

De fato, o acréscimo de 1% de fase vítrea para uma alumina de igual tamanho de partículas (isto é, comparando-se alumina AL0_{10%} e alumina AL1_{10%}) ou incremento de vidro aumenta a taxa de erosão do material.

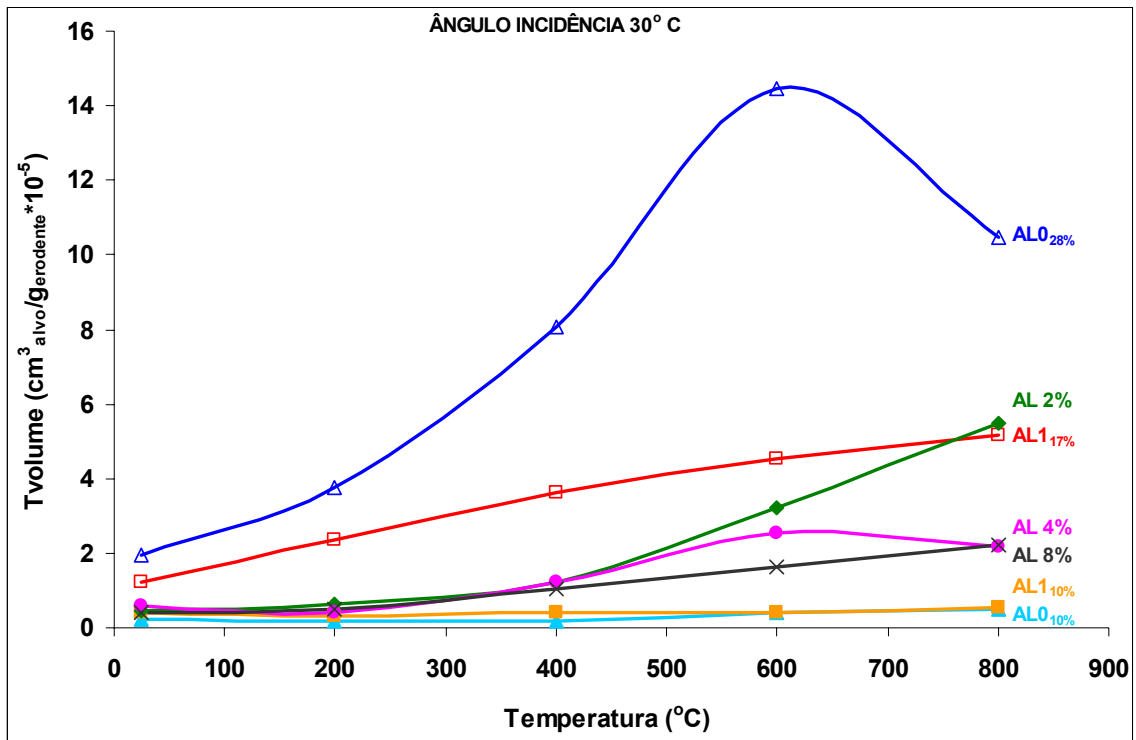


Figura 6.26. Variação da taxa de erosão, em perda de volume por massa de erodente impactada em função da temperatura de ensaio para o ângulo de incidência das partículas erodentes de 30°.

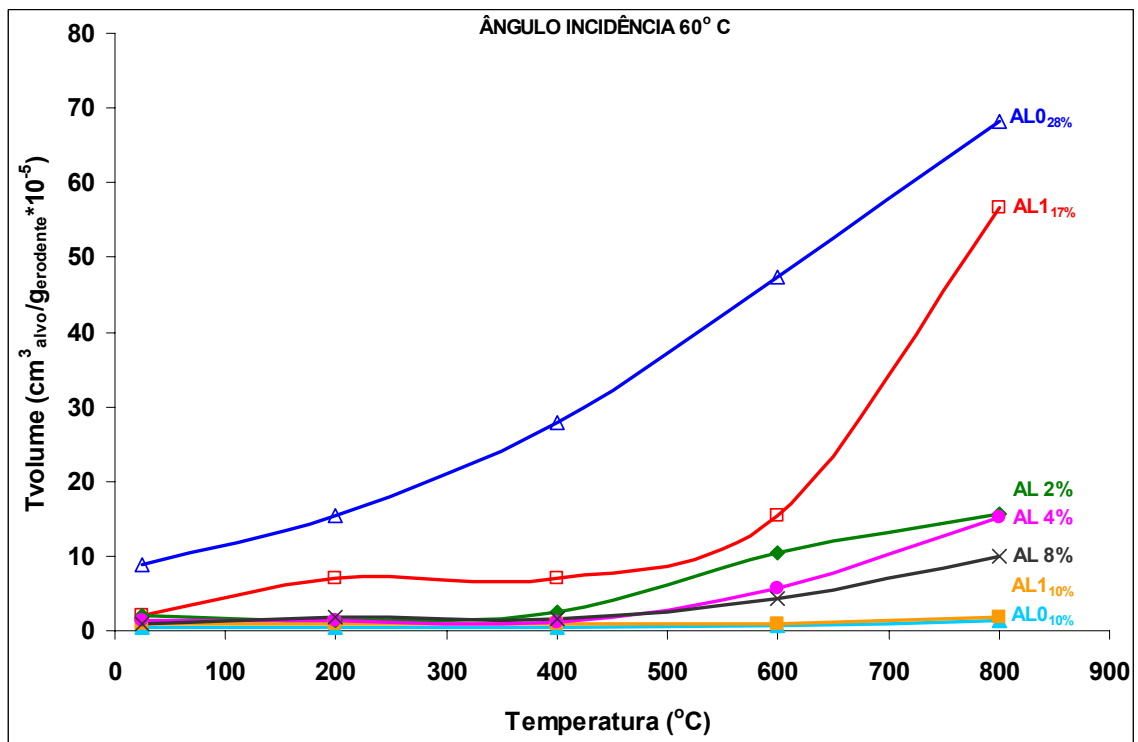


Figura 6.27. Variação da taxa de erosão, em perda de volume por massa de erodente impactada em função da temperatura de ensaio para o ângulo de incidência das partículas erodentes de 60°.

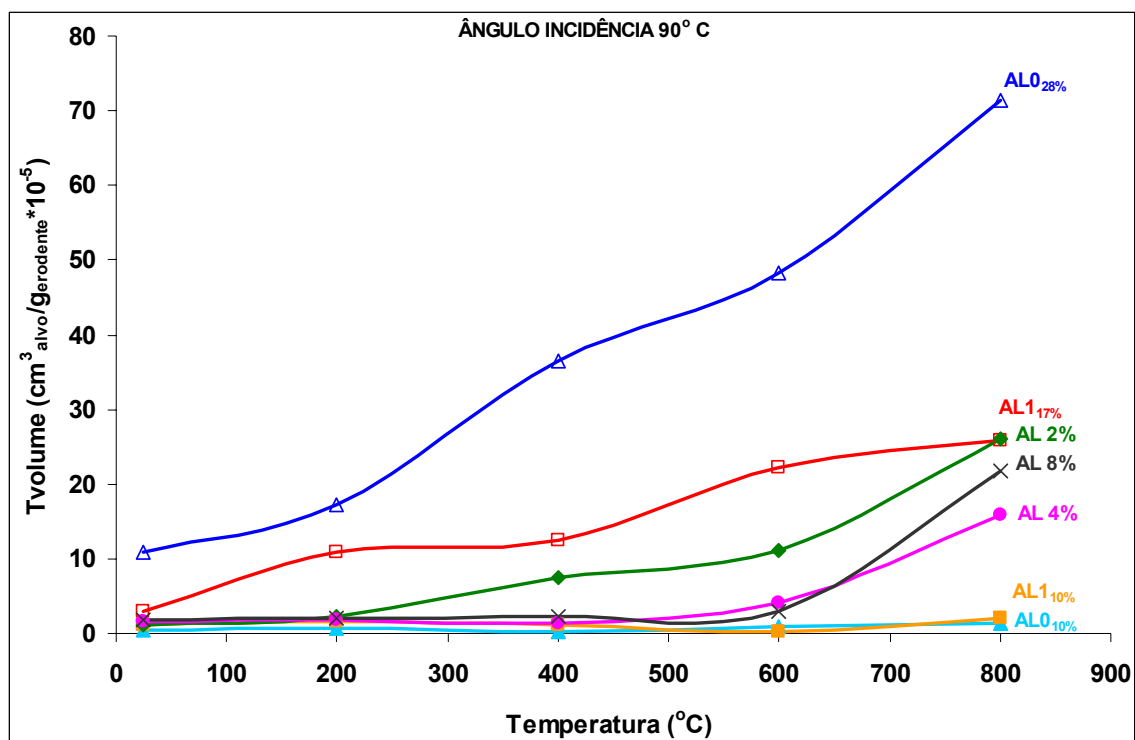


Figura 6.28. Variação da taxa de erosão, em perda de volume por massa de erodente impactada em função da temperatura de ensaio para o ângulo de incidência das partículas erodentes de 90°.

Então, comparando-se a alumina AL0_{28%} com as aluminas com adição de vidro, verifica-se que a partir de uma quantidade de 2% de vidro adicionado à alumina, as taxas de erosão passam a se manter constantes até 200°C para ângulos de 30° e 60°. É possível supor que na temperatura de 400°C, a fase vítrea presente nas amostras começa a funcionar como um “amortecedor” do impacto gerado pelo erodente. Isto significa que uma provável deformação plástica por fluxo viscoso, pelo amolecimento do vidro, na microestrutura seria capaz de absorver parte da energia cinética das partículas erodentes. A consequência disso é uma diminuição no processo de formação de trincas na superfície atingida promovendo uma maior resistência à erosão.

Ainda, a 400°C, verifica-se que a taxa de erosão em função do aumento da quantidade de vidro na amostra mantém-se decrescente. Para esta temperatura observa-se que a taxa de erosão se estabiliza com quantidades de vidro a partir de 4% em massa.

Em 600°C o comportamento das taxas de erosão mantém-se estável a partir de quantidades de vidro maiores que 4%, assim como já observado anteriormente. Para temperatura de 800°C observa-se um comportamento não tão linear como para outras temperaturas em relação às taxas de erosão. Mesmo assim é a situação mais agressiva para o material.

Constata-se, ainda, que as taxas de erosão são mais elevadas para o ângulo de 90° para as três formulações de maior porosidade. Para as formulações com 4 e 8 % de vidro, a influência do ângulo de incidência é bem menor, sendo que para 60 e 90°, as taxas de erosão foram maiores para a formulação com maior quantidade de fase vítrea.

Comparando-se as Figuras 6.26 a 6.28, observa-se ainda que a influência do ângulo no desgaste erosivo dos corpos cerâmicos é mais significativa para as formulações de alumina $AL0_{28\%}$ e alumina $AL1_{17\%}$. O efeito da fase vítrea nos corpos cerâmicos é bem mais discreto com ângulos de incidência de 30 e 60°. Deve-se isso ao fato de que o erodente não é capaz de “lascar” o material como acontece em materiais dúcteis em baixos ângulos. A Figura 6.29 oferece subsídios para o entendimento do papel da fase vítrea na resistência a erosão, por comparação entre as microestruturas das aluminas $AL0_{10\%}$, $AL0_{28\%}$ e $AL8$ após a erosão em 90° em temperatura ambiente e elevada.

Através da análise da Figura 6.29, pode-se observar que a alumina $AL0_{10\%}$ apresenta a superfície menos danificada, isto é, não é possível encontrar reentrâncias e saliências como na alumina $AL0_{28\%}$ e $AL8$. Este fato está em consonância com os valores da taxa de erosão encontrados para esses corpos cerâmicos.

A Figura 6.30 permite observar a superfície desgastada após a erosão na temperatura de 200° C com a presença de vidro. Pela Figura 6.30 é possível observar os danos causados pelo erodente na superfície da amostra de alumina $AL2$ após a erosão na temperatura de 200° C e em ângulo de 90°. Neste caso, é interessante observar que o desgaste na amostra $AL2$ é bastante semelhante ao da amostra $AL8$, não só a forma, mas também, a taxa de erosão não foi significativamente diferente. É relevante observar o papel da fase vítrea na microestrutura destas amostras, como que “cimentando” as partículas originais de alumina.

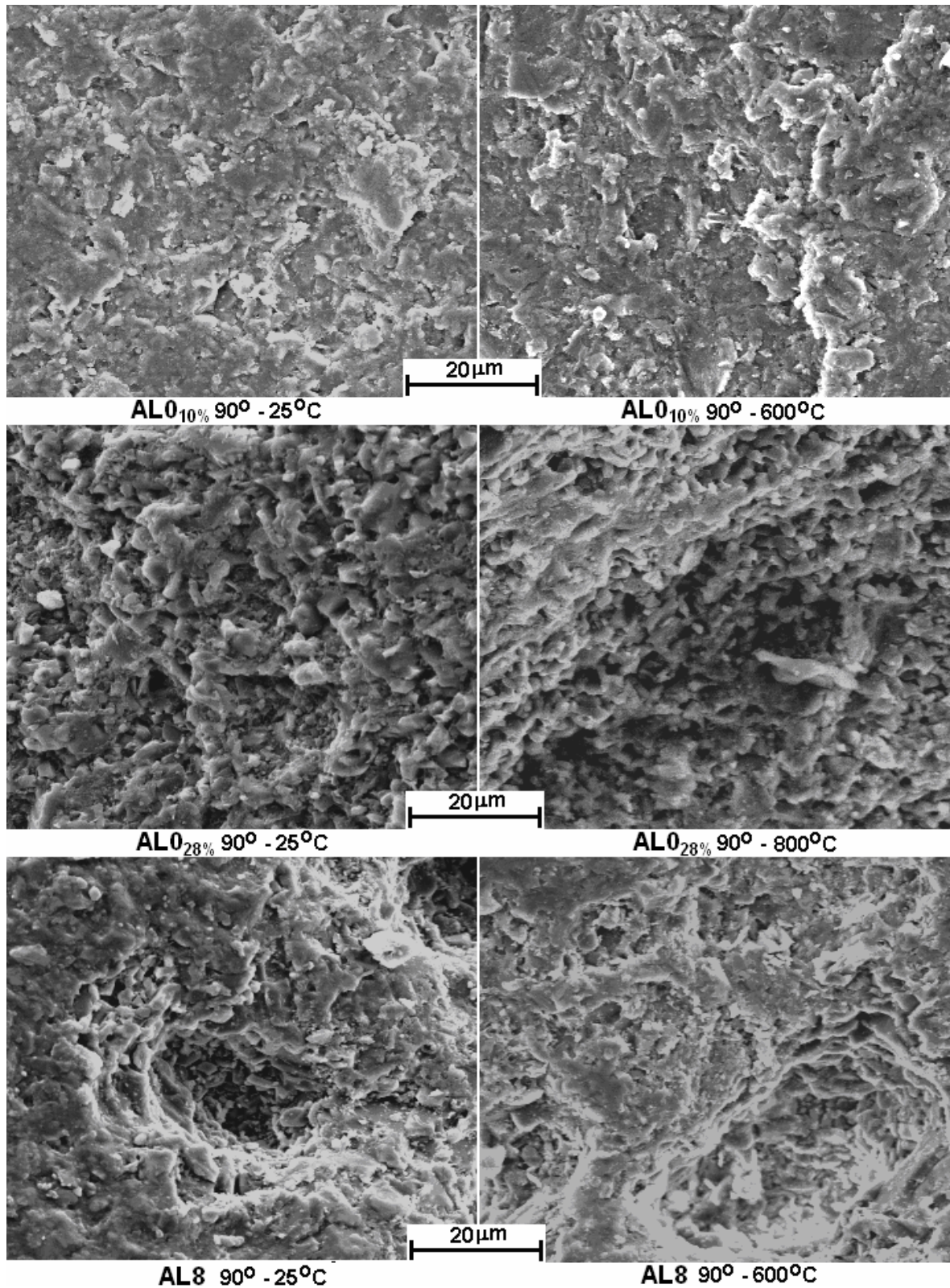


Figura 6.29. Microestrutura das aluminas AL0_{10%}, AL0_{28%} e AL8 em temperatura ambiente e a 600°C e 800°C, após a erosão por partículas impactantes em ângulo de incidência de 90°. Aumento de 800 vezes.

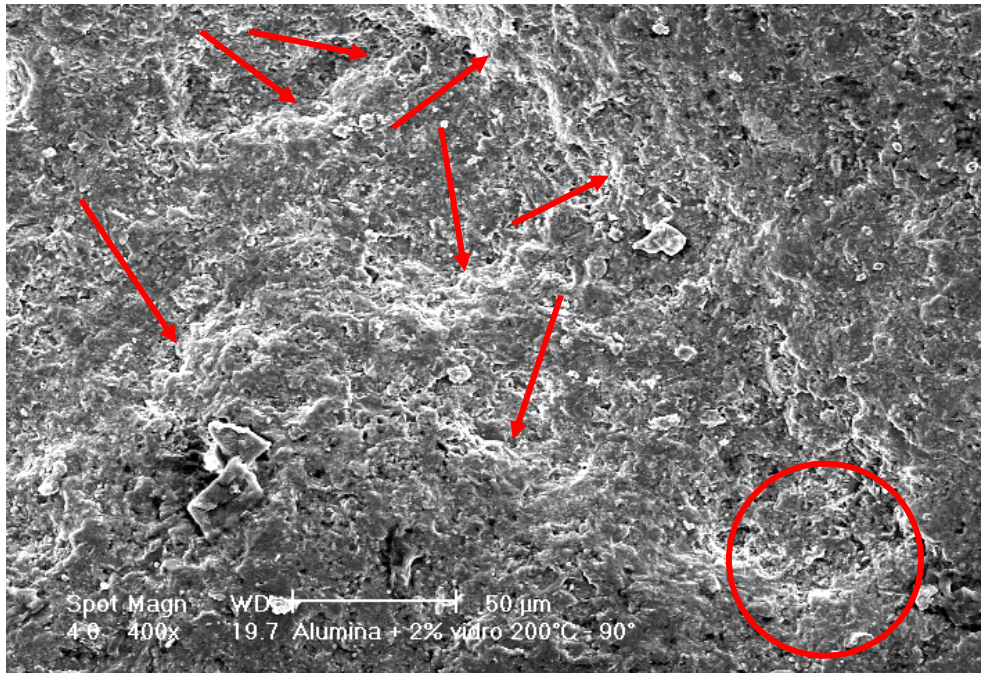


Figura 6.30. Microestrutura da alumina AL2 erodida a 90° na temperatura de 200°C. O aumento é de 400 vezes. As setas apontam para as regiões de interface onde um grande fluxo de partículas erodentes atingiu a amostra. A região marcada com um círculo é mostrada em aumento de 1600 vezes na Figura 6.31.

O desgaste na amostra com 8% de vidro está mostrado na Figura 6.32. As regiões que caracterizam a forma de arrancamento das partículas da superfície são indicadas pelas setas.

Em consideração a questão do efeito do aumento da velocidade do erodente com a temperatura, visto que não foi possível realizar ensaios de erosão sempre na mesma velocidade, buscou-se subsídios na Equação 4.1, item 4.2, proposta por Sundararajan *et al.* (1997), segundo os quais o expoente que relaciona taxa de erosão e velocidade deve ter o valor de 3 para materiais cerâmicos. É conveniente, então, analisar a variação da velocidade de ensaio e sua influência na taxa de erosão. A Tabela 6.3 lista as velocidades de ensaio de desgaste erosivo e como seria sua relação direta com a taxa de erosão para um expoente p no valor de 3.

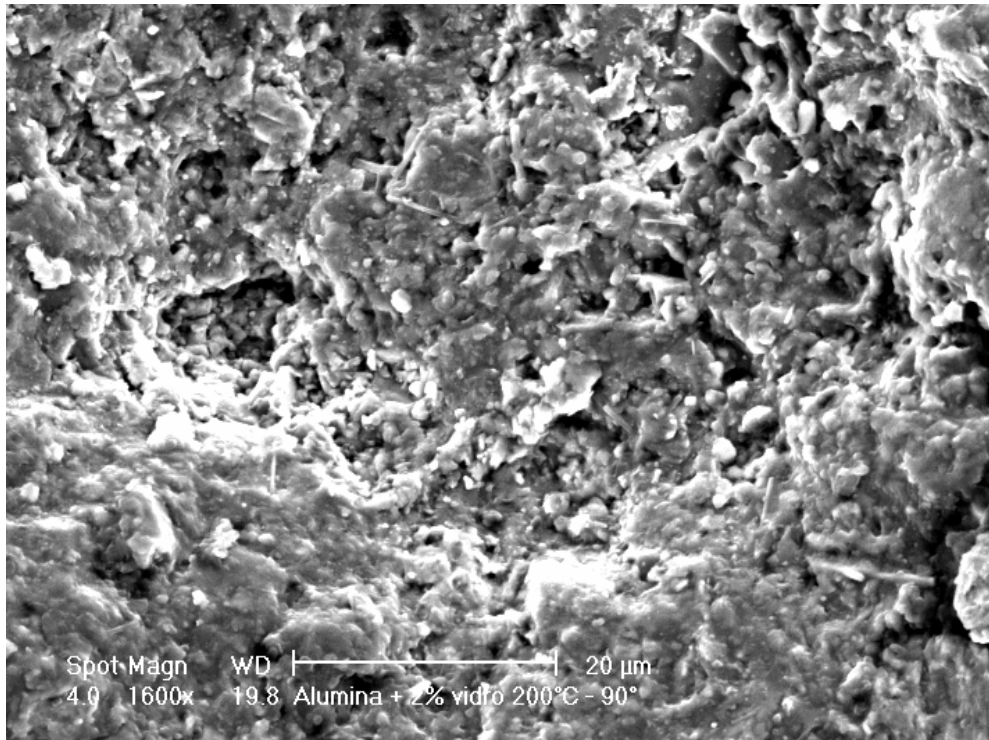


Figura 6.31. Superfície da AL2 erodida a 90° na temperatura de 200°C. Região assinalada na Figura 6.30 com um círculo em aumento de 1600 vezes.

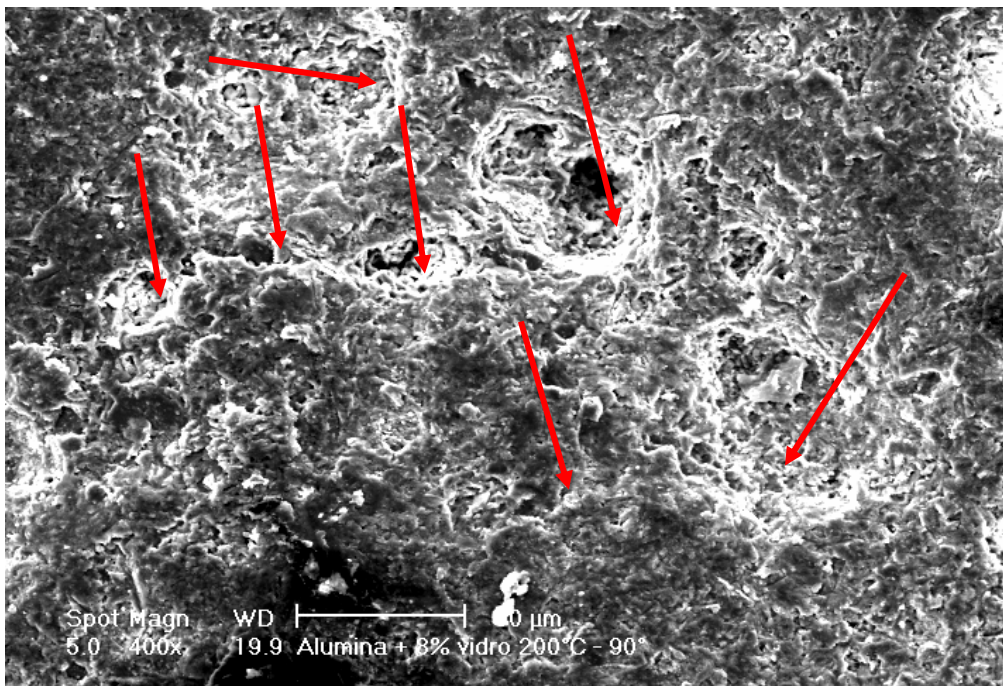


Figura 6.32. Superfície da alumina AL8, erodida a 90° na temperatura de 200°C. As regiões mais claras da foto evidenciam características do tipo de dano causado pelo fenômeno do desgaste erosivo neste material.

Tabela 6.3: Valores medidos para velocidade de ensaio em diferentes temperaturas e como seria a variação da taxa de erosão de acordo com a relação $\Delta E = \Delta E_0 \cdot V^p$.

Temperatura (°C)	Velocidade (m/s)	V / V(25°C)	(V / V(25°C)) ³
25	42,85	1	1
200	38,77	0,9	0,73
400	52,79	1,23	1,86
600	54,77	1,28	2,01

Pela análise da Tabela 6.3, pode se observar que o efeito da velocidade causaria um acréscimo na taxa de erosão de no máximo 2 vezes para temperatura de 600°C. Porém, a taxa de erosão a 90°, à temperatura de 600°C foi aproximadamente 5 vezes maior do que a obtida à temperatura ambiente. Isso demonstra que o aumento das taxas para temperaturas maiores não é só função da velocidade (ver Limitações do Trabalho de Pesquisa, Item 3).

7. CONCLUSÕES

A partir da análise dos resultados obtidos neste trabalho, é possível inferir as seguintes conclusões:

A resistência à erosão de um corpo cerâmico à base de alumina é fundamentalmente influenciada pelas fases presentes, notoriamente, pela porosidade (tamanho e quantidade) e fase vítrea (distribuição e quantidade).

A temperatura influi de maneira decisiva para aumentar o desgaste dos corpos cerâmicos submetidos à erosão.

A alumina sem fase vítrea e de menor porosidade (cerca de 10%) apresentou elevada resistência ao desgaste para o intervalo de temperatura (25 a 800°C) e para os 3 ângulos de ataque investigados. A taxa de erosão foi considerada praticamente nula e invariante para todas as condições investigadas.

A alumina sem fase vítrea e com porosidade elevada (cerca de 28%) apresentou uma taxa de desgaste crescente com o aumento da temperatura e com o ângulo de ataque das partículas incidentes (30°, 60° e 90°).

Ficou evidenciada a dependência da taxa de erosão com a porosidade visto que os pontos de contatos (ou fixação) de partículas de alumina entre si caem significativamente com o aumento da porosidade. Em conseqüência, a microestrutura fica mais susceptível ao dano quando submetida à erosão.

O aumento da taxa de desgaste desta alumina com a temperatura foi imputado à perda resistência mecânica da alumina, enfraquecendo a ligação entre partículas na sua microestrutura.

A alumina com fase vítrea apresentou maior taxa de erosão que a alumina de menor porosidade, crescente com a temperatura e com o ângulo de ataque das partículas incidentes, em todas as condições investigadas. Assim, a presença de fase vítrea oferece um alvo menos resistente ao desgaste do que a fase alumina.

No entanto, a alumina com fase vítrea em relação à alumina porosa apresentou taxa de erosão significativamente menor em todo o intervalo de temperatura e para todos os ângulos de ataque investigados. Este fato foi

justificado pelo reforço proporcionado pela fase vítrea na microestrutura da alumina porosa, fortalecendo a união entre partículas de alumina.

O preenchimento de vazios pela fase vítrea concorreu para o aumento de propriedades mecânicas como resistência mecânica, dureza, tenacidade à fratura e para a diminuição do módulo de elasticidade dos corpos cerâmicos à base de alumina.

Embora o menor módulo de elasticidade pudesse influir na absorção de energia (pela deformação elástica) durante o choque do erodente contra a superfície do material alvo (o que diminuiria teoricamente o dano), pode-se concluir que o reforço da microestrutura pela presença da fase vítrea em lugar de um poro tem papel preponderante na *performance* do material à base de alumina quando submetida à erosão.

O principal mecanismo que conduz ao desgaste erosivo de aluminas com e sem fase vítrea é o processo de formação de *pits* de erosão. Isto acontece principalmente em temperatura ambiente e ângulos de 90° de incidência. Este processo está fundamentado na fratura frágil do material e acontece por microtrincamento através dos contornos de grão de alumina.

Com o aumento de temperatura, e com a presença de fase vítrea, pode-se constatar a perda de material também por fratura dúctil, devido à deformação plástica da fase vítrea por fluxo viscoso. Este fenômeno explicaria a menor taxa de erosão experimentada pelo corpo cerâmico formulado apenas com vidro. Reflexo, disso, com o acréscimo de temperatura e percentual de vidro, observou-se um arredondamento nas bordas dos *pits* de erosão.

8. SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

A partir da realização do presente trabalho, tendo em vista que o equipamento desenvolvido no escopo deste trabalho é capaz de simular variadas condições de desgaste erosivo com segurança e flexibilidade, pode-se sugerir os seguintes trabalhos futuros:

Em relação aos parâmetros de ensaio:

- Em temperatura ambiente o equipamento apresenta uma relação direta entre fluxo e velocidade do erodente. Desta forma, é possível avaliar a curva da Equação 4.1, citada na revisão bibliográfica, para diferentes materiais, assim como verificar a variação da relação entre desgaste erosivo e velocidade das partículas para diferentes ângulos de ataque do erodente.

- O impacto de simples partículas pode também ser avaliado neste equipamento. É possível mensurar, através de microscopia, o tamanho dos defeitos causados por uma partícula na superfície dos materiais estudados. Para isso, é necessário que o erodente seja selecionado para um tamanho único de partículas. Assim, sugere-se estudar mais profundamente as equações citadas por Ritter (1985), onde se estabelece uma relação entre propriedades dos materiais erodidos e o tamanho dos *pits* de erosão formados. De igual forma, pode se avaliar o mecanismo de corte e/ou lascamento responsável pela degradação de materiais dúcteis sujeitos ao desgaste.

- Em relação ao ângulo de impacto das partículas, que pode ser variado de 10 a 90°, sugere-se avaliar se determinados materiais, como, por exemplo, compósitos, apresentam em algum momento uma transição frágil-ductil no que diz respeito ao mecanismo de degradação destes mecanismos. A influência da quantidade de cada fase e também da temperatura pode resultar em uma mudança de comportamento/*performance* desses materiais.

- O equipamento em referência pode atingir uma temperatura de trabalho de 900°C. Sugere-se, assim, investigar fenômenos que podem ocorrer concomitantemente à erosão, como, por exemplo, a oxidação de materiais metálicos a temperaturas elevadas.

Em relação aos materiais estudados:

- O estudo de outros sistemas cerâmicos, aplicando a metodologia aqui desenvolvida para avaliar a relação entre microestrutura e *performance* em função da presença de fases secundárias, e o papel destas no desempenho desses materiais quando submetidos à erosão a frio e a quente.

- Tendo em vista que uma grande quantidade de revestimentos protetores tem sido utilizada com a finalidade de melhorar a *performance* de materiais sujeitos a condições agressivas desgaste, muitos trabalhos podem ser feitos neste equipamento a fim de avaliar cada um destes revestimentos. As diferentes técnicas de aspersão térmica resultam em superfícies tensionadas geralmente com elevada dureza. Porém, as diferentes formas de aplicação destes materiais geram microestruturas diferenciadas, não só pela técnica de aplicação, mas também por serem materiais compósitos, muitas vezes resultantes de misturas de materiais duros (carbeto) e metais. Desta forma, o comportamento das estruturas características da utilização destas técnicas em função das variáveis relativas ao desgaste pode ser avaliado e comparado para diferentes aplicações.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ANAND, K., HOVIS, S.K., CONRAD, H., SCATTERGOOD, R.O., **Flux effects in solid particle erosion**, Wear 118, 243, 1987.
- ARNT, A.B.C., **Resistência ao desgaste de revestimentos cerâmicos aplicados por aspersão térmica**. Tese de Doutorado. PPGEM, UFRGS, 1999.
- BAHADUR, S., BADRUDDIN., R., **Erodent particle characterization and the effect of particle size and shape on erosion**, Wear 138, p.189, 1990.
- BALL, A.; **The mechanisms of wear, and the performance of engineering materials**, J.S. Afr. Inst. Min. Metall., v.86, n. 1, p.1 – 1, Jan. 1986.
- BERGMANN, C.P., MADRUGA, T.P., **Alguns critérios na substituição de materiais metálicos por cerâmicos de alta tecnologia**, 49º congresso anual da associação brasileira de metalurgia e de materiais, v. 9, p.393-399, 1994.
- BERGMANN, C.P., SILVEIRA, M.M., MADRUGA, T.P., **Resistência ao desgaste de aluminas**, Anais do 38º congresso brasileiro de cerâmica, v.1, p.198-203, 1994.
- BERTHIER, Y., **Experimental evidence for friction and wear modeling. Laboratoire de Mécanique des Contacts**, Institute National des Sciences Appliquées de Lyon, 69621 Villeurbanne Cedex (France) , p.77 – 92, Sep. 1989.
- BHUSHAN, B, SIBLEY, L.B., **Silicon nitride rolling bearing for extreme operation conditions**, ASLE Transactions, 25 (4), p.417-428, 1981.
- BROWN, A.J., BULTITUDE, J., LAWSON., J.M., WINBOW, H.D., WITEK, S., **Raw materials**, Engineered materials Handbook Vol. 4, Ceramics and Glasses, p.43-51, 1991.
- 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 88, 181, 1983.

- BUDINSKI, K. G., **Surface Engineering for Wear Resistance**, Englewood Cliffs, New Jersey, 1987.
- BUTLER, E.G., **Engineering ceramics: Applications and testing requirements** in B.F. Dyson, R.D. Lohr and R. Morrel (eds), Mechanical testing of engineering ceramics at high temperatures, Elsevier Applied Science, New York, 1-10, 1989.
- COUSENS, A.K., HUTCHINGS, I.M. **Proc. 6th Int. Conf. on Erosion by Liquid and solid impacts**, (Eds. Field J.F. e Corney N.S.) Cavendish Laboratory, Cambridge University, 1983.
- DAVIDGE, R.W., **Effects of microstructure on the mechanical properties of ceramics**, Materials Development Division, Atomic Energy Research Establishment, Harwell, OX11 Ora, U.K. Vol.2, p.447-467, 1974.
- DAVIDGE, R.W., **Mechanical Behavior of ceramics**, Cambridge University Press, 1979.
- DAWN, A. B., **Crystal Structures**, Engineered materials Handbook Vol. 4, Ceramics and Glasses, p.779-782, 1991.
- DONG, X., JAHANMIR, S., HSU, S.M., **Tribological characteristics of α -alumina at elevated temperatures**, Ceramics Division, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, Maryland 20899, p.1036 – 1044, 1991.
- EDINGTON, J.W., WRIGHT, I.G., *Wear* 48, 131-144, 1978.
- ENGEL, O.G., **Waterdrop collisions with solid surfaces**, *J. Res. Nat. Bur. Stand.*, v. 54, n.5, p.281-298, 1955
- EVANS, A. G., WILSHAW, R., **Quasi-static solid particle damage in brittle solids - I. Observations, analysis and implications**, *Acta Metall*, 24, p.939, 1976.
- EVANS, A.G., GULDEN, M.E., ROSENBLATT, M., **Impact damage in brittle materials in elastic-plastic regime**, *Proc. R. Soc. London, Ser. A.*, p.361, 343-365, 1978.

- EVANS, A.G., **Structural Reability: A Processing dependent phenomenon**, J. Am. Ceramic Soc., 65 (3), p.127-137, 1982.
- FELLER, H.G., KHARRAZI, Y., **Cavitation Erosion of Metals and Alloys**, WEAR, 93, p.249 – 260, 1984.
- FINNIE, I., **Erosion of surfaces by solid particles**, Wear 3, p.87 – 103, 1960.
- FINNIE, I. **Erosion of metals**. In: Conference Corrosion/Erosion of Coal Conversion System Materials, Berkeley, California, Proceedings, NACE, Houston, p. 429-443, 1979.
- FINNIE, I., **Some reflections on the past and future of erosion**, Wear, 186-187, p.1-10, 1995.
- GALLAGHER, P.K., **Chemical Synthesis**, Department of Chemistry and Materials Science and Engineering, The Ohio State University, Engineered materials Handbook Vol. 4, Ceramics and Glasses, p.52-64, 1991.
- GATES, J.D; GORE, G.J. **Wear of metals: philosophies and practicalities**, Department of Mining and Metallurgical Engineering, University of Queensland, St. Lucia, Qld, 4072, p.53 – 89, 1995.
- GOODWIN, J.E., SAGE, W., TILLY, G.P., **Proc. Inst. Of Mech. Eng**, 184, p.279, 1969-70.
- GULDEN, M. E., EVANS, A. G., ROSENBIATT, M. E., **Impact damage in brittle materials in the elastic-plastic response regime**, Proc. R. Sot. London Ser. A., 361, p.343-365, 1978.
- HAMMIT, E.N., McELROY, W. D., WH ITELEY, A.H., **On Cavity Formation in Water**. J. App. Physics, v.18, n. 2, p.167 – 172, 1947.
- HAWTHORNE, H.M., ERICKSON, L.C., ROSS, D., TAI, H., TROCZYNSKI, T., **The microstructural dependence of wear and indentation behaviour of some plasma-sprayed alumina coatings**, Elsevier Sciences S.A., Wear 203-203, p.709-714, 1997.
- HEATHCOOK, C.J., PROTHEROE, B.E., **Cavitation Erosion of Stainless Steels**, WEAR 80, p.311 – 327. 1982.

- HLAVAC, J., **The Technology of Glass and Ceramics: An Introduction**, Vol. IV, cap. I e II, Ed. Elsevier Scientific Publishing Company, New York, 1983.
- HOCKIN, H.K.XU, JAHANMIR, S. **Microfracture and material removal in scratching of alumina**. Journal of Materials Science, No. 30, p.2235-2247, 1995.
- HOPPERT, S., **Alumina ceramics: superior materials for protection against wear and corrosion**, Siegburg, Alemanha, p.3 – 11, 1989.
- HOPPERT, S., **Alumina oxide ceramic for wear protection in mineral processing**, Siegburg, Alemanha, p.3 – 10, 1990.
- HÜBNER, H., DÖRRE, E., **Alumina: processing, properties and applications**, Springer-Verlag, Alemanha, 1984.
- HUTCHINGS, I.M., **Ductile-brittle transition and wear maps for the erosion and abrasion of brittle materials**, J. Phys. D: Appl. Phys., v. 25, p.A212 – A221, 1992.
- HUTCHINGS, I.M., **Mechanical and metallurgical aspects of the erosion of metals**, Wear, p.393 – 427, 1979.
- HUTCHINGS, I.M., **Proc conf. on erosion/corrosion of coal conversion system materials** (Ed Levy A.V.), NACE, Houston, p.393, 1979.
- HUTCHINGS, I.M., **The erosion of ductile metals by solid particles**. Ph. D. Dissertation, Univ. Cambridge.
- KAMAL, E. A., **Toughness, hardness and wear**, Engineered materials Handbook Vol 4, Ceramics and Glasses, p.599-609, 1991
- KARL – HEINZ ZUM GAHR. **Microstructure and wear of materials**. Institute of Materials Technology. Tribology Series, 20, Siegen, Alemanha, 554p, 1987.
- KATO. K., **Tribology of ceramics**, Wear, 136, p.117-133, 1990.
- KINGERY, W. D., UHLMANN, D. R., BOWEN H. K., **Introduction to ceramics**, 2^a ed., Ed. John Wiley & Sons Inc., USA, 1976.
- KLEIS, I., **Probleme der Bestimmung des Strahlverschleisses bei metallen**, Wear, 13, p.199-215, 1969.

- KNOW, O.H., **Liquid phase sintering**, Engineered materials Handbook Vol. 4, Ceramics and Glasses, p.285-290, 1991.
- LAWN, B. R., EVANS, A. G., MARSHALL, D. B., **Elastic-plastic indentation damage in ceramics: the median-radial crack system**, Journal American Ceramic Society 63, p.574-581, 1980.
- LEVY, A.V., **Solid particle erosion and erosion-corrosion of materials**, ASM international, Materials Park, Ohio, USA, 1995.
- LEVY, A.V., CHIK, P., **The effects of erodent composition and shape on the erosion of steel**, Wear 89, p.151, 1983.
- LEVY, A.V., CHIK., **The effects of erodent composition and shape on the erosion steel**, Wear, 89 (2), p.151-162, 1986.
- LIEBHARD, M., LEVY, A.J., **The effect of erodent particle characteristics on the erosion of metals**, Wear, 151, p.381 – 390, 1991.
- LINDSLEY, B.A, MARDER, A.R. **The effect of velocity on the solid particle erosion rate alloys**, Wear, 225-229, p.510-516, 1999.
- MAYVILLE, R., **Steep angle impingement erosion mechanism**, In LBL 7355, 1977.
- MONTGOMERY, J.E., CLARKE, J.M., SAE Summer Meetings, New York, paper 538A, 1962.
- MORRISON, C.T., ROUTBORT, J.L., SCATTERGOOD, R.O., **Solid particle erosion of mullite**, Wear, 105, p.19-27, 1985.
- MIYAYAMA, M., KOUMOTO, K., YANAGIDA, H., **Engineering properties of single oxides**, Engineered materials Handbook Vol. 4, Ceramics and Glasses, p.748-757, 1991.
- NORMA ASTM G40-92, Annual Book of ASTM Standards, Vol.3, 02, p.160, 1992.
- PETERSON, M.B., **Classification of wear processes**, In Wear control handbook. New York, p.9 – 15, 1980.
- PONTON, C.B., RAWLINGS, R.D., **Application and critical indentation toughness equations**. Materials Sci. Tec., 5, p.961-976, 1989.

- PREECE, C.M., MACMILLAN, N.H., **Erosion, annual review of materials science**, 7, p.95, 1977.
- RANDALL M., **Fundamentals of Sintering**, Engineering Science and Mechanics Department, Ceramic Monographs, Verlag Schmid, Alemanha, p.260 – 269, 1991.
- REDDY, A.V., SUNDARARAJAN, G., Metall Trans. 18A, 1043, 1987.
- RITTER, J., **Erosion damage in structural ceramics**, Materials Science and Engineering, 71, p.195-201, 1985.
- RITTER, J.E., DAVIDGE, R.W., **Strength and its variability in ceramics with particular reference to alumina**, J. Am. Ceramic Soc, 67 (6), p.432-437, 1984.
- RUFF , A.W., WIEDERHOM, S.M., **Erosion by solid particle impact**, Materials Science and Technology, p.69-126, 1979.
- RUFF, A.W., IVES, L.K., **Measurement of solid particle velocity in erosive wear**, Wear 35, p.195-199, 1975.
- SCHAKELFORD, J.F., **Introduction to materials science for engineers**, University of California, Davis, p. 552 – 554, 1996.
- SHANOV, V., TABAKOFF, W., **Erosion resistance of coatings for metal protection at elevated temperatures**, Surface and Coating Technology, p.88 – 93, 1996.
- SHELDON, G.L., Trans. ASME D 99, p.133-137, 1977.
- SHELDON, G.L., **Similarities and differences in the erosion behavior of materials**, J. Basic Eng, 92, p.619-626, 1970.
- SHELDON, G.L., FINNIE, I., Trans. ASME, 88B, p.387, 1966.
- SHEWMON P., AND SUNDARARAJAN G., Ann. Rev. Mater. Sci 13, p.301. 1983.
- SHIPWAY, P. H., HUTCHINGS, I.M., **The role of particle properties in the erosion of brittle materials**, Wear, 193, p.105-113, 1996.
- SMELTZER, G.L., GULDEN, M.E., McELMURY, S.S., COMPTON, W.A., **Mechanism of sand and dust erosion in gas turbine engines**, Usaav Labs. Tech. Rept., p.36-70, 1970.

- SODERBERG, S., HOGMARK, S., ENGMANT, U., SWAHNT, H., **Erosion classification of materials using a centrifugal erosion tester**, Tribology int., 14 (6), p.333-343, 1981.
- SRINIVASAN, S., SCATTERGOOD, R. O., **Erosion of transformation toughening zirconia by solid particle impact**, Adv. Ceram. Mater., in press, 1988.
- SUCKLING, M., ALLEN, C., **The design of an apparatus to test wear of boiler tubes**, Wear, 186-187, p.266 – 272, 1995.
- SUCKLING, M., ALLEN, C., **Critical variables in high temperature erosive wear**, Wear, 203-204, p.528-536, 1997.
- SUH, N.P., **An overview of the delamination theory of wear**, Wear 44, p.1-16, 1977.
- SUNDARARAJAN G., ROY M., **Solid particle erosion behaviour of metallic materials at room and elevated temperatures**, Tribology international, Vol 30. no.5, p.339-359. 1997.
- TOMANDL G., RÖDEL J., **Sintering of ceramics**, Ceramic Monograph 3.5, Handbook of Ceramics, p.1 – 9, Schmid Verlag, 1984.
- TORRANCE, A.A., Wear 50, p.169-182, 1978.
- WADA, S; WATANABE, N; TANI, T. **Solid particle erosion of brittle materials (Part 6) - The erosive wear of Al₂O₃ - SiC composites**, Yogyo Kyokai Shi, in press, 1987.
- WANG, B.Q., LEE, S.W., **Elevated temperature erosion of several thermal-sprayed coatings under the simulated erosion condition of in-bed tubes in a fluidized bed combustor**, Wear, p.580 -587, 1997.
- WENSINK, H., ELWENSPOEK, M.C., **A closer look at the ductile-brittle transition in solid particle erosion**, Wear 253, p.1035-1043, 2002.
- WIEDERHORN, S. M., HOCKEY, B. J., **Effect of materials parameters on the erosion resistance of brittle materials**, J. Mat. Sci. 18, p.766-780, 1983.

- WIEDERHORN, S. M., HOCKEY, B. J., JOHNSON, H., **Erosion of brittle materials by evaluation of solid particle impact.** Fract. Mech. Ceram. 3, p.379, 1978.
- WIEDERHORN, S. M., LAWN, B. R., **Strength degradation of glass impacted with sharp particles I: annealed surfaces,** Journal American Ceramic Society, 62, p.66-70, 1979.
- WOOD, C.D., ESPENSCHADE, P.W., SAE Summer Meetings, New York, paper p.538A, 1964.
- YAN, M.F., Engineered materials Handbook Vol 4, Ceramics and Glasses, p.285-290, 1991.
- YOUNG, J.P., RUFF, A.W. J Eng. Mater., Tech, trans., ASME 1977, 99, 121.
- ZHOU, J.R., BAHADUR, S., **Corrosion and particle erosion at high temperature** (Eds. Srinivasan.V, Vedula. K), The minerals, metals and materials society, USA, p.315, 1989.
- ZHOU, J.R., BAHADUR, S., **Erosion characteristics of alumina at high temperatures,** wear, 181-183, *issue* 1, p.178-188, 1995.
- ZHOU, J.R., BAHADUR, S., **SEM studies of material damage in alumina ceramics by angular, single and multiple particle impacts,** wear, 162-164, p.285-295, 1993.
- ZUM, G.K.H., **Tribology series: microstructure and wear of materials,** v.10, 1987.

– Anexo I –

Resultados das caracterizações efetuadas para os corpos cerâmicos

Tabela 1 – Taxas de erosão para a alumina AL0_{10%} em função do ângulo de ataque e temperatura de ensaio.

ALUMINA AL0_{10%}			
	Ângulo	taxa de erosão (cm³/g)x10⁻⁵	erro ± (%)
25°C	90°	0,55	6,19
	60°	0,50	10,09
	30°	0,25	3,20
200°C	90°	0,67	3,15
	60°	0,43	2,55
	30°	0,16	3,10
400°C	90°	0,32	3,05
	60°	0,38	3,76
	30°	0,20	2,99
600°C	90°	0,88	3,22
	60°	0,78	3,19
	30°	0,41	3,19
800°C	90°	1,46	3,86
	60°	1,32	5,35
	30°	0,51	3,18

Tabela 2 – Taxas de erosão para a alumina AL0_{28%} em função do ângulo de ataque e temperatura de ensaio.

ALUMINA AL0_{28%}			
	Ângulo	taxa de erosão (cm³/g)x10⁻⁵	erro ± (%)
25°C	90°	10,78	2,65
	60°	8,92	2,65
	30°	1,95	2,41
200°C	90°	17,12	2,14
	60°	15,50	1,95
	30°	3,76	2,49
400°C	90°	36,53	2,14
	60°	27,99	2,27
	30°	8,08	2,27
600°C	90°	48,35	0,84
	60°	47,43	0,86
	30°	14,44	0,84
800°C	90°	71,50	0,50
	60°	68,32	0,51
	30°	10,45	2,27

Tabela 3 – Taxas de erosão para a alumina AL1_{10%} em função do ângulo de ataque e temperatura de ensaio.

ALUMINA AL1_{10%}			
	Ângulo	taxa de erosão (cm³/g)x10⁻⁵	erro ± (%)
25°C	90°	4,22	3,20
	60°	3,14	2,16
	30°	1,39	2,09
200°C	90°	5,12	3,33
	60°	3,16	3,02
	30°	1,11	1,96
400°C	90°	3,78	4,41
	60°	2,87	3,13
	30°	1,35	3,22
600°C	90°	4,24	2,92
	60°	3,13	2,46
	30°	1,45	1,98
800°C	90°	6,65	3,90
	60°	5,98	4,95
	30°	1,87	3,44

Tabela 4 – Taxas de erosão para a alumina AL1_{17%} em função do ângulo de ataque e temperatura de ensaio.

ALUMINA AL1_{17%}			
	Ângulo	taxa de erosão (cm³/g)x10⁻⁵	erro ± (%)
25°C	90°	2,88	3,17
	60°	2,00	2,99
	30°	1,22	3,28
200°C	90°	10,78	2,72
	60°	7,04	2,98
	30°	2,36	3,08
400°C	90°	12,56	2,98
	60°	7,01	2,81
	30°	3,61	2,72
600°C	90°	22,13	2,81
	60°	15,33	2,98
	30°	4,53	3,08
800°C	90°	25,78	3,48
	60°	56,73	2,98
	30°	5,16	2,89

Tabela 5 – Taxas de erosão para a alumina AL2 em função do ângulo de ataque e temperatura de ensaio.

ALUMINA AL2			
	Ângulo	taxa de erosão (cm³/g)x10⁻⁵	erro ± (%)
25°C	90°	1,03	3,44
	60°	1,97	2,85
	30°	0,46	3,07
200°C	90°	2,23	2,31
	60°	1,29	2,46
	30°	0,63	2,15
400°C	90°	7,42	2,60
	60°	2,48	3,13
	30°	1,23	7,26
600°C	90°	11,02	3,03
	60°	10,48	3,33
	30°	3,23	2,68
800°C	90°	26,14	2,85
	60°	15,56	2,94
	30°	5,46	3,23

Tabela 6 – Taxas de erosão para a alumina AL4 em função do ângulo de ataque e temperatura de ensaio.

ALUMINA AL4			
	Ângulo	taxa de erosão (cm³/g)x10⁻⁵	erro ± (%)
25°C	90°	1,66	3,70
	60°	1,35	2,89
	30°	0,59	3,09
200°C	90°	1,81	2,08
	60°	1,44	2,21
	30°	0,40	3,02
400°C	90°	1,38	2,55
	60°	1,18	2,72
	30°	1,24	3,16
600°C	90°	4,02	3,16
	60°	5,72	2,40
	30°	2,54	2,88
800°C	90°	15,98	2,97
	60°	15,25	3,06
	30°	2,17	2,88

Tabela 7 – Taxas de erosão para a alumina AL8 em função do ângulo de ataque e temperatura de ensaio.

ALUMINA AL8			
	Ângulo	taxa de erosão (cm³/g)x10⁻⁵	erro ± (%)
25°C	90°	1,71	2,33
	60°	0,94	2,80
	30°	0,43	3,20
200°C	90°	2,11	2,26
	60°	1,78	1,84
	30°	0,50	2,52
400°C	90°	2,34	2,14
	60°	1,58	2,71
	30°	1,04	1,48
600°C	90°	2,90	2,47
	60°	4,27	2,71
	30°	1,62	2,79
800°C	90°	21,72	2,79
	60°	9,86	2,79
	30°	2,23	2,79

Tabela 8 – Dureza Vickers da alumina AL0_{28%} para uma carga de indentação de 300g.

Alumina AL0_{28%}		
arestas (µm)	diagonal (µm)	dureza (HV)
85,25	30,14	612,3
101,89	36,02	428,6
83,51	29,52	638,0
128,10	45,29	271,2
134,08	41,40	247,5
127,50	45,08	273,7
91,75	32,44	528,6
100,96	35,69	436,5
77,19	27,29	746,8
72,27	25,55	851,9
média		503,5
desvio padrão		209,1
erro		11,81%

Tabela 9 – Dureza Vickers da alumina AL0_{10%} para uma carga de indentação de 300g.

Alumina AL0_{10%}		
arestas (µm)	diagonal (µm)	dureza (HV)
51,35	18,15	1687,52
47,99	16,97	1932,09
51,91	18,35	1651,30
55,54	19,64	1442,51
58,3	20,61	1309,16
53,2	18,81	1572,19
57,90	20,47	1327,31
50,29	17,78	1759,41
55,75	19,71	1431,66
56,58	20,00	1389,97
54,42	19,24	1502,49
57,72	20,40	1335,60
50,29	17,78	1759,41
média		1546,2
desvio padrão		197,94
erro		8,05%

Tabela 10 – Dureza Vickers da alumina AL1_{17%} para uma carga de indentação de 300g.

Alumina AL1_{17%}		
arestas (µm)	diagonal (µm)	dureza (HV)
76,53	27,06	759,7
74,8	26,44	795,3
106,32	37,59	393,6
101,06	35,73	435,7
101,1	35,75	435,3
107,53	38,02	384,8
66,92	23,66	993,6
77,05	27,24	749,5
73,62	26,03	821,0
76,22	26,95	765,9
96,74	34,20	475,5
98,22	34,72	461,2
66,78	23,61	997,8
114,46	40,47	339,6
85,55	30,25	608,0
81,54	28,83	669,2
114,64	40,54	338,6
média		613,2
desvio padrão		222,39
erro		0,95%

Tabela 11 – Dureza Vickers da alumina AL1_{10%} para uma carga de indentação de 300g.

Alumina AL1_{10%}		
arestas (µm)	diagonal (µm)	dureza (HV)
59,76	21,13	1246,0
61,75	21,83	1167,0
58,30	20,61	1309,2
72,76	25,72	840,5
57,69	20,40	1337,0
54,02	19,10	1524,8
54,45	19,25	1500,8
62,58	22,12	1136,2
63,10	22,30	1117,6
58,88	20,81	1283,5
59,47	21,03	1258,2
56,71	20,05	1383,6
61,20	21,64	1188,0
57,95	20,49	1325,0
57,84	20,45	1330,1
57,51	20,33	1345,4
56,57	20,00	1390,5
58,52	20,69	1299,3
média		1276,8
desvio padrão		154,9
erro		6,67%

Tabela 12 – Dureza Vickers da alumina AL2 para uma carga de indentação de 300g.

Alumina Al 2				
aresta (µm)	aresta E (µm)	média (µm)	diagonal (µm)	dureza (HV)
13,81	14,92	14,36	20,31	1347,7
13,87	15,38	14,72	20,82	1282,6
16,45	15,23	15,84	22,40	1108,4
19,31	20,52	19,91	28,16	701,2
14,24	13,81	14,02	19,83	1413,9
20,40	19,74	20,07	28,38	690,4
14,11	13,69	13,90	19,66	1439,4
16,60	15,51	16,05	22,70	1078,9
17,67	15,66	16,66	23,57	1001,9
17,34	17,06	17,20	24,32	940,1
16,38	15,39	15,88	22,46	1102,1
média				1221,8
desvio padrão				259,0
erro				10,11%

Tabela 12 – Dureza Vickers da alumina AL4 para uma carga de indentação de 300g.

Alumina AL4		
arestas (µm)	diagonal (µm)	dureza (HV)
64,64	22,85	1064,9
51,07	18,06	1706,1
59,51	21,04	1256,5
57,99	20,50	1323,2
55,98	19,79	1419,9
59,81	21,15	1243,9
58,26	20,60	1211,0
55,05	19,46	1468,3
52,04	18,53	1620,6
54,70	19,34	1487,1
média		1390,1
desvio padrão		190,1
erro		9,78%

Tabela 13 – Dureza Vickers da alumina AL4 para uma carga de indentação de 300g.

Alumina Al 8		
arestas (µm)	diagonal (µm)	dureza (HV)
51,22	18,11	1696,1
50,23	17,76	1763,6
50,50	17,85	1744,8
57,78	20,43	1332,8
49,20	17,39	1838,2
50,97	18,02	1712,8
56,10	19,83	1413,9
55,59	19,65	1439,9
50,71	17,93	1730,4
56,43	19,95	1397,4
53,24	18,82	1569,8
média		1603,6
desvio padrão		178,0
erro		7,37%

Tabela 14 – Dureza Vickers do vidro para uma carga de indentação de 200g.

Vidro	
diagonal (μm)	dureza (HV)
14,1	466
13,7	494
13,9	480
13,9	480
14,3	453
14,5	441
14,0	473
13,8	487
14,3	453
13,9	480
média	470,7
desvio padrão	17,0
erro	2,58

Tabela 15 – Tenacidade à fratura – modo I do vidro pelo método da indentação, para uma carga de 200g.

Vidro			
Co (m)	E (Gpa)	H (Gpa)	K_{IC} ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$)
4E-0,5	70	470,7	0,587
3E-0,5	70	470,7	0,616
3E-0,5	70	470,7	0,626
3E-0,5	70	470,7	0,614
3E-0,5	70	470,7	0,643
3E-0,5	70	470,7	0,604
3E-0,5	70	470,7	0,603
3E-0,5	70	470,7	0,686
4E-0,5	70	470,7	0,642
4E-0,5	70	470,7	0,696
4E-0,5	70	470,7	0,632
média			0,632
desvio padrão			0,334
erro			3,59%

Tabela 16 – Tenacidade à fratura – modo I (método do entalhe) e resistência mecânica (flexão a quatro pontos) das formulações investigadas.

	Resistência Mecânica (MPa)	K_{IC} ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$)
ALO_{28%}	60,75 \pm 1,39%	2,30 \pm 7,83%
ALO_{10%}	158,62 \pm 2,65%	2,73 \pm 6,64%
AL1_{17%}	124,89 \pm 0,95%	3,14 \pm 8,55%
AL1_{10%}	99,33 \pm 2,52%	3,01 \pm 6,94%
AL2	128,03 \pm 6,84%	3,62 \pm 10,82%
AL4	170,62 \pm 10,91%	3,62 \pm 8,90%
AL8	162,34 \pm 9,76%	3,24 \pm 10,02%
vidro	49,78 \pm 3,58%	0,63 \pm 3,59%