



## COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO DE CERÂMICOS DE NITRETO DE SILÍCIO: INFLUÊNCIA DAS CONDIÇÕES DE DESLIZAMENTO E DA NATUREZA DA SUPERFÍCIE OPOSTA

**José R. Gomes**

**António S. Miranda**

Universidade do Minho, Dptº de Engª Mecânica, 4810 Guimarães, Portugal

**Rui F. Silva**

**Joaquim M. Vieira**

Universidade de Aveiro, Dptº de Engª Cerâmica e do Vidro, UIMC, 3810 Aveiro, Portugal

**Resumo.** Neste trabalho é caracterizado o comportamento tribológico de cerâmicos de nitreto de silício ( $Si_3N_4$ ) em deslizamento como pares próprios e sobre ligas ferrosas (aço e ferro fundido). Os testes foram realizados num tribómetro pino-disco, na ausência de lubrificação, para diferentes condições de velocidade de deslizamento ( $0.5 \leq v \leq 3.5 \text{ ms}^{-1}$ ) e de temperatura ( $22^\circ\text{C} \leq T \leq 700^\circ\text{C}$ ). A carga normal foi mantida constante ( $W=5 \text{ N}$ ). No deslizamento sobre ligas ferrosas, o coeficiente de desgaste diminuiu de valores superiores a  $10^{-5} \text{ mm}^3\text{N}^{-1}\text{m}^{-1}$  para valores próximos de  $10^{-6} \text{ mm}^3\text{N}^{-1}\text{m}^{-1}$ , com o aumento da velocidade de  $0.5 \text{ ms}^{-1}$  para  $3.5 \text{ ms}^{-1}$  ou da temperatura entre  $22^\circ\text{C}$  e  $600^\circ\text{C}$ . Este comportamento é atribuído à acção protectora proporcionada por camadas de resíduos de desgaste aderentes, que impedem o contacto directo cerâmico/metal e reduzem as tensões locais no substrato cerâmico. O mecanismo de desgaste predominante é a microabrasão. No caso do deslizamento como pares próprios, obtiveram-se coeficientes de desgaste na ordem dos  $10^{-6} \text{ mm}^3\text{N}^{-1}\text{m}^{-1}$  a  $10^{-3} \text{ mm}^3\text{N}^{-1}\text{m}^{-1}$  resultantes de um modo de desgaste severo controlado por fissuração superficial. Ao contrário dos contactos cerâmico/liga metálica, o desgaste aumenta com a velocidade e com a temperatura em resultado de fissuração activada termicamente e da ausência de efeito protector de terceiro corpo.

**Palavras-chave:** Desgaste, Atrito, Cerâmicos, Nitreto de silício, Ligas metálicas

### 1. INTRODUÇÃO

Ao longo das duas últimas décadas tem-se assistido ao desenvolvimento de novos materiais cerâmicos de elevado potencial tecnológico, entre os quais se destacam os cerâmicos de nitreto de silício. Apesar da sua mais baixa tenacidade à fractura e falta de ductilidade quando comparados com os materiais metálicos, os cerâmicos de  $Si_3N_4$  possuem um conjunto notável de propriedades que incluem uma elevada dureza que se conserva para uma ampla gama de temperaturas, baixa densidade, boa resistência ao choque térmico e baixa reactividade

química, que os tornam bastante atractivos para aplicações tribológicas. São por isso candidatos potenciais para triboelementos sujeitos a condições de funcionamento extremas, perante as quais nem sempre é possível garantir a presença de um fluido lubrificante. Como materiais resistentes ao desgaste, estes cerâmicos são utilizados em componentes de motores de combustão interna e em pastilhas de corte por arranque de apara (Enomoto, 1995; Fang *et al.*, 1994; Lee & Kim, 1994; Rigaut, *et al.*, 1994). São também utilizados em chumaceiras e vedantes, principalmente quando se trata de aplicações em ambientes química e/ou termicamente demasiado agressivos para os materiais metálicos (Enomoto, 1995; Chen *et al.*, 1996; Sliney & DellaCorte, 1994; Kalin *et al.*, 1997).

De acordo com estudos publicados, verifica-se que o comportamento ao atrito e desgaste dos cerâmicos de nitreto de silício é complexo e pode ser controlado por um conjunto de mecanismos bastante distintos, tais como a deformação plástica, fractura frágil e reacções triboquímicas (Dong & Jahanmir, 1993; Blomberg *et al.*, 1993; He *et al.*, 1995; Ajayi, 1989; Zum Gahr, 1989). Estes mecanismos têm sido observados individualmente ou em simultâneo durante o processo de desgaste. Diversos parâmetros de funcionamento e do material, como a humidade atmosférica, velocidade de deslizamento, temperatura, dureza, porosidade e natureza da superfície oponente, afectam fortemente o comportamento tribológico destes cerâmicos (Dong & Jahanmir, 1993; Skopp *et al.*, 1995).

Em contactos cerâmico/metal é usual ocorrer transferência de material metálico para as superfícies de desgaste cerâmicas. O material transferido pode confinar-se a pequenas áreas muito localizadas ou, então, dar origem a camadas extensas de material aderente, com tendência para cobrir uma área significativa da superfície cerâmica. Nestas circunstâncias, as camadas de material transferido da superfície oponente oxidada têm em geral um efeito protector, inibindo o desgaste do cerâmico a elevada temperatura ou a elevada velocidade de deslizamento (Fischer *et al.*, 1989; Dong & Jahanmir, 1993). As propriedades do cerâmico deixam então de ser directamente decisivas para o seu comportamento tribológico, o qual passa a ser determinado pelas propriedades mecânicas das camadas de material aderente e pela adesão deste à superfície cerâmica (Godet, 1990; Blomberg *et al.*, 1993; He *et al.*, 1995). Bem distintas são as características tribológicas dos cerâmicos de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  quando testados como pares próprios, em que a tendência geral é para o aumento do desgaste do cerâmico com a temperatura (Blomberg *et al.*, 1990; Kato, 1990; Gueroult & Cherif, 1994). Nestas condições de contacto, para cargas inferiores a 10 N e para velocidade de deslizamento muito baixa ( $v=1.4 \times 10^{-3} \text{ ms}^{-1}$ ), Dong & Jahanmir (1993) verificaram que acima dos 400°C e até 900°C, o comportamento tribológico foi dominado pela tribo-oxidação do cerâmico, de que resultou um aumento significativo dos coeficientes de atrito e de desgaste com a temperatura. Para cargas de contacto entre 10 e 20 N, estes autores observaram uma transição para regime de desgaste severo controlado por microfractura superficial.

No presente trabalho é caracterizado o comportamento tribológico de cerâmicos de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  em deslizamento, na ausência de lubrificação, como pares próprios e sobre ligas de ferro (aço-ferramenta e ferro fundido cinzento), tendo em conta a influência das condições de deslizamento (velocidade e temperatura) e a natureza da superfície oponente. Devido à particular importância das camadas de material aderente às superfícies de desgaste cerâmicas, é dada especial atenção à identificação do seu papel no comportamento tribológico.

## 2. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

O material cerâmico considerado neste estudo foi produzido por prensagem a quente uniaxial de misturas com a seguinte composição ponderal: 89%  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (HcStarck LC12) + 5%  $\text{CeO}_2$  (Fluka puriss) + 6%  $\text{AlN}$  (HcStarck grade C). As amostras para o deslizamento sobre

ligas ferrosas foram densificadas a 1450°C / 30 MPa / 60 minutos com valores finais de dureza ( $H$ ) e tenacidade à fractura ( $K_{Ic}$ ) de 18.2 GPa e 4.1 MPam<sup>1/2</sup>, respectivamente. Os discos e os pinos, no caso dos ensaios de pares próprios, foram densificados a 1650°C / 25 MPa / 60 minutos, cujas propriedades mecânicas obtidas foram de  $H=17.6$  GPa e  $K_{Ic}=5.0$  MPam<sup>1/2</sup>. A descrição completa do modo de processamento dos cerâmicos pode ser encontrada noutra obra (Silva, 1995).

Para as superfícies metálicas deslizantes sobre as quais foi testado o cerâmico, seleccionaram-se um aço-ferramenta DIN 1.2080 (2.0% C; 12.0% Cr) no estado recozido ( $H=2.5$  GPa) e um ferro fundido cinzento com grafite lamelar ( $H=1.9$  GPa). A escolha destas ligas teve por objectivo a utilização de dois materiais metálicos de elevada utilidade industrial, cuja natureza intrínseca diversa pode induzir diferentes respostas tribológicas na superfície cerâmica oponente.

Os testes de atrito e desgaste foram realizados num tribómetro do tipo pino-disco, da marca *PLINT & PARTNERS Ltd*, modelo *TE67 HT*. Uma característica particularmente importante deste equipamento é a possibilidade de realização de testes com aquecimento controlado do disco, cuja temperatura pode atingir um máximo de 750°C.

Na situação de contacto cerâmico/liga metálica, o cerâmico figurou sempre como pino e as ligas metálicas como disco. Os pinos cerâmicos, de geometria tronco-cónica e extremidade plana, foram embutidos a quente num corpo cilíndrico em aço. Os discos metálicos, com 75 mm de diâmetro e 10 mm de espessura, foram obtidos por torneamento a partir de varão, a que se seguiu a rectificação das suas superfícies. A superfície destinada ao contacto tribológico foi posteriormente polida em lixas de SiC e em diamante até 1 µm. Os discos cerâmicos prensados a quente com 50 mm de diâmetro, foram do mesmo modo polidos em diamante até 1 µm.

Os testes foram realizados na ausência de lubrificação e em várias etapas sucessivas. A velocidade de deslizamento variou entre 0.5 e 3.5 ms<sup>-1</sup> e a temperatura do disco entre 22°C e 700°C. A carga normal foi mantida constante no valor de 5 N e o deslizamento à temperatura ambiente decorreu sob condições controladas de humidade na atmosfera circundante à zona de contacto ( $HR=50\%$ ). No caso dos contactos Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, a velocidade de deslizamento assumiu os valores 0.5, 1.25 e 2.0 ms<sup>-1</sup> e a temperatura do disco 22, 350 e 700°C. Para o deslizamento dos pinos cerâmicos sobre as ligas metálicas, foram consideradas velocidades de 0.5, 2.0 e 3.5 ms<sup>-1</sup> e temperaturas do disco 22, 100, 200, 400 e 600°C.

Antes de cada teste procedeu-se à limpeza dos provetes com etanol em banho de ultrasons, bem como à pesagem dos pinos cerâmicos numa microbalança com uma precisão de 0.01 mg. No final de cada etapa os pinos foram desmontados, limpos e pesados, para avaliação do desgaste. O volume de desgaste do pino foi calculado em regime estacionário, i.e. após o período inicial de rodagem, dividindo a sua perda de peso pelo peso específico do material. Para a quantificação do desgaste foi adoptado o coeficiente de desgaste,  $K$ , dado pela equação  $K=V/(W.x)$ , cujas unidades usuais são (mm<sup>3</sup>N<sup>-1</sup>m<sup>-1</sup>), considerando o volume de desgaste,  $V$ , em (mm<sup>3</sup>), a carga normal,  $W$ , em (N) e a distância de deslizamento,  $x$ , em (m). O coeficiente de atrito,  $f$ , foi calculado pelo quociente entre o força tangencial de atrito,  $F_a$ , desenvolvida no contacto e o valor da carga normal aplicada ( $f=F_a/W$ ).

No final dos testes, as superfícies de desgaste nos pinos cerâmicos e os resíduos de desgaste foram observados por microscopia electrónica de varrimento (SEM) com análise química por dispersão de energias (EDS), para comprovar a natureza do material aderente às superfícies de desgaste e identificar a proveniência das partículas dos resíduos de desgaste. A fim de determinar quais os compostos existentes nos resíduos de desgaste, bem como a sua cristalinidade, obtiveram-se espectros de difracção de raios-X (XRD).

### 3. RESULTADOS

Na Figura 1 traduz-se graficamente a influência da velocidade de deslizamento à temperatura ambiente,  $T=22^{\circ}\text{C}$ , (Fig. 1(a)) e da temperatura a velocidade constante,  $v=0.5\text{ ms}^{-1}$ , (Fig. 1(b)) no comportamento ao desgaste dos pinos cerâmicos para o contacto com as três superfícies oponentes de natureza distinta.

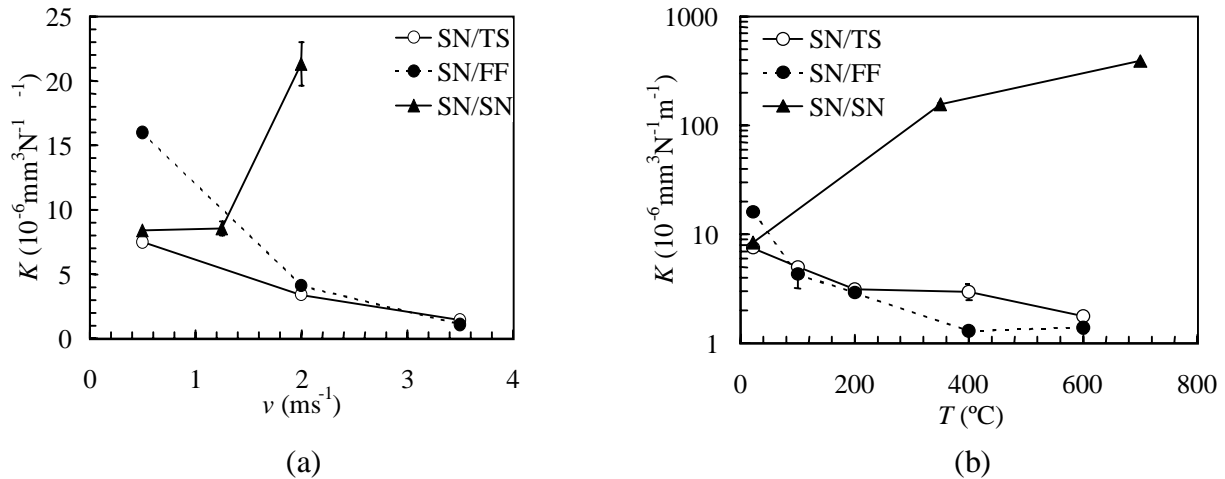


Figura 1 - Influência da velocidade de deslizamento à temperatura ambiente,  $T=22^{\circ}\text{C}$ , (a) e da temperatura a velocidade constante,  $v=0.5\text{ ms}^{-1}$ , (b) no desgaste dos pinos cerâmicos para contactos com superfícies oponentes de natureza distinta (SN- nitreto de silício; TS - aço-ferramenta; FF - ferro fundido).

Em face dos resultados da Figura 1(a), verifica-se que para as duas situações de contacto metálico o coeficiente de desgaste dos pinos cerâmicos decresceu significativamente com o aumento da velocidade de deslizamento de  $0.5\text{ ms}^{-1}$  para  $3.5\text{ ms}^{-1}$ . Verifica-se ainda que para velocidades mais baixas ( $v \leq 2.0\text{ ms}^{-1}$ ) o desgaste do cerâmico foi mais elevado na situação de contacto cerâmico/FF do que na situação de contacto cerâmico/TS, mas para velocidades acima de  $2.0\text{ ms}^{-1}$  não foi afectado pela natureza da liga metálica oponente. Muito diferente foi o comportamento ao desgaste dos pinos cerâmicos quando testados contra discos da mesma natureza, o qual, embora traduzido por valores do coeficiente de desgaste comparáveis aos do deslizamento sobre aço a baixa velocidade,  $v=0.5\text{ ms}^{-1}$ , evidenciou um incremento muito acentuado do desgaste a  $v=2.0\text{ ms}^{-1}$ .

A Figura 1(b) mostra que para o deslizamento sobre as duas ligas ferrosas o desgaste dos pinos cerâmicos diminuiu com o incremento da temperatura entre  $22^{\circ}\text{C}$  e  $600^{\circ}\text{C}$ , traduzindo-se num decréscimo dos valores de  $K$  em aproximadamente 4 vezes para contactos cerâmico/TS e em uma ordem de grandeza para contactos cerâmico/FF. Ainda mais notória, mas de efeito contrário, foi a influência da temperatura no desgaste dos pinos cerâmicos quando em deslizamento como pares próprios, caracterizado por um rápido aumento do coeficiente de desgaste dos pinos, em duas ordens de grandeza, com o aumento da temperatura de teste até  $700^{\circ}\text{C}$ .

A Figura 2 representa, para as diferentes situações de contacto estudadas, a influência da velocidade de deslizamento (Fig. 2(a)) e da temperatura (Fig. 2(b)) no coeficiente de atrito. Verifica-se que no caso dos contactos com as ligas metálicas, o coeficiente de atrito foi mais baixo para o deslizamento sobre ferro fundido do que para o deslizamento sobre aço (Figs. 2(a) e 2(b)), caracterizando-se por uma ligeira diminuição para as velocidades mais elevadas (Fig. 2(a)). Não existe, porém, um efeito claro da velocidade de deslizamento sobre o

coeficiente de atrito para os contactos cerâmico/cerâmico (Fig. 2(a)), nem da temperatura sobre o coeficiente de atrito para as três situações de contacto consideradas (Fig. 2(b)). Verifica-se ainda que para os testes realizados à temperatura ambiente, os valores de atrito correspondentes aos contactos cerâmico/cerâmico são comparáveis aos dos contactos cerâmico/liga metálica (Fig. 2(a)).

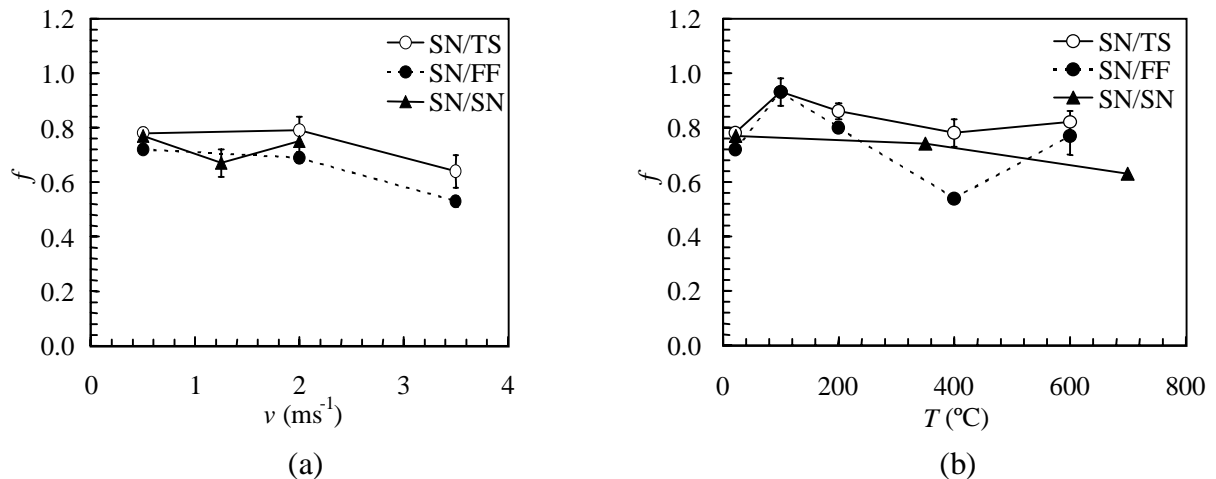
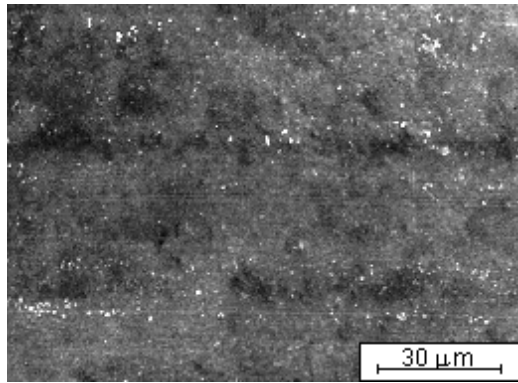


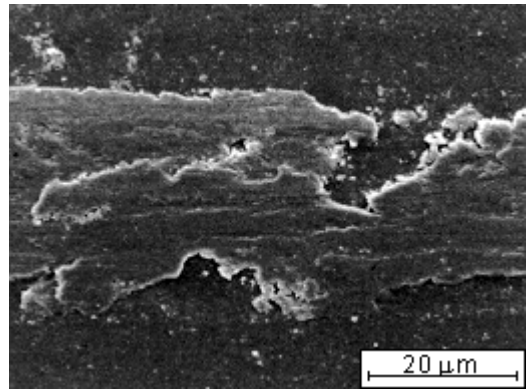
Figura 2 - Influência da velocidade de deslizamento à temperatura ambiente,  $T=22^\circ\text{C}$ , (a) e da temperatura a velocidade constante,  $v=0.5 \text{ ms}^{-1}$ , (b) no coeficiente de atrito dos diferentes pares tribológicos (SN - nitreto de silício; TS - aço-ferramenta; FF - ferro fundido).

A observação das superfícies de desgaste dos pinos cerâmicos evidenciou diferenças de aspecto morfológico que dependeram da velocidade de deslizamento, da temperatura de teste e da natureza da superfície oponente. Para o deslizamento sobre as duas ligas metálicas, as superfícies de desgaste cerâmicas resultantes dos testes à temperatura ambiente ( $22^\circ\text{C}$ ) e a baixa velocidade de deslizamento ( $v=0.5 \text{ ms}^{-1}$ ) mostraram-se finamente polidas e bastante limpas, com vestígios quase inexistentes de material aderente (Fig. 3(a)). Para velocidades acima dos  $0.5 \text{ ms}^{-1}$  ou para as temperaturas mais elevadas ( $400^\circ\text{C}$  e  $600^\circ\text{C}$ ), as superfícies de contacto dos pinos cerâmicos caracterizaram-se pela presença de extensas camadas de material aderente ricas em ferro, as quais evidenciaram elevado grau de aglomeração (Fig. 3(b)). No caso dos contactos cerâmico/cerâmico, as superfícies de desgaste dos pinos resultantes do deslizamento à temperatura ambiente ( $22^\circ\text{C}$ ) e a baixa velocidade de deslizamento ( $v=0.5 \text{ ms}^{-1}$ ) apresentam-se predominantemente polidas, sem resíduos aderentes (Fig. 3(c)). Porém, com o aumento da velocidade de deslizamento ou da temperatura de teste, intensificam-se os fenómenos de fissuração superficial na direcção normal ao deslizamento (Fig. 3(d)). Em resultado do elevado coeficiente de desgaste nestas condições (Fig. 1), uma significativa quantidade de partículas finas soltas tendem a permanecer sobre a superfície de desgaste (zona inferior da Fig. 3(d)).

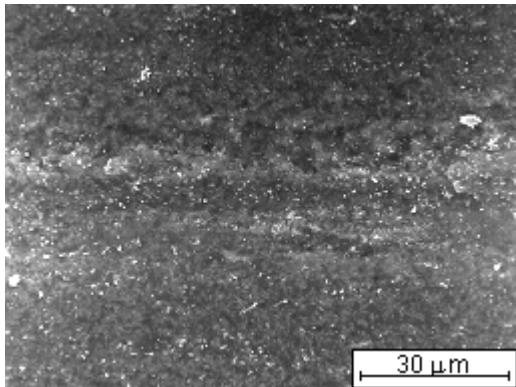
O aspecto morfológico dos resíduos de desgaste resultantes do contacto com as duas ligas metálicas caracterizou-se pelo predomínio de partículas finas, submicrométricas, onde se evidenciavam algumas placas relativamente grandes ( $>5 \mu\text{m}$ ) (Fig. 4(a)). A mesma morfologia foi também encontrada para os resíduos de desgaste provenientes dos contactos cerâmico/cerâmico, porém com placas de menores dimensões ( $<5 \mu\text{m}$ ) (Fig. 4(b)).



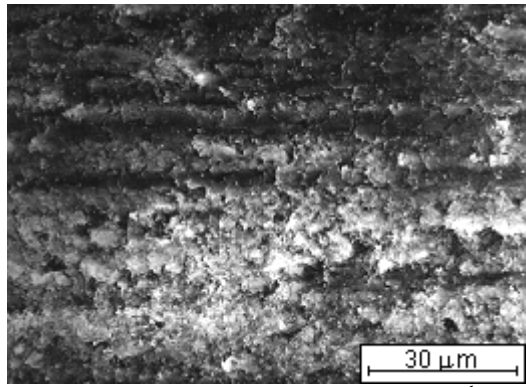
(a) SN/TS,  $T=22^{\circ}\text{C}$ ;  $v=0.5\text{ ms}^{-1}$



(b) SN/FF,  $T=600^{\circ}\text{C}$ ;  $v=0.5\text{ ms}^{-1}$

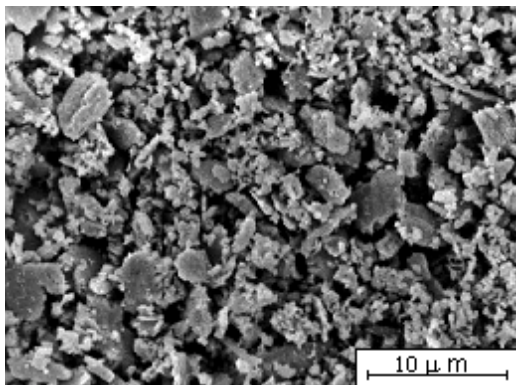


(c) SN/SN,  $T=22^{\circ}\text{C}$ ;  $v=0.5\text{ ms}^{-1}$

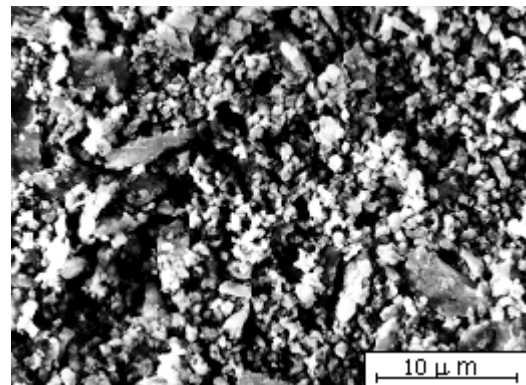


(d) SN/SN,  $T=700^{\circ}\text{C}$ ;  $v=0.5\text{ ms}^{-1}$

Figura 3 - Micrografias das superfícies de desgaste dos pinos cerâmicos após deslizamento sobre ligas ferrosas (a) e (b) e como pares próprios (c) e (d) para diferentes condições de teste (SN - nitreto de silício; TS - aço-ferramenta; FF - ferro fundido).



(a)



(b)

Figura 4 - Morfologia típica dos resíduos de desgaste resultantes de contactos cerâmico/liga metálica (a) e de contactos cerâmico/cerâmico (b).

Para o deslizamento sobre as ligas metálicas a análise química EDS dos resíduos de desgaste revelou sempre a presença de elementos constituintes das duas superfícies em contacto. Porém, enquanto que para o deslizamento à temperatura ambiente os resíduos de desgaste se mostraram essencialmente constituídos por Si, no caso dos testes realizados com aquecimento controlado do disco evidenciaram um pico muito destacado de Fe. Estas observações foram corroboradas pelos estudos de difracção de raios X, cujos espectros dos

resíduos de desgaste resultantes do deslizamento com aquecimento controlado do disco, denotaram a sua natureza cristalina e mostraram serem compostos por hematite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) e magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). No caso dos resíduos de desgaste resultantes dos contactos cerâmico/cerâmico os espectros de difracção de raios X também revelaram a sua natureza cristalina, sendo principalmente constituídos pelas fase  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ . A ausência de picos de  $\text{SiO}_2$  ou de silicatos, ou mesmo a ausência da banda característica da sílica amorfa, indica que não ocorreram fenómenos de oxidação. Este resultado está de acordo com a análise química EDS dos resíduos e das superfícies de desgaste, onde não foram detectados picos de oxigénio.

#### 4. DISCUSSÃO

A velocidade de deslizamento afecta de várias formas o comportamento tribológico das superfícies em contacto. Os aspectos mais sensíveis à variação da velocidade relacionam-se directamente com a temperatura na interface associada ao calor gerado por atrito. Com efeito, o aumento da velocidade conduz necessariamente ao aumento da frequência de eventos dinâmicos (colisões) entre as asperidades das superfícies oponentes, e tem como consequência o agravamento dos fenómenos relacionados com a elevação da temperatura na interface. Por outro lado, a activação destes fenómenos é determinada pelo valor das temperaturas atingidas, quer estas resultem do calor gerado por atrito ou de aquecimento externo. Deste modo, postula-se alguma semelhança no modo como a velocidade de deslizamento e a temperatura de teste podem afectar o comportamento tribológico das superfícies em contacto.

Os resultados obtidos (Figs. 1(a) e 1(b)) evidenciam uma influência bem visível da velocidade de deslizamento e da temperatura de teste no comportamento ao desgaste dos pinos cerâmicos, mas de efeitos muito diversos conforme se trata de pares cerâmico/liga metálica ou de pares cerâmico/cerâmico.

No caso do deslizamento sobre ligas metálicas, esta influência traduziu-se por uma significativa diminuição do coeficiente de desgaste dos pinos com o aumento da velocidade de  $0.5 \text{ ms}^{-1}$  para  $3.5 \text{ ms}^{-1}$  ou com o aumento da temperatura entre  $22^\circ\text{C}$  e  $600^\circ\text{C}$ . As superfícies de desgaste cerâmicas revelaram aspectos morfológicos bem distintos, directamente comparáveis a baixa velocidade ( $v=0.5 \text{ ms}^{-1}$ ) e para velocidades acima dos  $0.5 \text{ ms}^{-1}$ , com os aspectos morfológicos à temperatura ambiente ( $22^\circ\text{C}$ ) e para temperaturas mais elevadas ( $400$  e  $600^\circ\text{C}$ ). Com efeito, para baixa velocidade e à temperatura ambiente, as condições de contacto não favoreceram a formação de camadas de material aderente, encontrando-se as superfícies de desgaste cerâmicas praticamente limpas (Fig. 3(a)). Nestas circunstâncias, a microabrasão foi o mecanismo de desgaste predominante. Por outro lado, tanto para velocidades acima dos  $0.5 \text{ ms}^{-1}$ , como para as temperaturas mais elevadas ( $400^\circ\text{C}$  e  $600^\circ\text{C}$ ), as superfícies de contacto dos pinos, além de evidenciarem desgaste por microabrasão, caracterizaram-se também pela presença de extensas camadas de material aderente (Fig. 3(b)). A formação destas camadas aderentes, cuja natureza oxidada e origem metálica foram confirmadas pela análise química EDS, tendeu a aumentar com a velocidade ou com a temperatura em resultado dos processos de aglomeração e compactação das partículas que as constituem (Childs & Mimaroglu, 1993; Esposito *et al.*, 1992). O comportamento observado para o desgaste dos cerâmicos face à velocidade de deslizamento e, por consequência, face à temperatura, tem sido referido por diversos autores para contactos cerâmico/metal (Lee & Kim, 1994; Wani *et al.*, 1993) e é essencialmente atribuído à influência do calor gerado na interface. Atendendo a que as condições de teste para as quais se obtiveram valores mais baixos de  $K$  corresponderam à formação de superfícies de desgaste cerâmicas morfológicamente equivalentes, cuja característica principal foi a existência de camadas extensas de material aderente, pode concluir-se que foram estas tribocamadas protectoras de terceiros corpos que determinaram a



diminuição do desgaste para as velocidades e temperaturas mais elevadas. Estas camadas aderentes, com origem no desgaste da superfície metálica oponente, terão assim impedido o contacto directo cerâmico/metal e contribuído para a redução das tensões locais no substrato cerâmico (Blomberg *et al.*, 1993; He *et al.*, 1995).

A natureza da liga metálica oponente afectou também o desgaste dos pinos cerâmicos, mas apenas para o deslizamento a velocidades moderadas ( $0.5 \leq v \leq 2.0 \text{ ms}^{-1}$ ) e à temperatura ambiente, onde  $K$  foi mais elevado na situação de contacto cerâmico/FF (Fig. 1(a)). Uma vez que o desgaste dos cerâmicos é sensível à topografia da superfície oponente, aumentando com a rugosidade desta (Lancaster *et al.*, 1992), o comportamento observado deve-se à intensificação das solicitações mecânicas induzidas topograficamente pela superfície em ferro fundido. De facto, as mesmas condições de polimento a que se submeteram os discos de aço e ferro fundido antes da realização dos testes resultaram numa rugosidade superficial superior para o ferro fundido em consequência do efeito topográfico da grafite lamelar. Este efeito permaneceu durante o deslizamento a baixa velocidade e à temperatura ambiente, sendo ainda visível após a realização dos testes. O mesmo já não se verificou com o aumento da velocidade ou da temperatura de teste devido à sobreposição da deformação plástica ocorrida nas superfícies de desgaste metálicas, que assim favoreceu a dissipação de energia na zona do contacto, reduzindo a fractura frágil no cerâmico e, por consequência, o desgaste (Wayne & Buljan, 1987). O coeficiente de atrito foi mais baixo para o deslizamento sobre ferro fundido do que para o deslizamento sobre aço (Figs. 2(a) e 2(b)), caracterizando-se por uma ligeira diminuição para as velocidades mais elevadas (Fig. 2(a)). Este comportamento reflecte o efeito de lubrificação sólida proporcionado pela grafite existente no ferro fundido (Fang *et al.*, 1994) e a perda de resistência mecânica da liga metálica envolvida no contacto, inferior no caso do ferro fundido (Chen *et al.*, 1991).

Quando em deslizamento como pares próprios, os pinos cerâmicos evidenciaram um comportamento ao desgaste muito distinto do observado na situação de contacto cerâmico/liga metálica. Com efeito, apesar da aproximação aos valores de  $K$  obtidos a baixa velocidade ( $v=0.5 \text{ ms}^{-1}$ ) e à temperatura ambiente no caso do deslizamento sobre aço, a condição de contacto cerâmico/cerâmico traduziu-se por um incremento muito acentuado do desgaste com o aumento da velocidade e de uma forma ainda mais drástica com o aumento da temperatura de teste (Figs. 1(a) e 1(b)). A fissuração acentuada das superfícies associada à produção de partículas de resíduos de desgaste submicrométricas (Fig. 3(d)) mostra que a microfractura foi o mecanismo de danificação superficial predominante. Para as condições de deslizamento adoptadas, a carga normal ( $W=5\text{N}$ ) terá ultrapassado o limiar de carga crítica para ocorrência de cedência mecânica por fractura frágil no cerâmico. De acordo com os mecanismos de desgaste usualmente referidos para os materiais à base de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (Skopp *et al.*, 1995; Dong & Jahanmir, 1993; Gueroult & Cherif, 1994), as fissuras nucleadas subsuperficialmente propagam-se num modo misto trans/intergranular, assistidas pelo efeito de fadiga, dando origem a delaminações e fragmentações à escala submicrométrica. O agravamento acentuado do desgaste com o aumento da velocidade de deslizamento ou com o aumento da temperatura (Figs. 1(a) e 1(b)) atribui-se à degradação das propriedades mecânicas do  $\text{Si}_3\text{N}_4$  na ausência de camadas protectoras de terceiros corpos aderentes. A resistência mecânica dos cerâmicos de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  diminui drasticamente para temperaturas na ordem de  $1000^\circ\text{C}$  onde os processos de fluência controlados por difusão se tornam activos (Silva & Vieira, 1995). Para temperaturas inferiores, a degradação mecânica deve-se à activação térmica do crescimento subcrítico das fissuras, sendo mais moderada (Quin, 1990). Os elevados valores de  $K$  obtidos para  $v=2.0 \text{ ms}^{-1}$  e para  $T>400^\circ\text{C}$  (Figs. 1(a) e 1(b)), mostram que o desgaste dos cerâmicos foi determinado pelo primeiro destes regimes assistido pelas elevadas temperaturas locais desenvolvidas nos



contactos directos entre as asperidades por efeito de aquecimento por atrito. Cálculos de temperatura local superiores a 1200°C (Gomes *et al.*, 1999) corroboram esta afirmação.

## 5. CONCLUSÕES

O comportamento ao desgaste dos cerâmicos de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> foi bastante afectado pelas condições de deslizamento e pela natureza da superfície oponente, tendo sido identificados como mecanismos de desgaste predominantes a microabrasão e a fissuração superficial.

No deslizamento sobre ligas ferrosas, o desgaste diminuiu significativamente com o aumento da velocidade ou da temperatura de teste em resultado da formação de tribocamadas protectoras de resíduos de desgaste aderentes às superfícies cerâmicas. Para velocidades moderadas ( $0.5 \leq v \leq 2.0 \text{ ms}^{-1}$ ) e à temperatura ambiente, o desgaste dos cerâmicos foi mais elevado no deslizamento sobre ferro fundido do que no deslizamento sobre aço devido ao aumento das solicitações mecânicas induzidas pela rugosidade superficial associada à remoção da grafite lamelar. O coeficiente de atrito foi mais baixo para o deslizamento sobre ferro fundido, reflectindo o efeito de lubrificação sólida proporcionado pela grafite.

Para os contactos cerâmico/cerâmico, o desgaste aumentou bastante com a velocidade e com a temperatura de teste em resultado da intensificação do mecanismo de fissuração superficial e da ausência de tribocamadas protectoras de resíduos de desgaste aderentes.

## REFERÊNCIAS

- Ajayi, O.O., 1989, Mechanisms of wear in structural ceramic materials, Ph.D. Thesis, University of Michigan, Ann Arbor, MI, USA.
- Blomberg, A., Hogmark, S. & Lu, J., 1993, An electron microscopy study of worn ceramic surfaces, *Tribol. Int.*, vol. 26, n. 6, pp. 369-381.
- Blomberg, A., Olsson, M., Brathall, J. & Hogmark, S., 1990, Characterization of surface films formed on ceramics during dry sliding contact, *Proc. Int. Tribol. Conf.*, Brisbane, pp. 79-84.
- Chen, Z., Cuneo, J.C., Mecholsky, J.J. & Hu, S., 1996, Damage processes in Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> bearing material under contact loading, *Wear*, vol. 198, pp. 197-207.
- Chen, Y.M., Rigaut, B. & Armanet, F., 1991, Friction and wear of alumina ceramics at high sliding speed, *Lubric. Eng.*, vol. 47, n. 7, pp. 531-537.
- Childs, T.H.C. & Mimaroglu, A., 1993, Sliding friction and wear up to 600°C of high speed steels and silicon nitrides for gas turbine bearings, *Wear*, vol. 162-164, pp. 890-896.
- Dong, X. & Jahanmir, S., 1993, Wear transition diagram for silicon nitride, *Wear*, vol. 165, pp. 169-180.
- Enomoto, Y., 1995, Ceramic tribology in Japan, *Tribol. Int.*, vol. 28, n. 1, pp. 1-6.
- Esposito, L., Tucci, A., Solomah, A.G. & Palmonari, C., 1992, Effects of temperature and sliding velocity on the dry tribological characteristics of high purity, high density polycrystalline aluminium oxides, *Wear*, vol. 153, pp. 351-360.
- Fang, L., Gao, Y., Zhou, L. & Li, P., 1994, Unlubricated sliding wear of ceramics against graphitized cast irons, *Wear*, vol. 171, pp. 129-134.
- Fischer, T.E., Liang, H. & Mullins, W.M., 1989, Tribochemical lubricious oxides on silicon nitride, *Materials Research Society Symp. Proc.*, vol. 140, pp. 339-342.
- Godet, M., 1990, Third-bodies in tribology, *Wear*, vol. 136, pp. 29-45.
- Gomes, J.R., Osendi, M.I., Miranzo, P., Oliveira, F.J. & Silva, R.F., 1999, Tribological characteristics of self-mated couples of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-SiC composites in the range 22°C-700°C, aceite para publicação na revista *Wear*.

- Gueroult, B. & Cherif, K., 1994, State of the art review on friction and wear mechanisms of ceramics, J. Canadian Ceram Soc., vol. 63, n. 2, pp. 132-142.
- He, Y.J., Winnubst, A.J., Schipper, D.J., Bakker, P.M., Burggraaf, A.J. & Verweij, H., 1995, Friction and wear behaviour of ceramic-hardened steel couples under reciprocating sliding motion, Wear, vol. 184, pp. 33-43.
- Kalin, M., Vizintin, J., Novak, S. & Drazic, G., 1997, Wear mechanisms in oil-lubricated and dry fretting of silicon nitride against bearing steel contacts, Wear, vol. 120, pp. 27-38.
- Kato, K., 1990, Tribology of ceramics, Wear, vol. 136, pp. 117-133.
- Lancaster, J.K., Mashal, Y.A.-H. & Atkins, A.G., 1992, The role of water in the wear of ceramics, J. Phys. D: Appl. Phys., vol 25, pp. A205-A211.
- Lee, K.H. & Kim, K.W., 1994, Effects of humidity and sliding speed on the wear properties of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ceramics, Mater. Sci. Eng., vol. A186, pp. 185-191.
- Quin, G.D., 1990, Fracture mechanism maps for advanced structural ceramics. Part 1. Methodology and hot-pressed silicon nitride results, J. Mat. Sci., vol. 25, pp. 4361-4376.
- Rigaut, B., Chen, Y.M. & Chely, J.S., 1994, Wear behavior of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  and CBN cutting tool materials at high sliding speed, Lubric. Eng., vol. 50, n. 6, pp. 485-489.
- Silva, R.F. & Vieira, J.M., 1995, Hot hardness of  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -based materials, J. Mat. Sci., vol. 30, pp. 5531-5536.
- Skopp, A., Woydt, M. & Habig, K.-H., 1995, Tribological behavior of silicon nitride materials under unlubricated sliding between 22°C and 1000°C, Wear, vol. 181-183, pp. 571-580.
- Sliney, E. & DellaCorte, C., 1994, The friction and wear of ceramic/ceramic and ceramic/metal combinations in sliding contact, Lubric. Eng., vol. 50, n.7, pp. 571-576.
- Wani, J.M.F., Mukerji, J. Prakash, B. & Bandopadhyay, S., 1993, Friction and wear behavior of hot-pressed SiAlON-steel ball tribopair under reciprocating sliding conditions, Am. Ceram. Soc. Bull., vol. 72, n. 9, pp. 82-87.
- Wayne, S.F. & Buljan, S.T., 1987, Friction and wear of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ceramic/metal couples in dynamic contact, Internal Rept., GTE Laboratories Inc.
- Zum Gahr, K.H., 1989, Sliding wear of ceramic-ceramic, ceramic-steel and steel-steel pairs in lubricated and unlubricated contact, Wear, vol. 133, pp. 1-21.

### **TRIBOLOGICAL BEHAVIOUR OF SILICON NITRIDE CERAMICS: INFLUENCE OF SLIDING CONDITIONS AND NATURE OF THE OPPOSING SURFACE**

**Abstract:** *In this work the tribological behaviour of silicon nitride ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) in sliding as self-mated couples and against iron alloys (steel and cast iron) as been characterized. Unlubricated tests were carried out in a pin-on-disc tribometer, at different conditions of sliding speed ( $0,5 \leq v \leq 3,5 \text{ ms}^{-1}$ ) and temperature ( $22^\circ\text{C} \leq T \leq 700^\circ\text{C}$ ). Normal load was kept constant ( $W=5 \text{ N}$ ). In sliding against iron alloys the wear coefficient of the ceramic decreased from values over  $10^{-5} \text{ mm}^3\text{N}^{-1}\text{m}^{-1}$  to near  $10^{-6} \text{ mm}^3\text{N}^{-1}\text{m}^{-1}$ , as sliding speed varied from  $0,5 \text{ ms}^{-1}$  to  $3,5 \text{ ms}^{-1}$  or temperature from  $22^\circ\text{C}$  to  $600^\circ\text{C}$ . This behaviour has been attributed to the protective action of adherent layers of wear debris which prevent direct ceramic/metal contact, thus reducing local stresses in the ceramic substrate. The prevailing wear mechanism is microabrasion. In sliding as self-mated couples, wear coefficients in the range  $10^{-6} \text{ mm}^3\text{N}^{-1}\text{m}^{-1}$  to  $10^{-3} \text{ mm}^3\text{N}^{-1}\text{m}^{-1}$  were obtained as a consequence of the occurrence of a severe wear mode controlled by surface cracking. Distinctly from ceramic/iron alloy contacts, wear increases as sliding speed or temperature increases, due to both thermally activated microcracking and the lack of third body protection.*

**Keywords:** *Wear, Friction, Ceramics, Silicon nitride, Iron alloys*