



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CAMPUS FLORIANÓPOLIS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA

João Marcos Warmling Dudy

**CARACTERIZAÇÃO DA ESTRUTURA E COMPORTAMENTO
TRIBOLÓGICO DE BLENDA DE POLI(ARIL ÉTER CETONA) COM
POLI(TETRAFLUORETILENO)**

Florianópolis

2021

João Marcos Warmling Dudy

**CARACTERIZAÇÃO DA ESTRUTURA E COMPORTAMENTO
TRIBOLÓGICO DE BLENDA DE POLI(ARIL ÉTER CETONA) COM
POLI(TETRAFLUORETILENO)**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina como requisito parcial para a obtenção do grau de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Guilherme Mariz de Oliveira Barra

Coorientador: Prof. Dr. José Daniel Biasoli de Mello

Florianópolis

2021

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Dudy, João Marcos Warmling Dudy
CARACTERIZAÇÃO DA ESTRUTURA E COMPORTAMENTO
TRIBOLÓGICO DE BLENDA DE POLI(ARIL ÉTER CETONA) COM
POLI(TETRAFLUORETILENO) / João Marcos Warmling Dudy Dudy ;
orientador, Guilherme Mariz de Oliveira Barra Mariz de
Oliveira Barra, coorientador, José Daniel Biasoli de Mello
Biasoli de Mello, 2021.
135 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa
Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em
Ciência e Engenharia de Materiais, Florianópolis, 2021.

Inclui referências.

1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2. Blandas
poliméricas. 3. Tribologia de Polímeros. 4. POLI(ARIL ÉTER
CETONA) (PAEK). 5. POLI(TETRAFLUORETILENO) (PTFE). I.
Mariz de Oliveira Barra, Guilherme Mariz de Oliveira
Barra. II. Biasoli de Mello, José Daniel Biasoli de Mello.
III. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de
Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. IV.
Título.

João Marcos Warmling Dudy

**CARACTERIZAÇÃO DA ESTRUTURA E COMPORTAMENTO
TRIBOLÓGICO DE BLENDA DE POLI(ARIL ÉTER CETONA) COM
POLI(TETRAFLUORETILENO)**

O presente trabalho em nível de mestrado foi avaliado e aprovado por banca examinadora composta pelos seguintes membros:

Prof^a. Dr^a. Eng^a. Claudia Merlini

Instituição: Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Dr. Eng. Carlos Henrique da Silva

Instituição: Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Certificamos que esta é a **versão original e final** do trabalho de conclusão que foi julgado adequado para obtenção do título de mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Prof. Dr. Eng. João Batista Rodrigues Neto
Coordenador do Curso de Pós-Graduação

Prof. Dr. Guilherme Mariz de Oliveira Barra
Orientador

Florianópolis, 2021.

Dedico esse trabalho às mentes realmente empreendedoras, que assumem riscos todos os dias para que condições melhores de vida sejam possíveis para todos.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a meus pais por sempre incentivarem minha formação científica tecnológica e demais iniciativas. Exemplos ensinam muito mais que palavras, e os deles com certeza sempre me guiarão, é de onde tiro garra e vontade de avançar e vencer todos os dias.

À minha companheira, Bruna, agradeço muito pelo incentivo, convívio e principalmente pela paciência, visto que os dias nos quais os reflexos de jornadas exaustivas chegaram na vida dela não foram poucos. Cresceremos ainda muito juntos, atingindo meta a meta, e principalmente, sempre mirando em nossa felicidade.

Agradeço ao LABMAT – Laboratório de Materiais da Universidade federal de Santa Catarina, minha casa durante mais de 5 anos de graduação e mestrado, onde aprendi muito pessoal e profissionalmente junto aos profissionais que formam sua equipe. Nomes como Gustavo Paz, Guilherme Mônico, Sewin Horita, Diego Salvaro, Guilherme Neves, Frederico Pereira, Antônio Itamar, Renan Giacomelli, Leandro Evangelista, Paulo Souza, Felipe Darabas, Igor Galvão, Bernardo Sena, Gustavo Lau, Maurício Baesso, Gabriel Borges, Anderson Onofre entre muitos outros não auxiliaram apenas esse trabalho, mas também a minha formação como pessoa durante esse período. À vocês, hoje amigos próximos, o meu muito obrigado. O meu agradecimento é também ao corpo de professores do Laboratório: Guilherme Barra, Daniel Biasoli, Cristiano Binder e João Rodrigues pela confiança, sempre acreditando no meu modo de trabalho e guiando os desenvolvimentos científicos relacionados.

Agradeço também ao time de Polímeros e ao Grupo de Gestão de Informação – GGI do LABMAT e seus integrantes (muitos durante esse período!), grupos com o quais realizei inúmeras pesquisas, serviços e projetos de engenharia, e tive a felicidade de ser líder. Esses foram fundamentais na minha formação como engenheiro e gestor de projetos. Em especial, agradeço às engenheiras Fabiana Palheta e Julia Baasch que auxiliaram a realização dessa pesquisa em específico e contribuíram para que esse trabalho fosse possível.

Às equipes de colaboradores e sócios das empresas Elint Tech e Grund consultoria, empresas criadas durante o período de construção desse trabalho, agradeço por me ensinarem tanto sobre os mais variados assuntos todos os dias. A conclusão desse trabalho também faz parte de um aprendizado constante para crescermos cada vez mais juntos.

E por fim, um agradecimento à doadora dos materiais utilizados durante essa pesquisa, Empresa Solvay Rhodia, e ao seu colaborador Adriano Gonçalves, que foi fundamental nessa iniciativa.

Bleib immer wer du bist.

(Deutsches Sprichwort)

RESUMO

Nos últimos anos, polímeros especiais estão sendo utilizados de forma crescente em aplicações de engenharia com requisitos tribológicos como buchas, mancais, cames e engrenagens. São exemplos empregados os polímeros poli(tetrafluoretileno) (PTFE), poli(imidas) PIs, poli(amida-imida) PAI, poli(éter-imida) PEI, poli(éter-sulfona) PES, e os homólogos poli(éter-cetona) PEK, poli(éter-éter-cetona) PEEK e poli(aril-éter-cetona) PAEK. O crescente desenvolvimento de componentes poliméricos deve-se às propriedades únicas que oferecem de auto lubrificação, resistência ao desgaste, ao impacto e a corrosão aliadas a facilidade de fabricação através de moldagem por injeção. Uma opção atrativa para a preservação e aumento da vida útil de componentes com aplicações tribológicas que utilizam os materiais poliméricos como matriz/componente é a utilização de lubrificantes sólido. Além de reduzir custos, esse tipo de lubrificante pode ser a única opção de lubrificação em aplicações especiais, como altas/baixas temperaturas e/ou vácuo. As blendas poliméricas de PAEK com PTFE têm comportamento tribológico satisfatório quando misturas de alta energia são empregadas em seu processamento. Para esses casos, o PTFE tem sua estrutura deformada mecanicamente, fazendo com que seja mais bem disperso e possua melhor interação com o outro componente, levando à lubrificação uniforme da superfície e menores taxas de desgaste. Este trabalho de mestrado visa o entendimento de como os diferentes modos de preparação (mistura comum de baixa energia e mistura de alta energia) e composição (variando de 0% a 30% em massa do lubrificante sólido PTFE) contribuem para uma melhor dispersão e conformação de partículas do lubrificante nas blendas visando melhor desempenho tribológico. Ensaio tribológicos foram realizados sendo a taxa de desgaste e o coeficiente de atrito analisadas para avaliação do desempenho do material. Também se avaliou o formato e composição das tribocamadas, a topografia das superfícies ensaiadas, bem como a estabilidade térmica e termomecânica das blendas produzidas. Para as condições estudadas, as amostras que apresentaram melhor comportamento tribológico foram as misturadas através do método de alta energia e com composição de 15% de PTFE. Essas apresentaram menor coeficiente de atrito e taxa de desgaste, assim como superfícies resultantes mais uniformes e com asperezas mais suavizadas, colaborando para comportamento tribológico superior.

Palavras-chave: blendas, compósitos poliméricos, mistura de alta energia, tribologia de polímeros, PAEK, PTFE, atrito, desgaste.

ABSTRACT

In the recent years, special polymers are being used with increasing frequency in engineering applications with tribological requirements as bushings, bearings, cams and gears. Are examples applied the polymers Poly(tetrafluoroethylene) (PTFE), Poly(imides) PIs, Poly(amideimide) PAI, Poly(etherimide) PEI, Poly(ethersulphone) PES, and the homologues Poly(etherketone) PEK, Poly(etheretherketone) PEEK e Poly(aryletherketone) PAEK. The increasing development of polymeric components is due to their unique properties of self-lubricating, wear, impact and corrosion resistance besides the possibility of fabrication facility through the injection molding process. An attractive option for the preservation and increasing of components useful life of components with tribological applications that use polymeric materials as matrix/component is the use of solid lubricants. In addition to reducing costs, this type of lubricant may be the only lubrication option in special applications, such as low/high temperatures and/or vacuum. The polymeric blends of PAEK with PTFE have their tribological behaviors satisfactory when high-energy mixing is employed on their processing. For these cases, PTFE has its structure mechanically deformed, making its dispersion and interaction with the other component better, leading to uniform surface lubrication and lower wear rates. This master's project aims to evaluate how the different modes of preparation (low energy common mixing and high energy mixing) and composition (varying from 0% to 30% in mass of the solid lubricant PTFE) contribute to a better dispersion and particle conformation of the lubricant in the blends aiming to obtain better tribological performances. Tribological tests were performed, and the variables wear rate and coefficient of friction analyzed for the materials' performance evaluation. Were also analyzed the shape and composition of tribolayers, topography of the tested surfaces, as well as the thermal stability of the produced blends. Among all studied conditions, the specimens that showed the best tribological behavior were the ones mixed using the high-energy method with composition of 15% wt of PTFE. This condition presented the lowest coefficient of friction and wear rate, as well as worn surfaces with a topography more uniform and smoother surface roughness, contributing to a better tribological behavior.

Keywords: blends, polymeric composites, high-energy mixing, polymers tribology, PAEK, PTFE, friction, wear.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Esquema ilustrativo dos modos de deslocamento relativo entre superfícies: (a) rolamento e (b) deslizamento.....	8
Figura 2 - Deslizamento relativo entre dois sólidos perfeitos (a), deslizamento relativo de dois sólidos com espaçamento diferente de átomos na superfície (b), e deslizamento real relativo com átomos contaminantes na superfície (c).....	9
Figura 3 - Regiões que contribuem para o atrito de materiais poliméricos	10
Figura 4 - Classificação de polímeros e suas características	11
Figura 5 - Estrutura química e sua relação com T_g e T_m de polímeros especiais	12
Figura 6 - Unidade de repetição (Mero) do poli(tetrafluoretileno).....	14
Figura 7 - Temperaturas de fusão e temperatura de transição vítrea de PAEKs em função da razão entre grupos éteres e cetonas (a) e estrutura molecular de PAEKs.....	16
Figura 8 - Estrutura de ligação de fibrilas de PTFE a partícula de PEEK coalescida	19
Figura 9 - Desenho esquemático do processo executado pelo moinho planetário de esferas	20
Figura 10 - Fluxo de processos da pesquisa	21
Figura 11 - Estrutura alvo para as blendas.....	23
Figura 12 - Processamento de dados para visualização de topografia e desgaste da pista ensaiada (a) e extração de área de seção transversal média desgastada da pista para cálculo da taxa de desgaste (b).....	28
Figura 13 - Processamento de dados para visualização de topografia e desgaste de cilindro ensaiado (a-b) e extração de área de seção transversal média modificada do cilindro (c)	28
Figura 14 - Imagens obtidas por MEV das amostras: (a-b) matéria prima PAEK, (c-d) pós misturados em misturador Y com composição Y30, (e-f) pós misturados em misturador de alta energia com composição AE30	32
Figura 15 - EDS das misturas realizadas: (a-b) pós misturados em misturador Y com composição Y30, (c-d) pós misturados em misturador de alta energia com composição AE30	33

Figura 16 - Análise de tamanho de partícula das misturas realizadas: (a) matéria prima PTFE, (b) matéria prima PAEK, (c) Y02, (d) AE02, (e) Y05, (f) AE05, (g) Y15, (h) AE15, (i) Y30, (j) AE30.....	35
Figura 17 - MEV das superfícies fraturadas das amostras compactadas: (a-b) PAEK, (c-d) Y30, (e-f) AE30	38
Figura 18 - EDS das superfícies fraturadas das amostras confeccionadas: (a-b) condição Y30, (c-d) condição AE30	39
Figura 19 - Comportamento do fluxo de calor durante o aquecimento e resfriamento do PTFE	40
Figura 20 - Comportamento do fluxo de calor durante o primeiro aquecimento.....	41
Figura 21 - Grau de cristalinidade para o primeiro aquecimento.....	42
Figura 22 - Grau de cristalinidade real das blendas, aumento de grau de cristalinidade esperado devido ao maior grau de cristalinidade do PTFE, e grau de cristalinidade esperado para a blendas.....	43
Figura 23 - Comportamento do fluxo de calor durante o resfriamento.....	44
Figura 24 - Comportamento do fluxo de calor durante o segundo aquecimento	45
Figura 25 - Grau de cristalinidade para o segundo aquecimento	46
Figura 26 - Coeficiente de atrito em ensaio de regime escalonado (7-98N) para as amostras PAEK, Y30 e AE30	48
Figura 27 - Pistas de deslizamento ensaiadas e seção transversal dessas evidenciando o volume desgastado para as amostras: (a-b) PAEK, (c-d) Y30 e (e-f) AE30.....	49
Figura 28 - Resultados dos ensaios tribológicos com regime de carga escalonada: (a) Volume de pista desgastado, (b) Coeficiente de atrito médio.....	50
Figura 29 - Comportamento do coeficiente de atrito durante ensaio em regime de carga normal constante da condição PAEK.....	51
Figura 30 - Comportamento do coeficiente de atrito durante ensaio em regime de carga normal constante das condições Y02 (a) e AE02 (b)	53
Figura 31 - Comportamento do coeficiente de atrito durante ensaio em regime de carga normal constante das condições Y05 (a) e AE05 (b)	54

Figura 32 - Comportamento do coeficiente de atrito durante ensaio em regime de carga normal constante das condições Y15 (a) e AE15 (b)	55
Figura 33 - Comportamento do coeficiente de atrito durante ensaio em regime de carga normal constante das condições Y30 (a) e AE30 (b)	56
Figura 34 - Valores Médios de COF.....	57
Figura 35 - MEV e EDS das pistas das amostras que apresentaram diferenças: (a, b, c) 07Y02 e (d, e, f) 04Y02.....	58
Figura 36 - MEV e EDS das pistas das amostras que apresentaram diferenças: (a, b, c) 06AE02 e (d, e, f) 04AE02	59
Figura 37 - MEV e EDS das pistas das amostras que apresentaram diferenças: (a, b, c) 04Y05 e (d, e, f) 01Y05.....	60
Figura 38 - MEV e EDS das pistas das amostras que apresentaram diferenças: (a, b, c) 03AE05 e (d, e, f) 07AE05	61
Figura 39 - Seção transversal de uma amostra para cada condição ensaiada: (a) PAEK, (b) Y02, (c) AE02, (d) Y05, (e) AE05, (f) Y15, (g) AE15, (h) Y30, (i) AE30.....	62
Figura 40 - Debris analisados em MEV da amostra PAEK.....	63
Figura 41 - Debris analisados em MEV/EDS da amostra Y30	64
Figura 42 - Debris analisados em MEV/EDS da amostra AE30	65
Figura 43 - Taxa de desgaste média para as amostras ensaiadas em regime de carga normal constante	67
Figura 44 - Topografia de superfície dos cilindros ensaiados: (a-b) PAEK, (c-d) Y02, (e-f) AE02	69
Figura 45 - Topografia de superfície dos cilindros ensaiados: (a-b) Y05, (c-d) AE05, (e-f) Y15, (f-g) AE15.....	70
Figura 46 - Topografia de superfície dos cilindros ensaiados: (a-b) Y30, (c-d) AE30	71
Figura 47 - Topografia de superfície das amostras ensaiadas: (a-b) PAEK, (c-d) Y02, (e-f) AE02	72
Figura 48 - Topografia de superfície das amostras ensaiadas: (a-b) Y05, (c-d) AE05, (e-f) Y15, (g-h) AE15	74

Figura 49 - Topografia de superfície das amostras ensaiadas: (a-b) Y30, (c-d) AE30.....	75
Figura 50 - Modelo para o surgimento de trincas laterais em pista de deslizamento	76
Figura 51 - Tribocamadas analisadas no MEV para: (a-b) PAEK, (c-d) Y02	77
Figura 52 - Tribocamadas e composições analisadas no MEV/EDS para: (a, b, c, d) Y05, (e, f, g) AE05.....	80
Figura 53 - Tribocamadas e composições analisadas no MEV/EDS para: (a, b, c, d) Y15 e (e, f, g) AE15.....	81
Figura 54 - Tribocamadas e composições analisadas no MEV/EDS para: (a, b, c, d) Y30 e (e, f, g, h) AE30.....	82
Figura 55 - Funções de densidade de amplitude para diferentes valores de Ssk (a) e diferentes valores de Sku (b), e esquema de superfícies com diferentes valores de Sku e Ssk (c).....	95
Figura 56 - Curva de Abbott-Firestone	96
Figura 57 - Parâmetros de topografia de superfície das pistas ensaiadas: (a) A_s - Rugosidade média, (b) S_z - diferença entre as médias dos 5 picos mais altos e 5 vales mais profundos, (c) S_q - Desvio médio quadrático	98
Figura 58 – Parâmetros de topografia de superfície das pistas ensaiadas: (a) S_{ku} - Curtose, (b) S_{sk} - Distorção, (c) S_{vk} - Profundidade de vale reduzida, (d) S_{pk} - Altura de vale reduzida	99
Figura 59 - Parâmetros de topografia de superfície dos cilindros utilizados: (a) S_a - Rugosidade média, (b) S_z - diferença entre as médias dos 5 picos mais altos e 5 vales mais profundos, (c) S_q - Desvio médio quadrático	102
Figura 60 - Parâmetros de topografia de superfície dos cilindros utilizados: (a) S_{ku} - Curtose, (b) S_{sk} - Distorção, (c) S_{vk} - Profundidade de vale reduzida, (d) S_{pk} - Altura de vale reduzida	103

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades da poli(aril éter cetona).....	15
Tabela 2 - Parâmetros de processamento: compactação a quente	24
Tabela 3 - Amostras utilizadas nos ensaios tribológicos em regime de carga constante	27
Tabela 4 - Tamanho de partícula das condições analisadas	36
Tabela 5 - Entalpia de fusão e grau de cristalinidade observados para as blendas durante o primeiro aquecimento	41
Tabela 6 - Entalpia de fusão e grau de cristalinidade observados para as blendas durante o segundo aquecimento.....	45

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

°C	Graus Celsius
AISI	American Iron and Steel Institute
ASTM	American Society for Testing and Materials
C	Carbono
cm	Centímetro
COF	Coefficiente de Atrito
d10	Diâmetro efetivo de 10% do material
d50	Diâmetro efetivo de 50% do material
d90	Diâmetro efetivo de 90% do material
DIN	Deutsches Institut für Normung
DSC	calorimetria diferencial de varredura
EDS	Espectroscopia de raios X por dispersão em energia
<i>et al</i>	E outros autores
F	Flúor
Fe	Ferro
g	Gramma
GPa	Gigapascal
HBN	Nitreto hexagonal de boro
Hz	Hertz
J	Joule
K	Kelvin
K ₀	Taxa de desgaste
Kg	Quilograma
LABMAT	Laboratório de Materiais
m	Metro
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
mm	Milímetro
MPa	Megapascal
N	Newton
N ₂	Nitrogênio
O	Oxigênio
p(z)	Função de densidade de aptitude
PAEK	Poli(aril-éter-cetona)
PAI	Poli(amida-imida)

PEEK	Poli(éter-éter-cetona) PEEK
PEI	Poli(éter-imida)
PEK	Poli(éter-cetona)
PEKK	Poli(éter-cetona-cetona)
PES	Poli(éter-sulfona)
PI	Poli(imida)
PPA	Poliftalamida
PPS	Sulfeto de polifenileno
PTFE	Poli(tetrafluoretileno)
PV	Coefficiente Pressão Velocidade
s	Segundos
Sa	Rugosidade média da superfície
SiC	Carbeto de Silício
Sk	Profundidade de rugosidade do núcleo
Sku	Curtose
Smr1	Faixa de proporção de material onde ocorre a interseção entre os picos mais altos e a rugosidade do perfil do núcleo
Smr2	Faixa de proporção de material onde ocorre a interseção entre os vales mais profundos e a rugosidade do perfil do núcleo
Spk	Altura de pico reduzida, altura média dos picos mais altos acima do perfil de rugosidade do núcleo
Sq	Desvio médio quadrático do perfil a partir da linha média de superfície
Ssk	Assimetria
Svk	Profundidade de vale reduzida, profundidade médias dos vales abaixo do perfil de rugosidade do núcleo
Sz	Diferença entre as médias dos 5 picos mais altos e 5 vales mais profundos
Tg	Temperatura de transição vítrea
Tm	Temperatura de fusão
UFSC	Universidade Federal de Santa Catarina
W	Taxa de desgaste
μ	Coefficiente de Atrito
σ_{esc}	Tensão de escoamento
$\sigma_{máx}$	Tensão máxima de ruptura
ΔH_f	Variação de entalpia
ΔH_f^0	Entalpia de fusão para a fase do material 100% cristalina

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
2	OBJETIVOS	5
2.1	Objetivo geral	5
2.2	Objetivos específicos.....	5
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	7
3.1	Tribologia	7
3.1.1	Atrito	7
3.1.2	Desgaste e taxa de desgaste.....	9
3.2	Tribologia de polímeros	10
3.3	Lubrificação sólida	12
3.4	Poli(tetrafluoretileno)	13
3.5	Poli(aril-éter-cetona) (PAEK)	14
3.6	Uso associado de componentes poliméricos	16
3.7	Mistura de blendas poliméricas	17
3.8	Moagem de alta energia com moinho planetário de esferas.....	19
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	21
4.1	Design experimental.....	21
4.2	Escolha dos materiais	21
4.3	Misturas das blendas.....	22
4.4	Análise dos pós misturados	23
4.5	Análise de tamanho de partícula.....	23
4.6	Processamento	24
4.7	Fractografia.....	24
4.8	Avaliação tribológica.....	25
4.8.1	Ensaio tribológicos em regime escalonado.....	25

4.8.2 Ensaio tribol3gicos em regime de carga constante	26
4.8.3 Topografia e taxa de desgaste	27
4.9 Microscopia eletr3nica de varredura.....	28
4.10 Investiga3o de propriedades termofisicas	29
5 RESULTADOS E DISCUSS3ES	31
5.1 Morfologia dos p3s misturados.....	31
5.2 An3lise de tamanho de part3cula	33
5.3 Fractografia	37
5.4 Comportamento t3rmico	39
5.5 An3lise de regime tribol3gico.....	47
5.6 Ensaio tribol3gicos em regime de carga constante.....	50
5.6.1 Coeficiente de atrito.....	50
5.6.2 Diferen3as de comportamento tribol3gico.....	57
5.6.3 Volume de pista desgastado.....	61
5.6.4 Taxa de desgaste	66
5.6.5 Mecanismos de desgaste.....	71
5.6.6 Tribocamadas.....	76
6 CONCLUS3ES	83
7 SUGEST3ES PARA TRABALHOS FUTUROS	85
8 REFER3NCIAS BIBLIOGR3FICAS.....	87
9 AP3NDICES	93

1 INTRODUÇÃO

Desde o início da revolução industrial, a comunidade científica vem explorando as causas do atrito e desgaste em pares tribológicos, e meios com os quais eles podem ser controlados para reduzir seus impactos no consumo de energia, meio ambiente e durabilidade de componentes (ERDEMIR; HOLMBERG, 2015). A tribologia tem se tornado muito importante tanto do ponto de vista científico como tecnológico, uma vez que na maioria das aplicações de engenharia componentes de diferentes materiais são submetidos ao contato e aos movimentos relativos entre superfícies, podendo resultar em atrito elevado bem como desgaste e degradação dos materiais usados (JOSHI *et al.*, 2017).

Poucos são os materiais que possuem coeficiente de atrito e taxa de desgaste simultaneamente baixos, sendo portanto, necessário a incorporação de uma das duas propriedades em um material base (BURRIS; SAWYER, 2006). Sabe-se que a redução de coeficientes de atrito aumenta a eficiência de sistemas mecânicos, assim como a redução da taxa de desgaste, assegura uma maior confiabilidade e vida útil para componentes (ERDEMIR; HOLMBERG, 2015).

Nos últimos anos, polímeros especiais estão sendo largamente utilizados em componentes com requisitos tribológicos como buchas, mancais, cames e engrenagens em condições secas. O crescente desenvolvimento de componentes poliméricos deve-se às propriedades únicas de auto lubrificação, resistência ao desgaste, ao impacto e a corrosão aliadas a facilidade de fabricação através de moldagem por injeção. As limitações inerentes dessa classe de materiais podem ser contornadas adicionando aditivos para a produção de blendas ou compósitos poliméricos, selecionando o tipo, quantidade, tamanho, forma, e combinando cargas e/ou lubrificantes sólidos com fibras de reforço. Os desenvolvimentos nesse campo tecnológico buscam constantemente diminuir a força de atrito, desgaste e alto limite de condição PV (Pressão Velocidade) (PANDA; BIJWE; PANDEY, 2017a).

A lubrificação sólida é uma alternativa atrativa para o *design* de engenharia, por vários motivos, incluindo simplicidade de processamento, baixos custos, baixa manutenção, limpeza, baixo ruído em trabalho, e capacidade de trabalho em baixa/alta temperatura (BURRIS; SAWYER, 2006; ERDEMIR; HOLMBERG, 2015).

O aumento da consciência ambiental, relacionada a dificuldade de reciclagem e processamento dos termorrígidos, levou a comunidade científica a focar seus esforços no desenvolvimento de compósitos ou blendas de polímeros termoplásticos de alta performance (PICKERING, 2006).

Entre os polímeros termoplásticos de alta performance, como PAEK e PEEK estão ganhando importância à medida que aditivos em escala nano e micro estão incorporados nestes polímeros para a obtenção de compósitos poliméricos (DYSON *et al.*, 2016). Um grande esforço tem sido realizado no desenvolvimento de compósitos poliméricos e blendas contendo PAEK com fibras curtas de carbono e de vidro, assim como lubrificantes como grafite, PTFE, hBN (nitreto hexagonal de boro), entre outros (DYSON *et al.*, 2016) para utilização em aplicações tribológicas.

O PAEK é um polímero de alta rigidez com módulo elástico trativo de 3,9 GPa, semicristalino com cristalinidades citadas em torno de 60%, com propriedade mecânica de tensão de ruptura de 91 MPa, boa estabilidade térmica com temperatura de deflexão térmica de 161°C, excelente resistência química a ácidos sulfúrico, clorídrico, nítrico, e a solventes orgânicos como cetona, etanol e tolueno, além de baixa densidade com valor de 1,32 g/cm³ e resistente a radiação UV com manutenção das propriedades mecânicas previamente citadas (SOLVAY, 2017), o que estende a sua utilização para aplicações especiais como as áreas nuclear, aeroespacial, automobilística e marinha (DYSON *et al.*, 2016). Valores de desgaste e atrito estão sendo significativamente reduzidos para o material devido aos avanços que os compósitos e blendas com esse polímero têm mostrado, e revelam alto potencial como materiais para acoplamentos mecânicos de alta severidade (PANDA; BIJWE; PANDEY, 2017a)

Burris e Sawyer (2006) propuseram que efeitos sinérgicos entre os materiais PEEK e PTFE nas blendas formadas tornam os mecanismos de desgaste menos severos em ambos os constituintes. Em sua forma pura, o PEEK possui boa rigidez estrutural com módulo elástico de 4GPa e resistência máxima a tração de 102 Mpa e boa estabilidade térmica com temperatura de deflexão térmica de 160°C (SOLVAY, 2017). O PTFE é amplamente usado como lubrificante sólido, porém, possui altas taxas de desgaste quando aplicado de forma pura em aplicações tribológicas, em torno de 7,4E⁴ [mm³/Nm] (JONES *et al.*, 2019). A incorporação de cargas no PEEK visa reduzir o coeficiente de atrito, e no caso do PTFE, aumentar a resistência ao desgaste (BURRIS; SAWYER, 2006).

A dispersão homogênea e a distribuição de partículas dos aditivos/componentes com os demais componentes poliméricos são essenciais para que as propriedades mecânicas e tribológicas das blendas sejam melhoradas. Devido ao PAEK ser resistente a grande parte dos solventes químicos empregados em processos industriais e possuir temperatura de fusão mais alta que os polímeros convencionais, a fabricação de compósitos e blendas a partir desse polímero torna-se um desafio tecnológico. Para o processamento e formação de blendas com o material, uma possível saída é processar os polímeros em estado sólido, como misturas mecânicas, o que elimina as limitações térmicas e solubilidade restrita. A técnica de mistura que utiliza o moinho planetário de esferas é um exemplo desse tipo de técnica e é amplamente empregada para a mistura mecânica de metais e cerâmicas (HEDAYATI *et al.*, 2011; ZHANG *et al.*, 2008).

2 OBJETIVOS

Esta dissertação de mestrado tem a finalidade de auxiliar no entendimento de como blendas poliméricas de alto desempenho comportam-se tribologicamente. Pretende-se avaliar como diferentes métodos de preparação e concentração dos polímeros integrantes das blendas afetam sua estrutura e conseqüentemente seu desempenho tribológico.

2.1 Objetivo geral

Esta pesquisa tem o objetivo de avaliar o comportamento tribológico de blendas de PAEK poli(aril éter cetona) e poli(tetrafluoretileno) (PTFE) obtidas por diferentes tipos de mistura e com proporções distintas de lubrificante sólido.

2.2 Objetivos específicos

- Investigar o efeito da técnica de preparação de mistura (em moinho comum com vaso de formato Y ou moinho planetário de esferas) nas propriedades tribológicas (coeficiente de atrito e taxa de desgaste) das blendas de PAEK/PTFE;
- Avaliar a influência da concentração de lubrificante sólido (poli(tetrafluoretileno)) nas propriedades tribológicas das blendas (coeficiente de atrito e taxa de desgaste);
- Determinar o método de mistura e a concentração de lubrificante sólido que levam ao conjunto de melhores resultados tribológicos;
- Entender se ocorrem tribocamadas e se há diferenças nos mecanismos de desgaste nos pares tribológicos testados.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Tribologia

A tribologia é definida como o ramo da ciência e tecnologia referente a superfícies com interação e movimento relativo entre si, e inclui o estudo dos fenômenos de atrito, desgaste, lubrificação, entre outros (JOST, 1966; JOST, 1990; ERDEMIR; HOLMBERG, 2015; HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017a).

Durante as duas últimas décadas, a consciência global e necessidades da sociedade por sistemas de transporte mais eficientes e menos poluentes têm crescido consideravelmente devido a redução das reservas de combustíveis fósseis e medidas governamentais para combater a emissão de gases do efeito estufa (ERDEMIR; HOLMBERG, 2015). Avanços através da pesquisa na área tribológica levam a menores perdas mecânicas por atrito, dissipado em calor ou ruído, e a redução do consumo energético de sistemas, custos de manutenção, substituição de componentes e investimentos para a troca de máquinas e equipamentos (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017a).

Enquanto a redução do atrito se traduz em maior eficiência nos sistemas mecânicos o menor desgaste garante maior confiabilidade e vida útil maior, assim como menores custos de manutenção (ERDEMIR; HOLMBERG, 2015).

Quando duas superfícies se movimentam umas sobre as outras ocorrerá o desgaste de uma ou ambas, geralmente levando a perdas progressivas de material. Na maioria dos casos, o desgaste é prejudicial ao sistema de acoplamento e pode levar a folgas, aumento de liberdade e perda de precisão entre os componentes. Este fenômeno pode levar a aumento de vibração, tensões estruturais e taxas de desgaste excessivas, ou ainda falha por fadiga.

Um método para a redução de forças de atrito e do desgaste é a utilização, de algum modo, de lubrificantes nos pares tribológicos, podendo ser fluidos ou em estado sólido. Em alguns casos, até mesmo os elementos da atmosfera circundante ao sistema podem desempenhar papel lubrificante e devem ser levados em consideração no estudo da interação mecânica (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017a).

3.1.1 Atrito

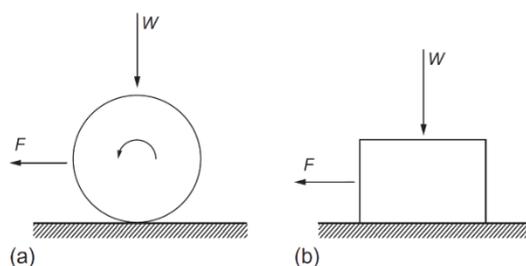
A força conhecida como força de atrito é definida como a resistência encontrada por um corpo quando movido sobre outro. Essa definição contém duas importantes classes de movimento relativo: deslizamento e rolamento, embora ambos não sejam exclusivos

(HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017b; MANG *et al.*, 2010). Como mostrado pela Figura 1, para os dois modos de movimento, uma força tangencial F é necessária para mover o corpo superior sobre o contracorpo estacionário. A razão entre essa força de atrito F e a força normal W é conhecida como coeficiente de atrito, denotado por μ e mostrado na equação (3.1):

$$\mu = \frac{F}{W} \quad (3.1)$$

Atrito por deslizamento é o atrito causado pela interação de duas superfícies que deslizam entre si, sem qualquer rolagem ou giro, movimento representado pelo esquema da Figura 1(b). Já o atrito por rolamento ocorre quando 2 superfícies estão em contato por rolamento, como mostrado na Figura 1(a). Em rolamentos de esferas, por exemplo, o atrito por rolamento pode ocorrer entre as esferas e as pistas, e o atrito por deslizamento entre as esferas e a gaiola. Sendo este último, o mais severo para o sistema.

Figura 1 - Esquema ilustrativo dos modos de deslocamento relativo entre superfícies: (a) rolamento e (b) deslizamento



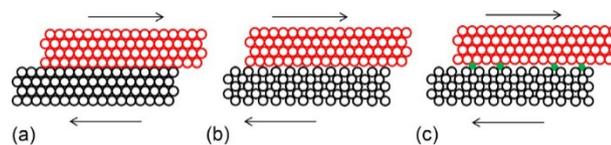
Fonte: adaptado de (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017b)

O trabalho realizado pela força de atrito pode ser transformado em deformação, desgaste e calor (MANG *et al.*, 2010). A intensidade da força é descrita, geralmente, pelo valor do coeficiente de atrito, que varia de pequenos valores, como 0,001 até valores maiores que 10, dependendo do modo de deslocamento relativo e superfícies em contato (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017b).

Pesquisas anteriores, como as de Amontons e de Coulomb, revelaram que a maior contribuição para a força de atrito vem de deformações elásticas e plásticas causadas pela interação das asperezas das duas superfícies de contato. Para que um modelo de atrito seja representativo forças não conservativas devem ser consideradas, cujos mecanismos envolvem deformações plásticas em filmes na superfície ou interior dos materiais. Como resultado, há a geração de vibrações, movimentação de elétrons e no caso de materiais poliméricos, movimentos moleculares (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017b).

Se dois sólidos ideais deslizessem um sobre o outro, como demonstrado na Figura 2 (a), a energia de interação entre os dois planos de contato dos átomos seria periódica e se os átomos fossem idealmente ligados de forma rígida não haveria dissipação de energia. Porém, os átomos não são idealmente ligados e os mais próximos a superfície de interação vibram durante o movimento relativo dos corpos, fazendo com que a energia seja propagada além do contato. Até mesmo uma pequena rotação de um cristal tridimensional em um dos dois corpos deslizando faz com que a interface seja não concordante, como mostrado pela Figura 2 (b). Ainda assim, as superfícies reais de deslizamento diferem das representadas até aqui. Normalmente, como mostrado pela Figura 2 (c), as superfícies não são totalmente limpas e a presença de pequenas moléculas, como as de água ou hidrocarbonetos de cadeia pequena, mudam completamente o comportamento tribológico dos materiais.

Figura 2 - Deslizamento relativo entre dois sólidos perfeitos (a), deslizamento relativo de dois sólidos com espaçamento diferente de átomos na superfície (b), e deslizamento real relativo com átomos contaminantes na superfície (c).



Fonte: adaptado de (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017b)

3.1.2 Desgaste e taxa de desgaste

O termo desgaste é definido como a progressiva perda de material da superfície de um sólido em virtude de causas mecânicas de contato entre corpos (JOST, 1966; MOERS (2002) *apud* MANG *et al.*, 2010). Quando as superfícies em deslizamento são lubrificadas de algum modo, o desgaste que ocorre é chamado de desgaste de deslizamento lubrificado. Assim como em interações sem lubrificação externa, o desgaste que o sistema tribológico sofre é chamado de desgaste de deslizamento seco.

A natureza e taxa do desgaste são controladas pelas tensões e danos mecânicos, efeitos térmicos e reações químicas entre as superfícies em deslizamento e o meio ambiente. Esses pontos, não podem ser tratados de forma independente, visto que a resposta do contato depende de interações complexas entre as superfícies e que podem ainda mudar à medida que o tempo de contato evolui. Portanto, para entendimento do dano causado pelo deslizamento de superfícies, é extremamente importante que as naturezas mecânica e química do contato, e o modo como uma influencia a outra, sejam compreendidas (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017b).

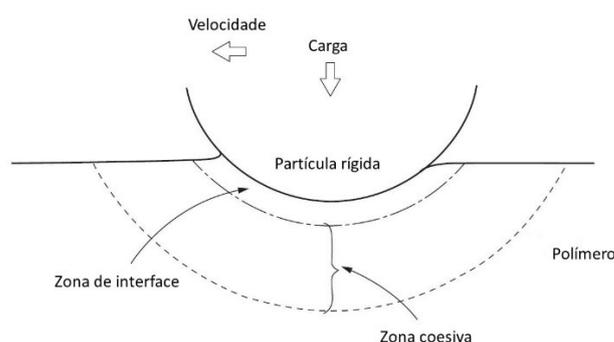
3.2 Tribologia de polímeros

Enquanto metais e cerâmicas raramente são usados em aplicações sem lubrificação, os materiais poliméricos não apenas são usados em aplicações sem lubrificantes como frequentemente, também atuam como lubrificantes sólidos (SAWYER *et al.*, 2014).

O contato entre polímeros ou entre polímero e metal é predominantemente elástico, comportamento fundamentalmente diferente de pares tribológicos metálicos. São exemplos de polímeros que apresentam esse comportamento os polietilenos de baixa e alta densidade, poli(tetrafluoretileno), poliamidas, poli(metacrilato de metil), algumas resinas epóxis e elastômeros, de maneira geral. O segundo ponto particular do comportamento tribológico dos materiais poliméricos é devido a sua estrutura molecular e consequente viscoelasticidade, fazendo com que suas propriedades mecânicas sejam dependentes do tempo de solitação.

O coeficiente de atrito de polímeros, μ , varia com grande sensibilidade em função das variáveis força normal, velocidade de deslizamento e temperatura do ambiente, o que torna o comportamento tribológico ainda mais sistêmico para essa classe de materiais. O atrito pode ser atribuído à duas fontes, deformação, que envolve a dissipação de energia em um grande volume em torno da área de contato, e adesão, que é originada a partir da interface entre corpo e contracorpo (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017b). As duas regiões são mostradas pela Figura 3 e representadas para uma aspereza rígida contra uma superfície polimérica.

Figura 3 - Regiões que contribuem para o atrito de materiais poliméricos

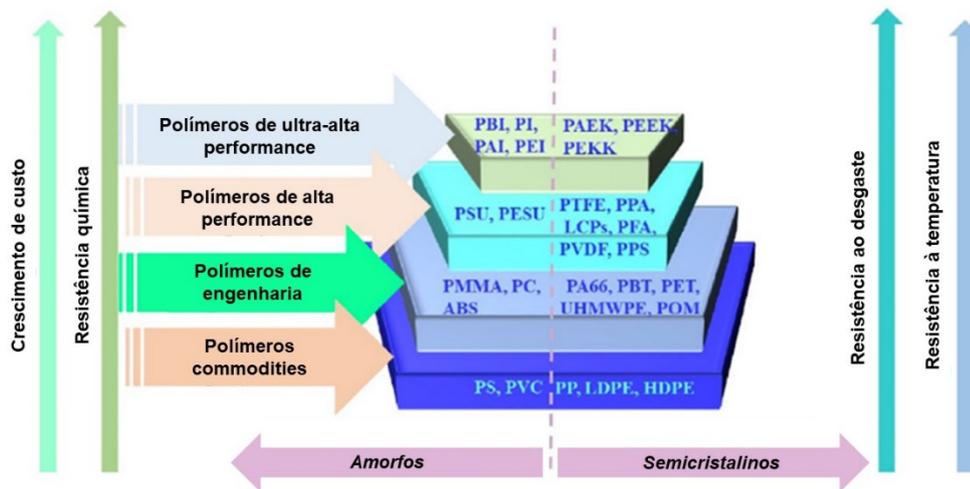


Fonte: adaptado de (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017b)

Em alguns polímeros as propriedades condutividade e expansão térmica podem não ser adequadas para dissipar efetivamente o calor gerado em interfaces de contato, levando as superfícies a fundirem ou degradarem até a falha. Conseqüentemente, materiais poliméricos são usados comumente em condições de menores coeficientes de pressão velocidade (PV), sendo necessário utilizar polímeros especiais de engenharia para que a janela de serviço seja

expandida alcançando condições de operação mais críticas (PADHAN; MARATHE; BIJWE, 2020a). Na Figura 4 são apresentados alguns polímeros e sua classificação por categoria de denominação, aumentando suas propriedades termofísicas e químicas quanto mais superior for a categoria, assim como seu custo.

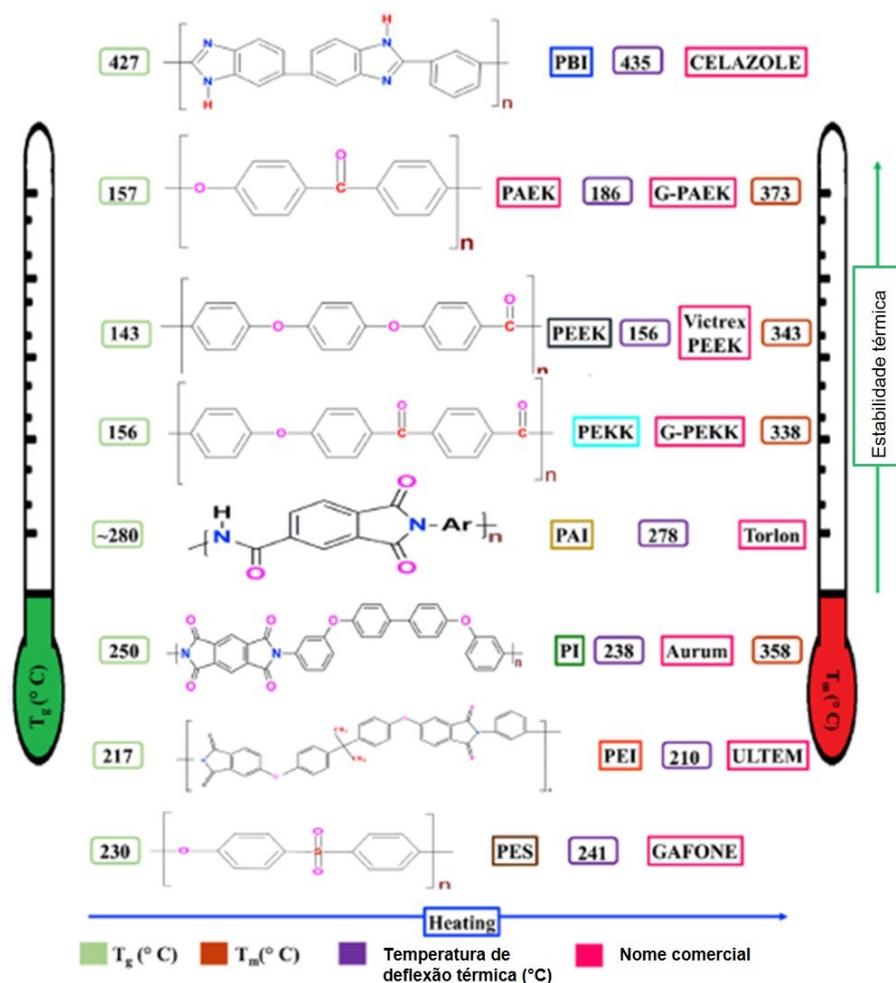
Figura 4 - Classificação de polímeros e suas características



Fonte: adaptado de (PADHAN; MARATHE; BIJWE, 2020)

Geralmente esses requisitos de condições PV altas são endereçados a utilização de polímeros especiais de engenharia como o PTFE, poli(imidas) (PIs), poli(amida-imida) (PAI), poli(éter-imida) (PEI), poli(éter-sulfona) (PES), poli(éter-cetona) (PEK), e seus homólogos como poli(éter-éter-cetona) (PEEK), poli(aril-éter-cetona) (PAEK) e poli(éter-cetona-cetona) (PEKK), etc (PADHAN; MARATHE; BIJWE, 2020a).

Em sua maioria, os polímeros especiais contêm em sua cadeia principal um grupo fenil, o que eleva a rigidez do material, eleva as temperaturas de transição vítrea (T_g) e temperatura de fusão (T_m), conferindo ao polímero melhores propriedades mecânicas e térmicas. Para o PEEK e PAEK, a estrutura simétrica sem grupos anexos leva a graus de cristalinidade mais altos (<30%) quando comparados a demais polímeros. Quando comparados, a presença de um grupo éter a mais no PEEK leva a maior flexibilidade da cadeia polimérica, impactando consequentemente em T_g e T_m mais baixas quando comparadas as temperaturas respectivas do PAEK (PADHAN; MARATHE; BIJWE, 2020a). Tal mudança de propriedades termofísicas em função da estrutura de cadeia dos polímeros pode ser visto na Figura 5 para PEEK e PAEK, e outros polímeros especiais de engenharia.

Figura 5 - Estrutura química e sua relação com T_g e T_m de polímeros especiais

Fonte: adaptado de (PADHAN; MARATHE; BIJWE, 2020)

3.3 Lubrificação sólida

O atrito denominado de seco ocorre quando dois sólidos entram em contato relativo direto, ou seja, sem qualquer elemento interfacial os separando. Caso materiais convencionais sejam utilizados nessa condição, o coeficiente de atrito e a taxa de desgaste ser elevados a ponto de impossibilitar sua aplicação, o que mostra que as tecnologias de lubrificação possuem papel fundamental para eliminar essas condições adversas (MANG *et al.*, 2010).

Materiais em estado sólido que levam a baixos coeficientes de atrito em sistemas tribológicos podem ser usados como lubrificantes substituindo materiais líquidos ou filmes de gases. Um componente de um mancal pode ser composto ou possuir revestimento de lubrificante sólido para produzir um sistema autolubrificante. Mancais desse tipo apresentam redução de custos de manutenção e lubrificação, podendo ainda, ser a única solução possível

para sistemas onde a lubrificação externa pode levar a contaminação, como em equipamentos médicos ou para processamento de alimentos, ou ainda o próprio ambiente é inacessível como em situações quimicamente perigosas, com radiação nuclear, abrasivas ou corrosivas. A lubrificação líquida pode também ser um problema em ambientes de alto vácuo e altas temperaturas, onde ocorre sua evaporação e possível degradação, sendo um exemplos desse caso lubrificantes que devem atuar no espaço (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017e; MANG *et al.*, 2010; LANCASTER, 1973).

Exemplos de lubrificantes sólidos comumente utilizados são grafite, dissulfeto de molibdênio e PTFE, apresentando baixos coeficientes de atrito sob condições apropriadas. O PTFE é o polímero mais amplamente utilizado, principalmente como filme fino em substratos mais rígidos. Outros polímeros como as poliamidas, poli(imidas), acetáis, UHMWPE e PEEK também apresentam propriedades tribológicas interessantes quando deslizados contra contracorpos duros. Estes são geralmente utilizados na forma de compósitos ou blendas como materiais para mancais, e não como lubrificantes (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017c).

3.4 Poli(tetrafluoretileno)

O poli(tetrafluoretileno) (PTFE) faz parte do grupo dos fluoropolímeros ou polímeros fluorados, cuja característica principal é a alta estabilidade química, que permite sua aplicação em meios corrosivos onde outros polímeros convencionais seriam degradados. Tal propriedade resulta da força de ligação dos átomos de flúor e carbono e a proteção quase que total da cadeia de carbono pelos átomos de flúor (JAHIER (1992), BONNET (2004) *apud* (CANTO, 2007)).

O PTFE é provavelmente um dos polímeros mais utilizado em aplicações tribológicas devido às suas excelentes propriedades relacionadas a baixos coeficientes de atrito, e tem mostrado grande capacidade de redução de suas taxas de desgaste (reportadas sendo em torno de $7,4E^{-4}$ [mm³/Nm] (JONES *et al.*, 2019)) via cargas de reforço ou mistura com polímeros de maior rigidez estrutural (SAWYER *et al.*, 2014).

As cadeias poliméricas do PTFE são constituídas pelo monômero $-[CF_2-CF_2]_n-$, mostrado esquematicamente pela Figura 6, e apresentam elevada massa molar, estimada entre 10^7 e 10^8 g mol⁻¹ (CANTO, 2007; SUN *et al.*, 2005).

Figura 6 - Unidade de repetição (Mero) do poli(tetrafluoretileno)



Fonte: adaptado de (DHAS et al., 2017)

Tanaka *et al.* (1973) atribuíram primeiramente a alta taxa de desgaste do PTFE (em torno de $10E^{-3}$ [mm³/Nm].) a sua estrutura de ligação. Blanche e Kennedy (1992) mostraram que isso ocorre apenas acima de velocidades de deslizamento críticas ($8E-3$ m/s (BLANCHET; KENNEDY, 1992)) e determinaram que essa transição ocorre quando a tensão de cisalhamento causada pelo atrito excede a resistência interfacial do material. A solução encontrada para este problema pode ser encontrada em aditivos de reforço efetivos que reduzem o tamanho dos debris e facilitando sua adesão nos contracorpos para formação de filmes de transferência protetivos (SAWYER *et al.*, 2014).

Espera-se que o PTFE, presente em blendas poliméricas, se estabeleça nas superfícies de contato, cobrindo-as com o lubrificante sólido, formando filmes e melhorando as características de atrito e desgaste (BIJWE *et al.*, 2013). Estudos recentes mostraram que fragmentos finos e orientados de PTFE são transferidos durante o deslizamento para os contracorpos e aderem de maneira eficaz, inclusive a partir dos primeiros ciclos de deslizamento. Os filmes criados são atribuídos a quebra de cadeia do PTFE, o que acaba por possibilitar a sua forte adesão e reações triboquímicas. Sendo importante salientar que a criação de tribofilmes na superfície do polímero é de extrema importância para o comportamento tribológico dos materiais (PADHAN; MARATHE; BIJWE, 2020a; SAWYER *et al.*, 2014). (PADHAN; MARATHE; BIJWE, 2020a) O incremento de PTFE leva então a uma redução de seus coeficientes de atrito, e em alguns casos, do desgaste também (BIJWE; SEN; GHOSH, 2005; MCELWAIN *et al.*, 2008).

3.5 Poli(aril-éter-cetona) (PAEK)

O PAEK é um polímero de alta performance que exibe combinação de propriedades físicas, químicas (incluindo estabilidade térmica e termo oxidativa, e resistência a solventes), mecânicas, elétricas, tribológicas, além de biocompatibilidade, sendo aplicado nas indústrias de transporte, médica, automotiva e aeroespacial, nessa frequentemente em módulos estruturais (BIJWE *et al.*, 2013; JOSHI *et al.*, 2017). Na Tabela 1 são mostradas algumas propriedades do PAEK exemplificando as propriedades citadas.

Tabela 1 - Propriedades da poli(aril éter cetona)

Propriedade	Valor	Norma
Tensão Limite de Resistência	91 MPa	ISO 527-2/1A
Módulo Elástico Trativo	3,9 GPa	ISO 527-2/1A
Deformação de Fratura	35 %	ASTM D638
Temperatura de Deflexão Térmica	161 °C	ASTM D648
Temperatura de Transição Vítrea	150 °C	ASTM D3418
Temperatura de Fusão	340 °C	ASTM D3418
Condutividade Térmica	0,22 W/m*K	ASTM E1530
Calor específico (200°C)	1,97 kJ/kg*°C	(DSC)
Cristalinidade (Molde em 150°C)	60 %	(DSC)
Densidade	1,32 g/cm ³	-
Solúvel	Cloreto de Metileno	30 dias imersão
Excelente compatibilidade Química:	Ácido Clorídrico (37%)	30 dias imersão
Excelente compatibilidade Química:	Ácido Nítrico (10 e 30%)	30 dias imersão
Excelente compatibilidade Química:	Ácido Sulfúrico (20 e 50%)	30 dias imersão
Excelente compatibilidade Química:	Hidróxido de Potássio (45%)	30 dias imersão
Excelente compatibilidade Química:	Cetona, Hexano, Etanol	30 dias imersão
Excelente compatibilidade Química:	Acetato de Etila, Tolueno	30 dias imersão
Excelente compatibilidade Química:	Fluido de freio (DOT 3)	30 dias imersão
Excelente compatibilidade Química:	Gasolina e óleo de motor (10W-30)	30 dias imersão
Excelente compatibilidade Química:	Combustível para Jatos	30 dias imersão

Fonte: adaptado de (SOLVAY, 2017)

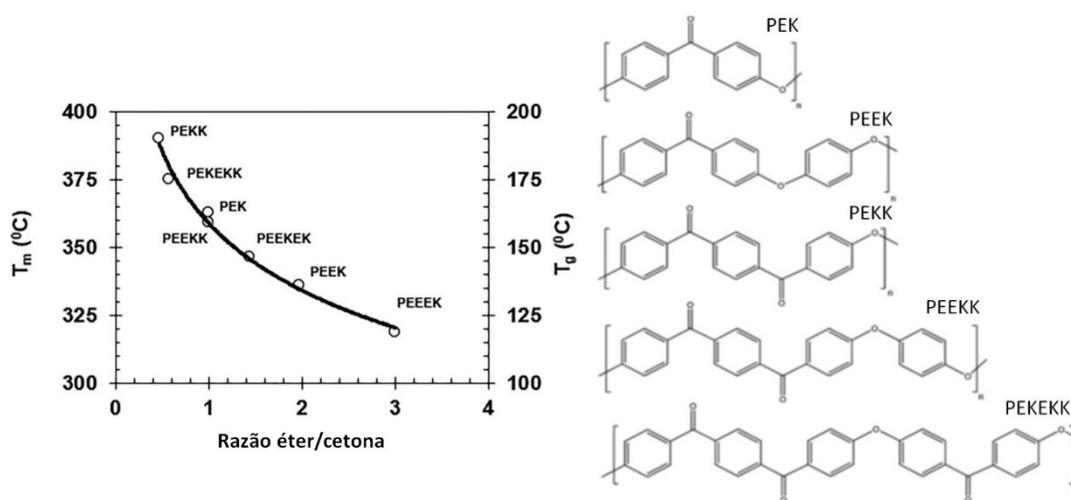
É um dos termoplásticos mais utilizados na área tribológica, sejam puros ou como blendas. Para o material virgem é reportado um coeficiente de atrito alto μ (0,4-0,45) e altas taxas de desgaste K_0 (faixa de 10^{-14} m³/Nm) com valores limite de PV de 5,82 MPa m/s. Já em combinação com fibras e lubrificantes sólidos são considerados ideais para aplicações de engenharia em virtude de sua alta resistência mecânica e módulo elástico, estabilidade térmica e química, e alta resistência ao desgaste. Como compósitos os valores reportados de coeficiente de atrito μ decaem 10 vezes ($\cong 0,04$) e de taxa de desgaste K_0 em torno de 2 vezes ($\cong 3 \times 10^{-16}$ m³/Nm) com elevado limite PV de 97MPa m /s (PANDA; BIJWE; PANDEY, 2019a; BIJWE *et al.*, 2013)

A temperatura de transição vítrea T_g e temperatura de fusão T_m das PAEKs podem ser alteradas em função da razão de grupos éteres em cetonas nas cadeias poliméricas, como mostra a Figura 7a. A parcela correspondente às cetonas apresenta comportamento mais rígido que a parcela dos grupos éteres, fazendo com que a rigidez de cadeia aumente com o aumento do número de grupos cetona, e otimize as propriedades físicas, térmicas e mecânicas (THEILER;

HARSHA; GRADT, 2019). A Figura 7b mostra as diferenças de cadeia entre as diferentes poli(aril éter cetonas) (BIJWE *et al.*, 2013).

Se puro, o PAEK não forma filmes de transferência aderentes, levando ao não preenchimento de sulcos e diminuição de asperezas no material do contracorpo durante o deslizamento relativos das superfícies, e ao desgaste adesivo do material. Nesses casos, o debris removidos na forma de escamas ou lamelas podem ser maiores que 100 μm (JOSHI *et al.*, 2017).

Figura 7 - Temperaturas de fusão e temperatura de transição vítrea de PAEKs em função da razão entre grupos éteres e cetonas (a) e estrutura molecular de PAEKs (b)



Fonte: adaptado de (THEILER; HARSHA; GRADT, 2019) e (BIJWE *et al.*, 2013)

3.6 Uso associado de componentes poliméricos

Compósitos e blendas poliméricas estão sendo usados de forma ainda mais crescente em engrenagens, mancais, gaiolas de rolamentos, deslizantes, pneus, solas de tênis, painéis antiaderentes, pavimentação, próteses humanas, implantes, insertos, adesivos de alta temperatura, pastilhas de freio, entre outros. Casos de maior precisão também são presentes, como peças para turbinas dentárias, buchas para bombas de motores diesel e mancais condutores elétricos (PADHAN; MARATHE; BIJWE, 2020a).

O design para uso associado desses materiais torna-se uma tarefa desafiadora visto que não há regras gerais para a escolha adequada das quantidades e tipos de componentes poliméricos, cargas e fibras de reforços. Esse tipo de projeto, torna-se ainda mais complexo visto que o tamanho das partículas, especialmente quando em nanoescala, é o mais importante aspecto de controle da performance do material. É importante salientar que muitas vezes os

componentes adicionados podem atuar de maneira sinérgica ou antagônica, dependendo de sua composição, forma e tamanho (PANDA; BIJWE; PANDEY, 2019b).

A literatura indica que os pesquisadores especialistas em tribologia de materiais poliméricos têm focado seus esforços para o melhoramento de propriedades de blendas e compósitos mostrando as seguintes tendências (PANDA; BIJWE; PANDEY, 2017b):

- Utilização de polímeros especiais com alta estabilidade térmica, propriedades mecânicas superiores e alta coesão em temperaturas elevadas.
- Seleção eficiente de reforços (carbono, grafite, aramidas, vidro, etc.), fibras (longas ou curtas) ou tramas (de diferentes tecidos); quantidade, razão de aspecto, combinação com outros reforços.
- Utilização de cargas e nano cargas, além de reforços de vários tipos, quantidades, tamanhos e combinações. Partículas de lubrificantes sólidos como PTFE, grafite e MoS₂ são essenciais para compósitos eficientes do ponto de vista tribológico.
- Melhoramento da interface entre componentes poliméricos e cargas e/ou reforços.

A literatura confirma que para atingir a melhor resistência ao desgaste possível uma quantidade ótima de reforço é necessária, podendo levar os materiais a desgaste excessivos se não respeitada (PANDA; BIJWE; PANDEY, 2019b).

As características de atrito e desgaste são extremamente dependentes dos materiais empregadas nas estruturas associadas. Por exemplo, as blendas de PEKK com lubrificantes sólidos apresentam melhor performance de atrito e desgaste em maiores temperaturas, quando comparados a blendas com PEEK. Lubrificantes sólidos, como o PTFE, desenvolvem uma tribocamada na superfície do compósito, e esta é transferida para o contracorpo durante o deslizamento de superfícies. Esta tribocamada formada protege o material contra os desgastes abrasivo e adesivo do polímero com a superfície em contato. (BURRIS; SAWYER, 2006; HARSHA; WÄSCHE, 2018).

3.7 Mistura de blendas poliméricas

Para a mistura de materiais poliméricos existem alguns métodos atualmente disponíveis, sendo alguns exemplos, a mistura em misturador Y, em solução com agitação magnética, *jet-milling*, mistura em moinho planetário e planetário de esferas. Sabe-se que a dispersão e incorporação de componentes poliméricos é extremamente importante para o comportamento

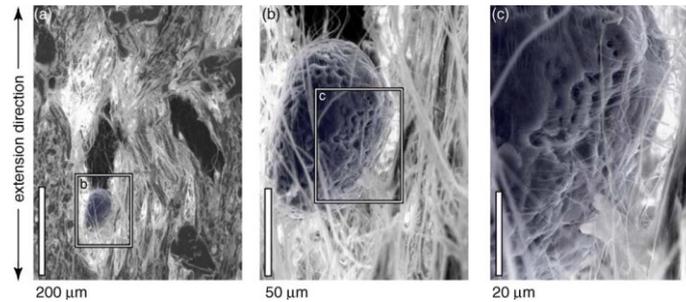
mecânico e tribológico da blenda alvo. Além disso, em alguns casos, a mudança morfológica de materiais poliméricos em função de deformação mecânica, como a diminuição do tamanho e alongamento das partículas, pode ser benéfica para as propriedades da mistura formada, visto que lubrificantes sólidos são materiais de baixa energia de superfície e tendem a reduzir a resistência mecânica das blendas se não incluídos de forma a melhorar sua ligação de interface (PADHAN; MARATHE; BIJWE, 2020b).

Panda, Bijwe e Pandey (2018) misturaram pó de PAEK com MoS₂ e WS₂ em meio de acetona através de misturador magnético. Após secagem em vácuo da mistura, grafite foi incorporado em misturador de facas de alta velocidade em 1200 rpm por 5 minutos. JOSHI e colaboradores (2017) realizaram a mistura dos pós de PAEK e HBN em moinho planetário de esferas. A moagem foi realizada em atmosfera de ar, durante cinco horas e temperatura ambiente. A razão de massa entre esferas e pós foi de 10:1 e velocidade de rotação de 250 rpm. Após 5 horas de moagem de alta energia, todas as partículas de reforço utilizadas por Hedayati *et al.* (2011) foram incorporadas a matriz. Notou-se que as partículas incorporadas a matriz induzem tensões localizadas e acabam por facilitar a redução do tamanho de partícula do polímero utilizado como matriz.

Em concentrações maiores de materiais como o PEEK nas blendas, o número maior de regiões com essa composição leva a mecanismos de desgaste por fratura e ou fadiga. Esse comportamento concorda também com o fato de que quando a concentração de PEEK aumenta, o espaçamento entre os reservatórios de lubrificante como o PTFE é também aumentado, o que pode limitar ou extinguir a lubrificação completa da superfície. O material das regiões desgastadas pode ainda levar a abrasão por terceiros corpos danificando as tribocamadas e formando desgaste por sulcamento na superfície do material (BURRIS; SAWYER, 2006).

No caso de uma blenda de PEEK e PTFE, ou similares, o uso de um método de mistura de alta energia pode impedir ou mitigar os problemas citados relacionados a blenda, possibilitando estruturas que sofram desgastes menos severos. O processamento com alta energia envolvida diminui o tamanho das partículas do PEEK e leva a fibrilação do PTFE. Isso permite a formação de uma microestrutura específica, coalescendo as partículas de PEEK em torno das fibrilas durante a fusão do material. A Figura 8 mostra a ligação em nanoescala entre PEEK em PTFE fibrilado. A partícula de PEEK apresenta várias cavidades e irregularidades, onde as fibrilas parecem entrar durante o processo de coalescência (BURRIS; SAWYER, 2006).

Figura 8 - Estrutura de ligação de fibrilas de PTFE a partícula de PEEK coalescida



Fonte: adaptado de (BURRIS; SAWYER, 2006)

As fibrilas de PTFE possuem viscosidade muito superior as PAEKs, possuindo maior resistência ao movimento quando fundidas e forçando as partículas de PEEK a coalescência entre elas. Essa ligação interfacial é muito importante visto que sem ancoragem adequada, as partículas de carga podem simplesmente se soltar do componente predominante PEEK. O efeito foi verificado na pesquisa de Burris *et al.* 2006, atingindo aumentos de uma até três ordens de grandeza a resistência ao desgaste da blenda quando comparada aos materiais puros, PEEK e PTFE (BURRIS; SAWYER, 2006).

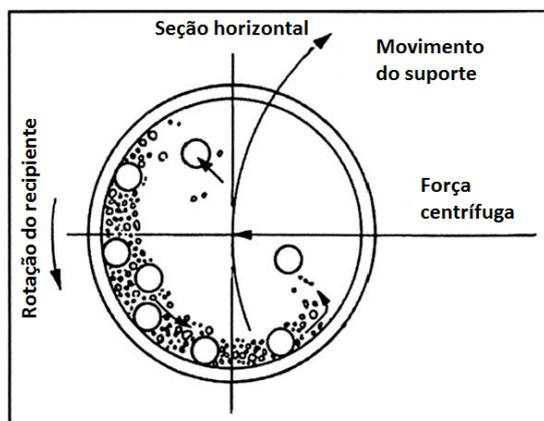
3.8 Moagem de alta energia com moinho planetário de esferas

Diferentemente da mistura de baixa energia, a moagem/mistura de alta energia é uma técnica de processamento de pó no estado sólido que envolve repetidas fusões/soldagens, fraturas e reagrupamento das partículas processadas, permitindo a produção de partículas/misturas homogêneas se esse for o interesse (SURYANARAYANA, 2004).

Analisando a deformação que polímeros termoplásticos podem assumir, acredita-se que o método de mistura de alta energia através do moinho planetário de esferas seja uma rota promissora para a dispersão e redução de partículas em blendas poliméricas (ZHANG *et al.*, 2008).

O moinho que pode ser utilizado para a técnica chama-se moinho planetário, que leva o nome devido aos movimentos que realiza durante o processo de mistura. A Figura 9 mostra o esquema de funcionamento da moagem realizada por esse tipo de equipamento. O recipiente onde o material é localizado e o disco onde este é disposto realizam um movimento de rotação em seus próprios eixos, fazendo com que o material e esferas presentes se atritem e se choquem, consolidando o processo de moagem por deformações plásticas devido a ação alternativa da força centrífuga (SURYANARAYANA, 2004).

Figura 9 - Desenho esquemático do processo executado pelo moinho planetário de esferas



Fonte: adaptado de (ZHANG *et al.*, 2008)

O tempo de moagem diminui com a diminuição da quantidade de energia empregada. É reportado que uma moagem de 20 minutos em um moinho SPEX pode ser equivalente a 20 horas de moagem em um moinho de baixa energia modelo Invicta BX 920/2, por exemplo. Levando em consideração que um moinho planetário de alta energia deva levar a mistura a ter altas velocidades e frequências de impacto, um novo método ou equipamento pode ser desenvolvido para a função. Algumas variáveis que devem ser levadas em consideração para a atividade são (SURYANARAYANA, 2004):

- Tipo do moinho.
- Tipo do recipiente.
- Velocidade de moagem.
- Tempo de moagem.
- Tipo e tamanho dos pós a serem misturados.
- Razão de peso entre pós e esferas.
- Volume vazio do recipiente.
- Atmosfera de moagem.
- Temperatura de moagem.

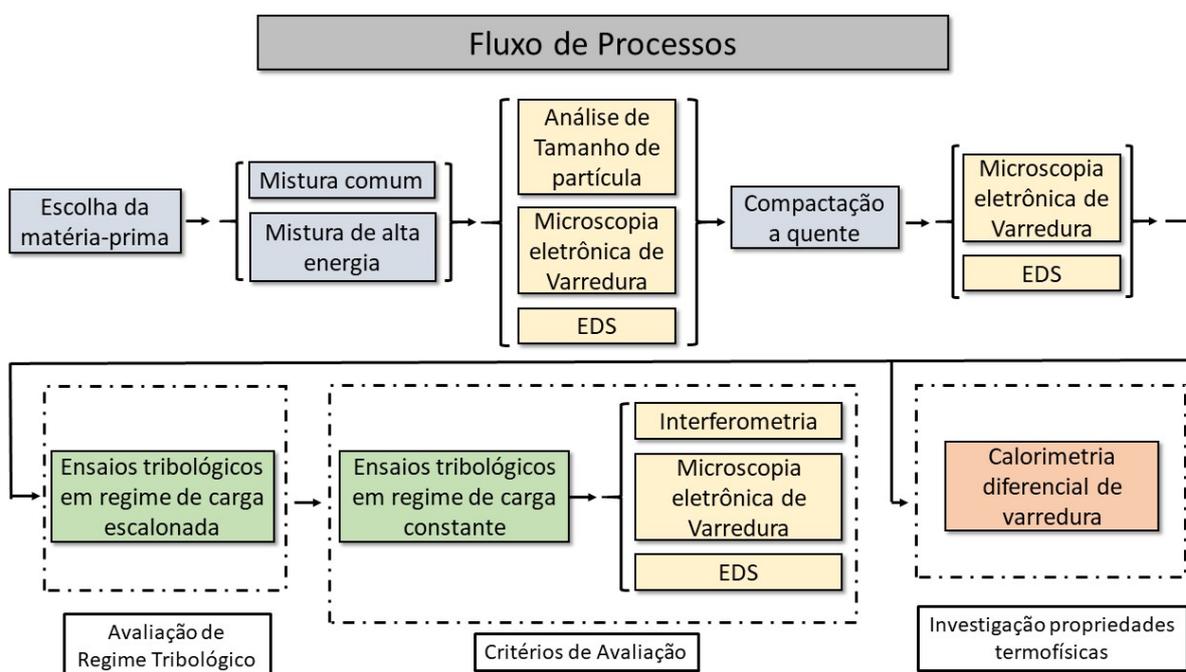
As condições selecionadas para a moagem/mistura dos pós utilizados nesse estudo serão especificados a seguir na seção de materiais e métodos.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Design experimental

Tendo em vista o objetivo da dissertação de mestrado, apresenta-se nessa seção o planejamento de experimentos e métodos utilizados para as caracterizações dos materiais desenvolvidos. O estudo é dividido em 8 etapas, mostradas pela Figura 10. As divisões são: escolha das matérias-primas, mistura, análise dos pós misturados, moldagem de corpos de prova, análise de fratura das amostras confeccionadas, ensaios tribológicos, e ensaios para avaliação e investigação dos diferentes comportamentos apresentados pelas blendas.

Figura 10 - Fluxo de processos da pesquisa



Fonte: autoria própria

4.2 Escolha dos materiais

Os materiais escolhidos para a investigação são o PAEK e o PTFE, ambos da marca Solvay e recebidos em forma de pó, com referência AV-722 BG20 e Polymist F284, respectivamente. O PAEK puro comercial da Solvay busca preencher a lacuna de mercado entre polímeros semicristalinos de ultra performance, como o PEEK, e polímeros de alta performance, como o PPS (sulfeto de polifenileno) e PPA (poliftalamida). Entre outras características, o material foi escolhido em virtude de sua maior rigidez quando comparado ao PEEK, e menores taxas de desgaste, coeficiente de atrito e custo. O PTFE escolhido possibilita sua utilização como lubrificante sólido em grande parte dos termoplásticos, sendo comum sua

incorporação em blendas com valor em peso entre 5% e 20%. O material escolhido possui um tamanho de partícula de 9 μm , densidade de 0,4g/cm³ e temperatura de fusão de 330°C. Além de ser usado como aditivo redutor de coeficiente de atrito e taxa de desgaste, o PTFE pode atuar como agente desmoldante e facilitador de processamento (SOLVAY, 2017).

As porcentagens de PTFE adicionadas a componente PAEK foram de 0%, 2%, 5%, 15% e 30% em massa, sendo o maior valor o limite citado por Burris e Sawyer (2006) para que a mistura possa ser no futuro moldada por injeção e a composição ótima para propriedades tribológicas, citada por Bijwe, Sen, Ghosh (2005).

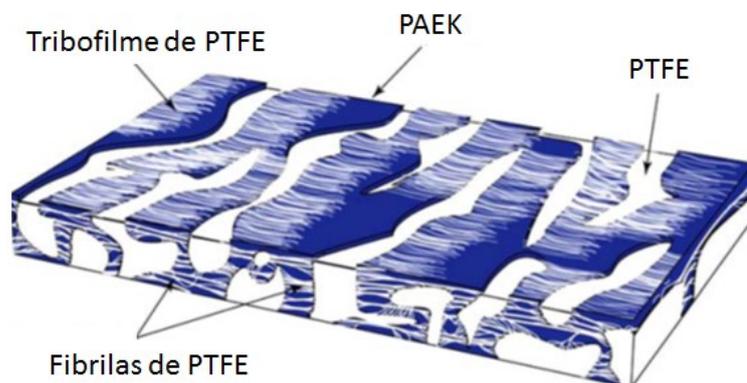
4.3 Misturas das blendas

Os materiais foram misturados por duas rotas diferentes. A primeira rota foi via mistura com o mínimo possível de deformações, através do misturador de baixa velocidade e vaso de forma Y, fazendo com que o PTFE seja apenas disperso da melhor maneira possível na blenda. Os pós foram misturados na estrutura Y durante 5 horas (mesmo valor sugerido pelos autores Hedayati et. al (2011) e Joshi e colaboradores (2017) para outros tipos de mistura).

O segundo método de mistura foi realizado através do moinho planetário de alta energia com uso associado de esferas, cujo funcionamento foi detalhado na seção 3.7. Como sugerem Joshi e colaboradores (2017) e Hedayati e colaboradores (2011), a mistura de alta energia foi executada durante 5 horas em moinho planetário marca Retsch, modelo PM100, com pausa de 5 minutos a cada 15 de mistura, evitando assim, superaquecimento da massa. A razão de massa entre esferas e pós de foi de 15:1, com 1/3 de peso para cada diâmetro de esferas (5, 7 e 10mm) e velocidade de rotação de 350 rpm. O vaso do moinho planetário e esferas utilizadas foram de ágata, visando evitar a contaminação da mistura em virtude da grande quantidade de energia e consequente aquecimento envolvido no processo.

A moagem de alta energia utilizada tem como objetivos a formação de estruturas de lubrificação sólida e bom ancoramento das mesmas na blenda polimérica submetida a esforços tribológicos, como mostra a Figura 11. Para melhor desempenho do material, espera-se que os estoques de PTFE sejam interconectados por fibrilas e a componente PAEK as encapsule, diminuindo a alta taxa de desgaste típica do PTFE.

Figura 11 - Estrutura alvo para as blendas



Fonte: adaptado de (BURRIS; SAWYER, 2006)

4.4 Análise dos pós misturados

Para verificar o resultado das misturas dos materiais e como se comportaram durante os processos descritos foi realizada microscopia eletrônica de varredura MEV e espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS). Através do MEV buscou-se entender as deformações realizadas por cada um dos métodos de mistura e a morfologia que os pós misturados atingiram. Já com o EDS foi possível verificar onde estavam exatamente cada um dos componentes da mistura nas partículas agregadas em função de sua composição química, com principal elemento químico diferenciador o flúor presente no material fluorado PTFE. O equipamento é acoplado ao microscópio eletrônico, permitindo que análises de composição sejam feitas simultaneamente. Para as análises descritas, foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura marca Tescan, modelo Vega3 LM. Foi necessário para ambos os ensaios a colagem dos pós em fita de papel carbono e posterior recobrimento com ouro, e opção de potência para funcionamento do microscópio de 10KW.

4.5 Análise de tamanho de partícula

Além da mudança de morfologia das partículas, esperava-se que os pós formassem maiores aglomerados (maior número de partículas juntas) devido às deformações plásticas (principalmente na mistura de alta energia). Para análise desse comportamento foi realizada a análise de tamanho de partícula no equipamento analisador de tamanho de partícula CILAS 1190. Cada uma das condições de mistura e composição foram avaliadas, assim como os pós não misturados PAEK e PTFE. As misturas de pó e materiais puros foram adicionadas a uma solução de álcool isopropílico necessária para o funcionamento do equipamento, além da adição

de detergente para evitar a aglomeração de partículas durante a agitação, e consequente falso resultado do ensaio visto que o método utilizado pelo equipamento é óptico.

4.6 Processamento

Para entender as diferenças de comportamento tribológico em virtude do método de mistura e composição as misturas foram processadas pelo método de fabricação de compactação a quente. O pó foi alimentado em uma matriz e compactado a frio com posterior fusão. Todas as composições para o processamento (5) foram misturadas pelos dois métodos (Y e alta energia), gerando assim 9 condições diferentes para avaliação no presente trabalho. Os parâmetros de fabricação estão contidos na Tabela 2.

Tabela 2 - Parâmetros de processamento: compactação a quente

Parâmetro	Valor
Massa da mistura	2g
Pressão compactação a frio	150 MPa
Taxa de Aquecimento	5°C/min
Temperatura da matriz	330 °C
Tempo de fusão	1 hora
Pressão de compactação a quente	3MPa
Taxa de Resfriamento	5°C/min

Fonte: autoria própria

A compactação a quente foi realizada em matriz confeccionada para o estudo e que possibilita a compactação a frio em primeiro momento, com pressão de 150MPa, aquecimento até 330°C, pressão constante de 3 MPa durante um período de 1 hora de aquecimento constante e resfriamento com a mesma taxa de 5°C/min para posterior extração. O procedimento de pressão constante é adotado para eliminar imperfeições como poros no corpo de prova confeccionados a partir da massa polimérica fundida. O processo utilizado, não precisa do material em formato de pellets, podendo o pó ser utilizado diretamente da etapa de misturas. Através do método descrito, com a massa de 2g de mistura bolachas de 20mm de diâmetro e 4 mm de altura foram obtidas para os ensaios sequentes.

4.7 Fractografia

Para analisar a eficácia dos parâmetros escolhidos para o método de fabricação e mistura dos polímeros do estudo foram realizadas fractografias das amostras confeccionadas, sendo analisadas as amostras com composição extrema (0% e 30%) de PTFE na mistura. Visando não

deformar plasticamente as superfícies de fratura, os espécimes foram imersos em nitrogênio líquido durante 5 minutos antes de serem fraturados. Ainda com cuidado para que as superfícies não sofressem qualquer influência externa, realizou-se o recobrimento com ouro para análise dessas no MEV e EDS. Buscou-se análise criteriosa de deformação entre os componentes utilizados na blenda, interface entre os materiais, fibrilação, eventuais porosidades e aglomerações indesejadas do material autolubrificante.

4.8 Avaliação tribológica

Para a análise de comportamento tribológico em virtude dos modos de mistura e composições utilizados, algumas caracterizações são necessárias. No primeiro momento, ensaios tribológicos em regime de carga escalonada foram realizados para checar se houve evolução de comportamento das blendas em função do aumento da carga normal ou se seria possível visualizar regimes tribológicos constantes.

Após a carga normal para os ensaios ser selecionada, foram realizados os ensaios em regime de carga normal constante para verificação de como as diferenças na mistura e composição dos materiais modificam o coeficiente de atrito e taxa de desgaste da blenda.

Com o auxílio de técnicas ópticas e análises químicas puderam ser investigados alguns efeitos e causas dos regimes tribológicos identificados. Foram quantificadas as qualidades das superfícies após a execução dos ensaios tribológicos, mostrando os modos de desgaste que ocorreram e seus efeitos nas superfícies de contato. Através das técnicas selecionadas foi também possível caracterizar as composições e morfologias das tribocamadas formadas nos corpos e contracorpos ensaiados, assim como debris resultantes do desgaste dos corpos poliméricos, revelando a resistência dos materiais ao desgaste e suas características relacionadas ao modo tribológico selecionado.

4.8.1 Ensaios tribológicos em regime escalonado

Os ensaios tribológicos foram realizados em tribômetro universal marca CETR, modelo UMT-4, em configuração de deslizamento alternado e comprimento de pista de 10mm. Os testes em regime de carga escalonado iniciaram com carga mínima de 7N evoluindo até carga máxima de 98N (equivalentes as pressões iniciais máximas de 10MPa e 140,3Mpa, respectivamente, calculadas pela teoria de Hertz), e frequência de oscilação de 2Hz em condições de temperatura e umidade do ar controladas ($22\pm 3^\circ\text{C}$ e 50%, respectivamente). A carga normal aplicada no ensaio foi aumentada de 7 em 7N (equivalentes as pressões iniciais

máximas de 10MPa calculadas pela teoria de Hertz) e cada patamar foi executado durante 24m de deslizamento (10 minutos de ensaio). Os corpos planos foram formados pelas blendas produzidas (bolachas) e os contracorpos cilíndricos de aço AISI 52100 de diâmetro 4mm e superfície polida ($S_a=0,18\mu\text{m}$). A superfície da blenda passou por processo de lixamento com lixa de SiC granulometria 1200 e posterior banho de acetona em ultrassom para limpeza da superfície. Desse modo, esperou-se neutralizar o efeito de acabamento das superfícies das amostras produzidas por compactação a quente nos ensaios tribológicos, esperando que todos os ensaios começassem com a qualidade de superfície a mais similar quanto possível.

As condições testadas nos ensaios iniciais para essa avaliação foram os extremos de composição: 0% de PTFE (denominado de PAEK) e blendas misturadas em misturador Y e em moinho de alta energia (AE) possuindo 30% em massa de PTFE, sendo denominados de Y30 e AE30, respectivamente.

4.8.2 Ensaios tribológicos em regime de carga constante

Para os ensaios em regime de carga constante os parâmetros citados anteriormente foram mantidos, com exceção da variação de carga, que foi mantida constante durante todo o ensaio (144m de deslizamento, 1 hora de duração). Optou-se pela utilização da carga constante de 91N (equivalente a pressão inicial máxima de 130,3MPa calculada pela teoria de Hertz), valor próximo da carga limite do equipamento, não atingindo falha por escoamento/fusão do material e com maior probabilidade de apresentar maiores diferenças entre as condições da blenda produzida.

Para a caracterização tribológica, 7 amostras de cada condição foram ensaiadas visando a medição dos coeficientes de atrito e taxa de desgaste. As condições formadas e quantidades utilizadas nos ensaios são mostradas na Tabela 3.

É importante reforçar que os materiais poliméricos, incluindo a família das PAEKs, têm valores de coeficiente de atrito e taxa de desgaste significativamente dependentes da pressão e velocidade de deslizamento relativa (LAUX; SCHWARTZ, 2013; PANDA; BIJWE; PANDEY, 2019a).

Tabela 3 - Amostras utilizadas nos ensaios tribológicos em regime de carga constante

Amostra	Composição em massa	Modo de mistura	Qtde	F. de Oscilação	Carga
PAEK	100% PAEK + 0% PTFE	-	7	2Hz	91N
Y2	98% PAEK + 2% PTFE	Misturador Y	7	2Hz	91N
AE2	98% PAEK + 2% PTFE	Alta energia	7	2Hz	91N
Y5	95% PAEK + 5% PTFE	Misturador Y	7	2Hz	91N
AE5	95% PAEK + 5% PTFE	Alta energia	7	2Hz	91N
Y15	85% PAEK + 15% PTFE	Misturador Y	7	2Hz	91N
AE15	85% PAEK + 15% PTFE	Alta energia	7	2Hz	91N
Y30	70% PAEK + 30% PTFE	Misturador Y	7	2Hz	91N
AE30	70% PAEK + 30% PTFE	Alta energia	7	2Hz	91N

Fonte: autoria própria

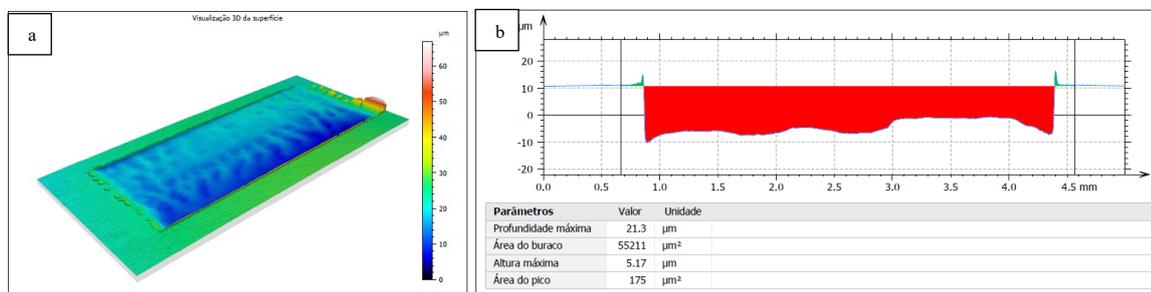
4.8.3 Topografia e taxa de desgaste

Foi utilizado o interferômetro de luz branca marca Zygo, modelo New View 7300 com o objetivo de quantificar a topografia de superfície dos corpos e contracorpos testados nos ensaios tribológicos. O modo de “costura” de imagens foi utilizado para caracterização de superfícies de área superior ao equivalente a uma imagem, com sobreposição de imagens com resolução de área de 0,28 μ m por ponto e de 0,1 nm na vertical. A lente com amplificação de 20 vezes foi utilizada, com *zoom* de uma vez e “minimod” de 3. As áreas de análise extraídas foram de 11mm por 5mm para as pistas (0,5mm sobressalentes para cada dimensão) e de 2mm por 4mm para os cilindros. As medições foram realizadas para todas as amostras ensaiadas.

O processamento das áreas medidas por interferometria foi realizado com o auxílio do software Mountains Map 7.4.9391 respeitando a norma ISO 25178 (INTERNATIONAL STANDARD, 2012). Para as pistas, zonas com menos de 20 mil pontos faltantes foram preenchidos com forma lisa (polinômio de segundo grau) e toda a área nivelada também através do método de mínimos quadrados, resultando em medições como a mostrada pela Figura 12 (a).

Para cálculo do volume desgastado e conseqüentemente da taxa de desgaste de cada condição, o perfil médio da seção transversal das pistas foi extraído, como mostrado pela Figura 12 (b), e após multiplicado pelo comprimento da pista de deslizamento para obter o volume desgastado das amostras.

Figura 12 - Processamento de dados para visualização de topografia e desgaste da pista ensaiada (a) e extração de área de seção transversal média desgastada da pista para cálculo da taxa de desgaste (b)



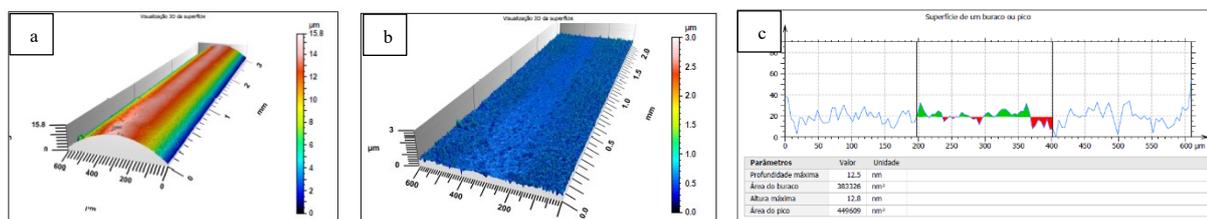
Fonte: autoria própria

Com o volume desgastado calculado, força normal “F” e distância total “D” empregadas nos ensaios tribológicos, são calculadas as taxas de desgaste específico “W” para as condições, com unidade mm³/Nm, e respeitando a equação (4.1) (KRAGHELKY, 1965):

$$W = \frac{V}{FD} \quad (4.1)$$

Para os cilindros utilizados nos ensaios, após similar preenchimento de pontos não mensurados e nivelamento, foi realizada a remoção de forma com polinômio de quarto grau e remoção de ondulação através de filtro gaussiano com *cut-off* de 80 µm. Após esse tratamento, os parâmetros de superfície e volume modificados foram analisados. Essa sequência é mostrada pela Figura 13.

Figura 13 - Processamento de dados para visualização de topografia e desgaste de cilindro ensaiado (a-b) e extração de área de seção transversal média modificada do cilindro (c)



Fonte: autoria própria

4.9 Microscopia eletrônica de varredura

A análise de tribocamadas das superfícies desgastadas foi realizada por microscopia eletrônica de varredura. A formação de tribocamadas fica evidente com o aumento realizado pelo microscópio eletrônico e possibilita o entendimento dos mecanismos de desgaste e lubrificação das blendas ensaiadas contra os corpos de aço AISI 52100. Além disso, foi

verificada a incorporação do lubrificante PTFE no PAEK (tanto nos pós misturados quanto nas superfícies desgastadas). Para verificação da composição das tribocamadas e filmes de transferência, tanto no corpo polimérico quanto no contracorpo metálico, a técnica de espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS) foi utilizada.

4.10 Investigação de propriedades termofísicas

A última etapa do estudo foi composta por ensaios termofísicos que buscam entender se as diferenças estruturais e de composição das blendas levam a diferenças em suas propriedades térmicas.

Para investigação do grau de cristalização e comportamento de fusão, análises de calorimetria diferencial de varredura foram conduzidas segundo a norma ASTM D-3418-15 (ASTM INTERNATIONAL, 2012) utilizando o equipamento STA 449 F3 Jupiter. As amostras foram aquecidas duas vezes em atmosfera de nitrogênio (N₂). Em ambos os procedimentos de aquecimento, a blenda polimérica foi aquecida até 400°C e posteriormente resfriado até 50°C em uma taxa constante de 5°C/min. O intuito do primeiro aquecimento foi obter o grau de cristalinidade e temperatura de fusão da blenda após seu processamento. Após a fusão completa do material e seu posterior resfriamento lento, sua história térmica terá sido apagada. Durante o segundo aquecimento, os parâmetros grau de cristalinidade e temperatura de fusão poderão então ser obtidos de forma isolada ao processamento das amostras. O grau de cristalinidade de ambas as fases da blenda foi calculado a partir da entalpia de fusão obtida no primeiro e segundo aquecimentos, seguindo a equação (4.2):

$$\text{Grau de Cristalinidade} = \Delta H_f * \left(\frac{1}{p_1 * \Delta H_{f0}} + \frac{1}{p_2 * \Delta H_{f0}} \right) * 100\% \quad (4.2)$$

onde ΔH_f é a variação de entalpia observada no pico de fusão do material, ΔH_f^0 é a entalpia de fusão para a fase do material 100% cristalina (130J/g para o PAEK e 82J/g para o PTFE) (PADHAN; MARATHE; BIJWE, 2020b) (PANDA; BIJWE; PANDEY, 2020). O termo p que divide a equação é devido a presença de dois materiais imiscíveis na blenda, sendo seu valor relacionado a composição da condição. Espera-se que quanto melhor a mistura dos componentes ocorra, maior será a área de interface presente e mais rápida será a cinética de nucleação, levando, portanto, o material polimérico a maiores graus de cristalinidade. Foi o que mostrou a pesquisa de PANDA, BIJWE e PANDEY (2019).

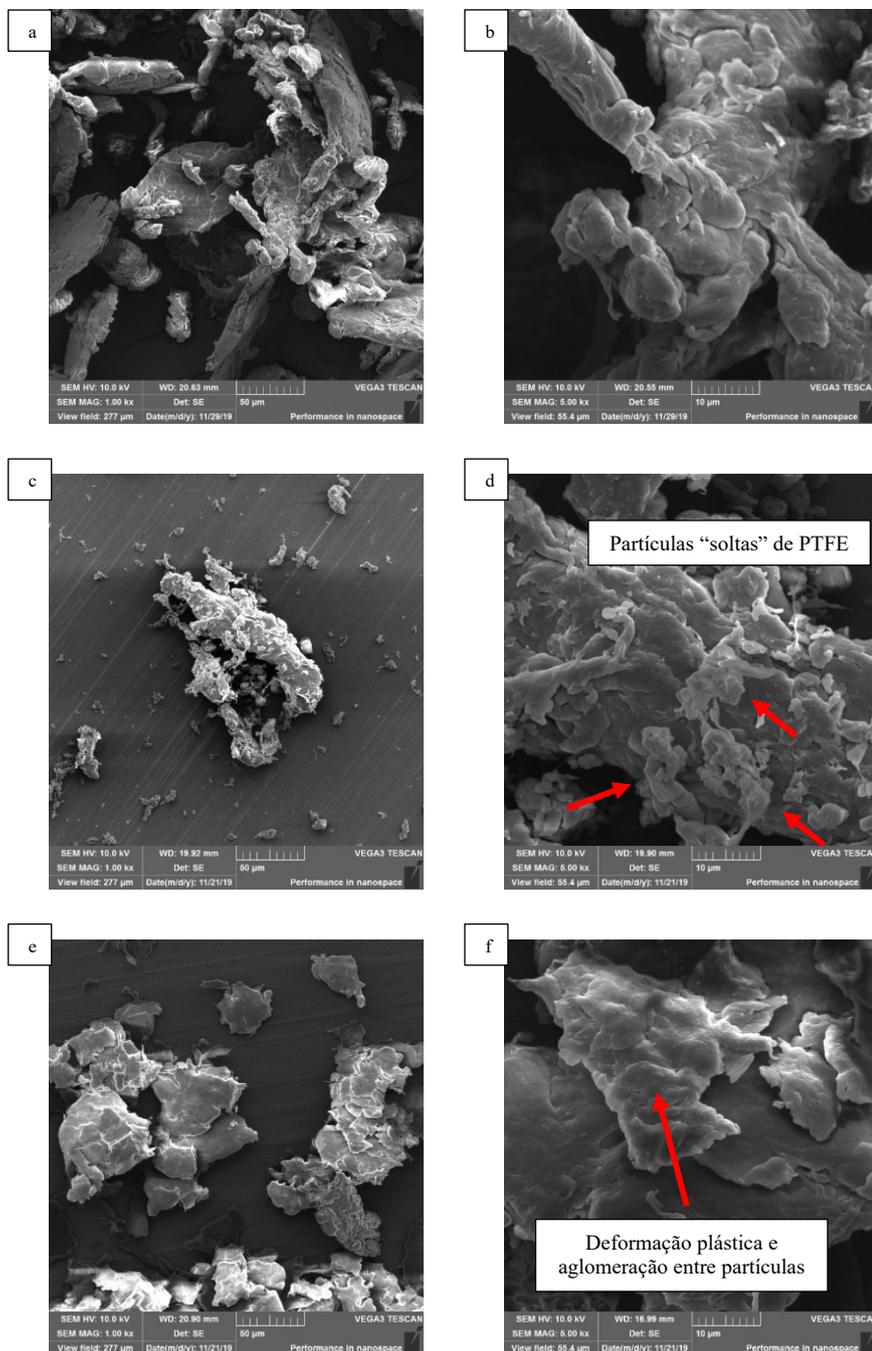
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A seguir são apresentados os resultados gerados durante o estudo de mestrado. Os resultados são compostos pela análise inicial de morfologia da matéria prima e posteriormente das blendas produzidas, assim como verificação da interação entre componentes nas amostras já processadas. Após análises dos espécimes produzidos, realizou-se a caracterização tribológica em regime de carga normal escalonado para escolha da carga normal a ser utilizada nos ensaios tribológicos. Os ensaios com o regime de carga normal constante possibilitaram a avaliação do comportamento tribológico da blenda gerada para o regime escolhido com as informações de coeficiente de atrito, taxa de desgaste, mudança de características de superfície, aparecimento e avanço de tribocamadas, e identificação de modos de desgaste. Por fim, são apresentados também os resultados dos ensaios termofísicos que buscaram entender se houve alguma mudança de propriedade térmica dos espécimes em função da composição ou método de mistura dos pós poliméricos que poderiam também levar a diferenças no comportamento tribológicos das blendas processadas.

5.1 Morfologia dos pós misturados

As blendas com composição mínima e máxima de PTFE (0% e 30%, respectivamente) apresentaram morfologias distintas. Nota-se a presença de tamanho variado de partícula na Figura 14 (a), assim como morfologia não arredondada e não uniforme conforme destacado na Figura 14 (b) com maior aumento. Na Figura 14 (c-d), que retrata a condição de mistura Y30, percebe-se a mesma morfologia do PAEK e partículas menores depositadas sobre as maiores (possivelmente de PTFE) sem qualquer tipo de deformação entre ambas. Na Figura 14 (e-f) é mostrada a condição AE30, que revela novas morfologias de partícula e diferentes interações entre os dois materiais devido ao método de alta energia empregado para mistura. As partículas encontram-se mais achatadas e não se percebe a presença de partículas menores dispersas como no caso da mistura Y30. Na Figura 14 (f), evidencia-se a sobreposição e aglomeração de partículas como resultado da mistura de alta energia, levando a estruturas fisicamente ancoradas e menor ou quase imperceptível número de partículas menores livres (possivelmente partículas de PTFE).

Figura 14 - Imagens obtidas por MEV das amostras: (a-b) matéria prima PAEK, (c-d) pós misturados em misturador Y com composição Y30, (e-f) pós misturados em misturador de alta energia com composição AE30

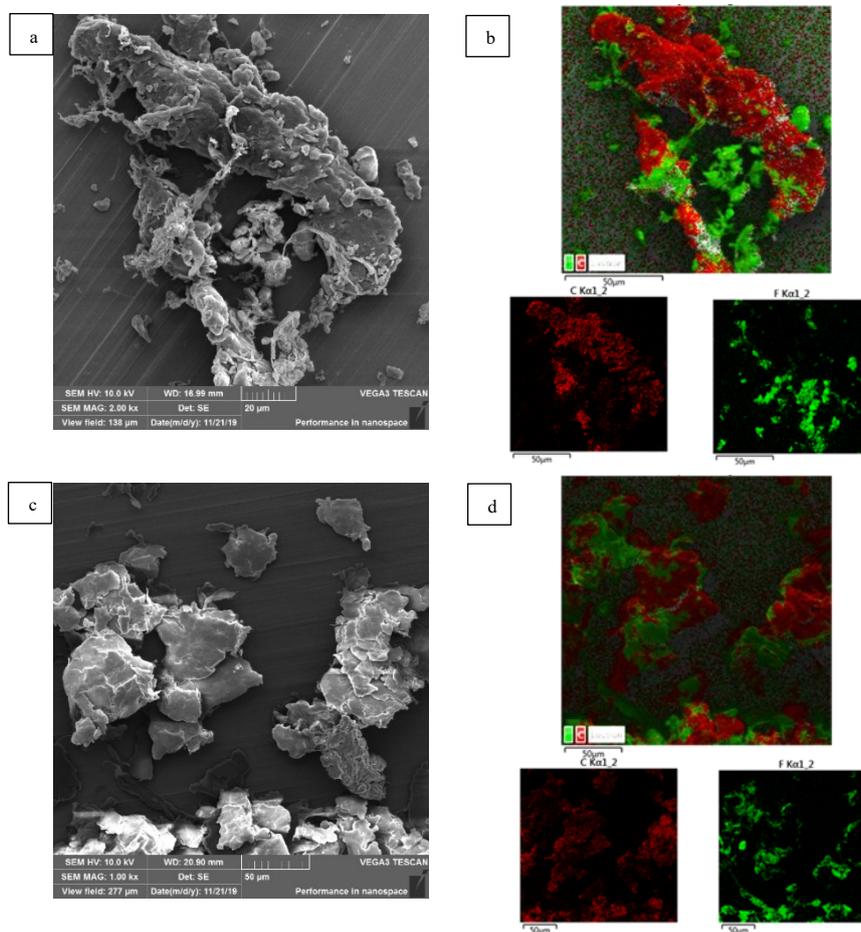


Fonte: autoria própria

A Figura 15 mostra os mapas de composição obtidos por EDS, sendo que a cor verde (Figura 15 (b e d)) representa o elemento flúor, presente exclusivamente no PTFE, evidenciando onde e quais as partículas desse material estão presentes na mistura. Para a condição Y30, mostrada pela Figura 15 (b), confirma-se que as partículas menores e aglomeradas em alguns pontos desconexos das partículas maiores são em sua maioria de PTFE. Observa-se que as

partículas de PTFE possuem formato mais alongado, apoiando-se sobre as partículas maiores de PAEK. Na Figura 15 (d) o mapa de EDS da mistura AE30 mostra boa dispersão e presença de PTFE junto a todas as partículas de PAEK que aparecem na imagem. Como comentado anteriormente, devido ao método de alta energia, houve um achatamento das partículas e não é possível perceber uma linha de divisão clara entre os pós dos dois materiais, o que pode indicar que houve a inserção do PTFE no PAEK sob ação de deformação plástica. A dispersão do PTFE é observada pela presença de flúor na superfície das partículas de PAEK.

Figura 15 - EDS das misturas realizadas: (a-b) pós misturados em misturador Y com composição Y30, (c-d) pós misturados em misturador de alta energia com composição AE30



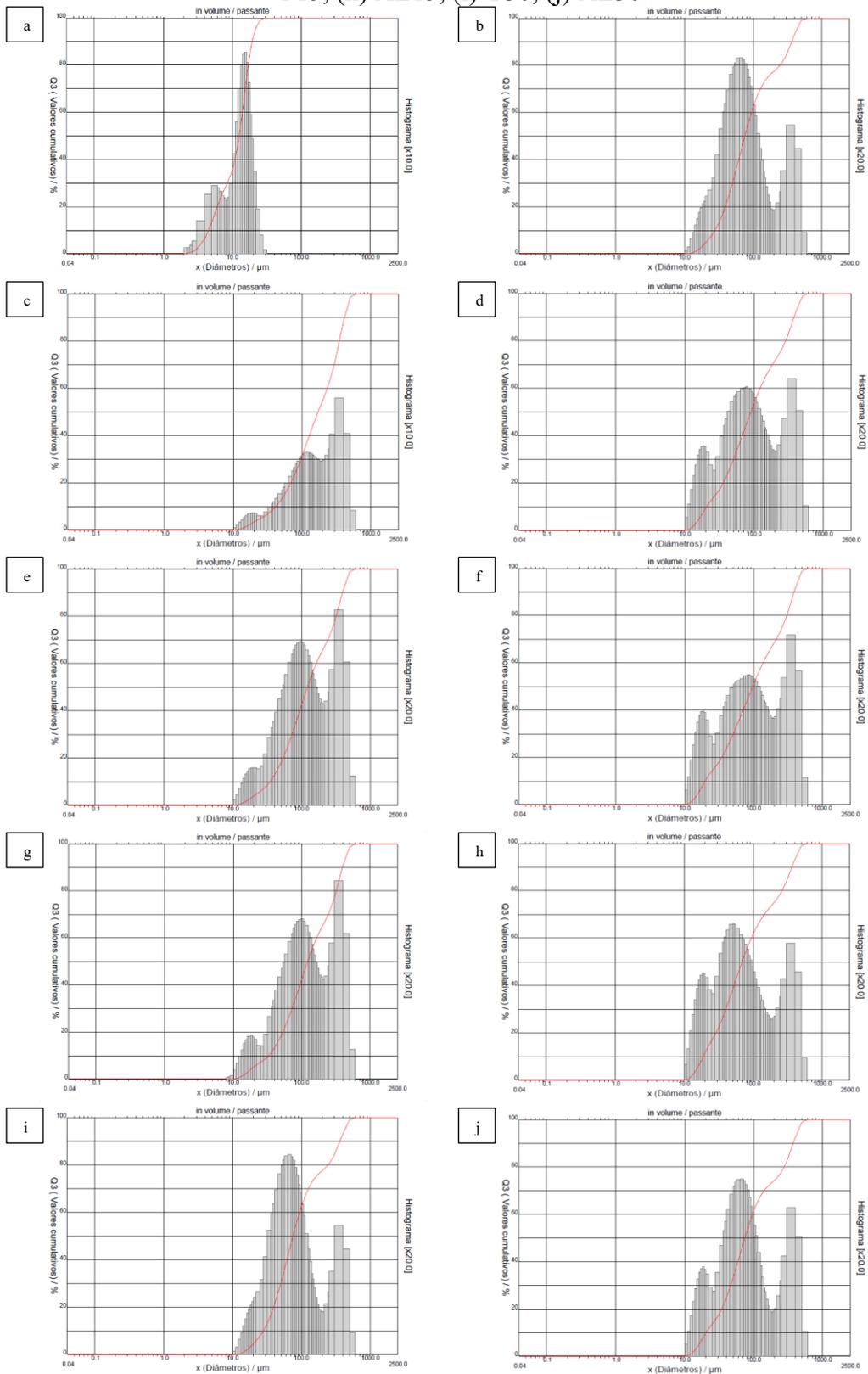
Fonte: autoria própria

5.2 Análise de tamanho de partícula

Os gráficos da distribuição de tamanho de partícula são mostrados na Figura 16. Observa-se que os pós puros, PTFE e PAEK possuem distribuição bimodal, no PTFE com maior concentração de partículas de tamanho maior em sua distribuição (pico em aproximadamente em 19 μm) e no PAEK com concentração de partículas de tamanho menor

em sua distribuição (pico em aproximadamente 75 μm). Já as misturas, apresentaram distribuição trimodal. Com exceção da composição com 30% em massa de PTFE, que apresentou distribuição muito similar para os dois modos de mistura, as condições AE apresentaram aumento do primeiro pico (tamanho de partícula menor) em relação as condições Y. Além disso, o terceiro pico (tamanho maior de partícula) para as condições AE apresentou intensidade similar ao segundo pico (tamanho médio de partícula), fato que não ocorre para as condições Y, que apresentaram no terceiro pico a maior intensidade, indicando uma maior concentração de partículas maiores. Novamente, isso apenas não ocorre para as amostras Y30 e AE30, que apresentam no segundo pico a maior intensidade. As diferenças entre as amostras Y e AE podem ser também notadas na Figura 16, assim como foram na Tabela 4, principalmente pelos tamanhos menores de partícula das AE (primeiros picos maiores e terceiros menores). Para as condições Y, com o aumento substancial de PTFE na concentração da blenda observa-se o aumento do segundo pico, e conseqüentemente redução do tamanho médio de partícula das blendas.

Figura 16 - Análise de tamanho de partícula das misturas realizadas: (a) matéria prima PTFE, (b) matéria prima PAEK, (c) Y02, (d) AE02, (e) Y05, (f) AE05, (g) Y15, (h) AE15, (i) Y30, (j) AE30



Fonte: autoria própria

Os resultados das medições de tamanho de partícula são sintetizados na Tabela 4. O PTFE apresentou tamanho aproximadamente uma ordem de grandeza menor que o PAEK, com tamanho médio de partícula de 12,2 μ m em relação a 133,33 μ m. Com d10, o PTFE apresentou tamanho aproximadamente 6 vezes menor do que o PAEK, mantendo essa razão para d50 e chegando a ser 9 vezes menor para d90.

Tabela 4 - Tamanho de partícula das condições analisadas

Diâmetro (μ m)	Amostras									
	PTFE	PAEK	Y02	AE02	Y05	AE05	Y15	AE15	Y30	AE30
-										
d10	4,48	27,9	41,47	20,44	34,56	19,66	32,87	18,78	28,01	20,38
d50	12,52	75,45	171,04	89,25	121,01	96,6	122,25	68,85	75,38	74,46
d90	19,41	361,53	414,78	376,09	392,59	385,38	394,36	364,26	361,18	374
médio	12,2	133,33	206,65	148,75	175,42	156,78	176,51	132,94	133,08	138,44

Fonte: autoria própria

Para todas as misturas observou-se aumento do tamanho de partícula, desde a concentração de 2% de PTFE em massa até 30%. Comparando todas as condições de igual composição foi encontrado que a condição de mistura Y apresenta maior tamanho de partícula do que as condições misturas em moinho de alta energia para todas as métricas apresentadas (10, 50, 90% e diâmetro médio de partícula). A única condição Y que apresentou tamanho de partícula menor que a condição de alta energia foi a concentração de 30% em massa de PTFE. Essa comparação e conclusão pode ser feita para as condições de mesma concentração, não apresentando padrão de aumento ou diminuição dos tamanhos de partícula para diferentes composições, 2, 5, 15 ou 30% em massa de PTFE. O fenômeno observado pode ter como causa alguns fatores. O primeiro, já observado previamente na Figura 14, é a deformação plástica causada pela mistura de alta energia, que levou as partículas maiores de PAEK e de PTFE serem incorporadas assim como também diminuir o tamanho dessas, achatando-as. Segundo fator se deve ao fato de que as partículas não deformadas, provenientes de mistura Y, possuem forma alongada, como mostrado na Figura 14 (c), e devido ao modo de cálculo realizado pelo equipamento, a maior dimensão pode ter sido levada em consideração como diâmetro de partícula. E o terceiro fator é a má dispersão que o pó de PTFE pode ter tido quando a mistura foi adicionada ao álcool isopropílico para medição. O pó, além de sofrer fácil aglomeração, boia com facilidade na solução, podendo não ter sido considerado por completo nas medidas das misturas, pois não possui boa incorporação no componente PAEK e se separa com facilidade desse.

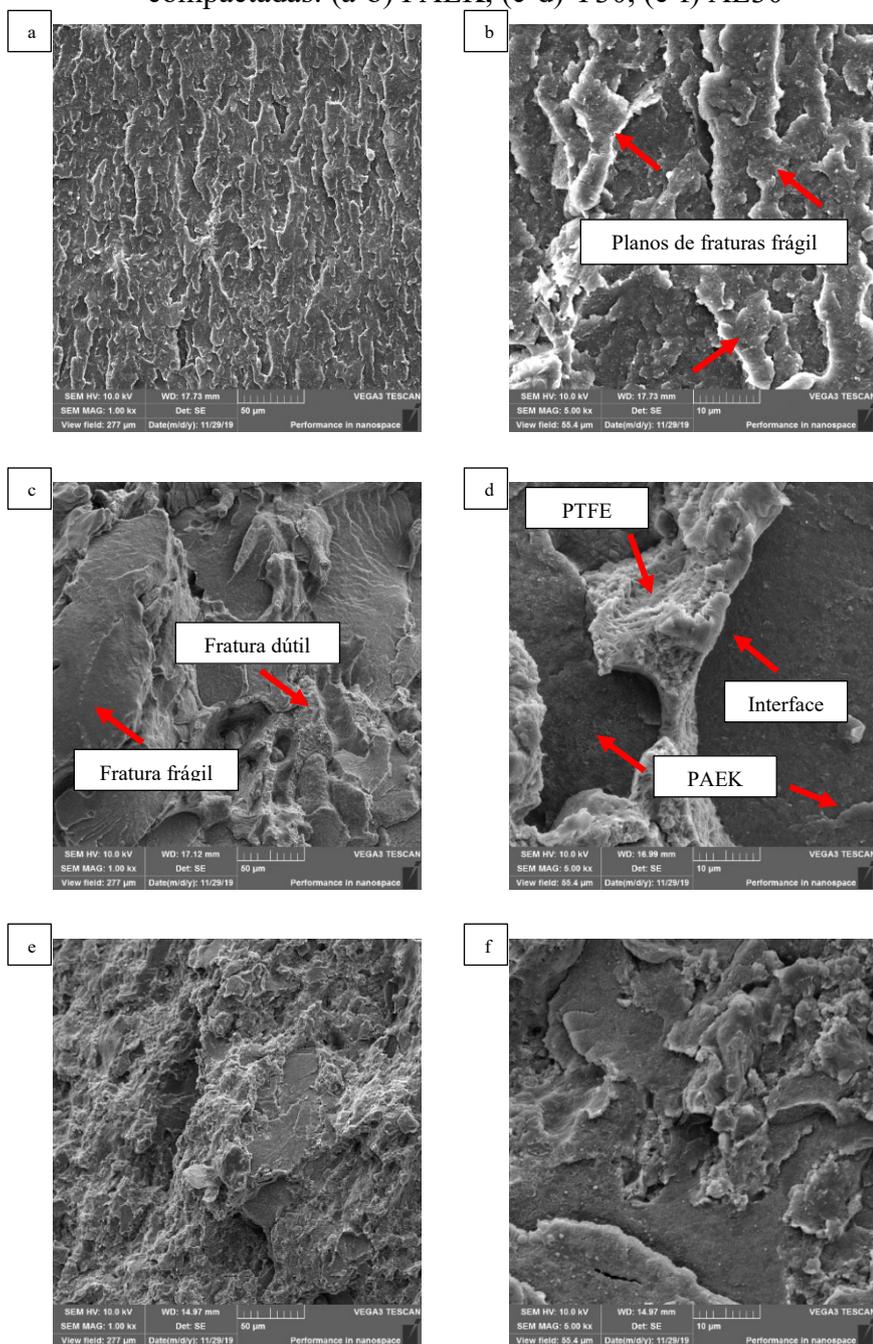
5.3 Fractografia

A Figura 17 mostra as superfícies das amostras fraturadas das amostras PAEK, Y30 e AE30. Nas Figura 17 (a-b) a fractografia da amostra PAEK, que não contém porcentagem de PTFE, revela um comportamento com vários planos de fratura, menor deformação plástica e sem trincas preferencias. Outro ponto importante que ficou evidenciado pela análise é a ausência de porosidade nas amostras, mostrando que os parâmetros de processamento utilizados foram satisfatórios.

Nas Figura 17 (c-d) são mostradas as fraturas da amostra Y30. Para essa condição um comportamento de fratura totalmente distinto é observado. Nem toda a superfície passou por fratura frágil, indicando comportamento dúctil em alguns pontos, aparentemente interfaces entre os dois materiais misturados. Na Figura 17 (d) esse fato fica claro, e indica fases aglomeradas dos materiais com diferente comportamento de fratura. Muito provavelmente, o material que exhibe comportamento dúctil e aspecto fibroso em alguns pontos é o PTFE, mostrado no centro da Figura 17 (d). Os demais pontos, referentes ao outro material, provavelmente PAEK, não possuem divisões de planos de fratura como os da Figura 17 (a-b), indicando que a presença dos dois materiais levou a menor resistência mecânica da blenda e consequente superfície de fratura distinta.

Já nas Figura 17 (e-f), é mostrada a superfície de fratura da amostra AE30. Nessa superfície percebe-se maior homogeneidade, porém sem padrões de áreas maiores, sendo observada a maior frequência de pontos de comportamento frágil e dúctil intercalados. Esse comportamento indica homogeneidade de composição (melhor mistura dos materiais), assim como a confirmação e permanência do PTFE no componente PAEK que foi inserido sob deformação plástica através da mistura de alta energia. A mistura em questão, seguida do processamento de compactação a quente resultou na melhor dispersão do lubrificante sólido no outro componente da blenda, fato também reportado por JOSHI *et al.* (2017).

Figura 17 - MEV das superfícies fraturadas das amostras compactadas: (a-b) PAEK, (c-d) Y30, (e-f) AE30

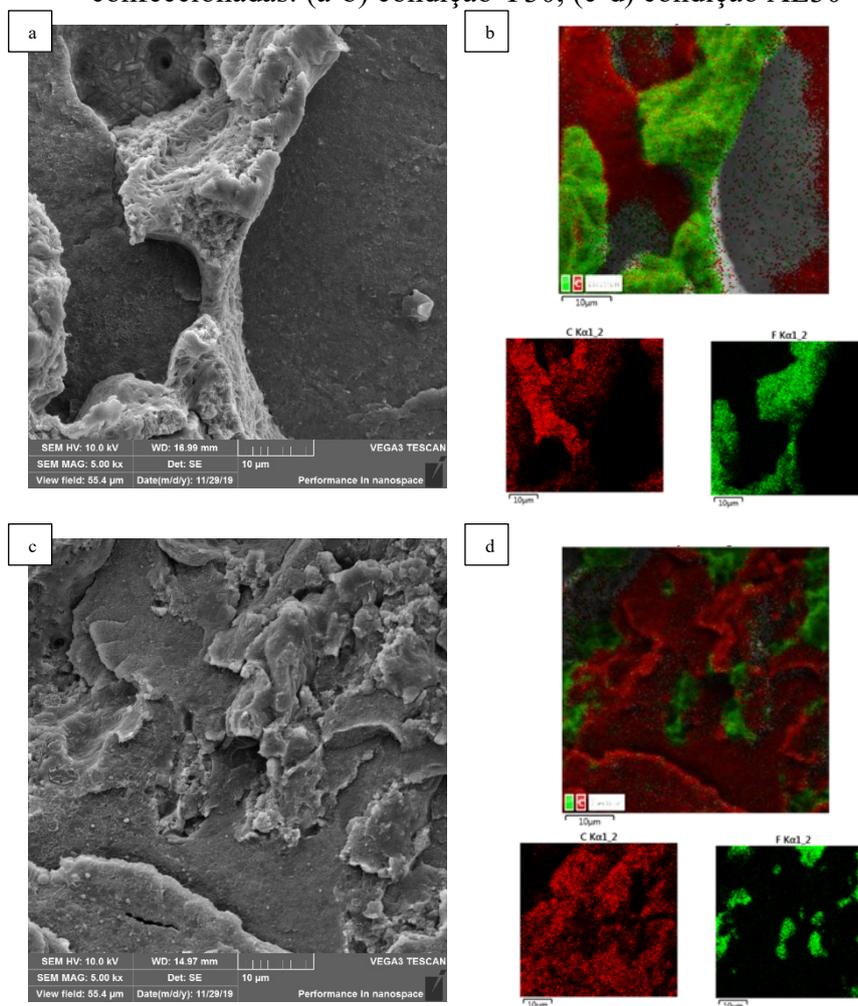


Fonte: autoria própria

Com os resultados apresentados na Figura 18 confirmam-se as conclusões referentes a contribuição de cada material na superfície de fratura. Para a Y30, Figura 18 (a-b), fica evidente a aglomeração de material fluorado no meio da imagem (PTFE), diferença de comportamento de fratura (incluindo característica fibrosa) e nenhuma presença do elemento flúor nas demais porções, com clara interface entre fases. Já para a AE30, Figura 18 (c-d), observa-se o material fluorado mais bem disperso e sua presença, mesmo que em pontos menores em todas as regiões

do blenda. Em alguns pontos o PTFE não possui interface clara com o PAEK, sendo possível identificá-los apenas na Figura 18 (d) no mapa de EDS, mostrando que o material foi inserido de melhor forma e que provavelmente apresenta melhor adesão entre as fases da blenda.

Figura 18 - EDS das superfícies fraturadas das amostras confeccionadas: (a-b) condição Y30, (c-d) condição AE30

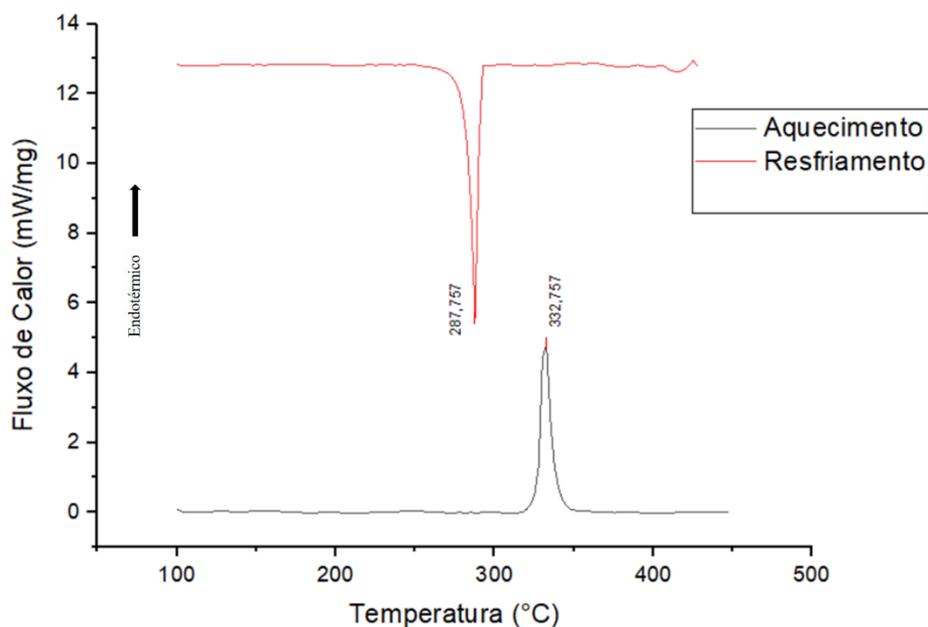


Fonte: autoria própria

5.4 Comportamento térmico

Para comparação de resultados e entendimento do comportamento térmico também dos materiais puros utilizados nas blendas, apresenta-se primeiramente, na Figura 19, o comportamento térmico do PTFE em seu aquecimento e resfriamento (após eliminação de sua história térmica prévia). O material apresentou o pico de fusão em $332,7^{\circ}\text{C}$ e sua entalpia de fusão, levando em consideração a área obtida por integração do pico de fusão, é de $42,1\text{J/g}$. A entalpia reflete em um grau de cristalinidade de 51% para o PTFE, calculado de acordo com a equação (4.2). O pico de cristalização, único, foi observado na temperatura de $287,7^{\circ}\text{C}$.

Figura 19 - Comportamento do fluxo de calor durante o aquecimento e resfriamento do PTFE

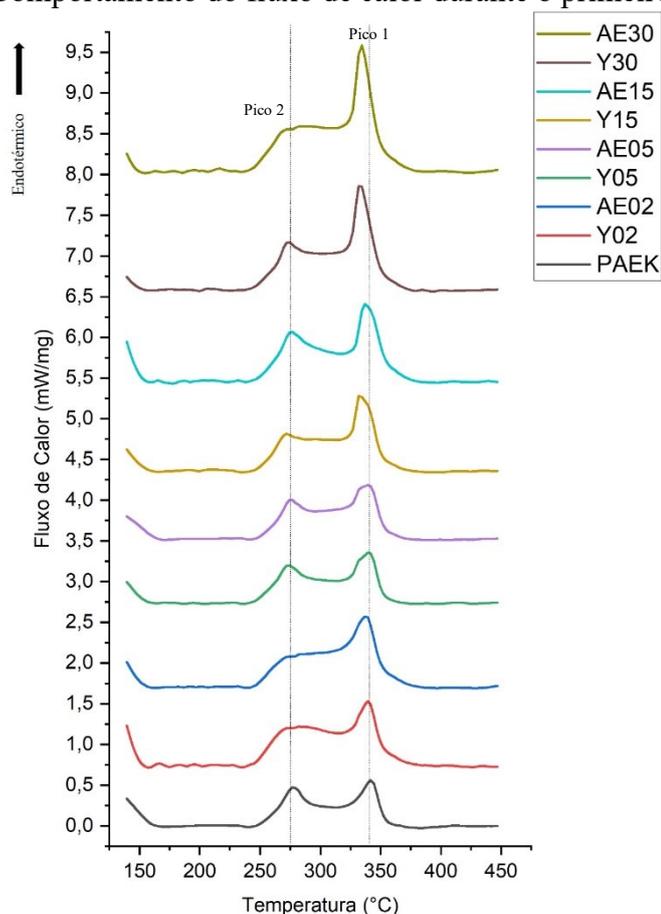


Fonte: autoria própria

Os comportamentos térmicos das blendas, assim como o PAEK puro são mostrados a seguir. Conforme apresentado pela Figura 20, durante o primeiro aquecimento em DSC, observa-se constância na temperatura de fusão do pico 2, que ficou em aproximadamente 275°C para todas as condições. Já o pico 1, superior em área para todas as condições, teve sua temperatura de pico deslocada levemente para temperaturas menores, de 342°C na condição PAEK para a mínima de 335,3°C na condição AE30. O pico 1 relacionado a cada um dos materiais, PAEK e PTFE, não é claramente diferenciado, contendo os picos de fusão de ambos os materiais. Já o pico 2, relacionado aos cristais menos perfeitos, é dado apenas para PAEK, visto que o PTFE não apresenta dois picos de fusão, como mostrado pela Figura 19. Portanto, para os cálculos de entalpia de fusão e consequente grau de cristalinidade das blendas, considerou-se pico de fusão 1 como resultante de fusão do PAEK e do PTFE e pico 2 apenas resultante da fusão do PAEK.

Vista a característica de proximidade nos eventos de fusão no pico 1 das blendas, a diminuição da temperatura do pico de fusão 1 é provavelmente devida ao aumento da porcentagem de PTFE na blenda, consequentemente levando a massa a ter uma temperatura de fusão média menor. As análises de fluxo de calor diferenciais não evidenciam que o modo de mistura de alta energia empregado tenha modificado o comportamento térmico propriamente dito das blendas.

Figura 20 - Comportamento do fluxo de calor durante o primeiro aquecimento



Fonte: autoria própria

A partir do cálculo das áreas dos picos de fusão para o primeiro aquecimento, são apresentadas a entalpia de fusão e grau de cristalinidade resultante para cada pico das blendas na Tabela 5. Os valores foram obtidos a partir da equação (4.2), respeitando a proporção de PTFE em cada uma das blendas e que o pico 2 é relacionado apenas ao PAEK.

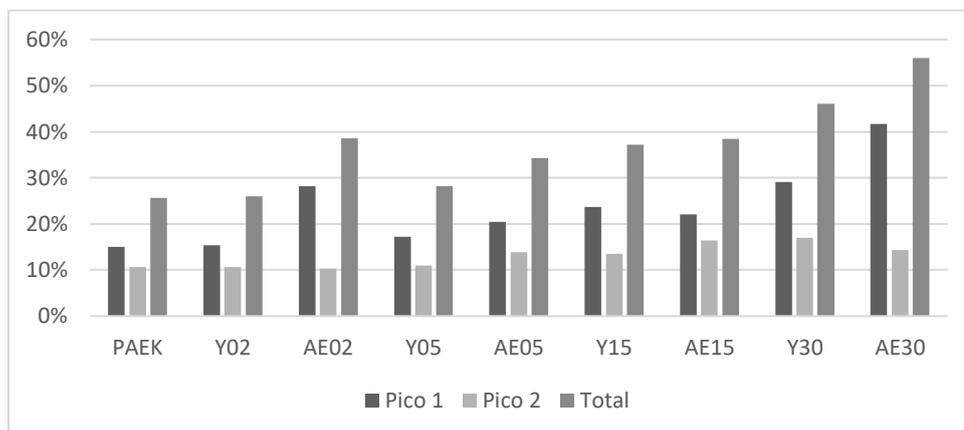
Tabela 5 - Entalpia de fusão e grau de cristalinidade observados para as blendas durante o primeiro aquecimento

Amostra	PAEK	Y02	AE02	Y05	AE05	Y15	AE15	Y30	AE30
Entalpia de Fusão do Pico 1 [J/g]	19,58	19,82	36,44	21,96	26,09	29,09	27,13	33,69	48,2
Grau de Cristalinidade do Pico 1	15%	15%	28%	17%	20%	24%	22%	29%	42%
Entalpia de Fusão do Pico 2 [J/g]	13,79	13,75	13,38	14,32	18,04	17,53	21,26	22,06	18,62
Grau de Cristalinidade do Pico 2	11%	11%	10%	11%	14%	13%	16%	17%	14%
Entalpia de Fusão Total	33,37	33,57	49,82	36,28	44,13	46,62	48,39	55,75	66,82
Grau de Cristalinidade Total	26%	26%	39%	28%	34%	37%	38%	46%	56%

Fonte: autoria própria

Os graus de cristalinidade resultantes aumentaram com concentrações superiores de PTFE, iniciando em 26% para a condição PAEK e chegando até 56% para a condição com 30% de PTFE e mistura realizada em moinho de alta energia. Os valores encontrados são apresentados de maneira gráfica pela Figura 22.

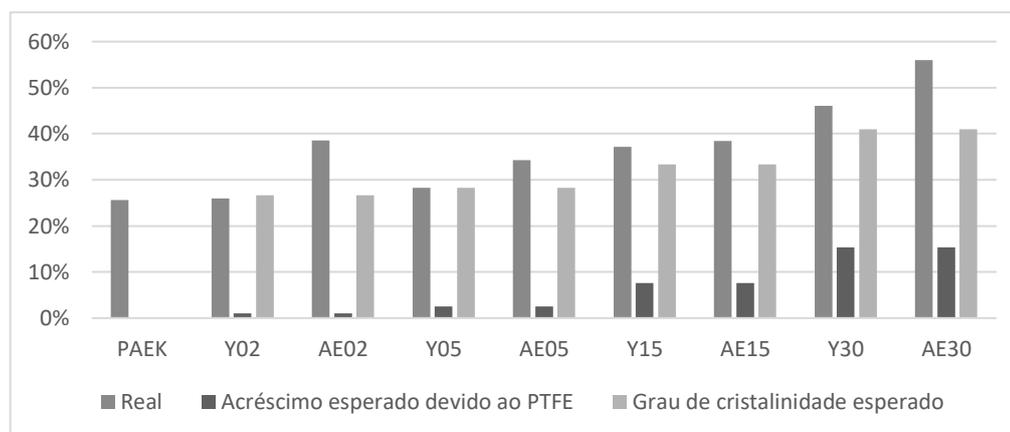
Figura 21 - Grau de cristalinidade para o primeiro aquecimento



Fonte: autoria própria

O aumento de partículas de PTFE em meio ao PAEK podem ter contribuído para a nucleação de cristalitos durante o processo de cristalização, em virtude de as partículas serem menores (até 10 vezes menores) e possuírem formato que permite a melhor permeação entre as partículas maiores do outro polímero. Esse fato é demonstrado pela Figura 22, onde o grau de cristalinidade real das blendas se mostra superior ao valor esperado se o grau de cristalinidade das blendas fosse simplesmente acrescido em função de o PTFE puro ter um valor superior para a propriedade quando comparado ao PAEK. Porém, ao contrário do acréscimo esperado, também representado na Figura 22, somando-se ao grau de cristalinidade do PAEK puro, de 26%, o aumento foi superior para todas as blendas. Além disso, para todas as concentrações, as condições misturadas em alta energia apresentaram grau de cristalinidade superior as misturas processadas em misturador Y, indicando que partículas menores e mais bem dispersas de PTFE podem ter alterado a cinéticas de cristalização do PAEK. Essas características são bem evidenciadas pela proximidade de valores de grau de cristalinidade e comportamento de fusão das condições PAEK e Y02, assim como maior diferença dessas propriedades para com as condições Y30 e AE30.

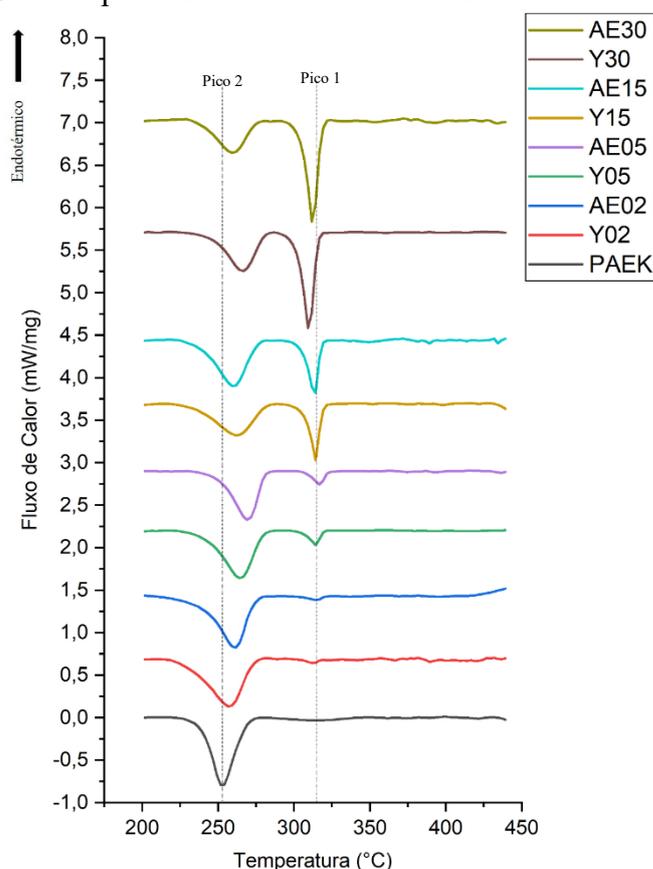
Figura 22 - Grau de cristalinidade real das blendas, aumento de grau de cristalinidade esperado devido ao maior grau de cristalinidade do PTFE, e grau de cristalinidade esperado para a blendas



Fonte: autoria própria

Os comportamentos das condições durante o resfriamento, apresentados pela Figura 23, apresentaram tendência constante com o aumento da concentração de PTFE. Para a composição única de PAEK apenas o pico 2 de cristalização foi detectado. Com o aumento da concentração de PTFE o pico 1 passa a aparecer e a aumentar de tamanho. Além do surgimento do pico 1, com o aumento da concentração de PTFE o pico 2 tem sua temperatura de cristalização aumentada, de 251,7°C para a condição PAEK indo ao máximo de 268,5°C para a condição AE05, mantendo proximidade a esse valor até a condição AE30. O pico 1, evidenciado a partir da condição Y02 na temperatura 311,7°C foi apenas deslocado até 311,1°C para a condição AE30, não sendo essa uma mudança significativa. A partir dos resultados, conclui-se que o PAEK concentra sua cristalização apenas em uma faixa de temperatura, diferentemente das blendas acrescidas de PTFE. A adição do material autolubrificante levou o pico de cristalização, originalmente só do PAEK, a iniciar antes (em temperaturas ainda mais elevadas), o que indica melhor capacidade de nucleação durante a solidificação das blendas.

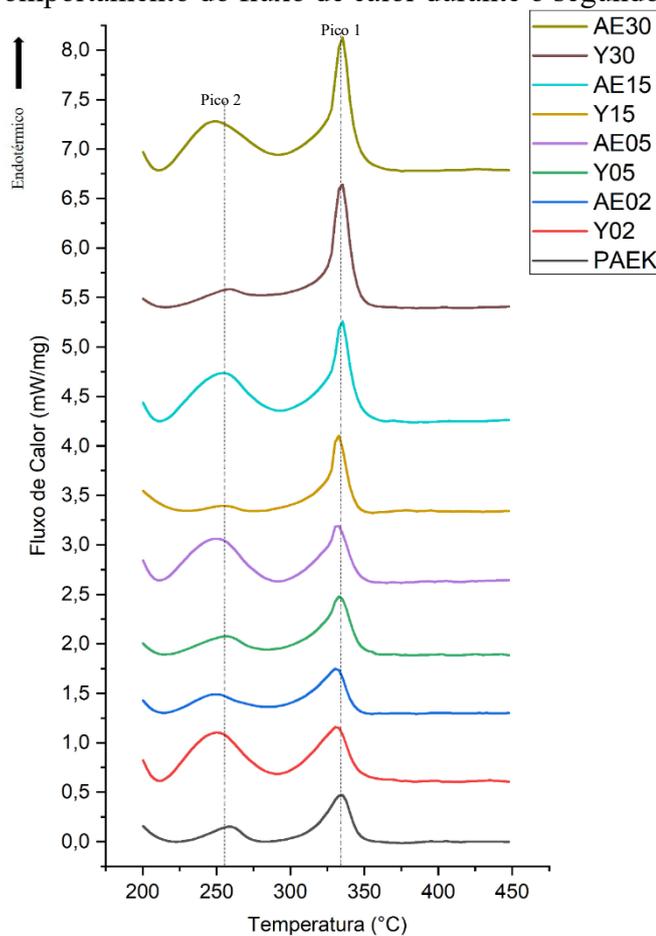
Figura 23 - Comportamento do fluxo de calor durante o resfriamento



Fonte: autoria própria

No segundo aquecimento, mostrado pela Figura 24, observou-se temperaturas de fusão de ambos os picos próximas para todas as condições analisadas. A heterogeneidade de comportamentos de fusão e menores graus de cristalinidade encontrados no segundo aquecimento podem ser explicados por um resfriamento mais rápido durante o ensaio de DSC quando comparado aos processos de produção das amostras, não fornecendo o tempo necessário para cristalização e solidificação eficientes das blendas.

Figura 24 - Comportamento do fluxo de calor durante o segundo aquecimento



Para o segundo aquecimento, são apresentadas a entalpia de fusão e grau de cristalinidade resultante para cada pico das blendas na Tabela 6. Os valores foram calculados através do mesmo método reportado para a Tabela 5.

Tabela 6 - Entalpia de fusão e grau de cristalinidade observados para as blendas durante o segundo aquecimento

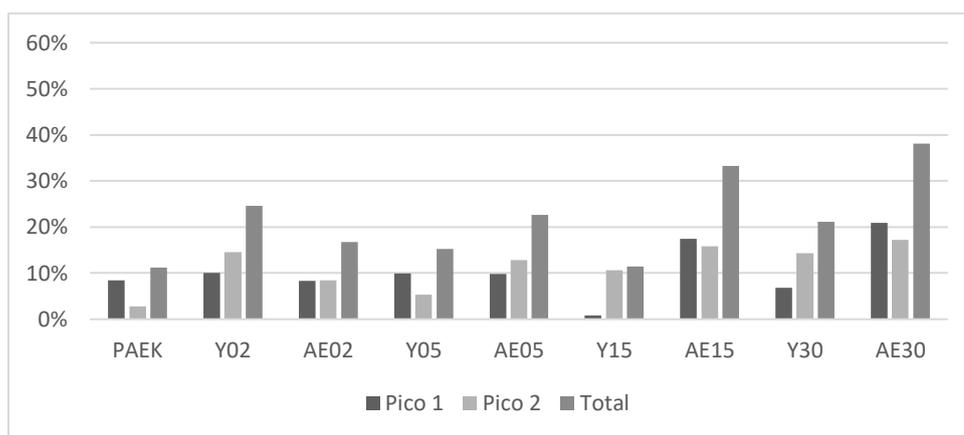
Amostra	PAEK	Y02	AE02	Y05	AE05	Y15	AE15	Y30	AE30
Entalpia de Fusão do Pico 1 [J/g]	10,97	13,01	10,77	12,74	12,49	1,00	21,46	7,83	24,18
Grau de Cristalinidade do Pico 1	8%	10%	8%	10%	10%	1%	17%	7%	21%
Entalpia de Fusão do Pico 2 [J/g]	3,63	18,95	10,95	6,86	16,70	13,77	20,54	18,66	22,42
Grau de Cristalinidade do Pico 2	3%	15%	8%	5%	13%	11%	16%	14%	17%
Entalpia de Fusão Total	14,60	31,96	21,72	19,60	29,19	14,77	42,00	26,49	46,60
Grau de Cristalinidade Total	11%	25%	17%	15%	23%	11%	33%	21%	38%

Fonte: autoria própria

A menor diferença de comportamento das blendas durante o segundo aquecimento fica clara através da análise gráfica da Figura 25. O grau de cristalinidade do PAEK que antes foi de 26% atingiu apenas 11% durante o segundo aquecimento da amostra, e o da condição AE30 que antes era de 56% ficou em apenas 38%. A cristalinidade, embora com menor diferença,

continuou a ser maior para as condições AE, o que não ocorreu apenas na composição de 2% em massa de PTFE. Essa quebra de tendência pode ser explicada pela possível perda de PTFE durante o processo de mistura de alta energia, fazendo com que a condição Y dispusesse de mais PTFE em sua composição. E, além disso, após aliviadas as tensões e deformações plásticas durante o primeiro aquecimento, a condição Y pode ter ficado suscetível a melhor cristalização durante o resfriamento.

Figura 25 - Grau de cristalinidade para o segundo aquecimento



Fonte: autoria própria

Os comportamentos e fenômenos de fusão e cristalização, assim como valores de T_m e de grau de cristalinidade são próximos dos observados na literatura recente de Panda *et al.* (2019) e (2020) e Padhan *et al.* (2020b). Como observado, o aumento de porcentagem de PTFE reduziu minimamente a temperatura de fusão da blenda, porém aumentou significativamente seu grau de cristalinidade. A mistura de alta energia também levou a maiores graus de cristalinidade todas as composições tanto no primeiro quanto no segundo aquecimento realizados. Portanto, espera-se que o aumento da concentração de PTFE e a utilização da mistura de alta energia para o processamento da blenda contribuam positivamente para a rigidez estrutural do material e seu comportamento em aplicações de engenharia. Todavia, mesmo que a rigidez estrutural do material seja otimizada não se garante que a soma dos efeitos causados por essas variáveis leve a aumentos monotônicos de resistência ao desgaste em aplicações tribológicas, devido a maior quantidade de fenômenos envolvidos como a lubrificação e condições de aplicação, por exemplo. A verificação de alteração de propriedades tribológicas será realizada a frente na apresentação dos resultados obtidos.

Quando presentes, micro e nanopartículas de reforço aumentam a área de interface alterando a cinética de nucleação e conseqüentemente influenciando nos processos de fusão e

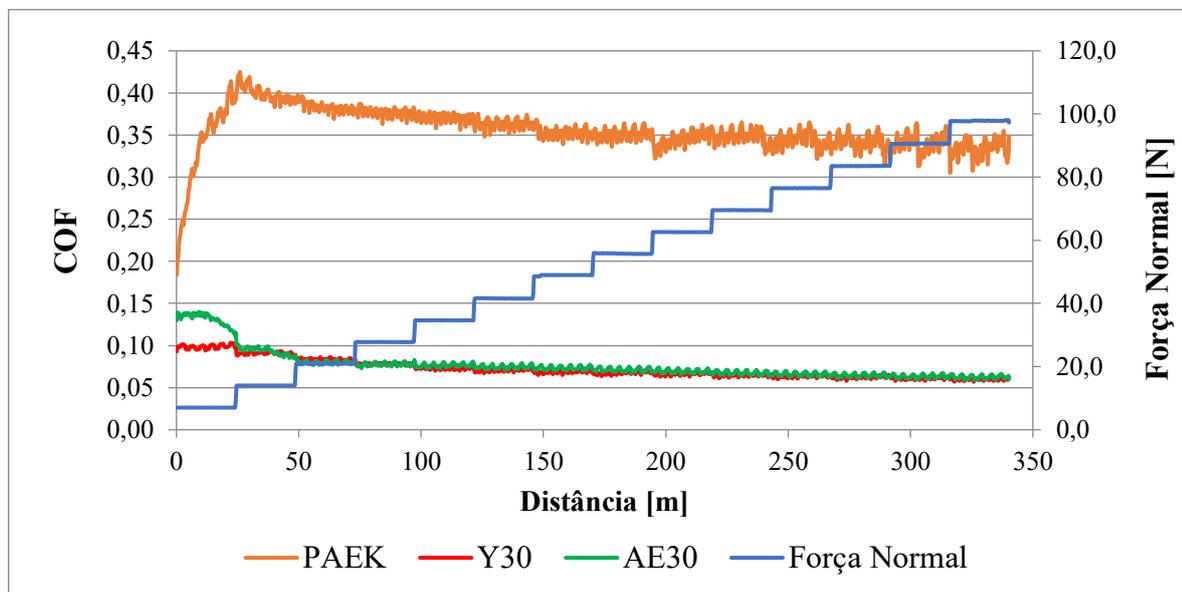
cristalização. Se ocorrer, esse fato leva a grande impacto em várias propriedades dos polímeros semicristalinos (PANDA; BIJWE; PANDEY, 2020). Porém, como observado no estudo (PANDA; BIJWE; PANDEY, 2019a), nem sempre as temperaturas T_g e T_m são afetadas pela incorporação de partículas de reforço. No estudo referido a incorporação não impediu a movimentação de cadeias durante o aquecimento das blendas e conseqüentemente o comportamento de fusão não foi alterado. O fenômeno ocorrido foi o de aumento de cristalinidade, indicando que as partículas inseridas atuaram como agentes nucleantes.

No estudo (PANDA; BIJWE; PANDEY, 2018), que além de lubrificantes sólidos incluiu fibras de vidro curtas em compósitos com matriz de PAEK, observou-se valores maiores de T_g de 174°C e T_m de 379°C. Além de reduzir a mobilidade das cadeias moleculares através das cargas houve o aumento de nos graus de cristalinidade dos compósitos, que foram de 41,3% (PAEK) até valores de 51,18% para materiais adicionados a nanocomponentes, sendo esses superiores aos valores obtidos para materiais adicionados a microcomponentes. Os valores de T_g e T_m para o polímero puro PAEK obtidos no estudo de (JOSHI *et al.*, 2017) foram de 160°C e 360°C, respectivamente.

5.5 Análise de regime tribológico

Os resultados de coeficiente de atrito dos ensaios tribológicos exploratórios com regime de carga escalonada em função do aumento de carga normal são mostrados pela Figura 26. Para o PAEK, observa-se o aumento acentuado do coeficiente de atrito durante a aplicação da primeira carga (7N), com posterior queda até o estabelecimento do regime permanente após 200m de deslizamento atingindo o valor de 0,34. Já as condições Y30 e AE30 apresentaram diminuição do COF a partir do início do ensaio. Também em 200m de deslizamento de ensaio não apresentaram modificação substancial no valor de COF, atingindo 0,07 para a Y30 e 0,08 para a AE, porém com desvio padrão maior para a Y30 de 0,01 em relação a 0,007 para AE30. Os valores médios de COF obtidos são mostrados pela Figura 28 (b).

Figura 26 - Coeficiente de atrito em ensaio de regime escalonado (7-98N) para as amostras PAEK, Y30 e AE30

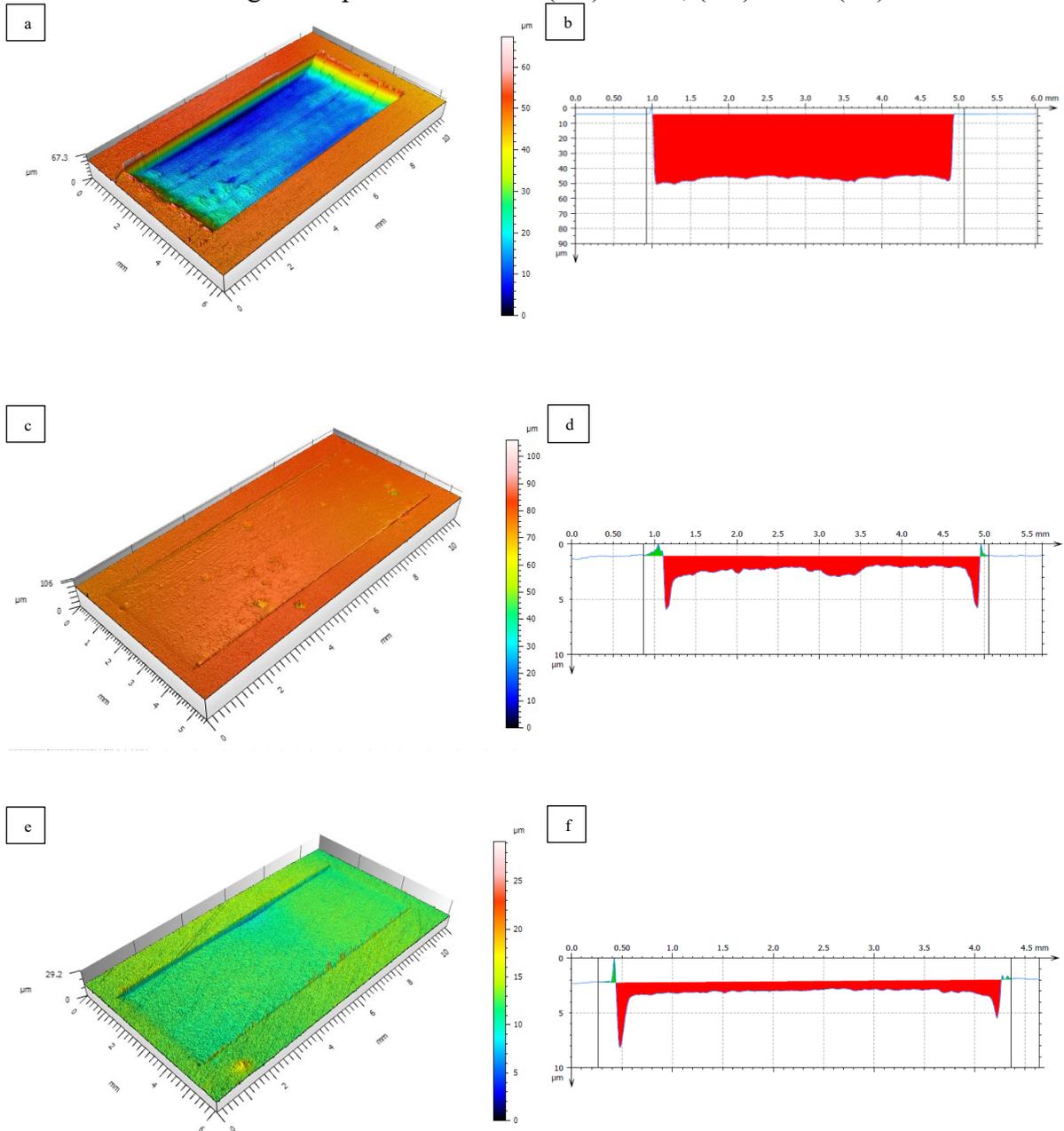


Fonte: autoria própria

Na Figura 27 são mostrados as superfícies e volumes desgastados resultado dos ensaios de regime de carga escalonada. Para o PAEK, devido ao maior volume desgastado, a altura da pista é mais aprofundada, fato que pode ser visualizado principalmente pela Figura 27 (b), referente a seção transversal da pista de deslizamento. A topografia observada na pista é mais irregular quando comparada as outras duas condições que possuem PTFE em sua composição. Há áreas na pista do PAEK com ondulações mais acentuadas e outras com trilhos de desgaste preferenciais. Tal heterogeneidade pode implicar na maior oscilação de COF observado nos testes de carga normal escalonada e que pode ser observado para o PAEK. Na condição Y30, cujo resultados são apresentados na Figura 27 (c-d), observa-se menor profundidade da pista de deslizamento devido ao menor desgaste quando comparada a condição PAEK e similar quando comparada a condição AE30, visto que essas condições apresentaram valores de desgaste também similares. As condições Y30 e AE30 mostram topografia mais uniforme quando comparadas com a PAEK, sendo a AE30 ainda mais homogênea do que a Y30. A condição que teve sua mistura realizada em misturador com baixa intensidade de energia (mistura Y) apresentou vazios de forma circular em sua superfície gerados pelo ensaio tribológico. Esse modo de desgaste pode ser atribuído a pior incorporação de PTFE no PAEK levando ao desgaste de porções isoladas da blenda. A heterogeneidade na superfície da condição Y30 em relação a AE30 pode ser observada também comparando a Figura 27 (d) com a Figura 27 (f), onde é percebida na seção transversal da condição Y30 topografia irregular e na AE30 desgaste

uniforme ao longo da direção ortogonal ao sentido de deslizamento. Outro ponto ainda percebido como diferença de topografia entre ambas é a presença de marcas de desgaste preferencial no sentido de deslizamento do cilindro para a condição Y30, não aparecendo para a AE30.

Figura 27 - Pistas de deslizamento ensaiadas e seção transversal dessas evidenciando o volume desgastado para as amostras: (a-b) PAEK, (c-d) Y30 e (e-f) AE30

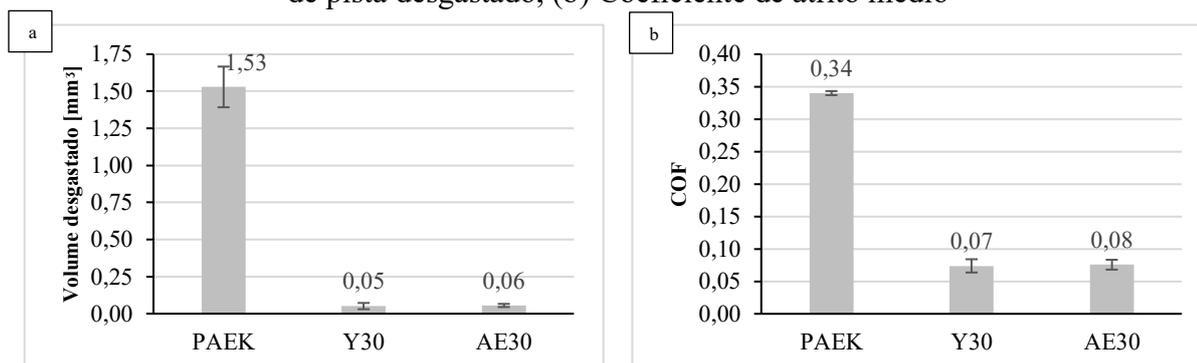


Fonte: autoria própria

O volume desgastado médio para as condições ensaiadas é apresentado pela Figura 28 (a). Como esperado, as amostras PAEK apresentaram volume desgaste superior as outras duas condições com carga autolubrificante. Além do volume de desgaste ser duas ordens de grandeza

maior, o desvio padrão das medidas de volume é também superior as condições que possuem o PTFE em sua composição. Entre as duas condições Y30 e AE30, o volume desgastado médio é estatisticamente igual, com a condição Y30 apresentando um desvio padrão de medidas maior e indicando comportamento menos constante do que as amostras preparadas por mistura de alta energia.

Figura 28 - Resultados dos ensaios tribológicos com regime de carga escalonada: (a) Volume de pista desgastado, (b) Coeficiente de atrito médio



Fonte: autoria própria

5.6 Ensaios tribológicos em regime de carga constante

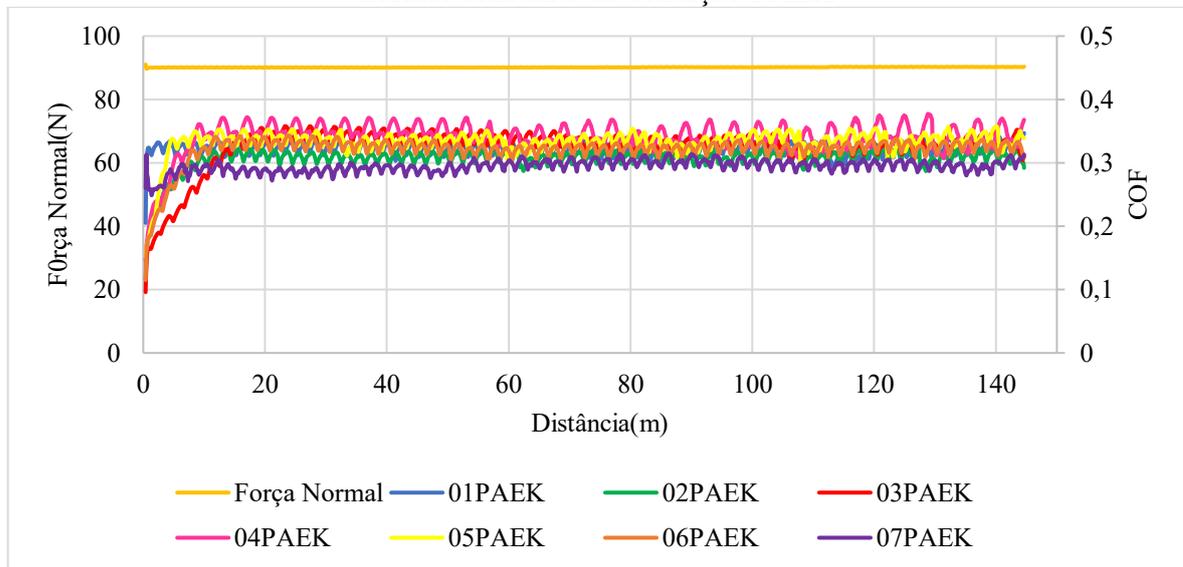
Os resultados para os ensaios tribológicos com regime de carga normal constante são apresentados a seguir. A carga normal de 91N (equivalente a pressão inicial máxima de 130,3 MPa) escolhida se demonstrou severa para algumas condições e evidenciou as diferenças no comportamento tribológico das blendas geradas pela composição e métodos de mistura dos materiais que os compõe. Para todas as condições foram ensaiadas 7 amostras e são apresentados a partir dessas os valores/comportamento de coeficiente de atrito, taxa de desgaste, tribocamadas formadas, debris gerados, topografia resultante dos corpos e contracorpos, e possíveis causas de variação de comportamento tribológico de alguns pares ensaiados.

5.6.1 Coeficiente de atrito

O COF da condição PAEK iniciou o ensaio aumentando durante os primeiros 10 metros de deslizamento atingindo nessa posição regime permanente e mantendo o valor de COF até o final do ensaio. O comportamento descrito pode ser observado na Figura 29. As amostras ensaiadas atingiram em regime constante valores de COF entre 0,3 e 0,38 aproximadamente. Comparada com as próximas condições a serem descritas, pode-se considerar que a condição PAEK teve baixo desvio de comportamento entre amostras, com comportamento de COF mais homogêneo. O valor médio do COF da amostra PAEK de 0,3 com desvio padrão de 0,017

concorda com os valores observados por JOSHI et. al em 2017, e é menor que valores encontrados para os polímeros da mesma família PEK e PEEK na pesquisa de 2013 de BIJWE et al., que exibiram valores de COF entre 0,4 e 0,45.

Figura 29 - Comportamento do coeficiente de atrito durante ensaio em regime de carga normal constante da condição PAEK



Fonte: autoria própria

Na Figura 30 são apresentados os comportamentos das condições com 2% de PTFE em massa, Y02 na Figura 30(a) e AE02 na Figura 30(b). Para a condição Y02 as amostras iniciaram o ensaio com valores de COF próximos, começando uma maior diferenciação após 10 metros de deslizamento. Com exceção da amostra 07Y02 que manteve seu valor abaixo das demais amostras e constante em 0,08 durante todo o ensaio, todas as demais iniciaram um aumento de COF a partir dos 10 metros de deslizamento, cada amostra com uma taxa de aumento diferente, levando a uma variação de COF de 0,08 até aproximadamente 0,3. Essa condição exibiu a maior variação de comportamento relacionado a coeficiente de atrito do estudo.

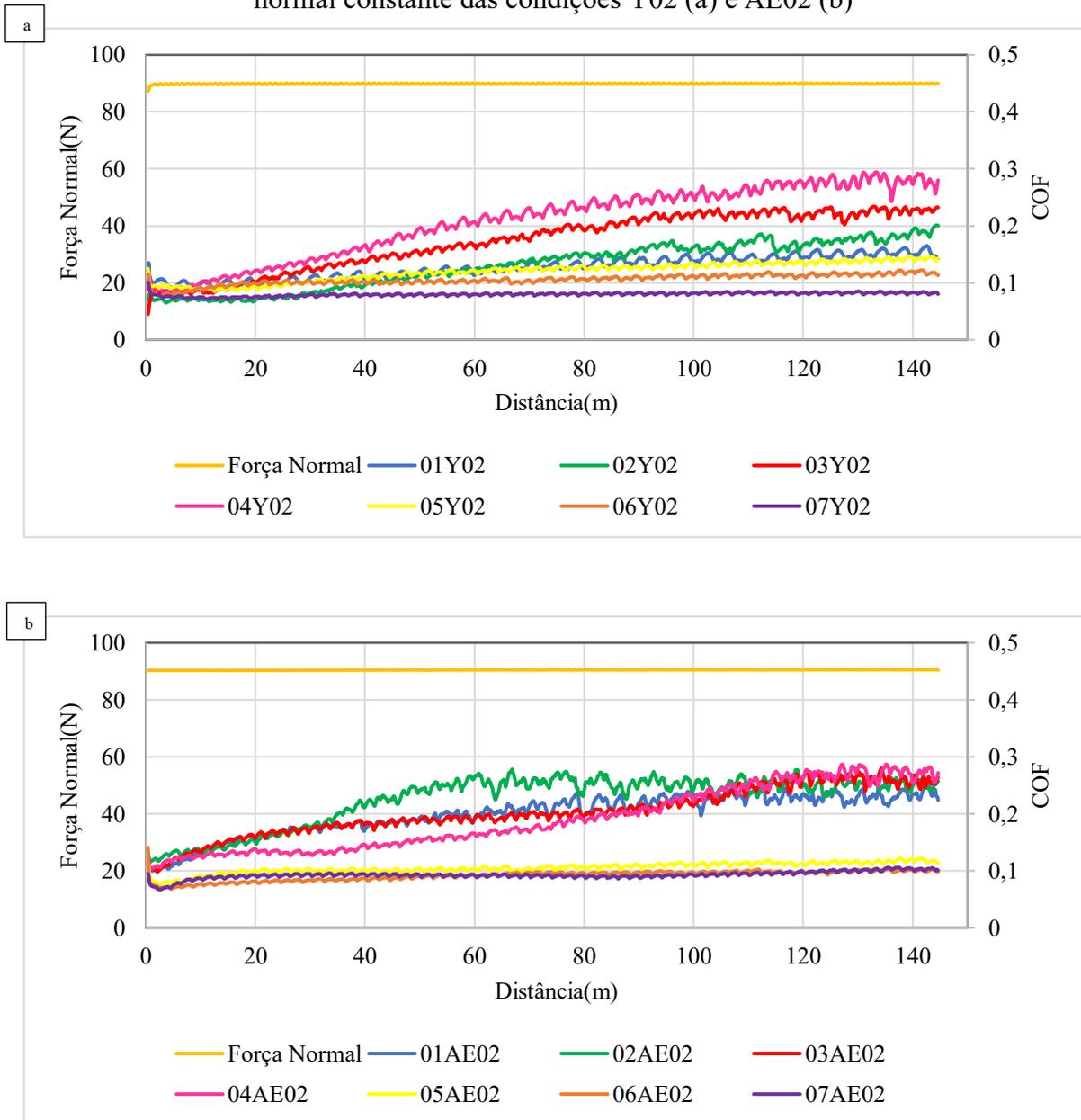
Para a condição AE02, mostrada na Figura 30 (b), as amostras apresentaram diferentes comportamentos no início do ensaio. As amostras dividiram-se basicamente em dois grupos, um finalizando o ensaio com COF na casa de 0,1 e outro com as amostras que atingiram o COF de aproximadamente 0,25, que apresentaram taxa de aumento de coeficiente de atrito mais acentuada quando comparada ao primeiro grupo.

O fato de ter indicado maior distribuição de resultados e coeficiente de atrito máximo superior indica que a condição Y02 possui lubrificação menos homogênea e conteúdo de PTFE não suficiente para a lubrificação do par tribológico visto os métodos de mistura utilizados. Em algumas amostras o COF foi mantido baixo, porém o alto desvio do comportamento mostra que

a combinação mistura utilizado e quantidade de lubrificante escolhida não foi eficaz, fato que também se visualiza para a condição AE02. Para entendimento do fenômeno de lubrificação e como algumas amostras atingiram lubrificação superior outras análises das pistas foram executadas e serão apresentadas nas seções posteriores referenciando as amostras apresentadas nos gráficos da presente seção.

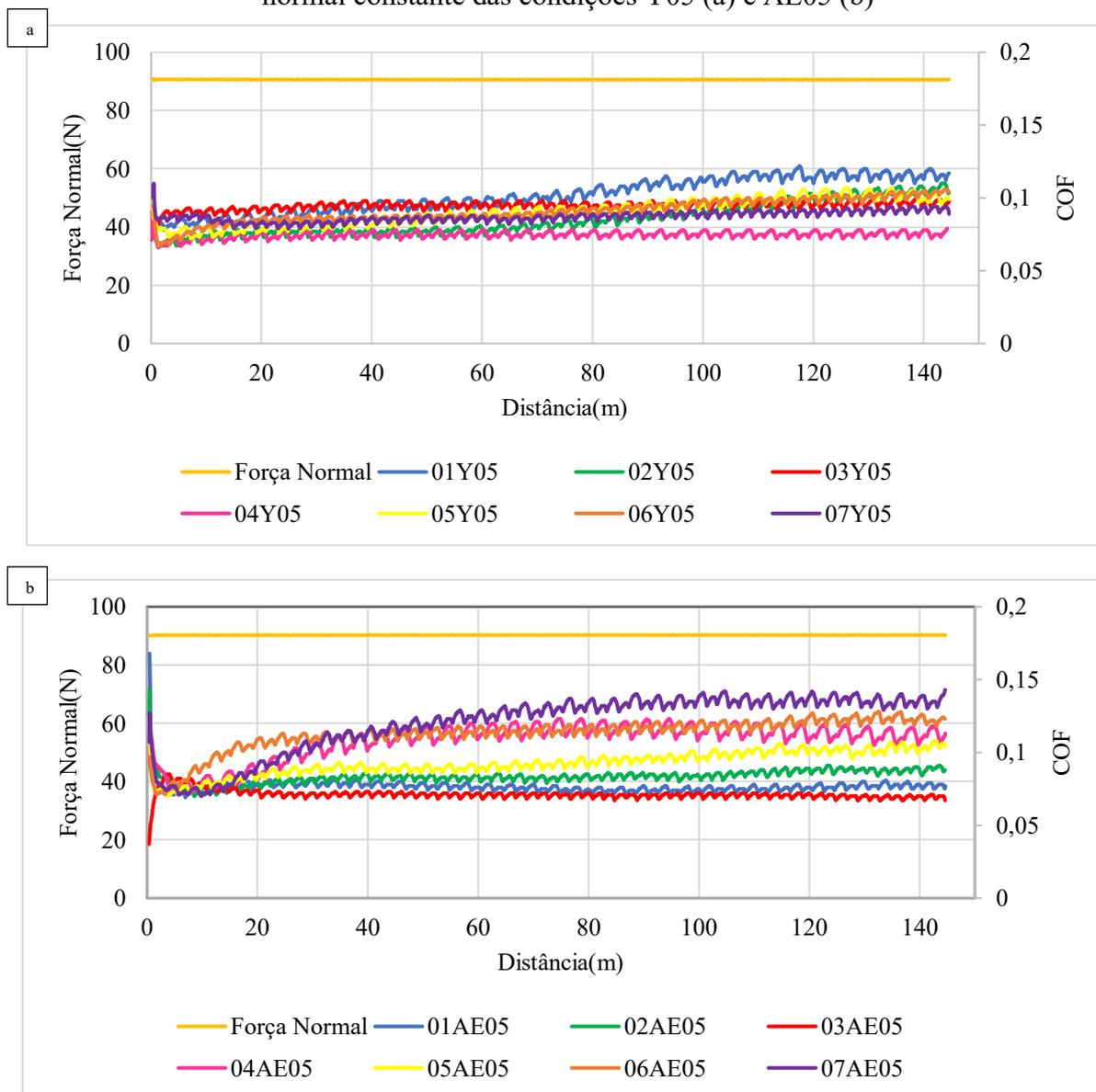
As condições com 5% em massa de PTFE apresentadas pela Figura 31 atingiram valores médios inferiores as condições com 2% de lubrificante sólido, ficando em torno do valor de 0,1. As amostras da condição Y05 têm menor dispersão de valor de COF quando comparadas com as de condições AE05, assim como menor valor máximo, indicando maior homogeneidade e menor resistência de deslizamento para o par tribológico. Embora a condição AE05, apresentada na Figura 31 (b), apresente maior dispersão ao longo do ensaio e principalmente no início do deslizamento, ela também apresentou o menor coeficiente de atrito em uma amostra ensaiada (amostra 03AE05). Os menores valores encontrados com a condição Y05 podem ser devido ao fato de o lubrificante estar menos disperso e ser mais facilmente espalhado no comprimento da pista por não estar bem ancorado.

Figura 30 - Comportamento do coeficiente de atrito durante ensaio em regime de carga normal constante das condições Y02 (a) e AE02 (b)



Fonte: autoria própria

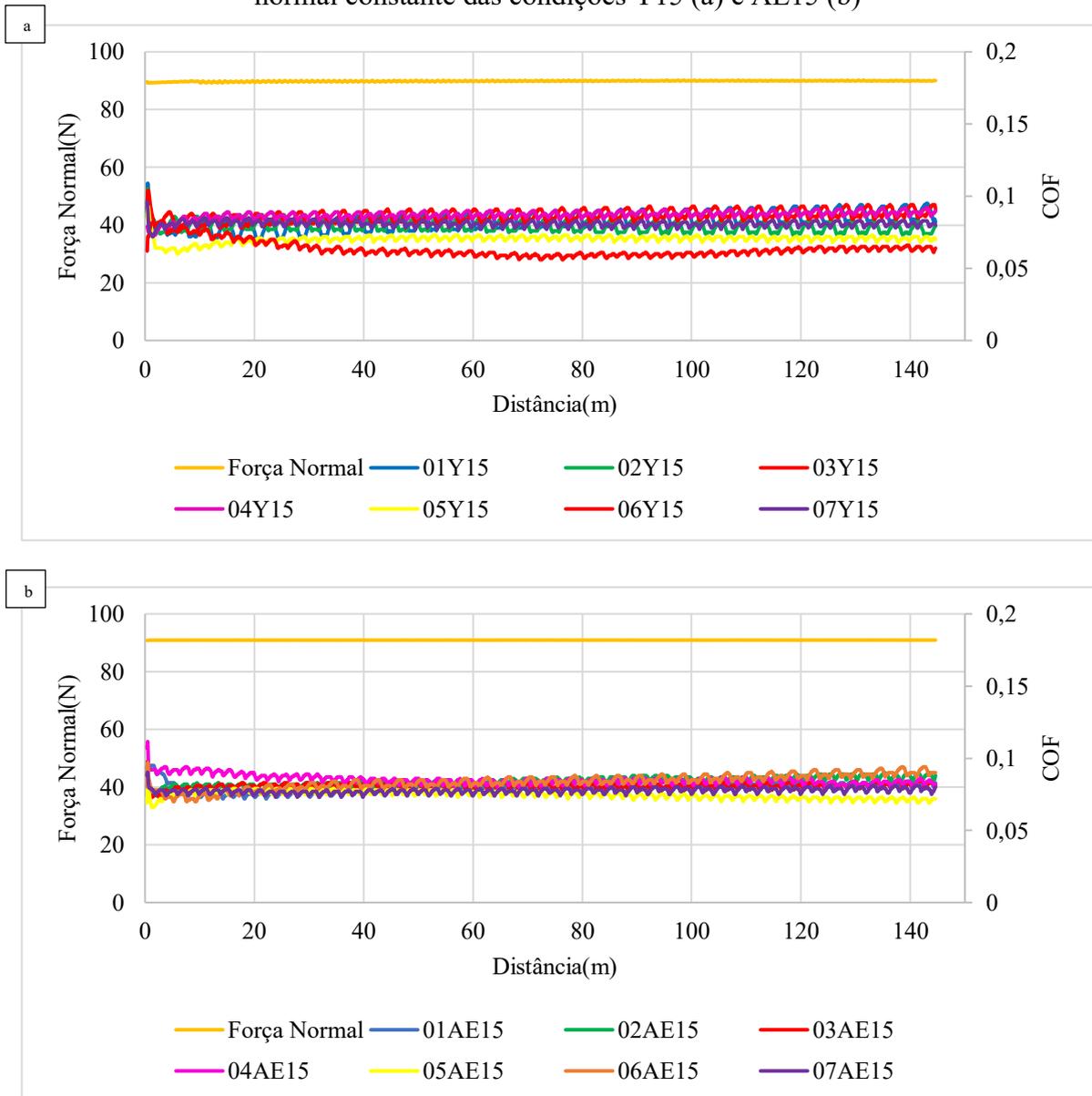
Figura 31 - Comportamento do coeficiente de atrito durante ensaio em regime de carga normal constante das condições Y05 (a) e AE05 (b)



Fonte: autoria própria

Os coeficientes de atrito das condições com 15% de PTFE em massa, mostrados pela Figura 32, ficaram com média menor que 0,1. Para a condição Y15 os valores de COF em regime constante ficaram entre 0,09 e 0,06, e para a condição AE15 entre 0,09 e 0,07, apresentando menor dispersão quando comparada a Y15. Ambas as condições Y15 e AE15 possuem valores menores de COF e com menor dispersão comparadas as condições com menor concentração de PTFE mostradas anteriormente. Para essa concentração, o fator da mistura de alta energia se declarou e deve ser a causa de maior homogeneidade de comportamento tribológico, o que é evidenciado principalmente através da Figura 32 (b).

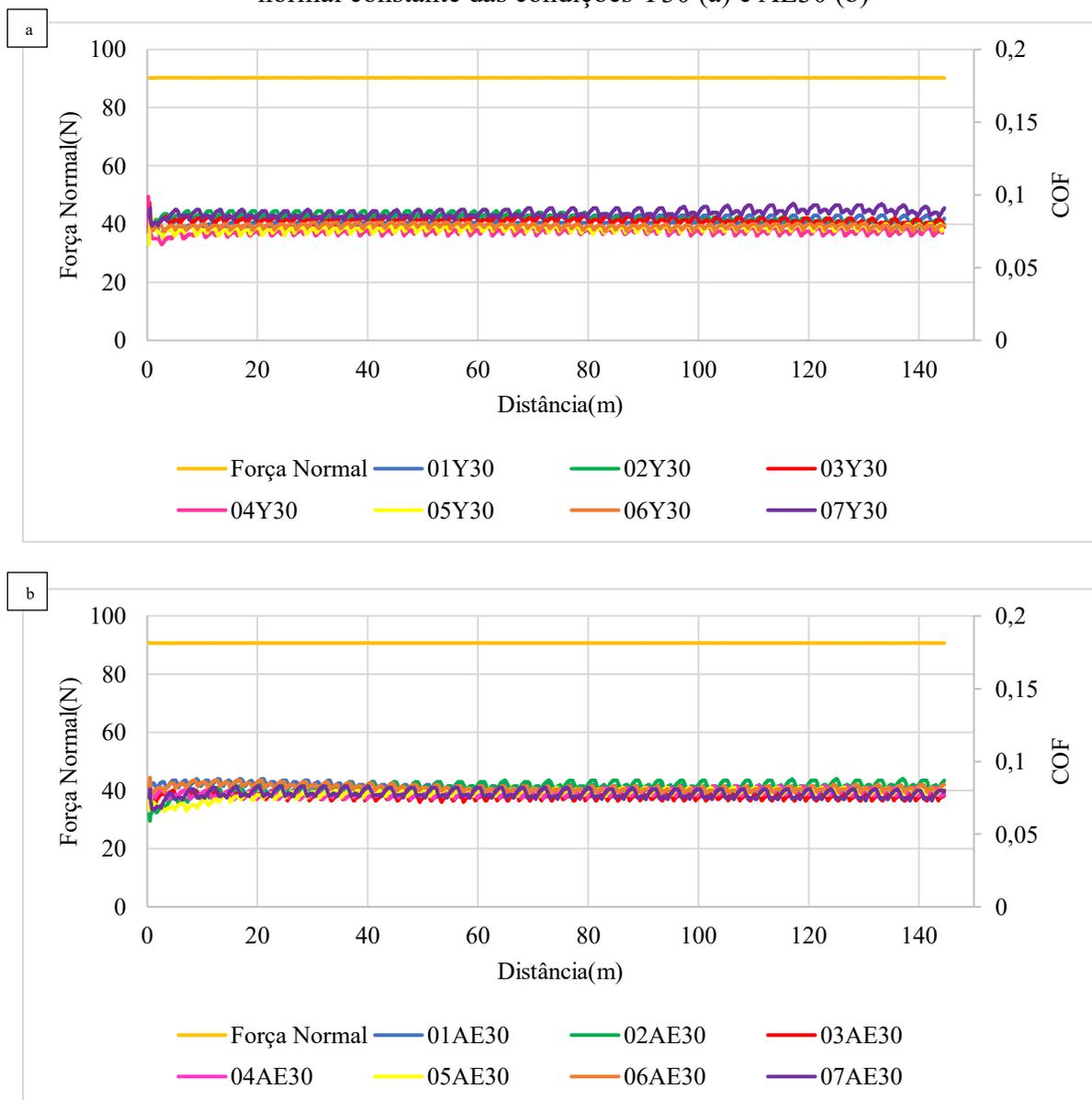
Figura 32 - Comportamento do coeficiente de atrito durante ensaio em regime de carga normal constante das condições Y15 (a) e AE15 (b)



Fonte: autoria própria

A Figura 33 mostra o comportamento dos coeficientes de atrito das condições Y30 (a) e AE30 (b). Os valores médios de COF se aproximaram das condições Y15 e AE15, porém com menor dispersão, com destaque para a condição AE30 nesse quesito devido a todas as amostras apresentarem valor médio de COF próximos de 0,075. Além da mistura de alta energia, outro fator que contribui para a baixa dispersão de resultado é a maior concentração de lubrificação sólido, 30% em massa. Com essa maior quantidade de PTFE, a probabilidade de que algum ponto do par tribológico esteja desprovido de lubrificante ou que possua concentração muito superior do que é outras é menor. Assim, mesmo a condição Y30 possui baixo desvio padrão de COF.

Figura 33 - Comportamento do coeficiente de atrito durante ensaio em regime de carga normal constante das condições Y30 (a) e AE30 (b)



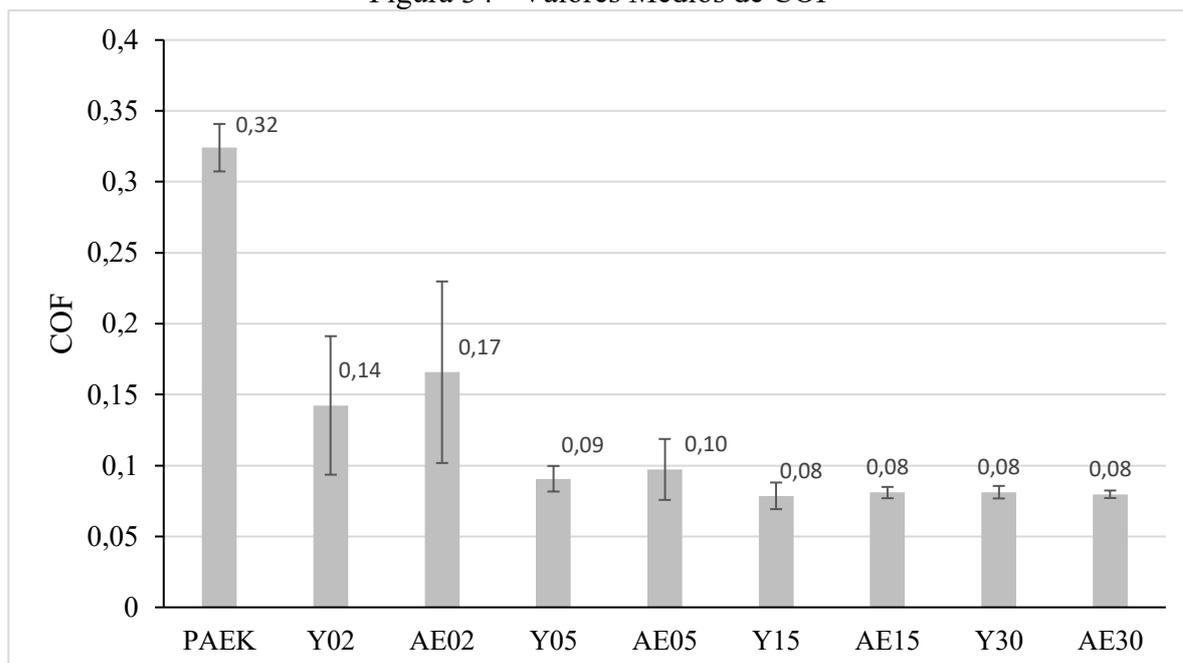
Fonte: autoria própria

Além de melhor ancoragem, a mistura de alta energia tende a deixar as partículas de lubrificante sólido menores e causar sua melhor dispersão. Essas modificações tendem a melhorar a performance tribológica dos materiais, o que foi verificado nesse trabalho com o lubrificante PTFE e no trabalho (PANDA; BIJWE; PANDEY, 2020), com o lubrificante sólido grafite.

A Figura 34 mostra os valores médios de COF e desvios padrão de comportamento encontrados para as amostras. Com a síntese fica clara a diminuição do COF médio pela metade com a inserção de 2% de PTFE em relação ao PAEK, com o valor diminuindo até a concentração de 5% de PTFE. Nas concentrações de 15% e 30% o valor médio se manteve

constante com valor de 0,08. Como comentado nos gráficos específicos de cada mistura, os maiores desvios padrão dos valores de COF foram observados para as condições com menor concentração de PTFE 2% e 5%, e PAEK, com valor significativamente maior para Y02 e AE02. Reforça-se que o menor valor médio de COF encontrado, 0,08, é significativo, visto que é uma ordem de grandeza menor que o maior valor encontrado, 0,32, para as amostras sem lubrificante sólido.

Figura 34 - Valores Médios de COF



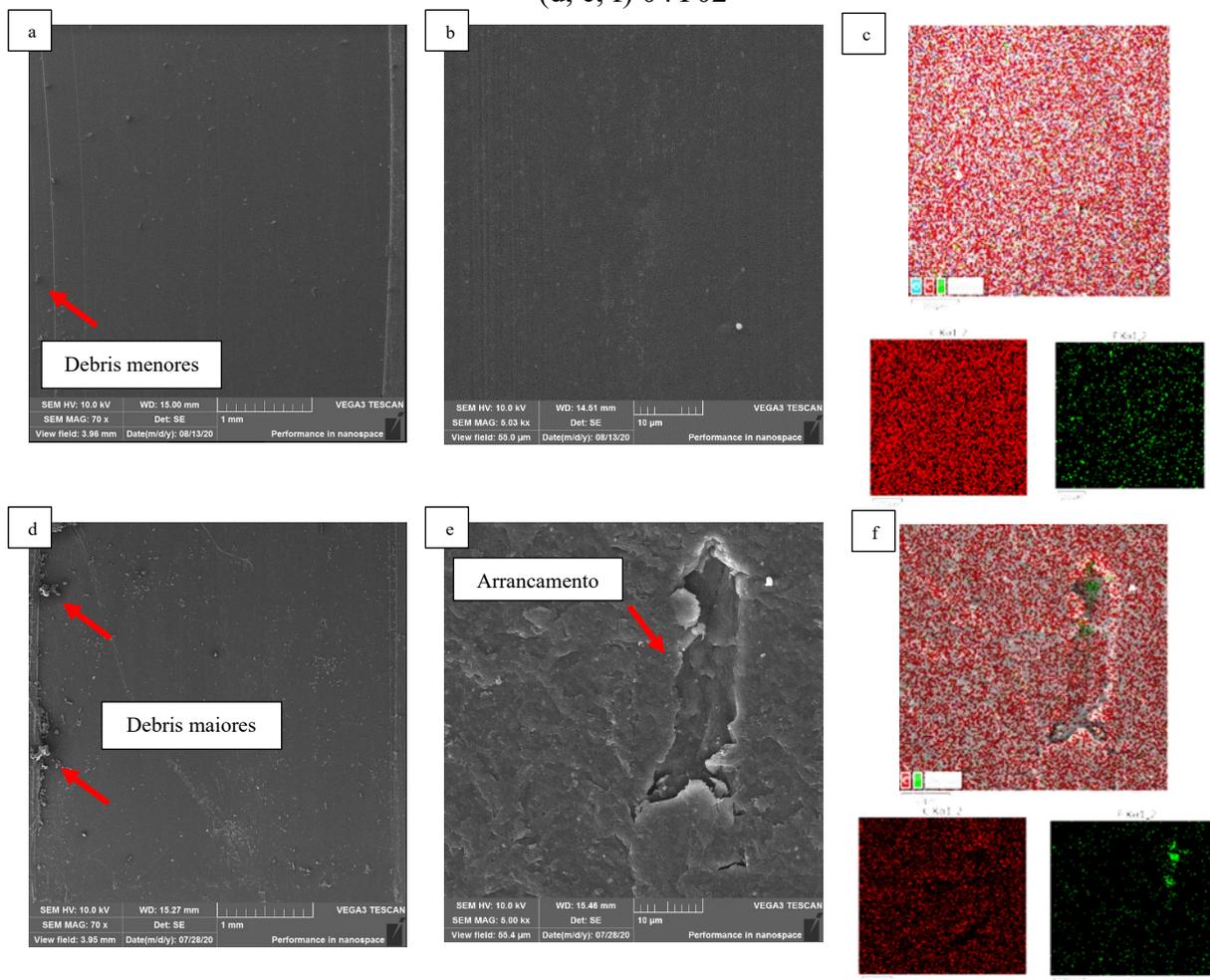
Fonte: autoria própria

5.6.2 Diferenças de comportamento tribológico

A seguir são apresentadas as análises de MEV e EDS das pistas das condições que apresentaram as maiores diferenças de comportamento de coeficiente de atrito. As amostras da condição Y02 mostradas pelas Figura 35 (a-f) revelam grandes diferenças nas pistas. A amostra que apresentou o menor coeficiente de atrito, 07Y02, possui menor quantidade de debris sobre a pista quando comparada a amostra cujo ensaio resultou em maior coeficiente de atrito, 04Y02. Os debris dessa última são de vários tamanhos, indicando que houve parcelas desgastadas de maior tamanho para a condição. Tal fato é evidenciado pela Figura 35 (e) com arrancamento de partícula de tamanho superior a 40 μ m de comprimento. Além disso, percebe-se que a topografia resultante da amostra 04Y02 ficou com rugosidade média maior (informação presente nos apêndices), devido a superfície mais heterogênea, enquanto a amostra 07Y02 apresenta pequenos sulcos que indicam desgaste por abrasão. Com os mapas de composição química presentes na Figura 35 (c, f) é possível observar melhor dispersão e maior presença de flúor na

superfície da pista da amostra 07Y02, e um ponto de maior aglomeração na amostra 04Y02 justamente onde uma maior partícula da blenda foi removida por desgaste, provavelmente devido à baixa adesão entre os componentes.

Figura 35 - MEV e EDS das pistas das amostras que apresentaram diferenças: (a, b, c) 07Y02 e (d, e, f) 04Y02

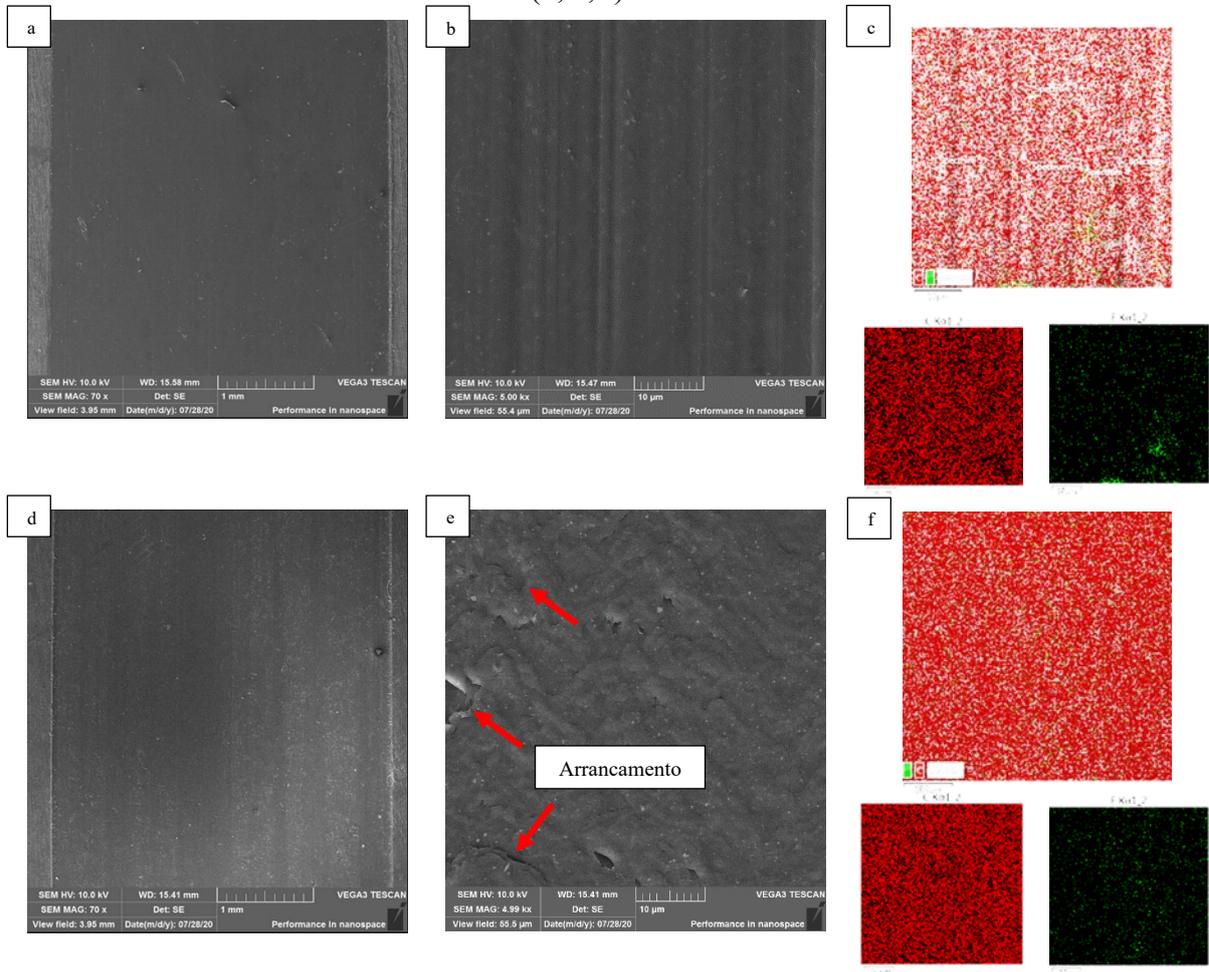


Fonte: autoria própria

Para as condições com 2% em massa de PTFE e mistura realizada por método de alta energia, apresentadas pelas Figura 36 (a-f), foram verificadas as mesmas características das amostras Y02. As diferenças ficam na questão de a amostra com maior coeficiente de atrito (04AE02) apresentar menor quantidade de debris sobre a pista e melhor dispersão de PTFE na área analisada (Figura 36 (f)). Nesse caso, a pior dispersão de PTFE ocorreu para a amostra 06AE02 (Figura 36 (c)), o que provavelmente pode ter contribuído para um menor coeficiente de atrito em virtude de maior estoque de lubrificante disponível e menos aderido ao PAEK. Como comentado, os modos de desgaste se repetem, com abrasão para a amostra que apresentou menor coeficiente de atrito e adesão para a de maior coeficiente de atrito. Essa última, ainda

que menores do que na condição Y02, apresentou pontos de arrancamento de material em função do desgaste.

Figura 36 - MEV e EDS das pistas das amostras que apresentaram diferenças: (a, b, c) 06AE02 e (d, e, f) 04AE02

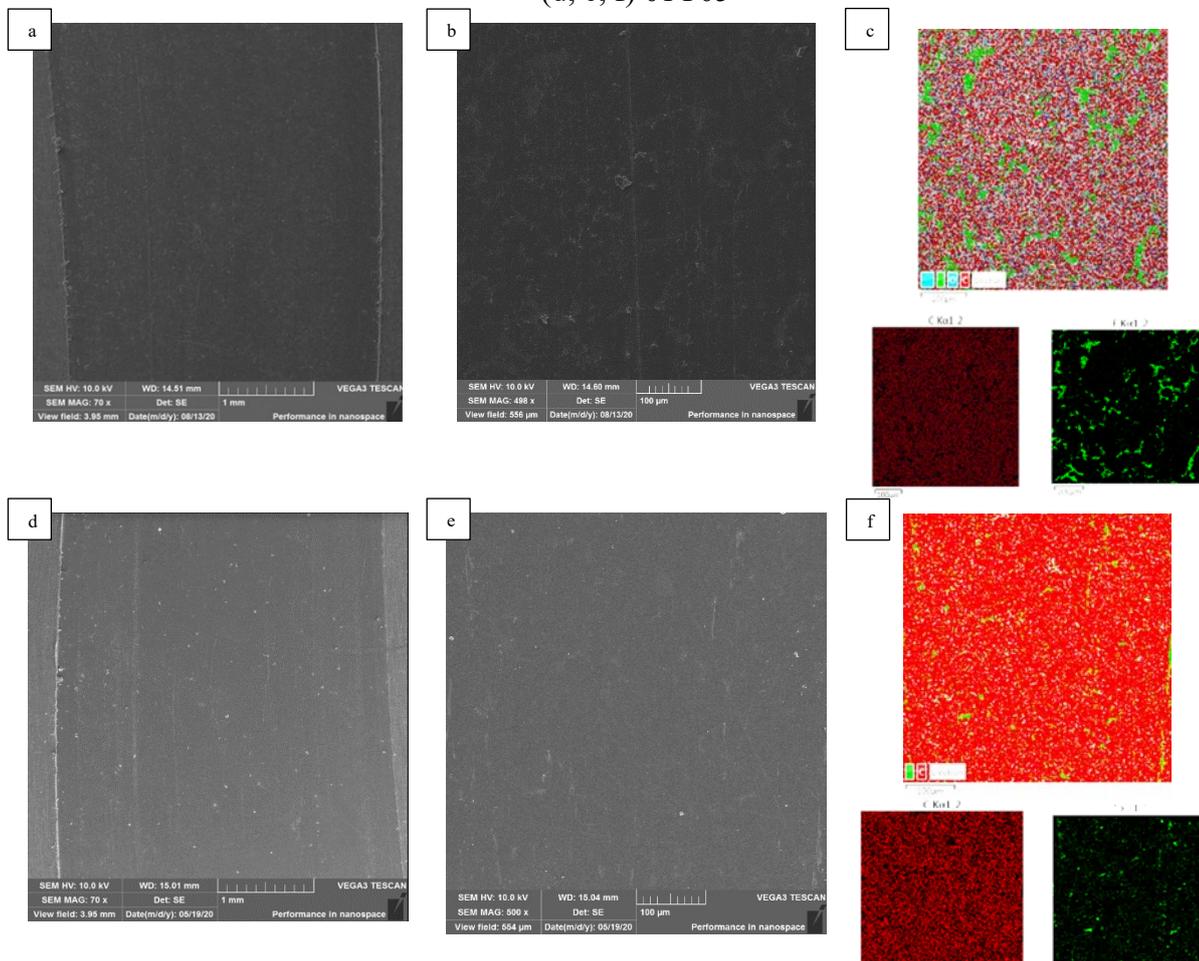


Fonte: autoria própria

Analisando as amostras Y05, apresentadas pela Figura 37 (a-f), é concluído que as principais diferenças de comportamento devem ter sido provocadas pela dispersão e quantidade de lubrificante presente na pista de deslizamento. Os estoques de lubrificantes presentes na amostra que apresentou menor coeficiente de atrito (04Y05), demonstrados pela Figura 37 (c), são maiores e ainda assim estão distribuídos por toda a superfície de análise, o que garantiu a performance superior da amostra. A amostra 01Y05 exibe melhor dispersão de lubrificante com menor quantidade de agregados (Figura 37 (f)), porém a quantidade disponível de PTFE não foi suficiente para a formação de tribocamadas eficientes, que levem a menores coeficientes de atrito. A topografia resultante para ambas as condições foi similar, com aspecto mais homogêneo quando comparado com as condições com 2% em massa de PTFE e menor volume

desgastado. Estão presentes também alguns sulcos de desgaste causado pelo deslizamento, porém com menor intensidade e frequência ao longo da largura.

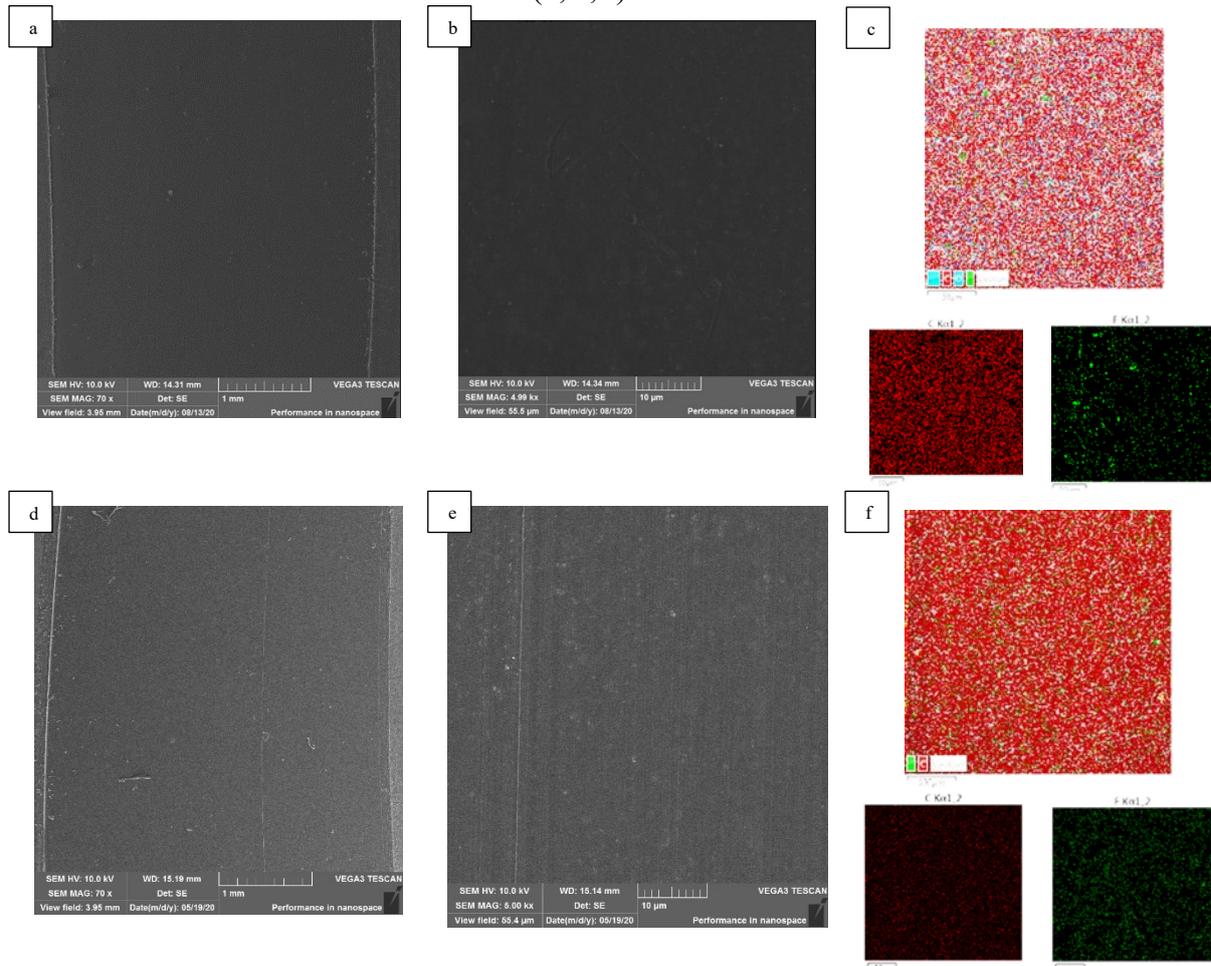
Figura 37 - MEV e EDS das pistas das amostras que apresentaram diferenças: (a, b, c) 04Y05 e (d, e, f) 01Y05



Fonte: autoria própria

A última condição apresentada pelas Figura 38 (a-f), AE05, seguiu as mesmas tendências de resultado das condições Y05 e AE02 previamente descritas. A amostra que resultou em menor coeficiente de atrito médio (03AE05) gerou menor quantidade de debris, apresentou topografia homogênea e rugosidade média menor, além de alguns agregados de carga autolubrificante percebidos na área de análise na Figura 38 (c), fato que não ocorreu para a outra 07AE05, com boa homogeneidade de PTFE apresentada pela Figura 38 (f). A amostra que apresentou COF superior (07AE05) resultou em uma superfície desgastada com mais sulcos quando comparada a amostra de comportamento superior (03AE05). Não foram presenciados para ambas as amostras AE05 vazios resultantes de arrancamento de partículas maiores da blenda como visto para as condições Y02 e AE02.

Figura 38 - MEV e EDS das pistas das amostras que apresentaram diferenças: (a, b, c) 03AE05 e (d, e, f) 07AE05

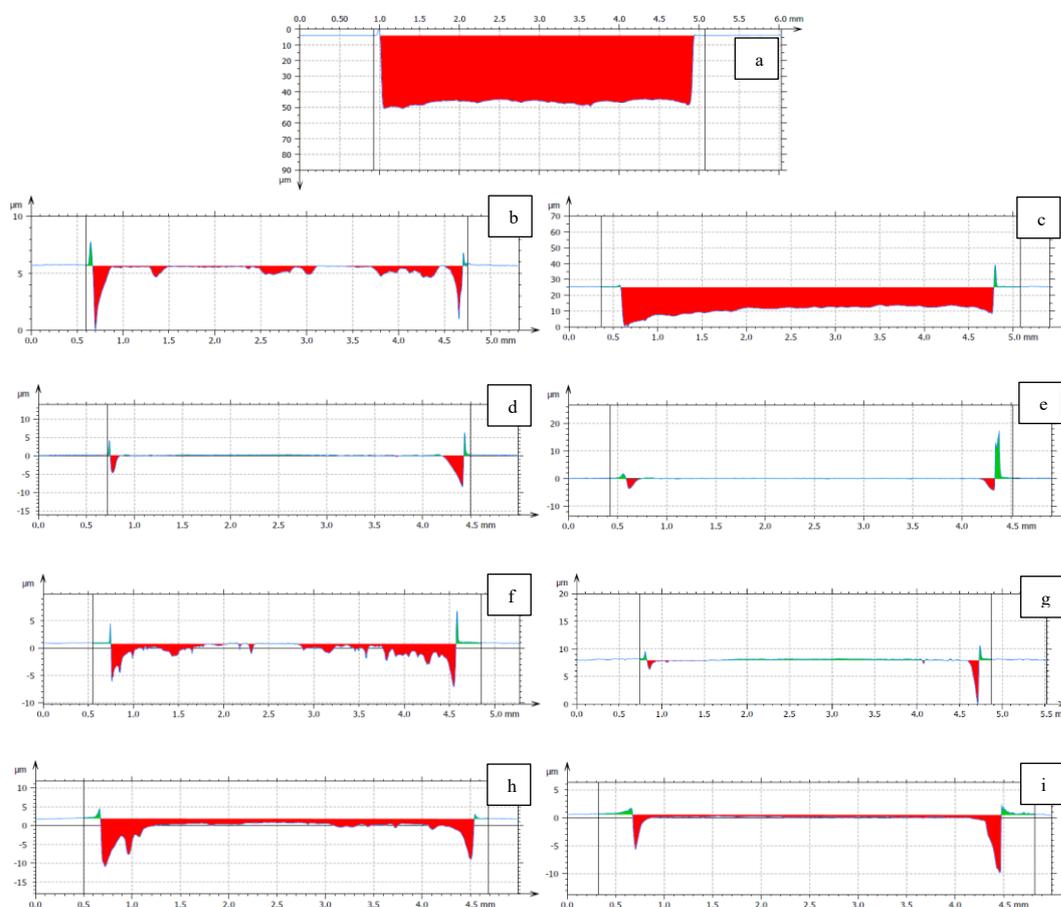


Fonte: autoria própria

5.6.3 Volume de pista desgastado

As seções transversais das pistas desgastadas são mostradas na Figura 39. A condição PAEK apresenta desgaste superior comparada as demais condições, fato evidenciado pela seção transversal de pista com altura superior e conseqüentemente maior volume de desgaste para as mesmas condições de ensaio. Mesmo comportamento ocorre para as demais condições apresentadas, com maior desgaste para os casos Y comparados aos AE, com exceção das concentrações de 2% em massa de PTFE.

Figura 39 - Seção transversal de uma amostra para cada condição ensaiada: (a) PAEK, (b) Y02, (c) AE02, (d) Y05, (e) AE05, (f) Y15, (g) AE15, (h) Y30, (i) AE30



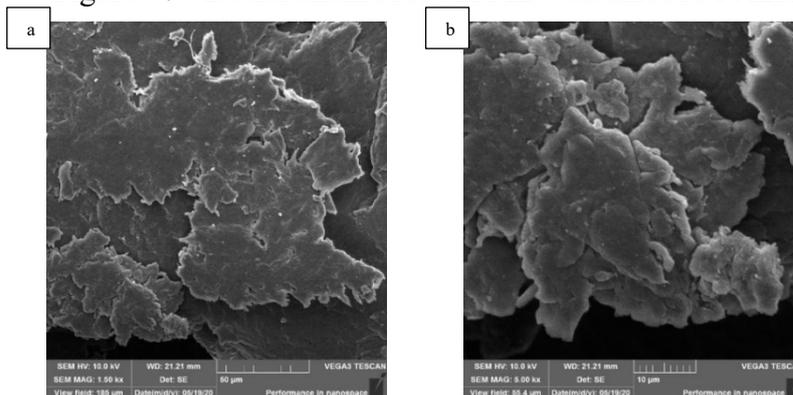
Fonte: autoria própria

Além de área transversal da pista ser maior, evidenciando maior volume desgastado, as amostras processadas no misturador Y demonstraram característica de heterogeneidade mostrada por esse método de análise. As medições por interferometria óptica das condições Y apresentam áreas de desgaste com linhas preferenciais com lacunas de material na direção de deslizamento do ensaio. A característica pode ser percebida através das diferentes alturas da pista em pontos aleatórios e espaçados entre si, nas Figura 39 (b, d, f, h). Para as condições AE, mostradas pelas Figura 39 (c, e, g, i), ocorrem desgastes preferenciais próximos as bordas das pistas, com alturas de até $10\mu\text{m}$ e larguras de até $200\mu\text{m}$. Visto que os cilindros utilizados como contracorpos foram rigorosamente rebarbados e verificados também por interferometria óptica, acredita-se que o desgaste preferencial nas bordas de pista pode ser devido a concentração de tensão gerada pelas bordas do cilindro contra o corpo plano.

Os debris resultantes dos ensaios com regime de carga normal constante das condições PAEK, Y30 e AE30 (sendo essas as amostras com concentrações extremas de PTFE) são

apresentados pelas Figura 40, Figura 41 e Figura 42, respectivamente. Para a condição PAEK, os debris apresentam ser massas menores posteriormente unidas, formando partículas maiores deformadas plasticamente. Na Figura 40 é possível observar dimensões de debris da condição PAEK de mais de 150 μ m assim como partículas menores do que 10 μ m. Debris em forma lamelar com tamanhos superiores a 100 μ m foram também observados por (JOSHI *et al.*, 2017).

Figura 40 - Debris analisados em MEV da amostra PAEK

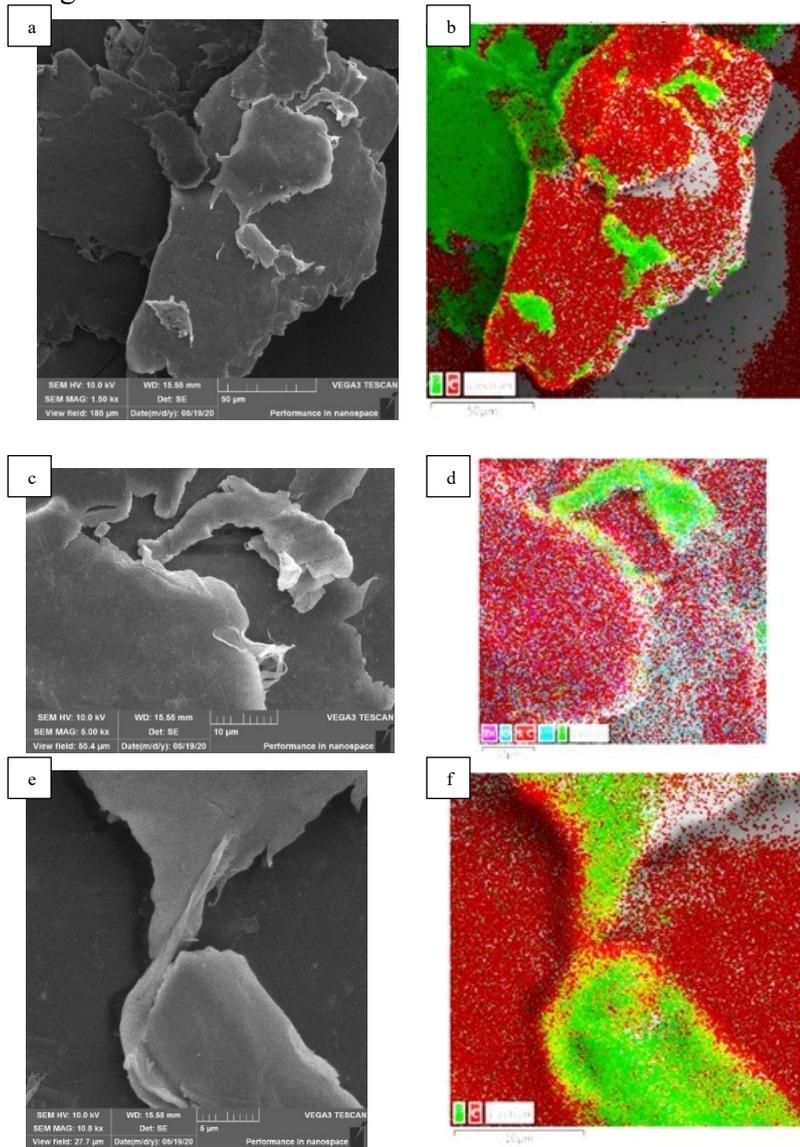


Fonte: autoria própria

Para a condição Y30, na Figura 41, observa-se deformação plástica quase nula entre as partículas de PAEK e de PTFE, com superfícies das partículas apresentando baixa rugosidade, “lisas”. Nos mapas mostrados nas Figura 41 (b, d, f) é possível observar que as partículas de debris de PTFE, em verde, se encontram soltas em meio os debris de PAEK, inclusive com vários tamanhos, indicando aglomeração de partículas de PAEK que foram fundidas durante o processamento e desgastadas como uma única partícula. As partículas e superfícies com baixa interação entre si podem indicar que a blenda possui menor resistência ao desgaste, com as partículas se destacando com maior facilidade durante o deslizamento do par tribológico.

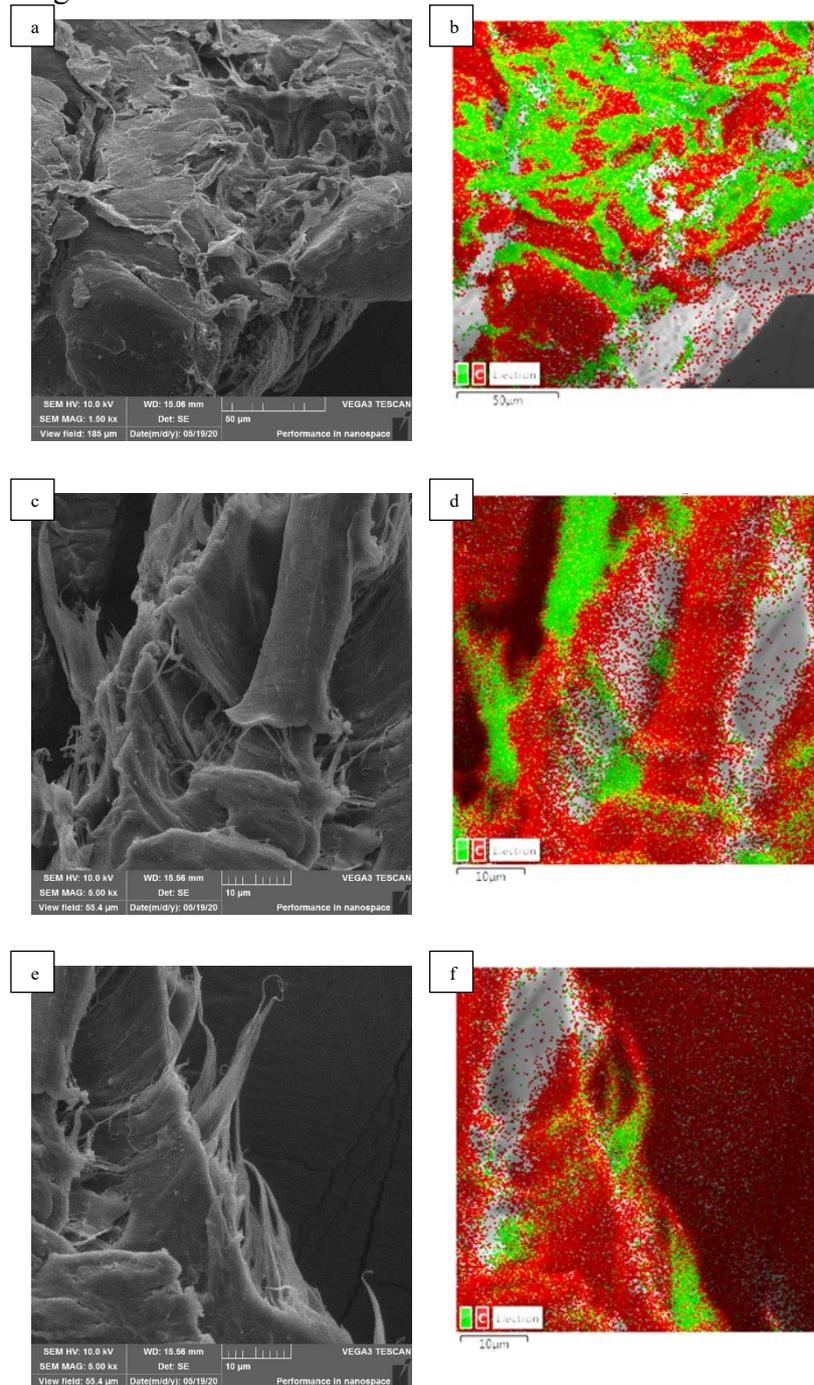
Os debris da condição AE30, mostrados pela Figura 42, mostram uma característica morfológica totalmente diferente dos resultados de desgaste da condição Y30. As partículas desgastadas evidenciam alta deformação plástica tanto nas partículas de PAEK quanto nas de PTFE, inclusive com forte interação de adesão entre ambas. Além de o PTFE estar mais bem disperso nos debris (inclusive com partículas menores quando comparadas ao debris da condição Y30), ficaram evidenciadas “fibras” de PTFE com formato alongado que sofreram alta deformação plástica durante o processo de desgaste. O formato do material estirado fica claro nas Figura 42 (c, e). A inserção do PTFE mostrada nas imagens de debris da condição AE30 parece se aproximar do modelo ideal de incorporação do lubrificante sólido no segundo componente da blenda polimérica mostrado pela Figura 11.

Figura 41 - Debris analisados em MEV/EDS da amostra Y30



Fonte: autoria própria

Figura 42 - Debris analisados em MEV/EDS da amostra AE30



Fonte: autoria própria

Como verificado, os debris das diferentes condições indicam que houve variação na inserção do lubrificante sólido no PAEK, levando também a diferentes comportamentos tribológicos. A resistência ao arrancamento e a fratura de material em operação tribológica podem ser otimizadas com o aumento de adesão entre componentes, o que implica também em partículas desgastadas com diferentes morfologias assim como mostrado pelas diferenças entre as Figura 41 e Figura 42. Esse fato também foi visualizado no estudo de PANDA *et al.*

(PANDA; BIJWE; PANDEY, 2017b), onde as melhorias na adesão entre lubrificante sólido, fibras de reforço e matriz levaram a COFs de 0,04 e a taxas de desgaste de $5,68 \times 10E^{-16}$ [m³/Nm] para as blendas, valores próximos aos encontrados durante esse estudo para as condições AE.

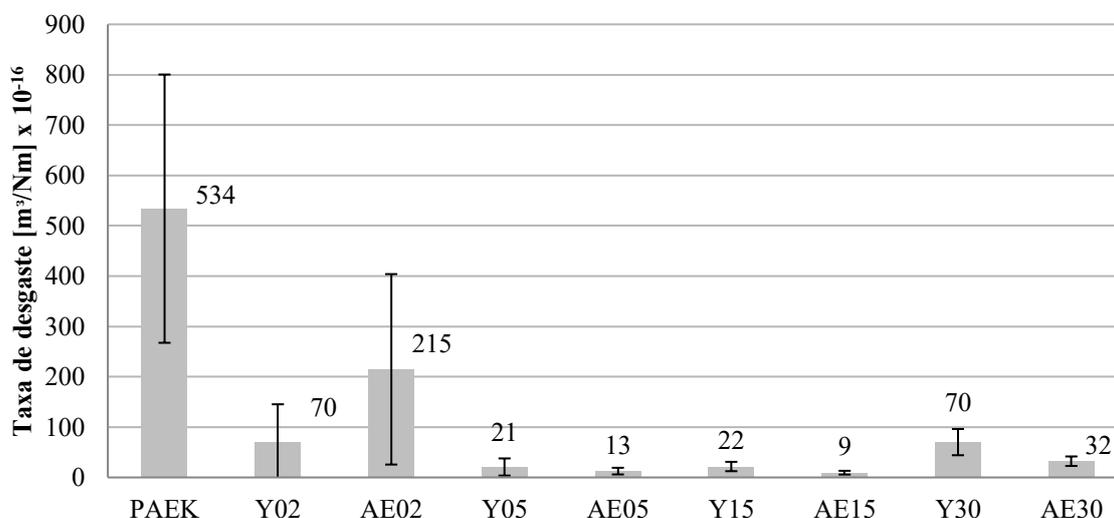
O estudo dos debrís gerados durante os ensaios é importante para entender se esses exerceram também influência sobre o comportamento de coeficiente de atrito e taxa de desgaste das condições ensaiadas. Em estudos anteriores, como o de (HARSHA; WÄSCHE, 2018), verificou-se que os comportamentos de atrito e desgaste observados nos pares tribológicos dos PAEKs e seu compósitos foram regidos pelo corpos terceiros em interação com corpo e contracorpo. Nas análises de topografia apresentadas a seguir é possível identificar em quais condições os debrís influenciaram mais os resultados de superfície obtidos.

No estudo de PANDA *et al.* (2020) provou-se que partículas de lubrificante menores tiveram ligações mais fortes com os demais componentes, possuindo uma maior área de superfície. Nos pares tribológicos que possuíam partículas de lubrificante menores e mais bem inseridas, o efeito de rolamento de debrís foi positivo e levou a diminuição dos valores de COF e desgaste. Além disso, os debrís de menor tamanho podem preencher mais facilmente as asperezas das superfícies de contato, podendo reduzir a severidade das taxas de desgaste, como o visto na pesquisa de JOSHI *et al.* (2017). Sendo assim, visto os debrís identificados, é possível que tais efeitos benéficos tenham ocorrido com as condições AE durante o estudo.

5.6.4 Taxa de desgaste

Como mostrado pela Figura 43, o valor da taxa de desgaste obtida para a condição PAEK foi de $5,3E^{-14}$ [m³/Nm]. Além da maior taxa de desgaste, as amostras PAEK apresentaram elevado desvio padrão, assim como o refletido nos valores de COF, indicando que essa composição pode gerar instabilidades de comportamento para o par tribológico. Para as duas condições com 2% de PTFE em massa, Y02 e AE02, o valor da taxa de desgaste foram inferiores comparados a PAEK, porém superiores quando comparados as demais composições que contém PTFE. O alto valor de taxa de desgaste das condições Y02 e AE02 é acompanhado de altos desvios padrões, novamente refletindo o fato já visto no comportamento de coeficiente de atrito. Outro resultado particular para as amostras com a composição de 2% de PTFE é a taxa de desgaste média maior para as amostras misturadas com método de alta energia, fato que não ocorre para as demais composições. A taxa de desgaste média das amostras AE02 é 3 vezes menor comparada as amostras PAEK, o que indica que essa composição e mistura empregadas podem levar a insuficiência de lubrificação por falta de lubrificante (perda na própria mistura) ou ainda por sua má dispersão.

Figura 43 - Taxa de desgaste média para as amostras ensaiadas em regime de carga normal constante



Fonte: autoria própria

Para as condições com composição de 5, 15 e 30% de PTFE em massa as diferenças entre resultados para mistura Y e mistura de alta energia se mantiveram, com as condições AE sempre com menor taxa de desgaste. A menor taxa de desgaste obtida foi para a condição AE15 com valor de $9,4\text{E}^{-16}$ [m^3/Nm], duas ordens de grandeza menor que a condição PAEK e menor que a metade do valor observado para a condição Y15. Os valores obtidos para a condição AE15 se aproximam dos observados durante os estudos de (BIJWE *et al.*, 2013) e (PANDA; BIJWE; PANDEY, 2020) com taxas de desgaste na casa de $1,7\text{E}^{-16}$ [m^3/Nm] e coeficientes de atrito entre 0,04 e 0,16. É importante salientar que as amostras Y05 tiveram taxa de desgaste menor do que as da condição Y15, porém com desvio padrão muito superior, assim como o observado nos resultados de COF.

Como esperava-se, a condição que apresentou a maior taxa de desgaste durante os ensaios foi a que não continha qualquer quantidade de lubrificante sólido, denominada condição PAEK. Os valores encontrados para essas amostras condizem com os visualizados para polímeros puros da mesma família reportados na literatura (BIJWE *et al.*, 2013), com taxas de desgaste na casa de 10E^{-14} [m^3/Nm]. Assim como a ordem de grandeza da diferença entre a taxa de desgaste dos polímeros puros e a condição que apresentou menor taxa de desgaste, que nesse estudo foi de 56 vezes menor e em estudos como o de (JOSHI *et al.*, 2017) de 22 vezes.

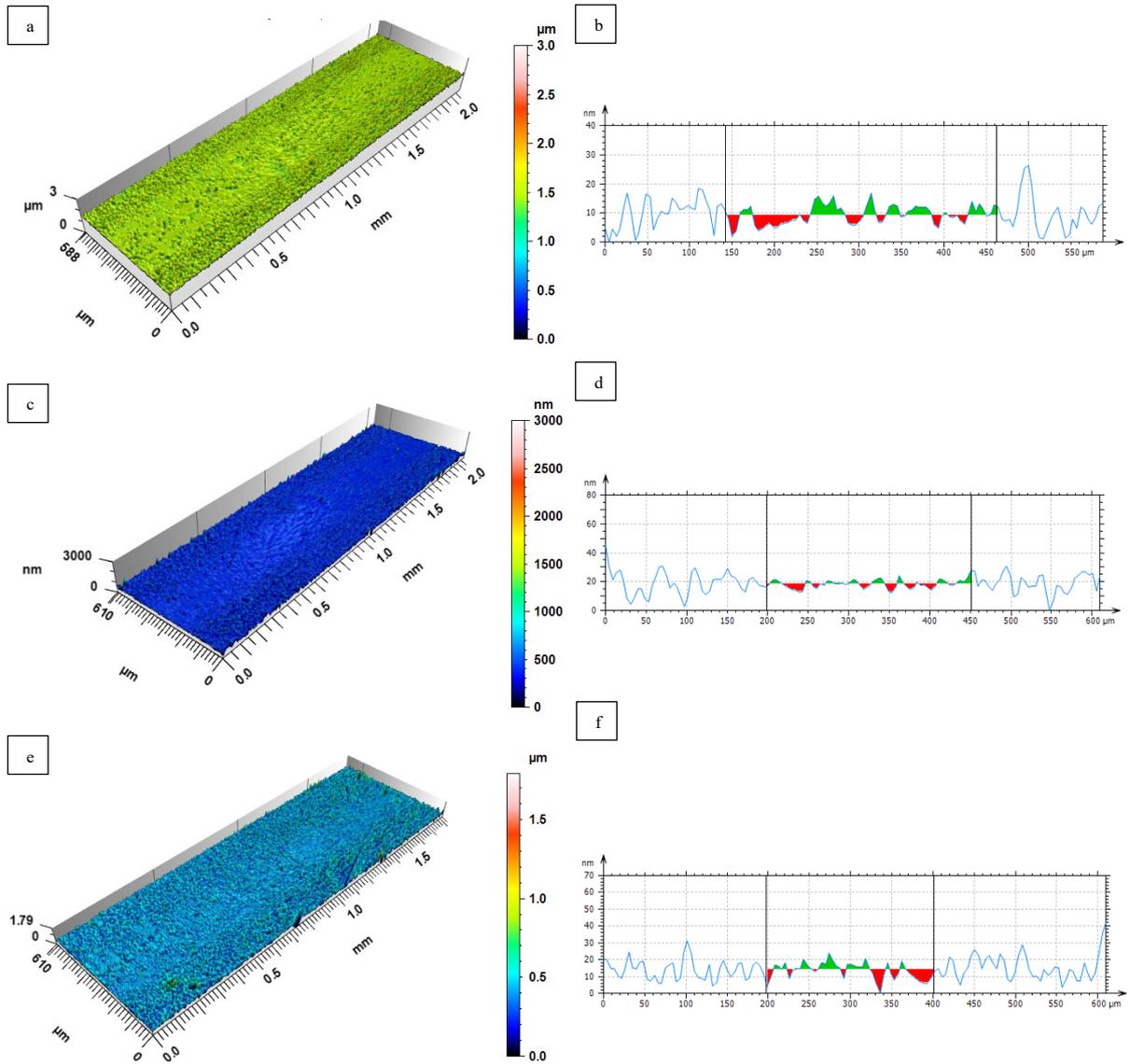
Um fator que pode contribuir para o desempenho de desgaste é o aumento de temperatura no contato tribológico, ultrapassando a T_g e levando ao amolecimento dos

polímeros. Enquanto baixa resistência de cisalhamento do polímero pode ser benéfica para reduzir o coeficiente de atrito, o amolecimento do polímero aumenta a área de contato, assim como a componente de adesão e, conseqüentemente, coeficiente de atrito. Esse fato pode ter acontecido principalmente na condição PAEK, e será evidenciado na análise topográfica descrita em próxima seção do trabalho. (THEILER; HARSHA; GRADT, 2019).

Para os cilindros ensaiados foram observados 2 fenômenos em relação a topografia de superfície da área de contato. Como mostrado pelas Figura 44, Figura 45 e Figura 46, as alturas dos picos foram reduzidas e profundidades dos vales preenchidas na área de contato dos cilindros. O efeito visual sugere a formação de tribocamadas a partir do material do corpo, fazendo com que a diferença entre as asperidades mais altas e vales mais profundos fosse diminuída.

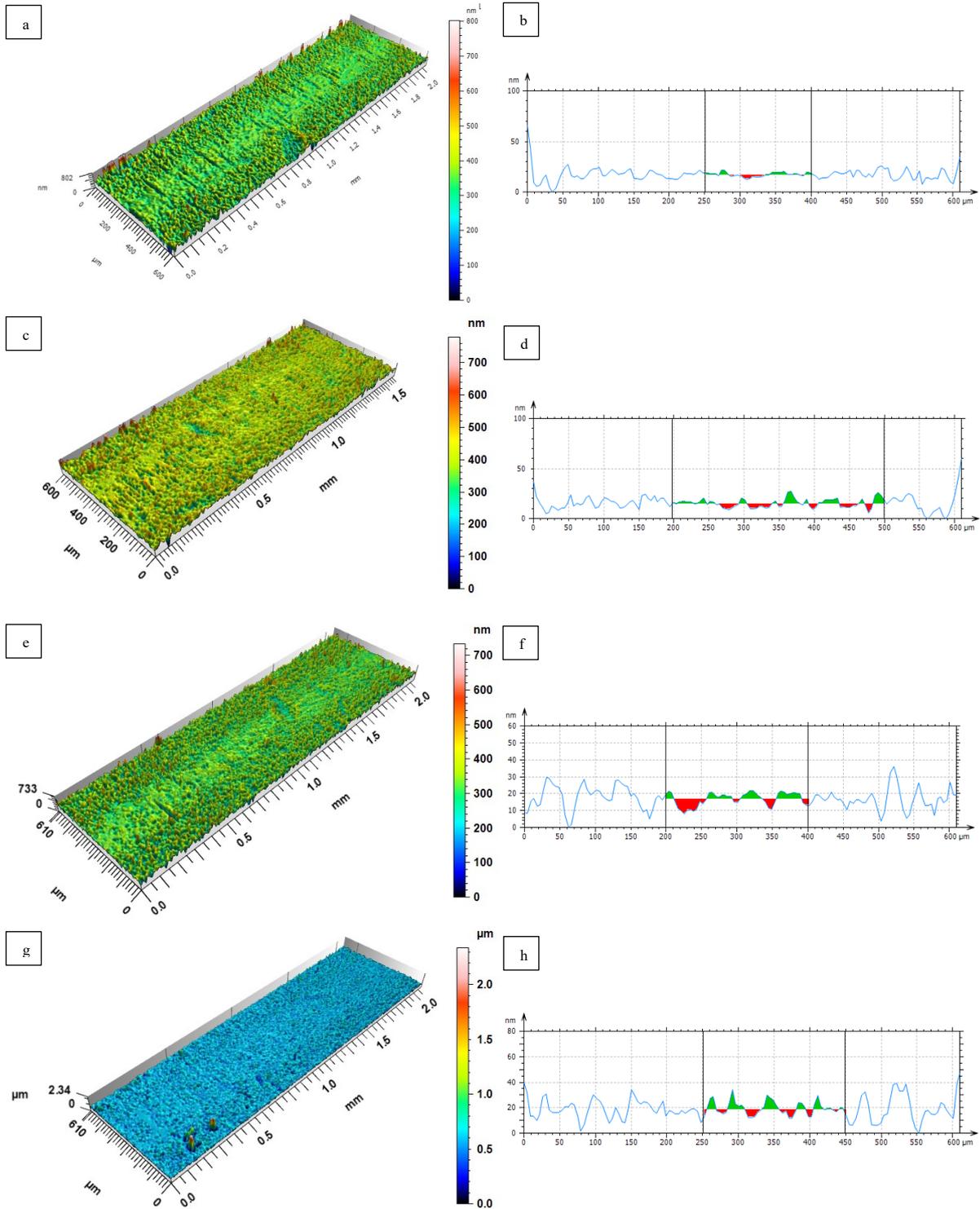
O efeito ocorreu em todos os contracorpos, sendo evidenciado em amostras com maiores diferenças entre picos e vales, como a amostra Y30, assim como nos casos de topografia mais suave, como a amostra Y05. Como visualizado nas imagens e interpretações anteriores não houve desgaste do contracorpo durante deslizamento e sim amenização das asperidades desses em aproximadamente 50% de altura, contribuindo para menor desgaste do corpo polimérico ao longo do ensaio tribológico, deixando a superfície de contato dos contracorpos menos acidentada.

Figura 44 - Topografia de superfície dos cilindros ensaiados: (a-b) PAEK, (c-d) Y02, (e-f) AE02



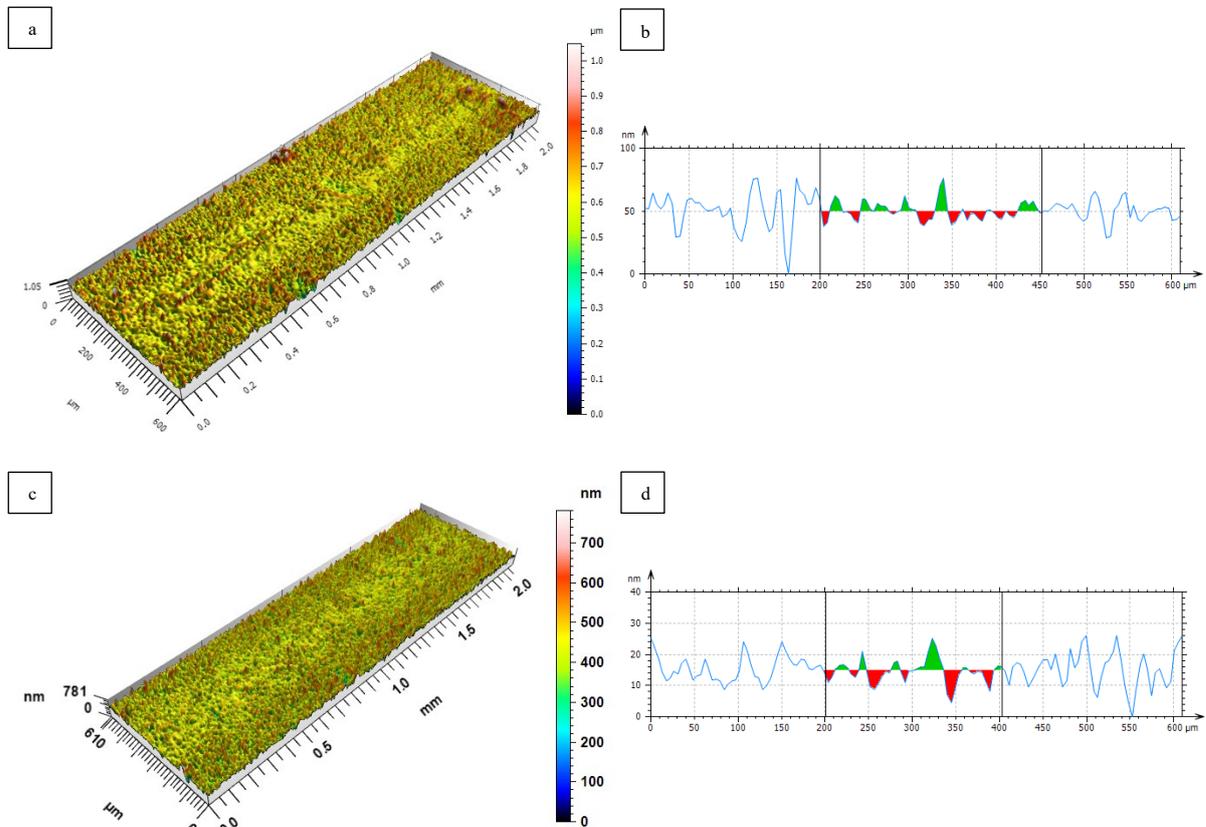
Fonte: autoria própria

Figura 45 - Topografia de superfície dos cilindros ensaiados: (a-b) Y05, (c-d) AE05, (e-f) Y15, (f-g) AE15



Fonte: autoria própria

Figura 46 - Topografia de superfície dos cilindros ensaiados: (a-b) Y30, (c-d) AE30



Fonte: autoria própria

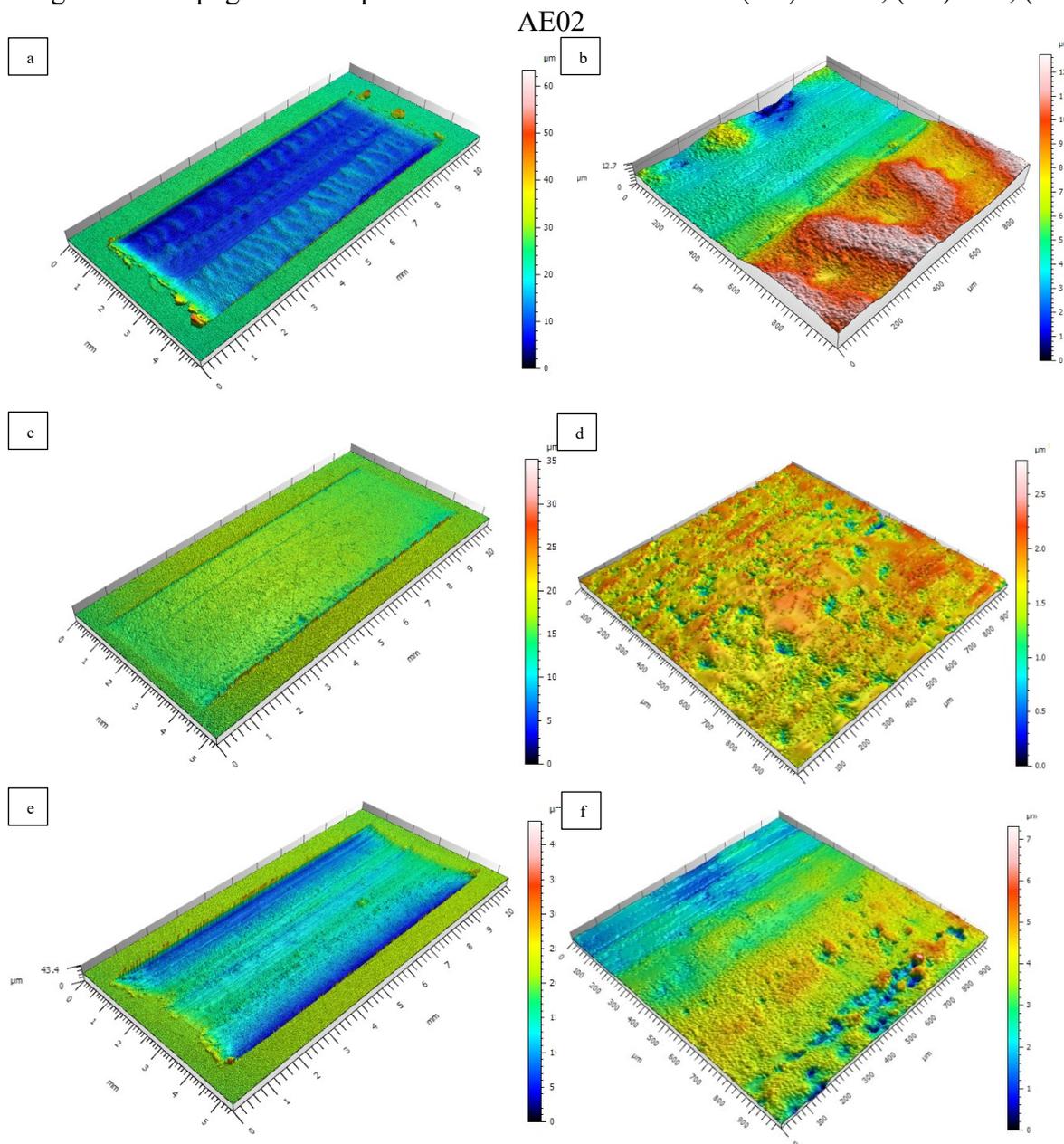
5.6.5 Mecanismos de desgaste

As superfícies das amostras desgastadas são apresentadas nas Figura 47, Figura 48 e Figura 49. Para a PAEK, mostrada pelas Figura 47 (a-b), observa-se ondulações elevadas em parte da pista e áreas de sulcamento com desgaste abrasivo nas demais. Na Figura 47 (b) fica mais claro essa diferença de modo de desgaste, com diferença de altura de 14μm da área mais profunda para a ondulação mais elevada. O sulcamento e heterogeneidade da superfície contribuem para o valor médio e desvio padrão maiores de COF para a amostra, respectivamente, concordando com o que já foi evidenciado pela Figura 34. Outro fato que fica claro na Figura 47 (a) é o maior volume desgastado na amostra PAEK quando comparada as demais, levando a maior taxa de desgaste entre todas as condições.

Para a condição Y02, mostrada nas Figura 47 (c-d), é observada uma maior homogeneidade de comportamento em comparação a condição PAEK. Vazios apareceram na pista de desgaste, porém de forma mais bem distribuída na superfície. A diferença máxima encontrada entre a profundidade dos vazios e altura de asperidades foi de 2,5 μm. Menor comportamento de sulcamento foi evidenciado, com quantidade quase nula de sulcos mais

profundos. Na condição AE 02, mostrada pela Figura 47 (e-f), a topografia obtida se assemelha a condição PAEK, com transições de comportamento ao longo da largura da pista. São observados pontos com sulcos mais profundos, indicando desgaste abrasivo, e transição suave para áreas com menor abrasão e mais vazios, indicando possivelmente desgaste predominante por adesão. É possível que os vazios que ocorreram para as condições Y02 e AE02 são frutos da maior quantidade de PTFE aglomerado nos pontos, levando a uma menor adesão entre lubrificante e componente PAEK.

Figura 47 - Topografia de superfície das amostras ensaiadas: (a-b) PAEK, (c-d) Y02, (e-f)



Fonte: autoria própria

As diferenças de mecanismos de desgaste comentadas para as amostras Y02 e AE02 auxiliam na percepção das diferenças de comportamento entre as duas condições para o COF e taxa de desgaste médios. O mecanismo de desgaste por sulcamento, heterogêneo e com características mais próximas ao comportamento visto para a PAEK, garantiu a AE02 um coeficiente de atrito, taxas de desgaste e desvios de comportamento maiores comparados a Y02.

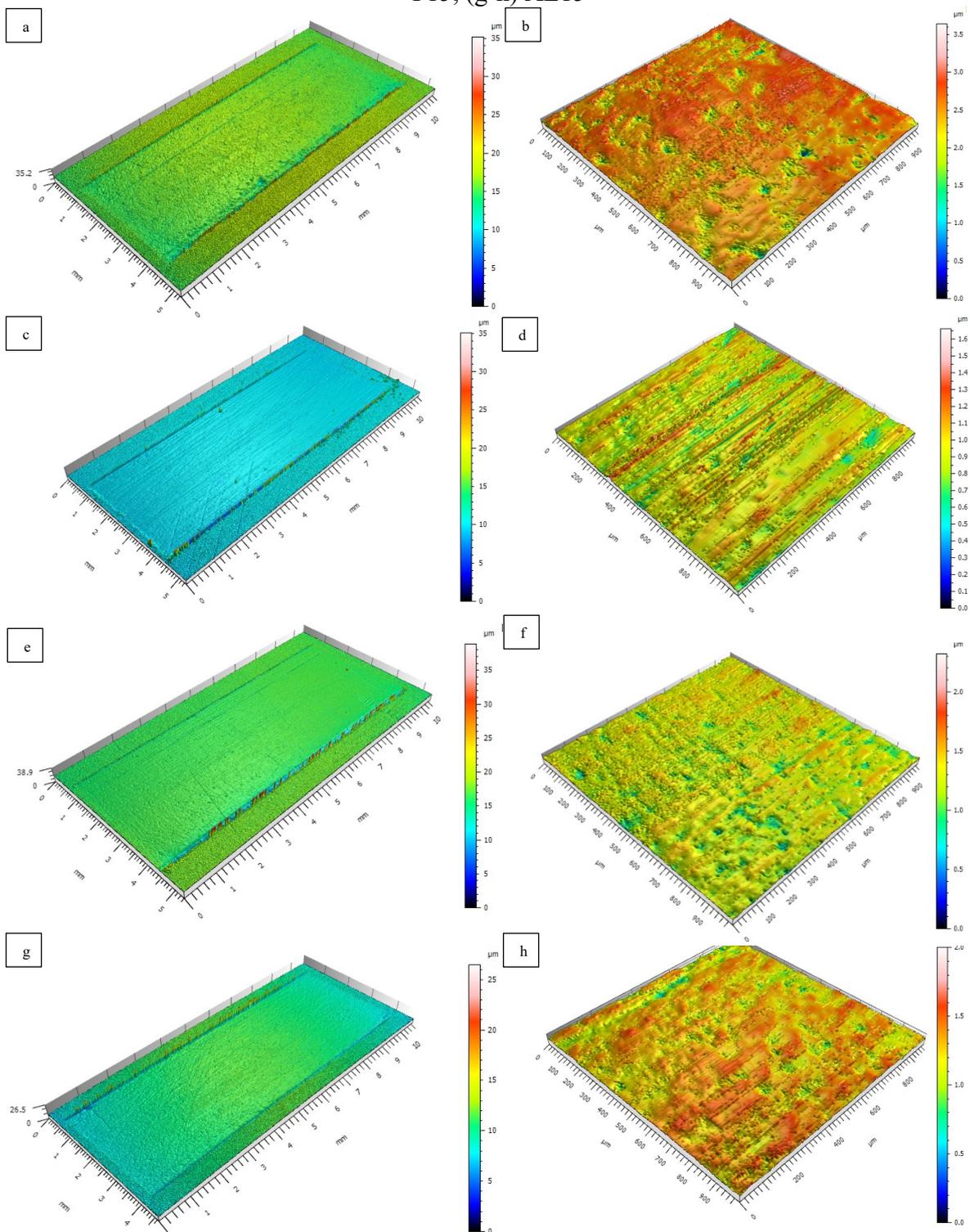
As amostras Y05 e AE05 apresentadas pelas Figura 48 (a-b) e Figura 48 (c-d), respectivamente, demonstram comportamento de superfície mais homogêneo quando comparadas a Y02 e AE02, não apresentando grandes diferenças de comportamento na largura de pista de desgaste. Tanto na condição Y05 quanto na AE05 são observadas algumas similaridades para com as condições respectivas com 2% de PTFE. A Y05 continuou a apresentar vazios causados pelo desgaste ao longo da pista e baixa ou quase nula quantidade de sulcos de desgaste causados por desgaste abrasivo. A condição AE05, assim como a AE02, apresentou os sulcos mais profundos de desgaste devido ao deslizamento, porém com maior homogeneidade, tendo esse comportamento como padrão para toda a sua largura de pista, com poucas áreas sem a presença de sulcos. A quantidade de vazios que a condição Y05 apresentou é também praticamente nula. A menor adesão na condição Y leva a maior quantidade de lubrificante espalhado pela pista e menor abrasão e formação de sulcos, porém a também maiores taxas de desgaste para mesma composição, conforme ocorrido para Y05 e AE05.

As Figura 48 (e-f) e Figura 48 (g-h) mostram as amostras Y15 e AE15, respectivamente. As condições apresentaram maior homogeneidade e similaridade de topografia quando comparadas as condições com menor quantidade de PTFE. As diferenças de altura entre os picos mais elevados e os vales mais profundos ficaram em torno 2 μm (valores apresentados nos apêndices), o que as aproxima das condições anteriores, porém com vazios na pista mais dispersos e com diâmetros menores quando comparados a condições descritas anteriormente. Nesse mesmo quesito, a condição AE15 é superior a Y15, apresentando inclusive menos marcas de abrasão com topografia de superfície final com menos asperidades. Essas características colaboraram para que a taxa de desgaste da AE15 tenha sido menor que a metade da taxa para a Y15.

As amostras Y30 e AE30 apresentaram topografia mais acidentada comparadas as anteriormente analisadas, Y15 e AE15. A Y30 apresentou diferença máxima de altura entre picos e vales na faixa de 2,5 μm e áreas de vazios maiores e menos dispersas quando comparadas a Y15 e AE15, fato evidenciado pela Figura 49 (b). A AE30 apresentou distância

entre ponto mínimo e máximo $0,5 \mu\text{m}$ menor do que a Y30, assim como vazios com diâmetro menor e mais bem espaçados, mostrados pela Figura 49 (d).

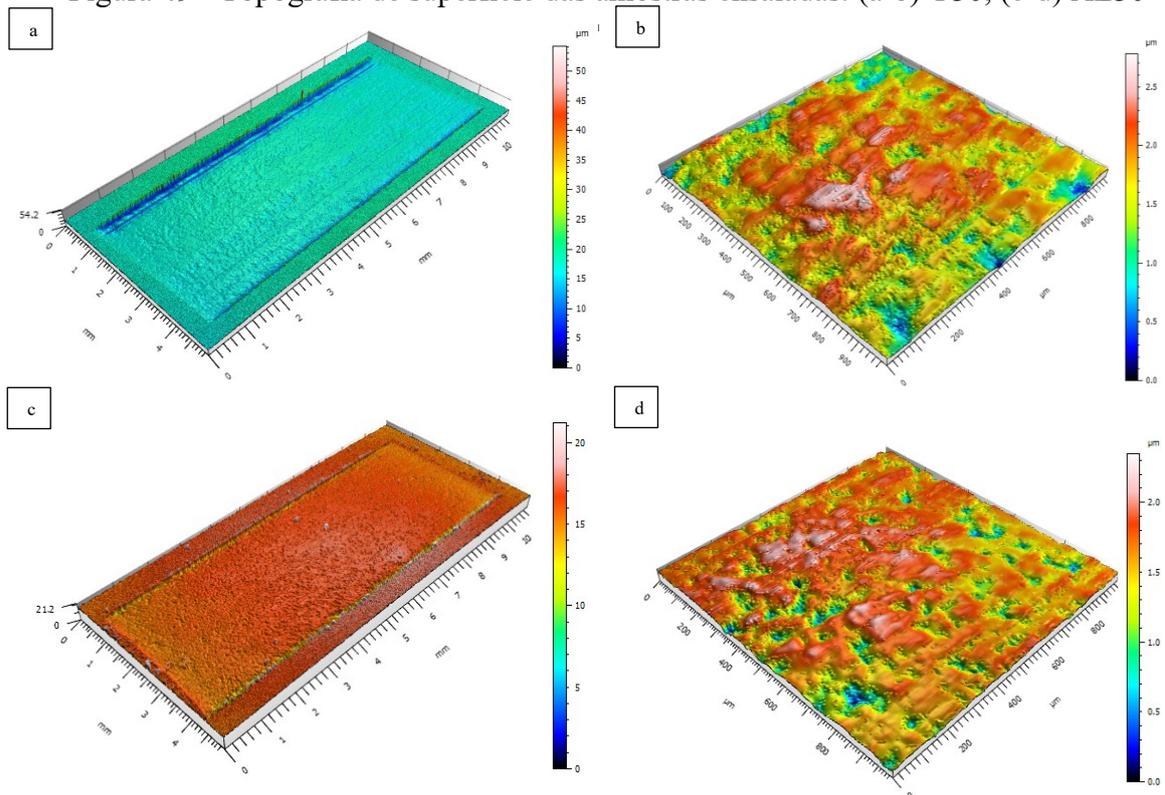
Figura 48 - Topografia de superfície das amostras ensaiadas: (a-b) Y05, (c-d) AE05, (e-f) Y15, (g-h) AE15



Fonte: autoria própria

A heterogeneidade da superfície e maior quantidade de vazios menos dispersos concordaram com uma taxa de desgaste 3 vezes maior das amostras com 30% de PTFE comparadas as suas respectivas com 15% de PTFE. Comparando as amostras com mesma quantidade de lubrificante, a menor presença de vazios e topografia menos acidentada garantiu a AE30 uma taxa de desgaste equivalente à metade da taxa da Y30, além de menor dispersão desses valores médios.

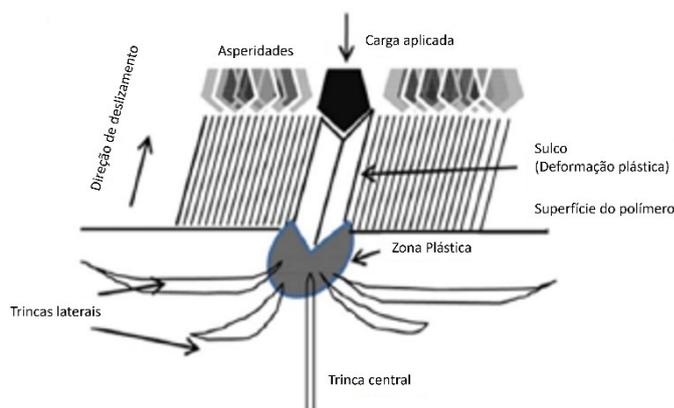
Figura 49 - Topografia de superfície das amostras ensaiadas: (a-b) Y30, (c-d) AE30



Fonte: autoria própria

Sulcos largos podem indicar desgaste por efeito de micro sulcamento. Já em condições mais severas, fraturas laterais podem surgir devido ao aumento do cisalhamento interlamelar como mostrado pela Figura 50. Além disso, se a quantidade de calor gerado não for dissipada, a superfície do polímero pode sofrer amolecimento, ser deformada e até mesmo fraturada de forma mais severa. Se o amolecimento não ocorrer de forma tão severa, o que se espera são marcas preferenciais de desgaste pelo modo de desgaste de sulcamento com ou sem fraturas (LI *et al.*, 2014).

Figura 50 - Modelo para o surgimento de trincas laterais em pista de deslizamento



Fonte: adaptado de (LI *et al.*, 2014)

Para o estudo de (MAHESH *et al.*, 2014) foi observado que as marcas de sulcamento foram mais severas para o polímero puro PAEK quando comparadas aos compósitos, possuindo sulcos de desgaste muito menos intensos. Em outros casos, ondas de fadiga podem ser encontradas em pistas de desgaste de polímeros puros, como é o caso do UHMWPE (GERINGER; TATKIEWICZ; ROUCOUSE, 2011).

Os debris que contém lubrificante sólido e permanecem na pista agem como terceiro corpo e podem reduzir o coeficiente de atrito mesmo em condições com altas taxas de desgaste (MAHESH *et al.*, 2014). Porém, em outros compósitos que contém porcentagem de cargas de reforço altas, pode ocorrer o descolamento de partículas da matriz durante o processo de desgaste, com as cargas de reforço atuando como terceiro corpo na interface de contato aumentando o dano gerado ao polímero (SURESHA *et al.*, 2019).

A formação de tribocamadas mais homogêneas e de rugosidade médias menor levam a condições com menos flutuações em coeficiente de atrito. No estudo de (PANDA; BIJWE; PANDEY, 2019c) os contracorpos com tribocamadas tiveram relação direta entre a rugosidade resultante da superfície e coeficiente de atrito, com COF de 0,072 para a condição que teve $S_a=0,25\mu\text{m}$ e COF de 0,056 para a condição com $S_a=0,14\mu\text{m}$. O estudo confirmou que a rugosidade média resultante da formação de tribocamadas é um dos parâmetros principais que afetam o comportamento de atrito de pares tribológicos.

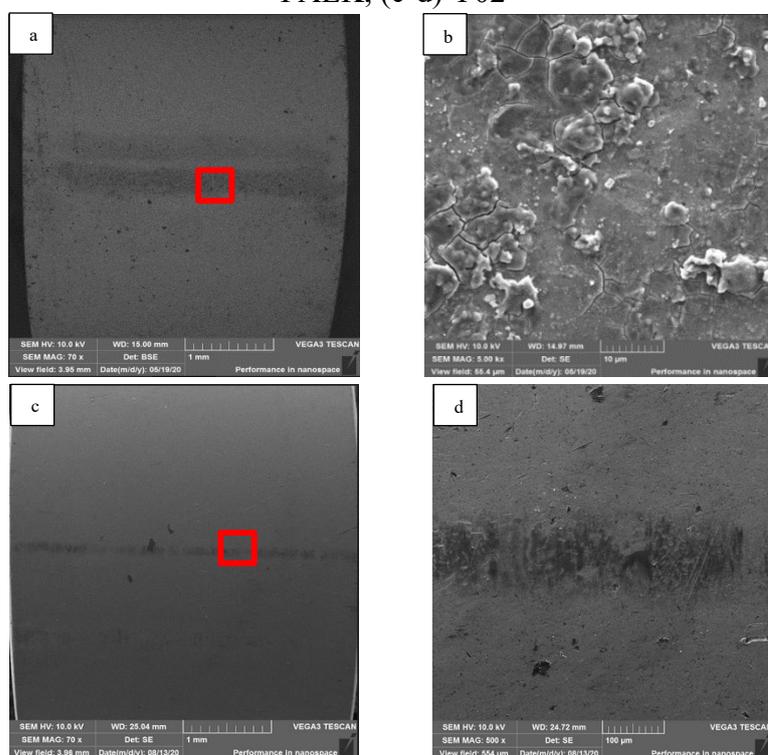
5.6.6 Tribocamadas

As tribocamadas geradas nos ensaios das amostras PAEK são mostradas pelas Figura 51 (a-b). Observa-se o crescimento de tribocamada a partir da linha central do cilindro, região que entra em contato primeiro com o corpo e apresenta a maior tensão de contato. A Figura 51

(b) mostra a superfície de contato do cilindro aumentada, proveniente da área marcada em vermelho na Figura 51 (a), fato que se repete para as demais figuras relacionadas às tribocamadas. Em alguns pontos a tribocamada apresenta ser mais espessa, não homogênea. A presença do material PAEK no contracorpo de aço AISI 52100 contribui para que a condição alcance o regime constante de coeficiente de atrito e também para a redução da taxa de desgaste do conjunto. A grande quantidade de material e não homogeneidade de camada concordam com o desgaste observado para as amostras PAEK, com a maior taxa de desgaste e mecanismo por sulcamento e formação de onda observados, refletindo em superfícies de desgaste mais acidentadas.

Para a condição Y02, mostrada nas Figura 51 (c-d), observa-se menor presença de material no contracorpo comparada a condição PAEK, assim como camada mais homogênea em questão de espessura. Tal comportamento é um reflexo de comportamento tribológico mais uniforme e de menor desgaste do corpo polimérico, devido a presença, mesmo que mínima, de lubrificante sólido na composição da blenda.

Figura 51 - Tribocamadas analisadas no MEV para: (a-b) PAEK, (c-d) Y02



Fonte: autoria própria

As tribocamadas para a amostra Y05 apresentada na Figura 52 (a) se concentraram em um lado preferencial do cilindro, contribuindo para o desgaste não uniforme da pista respectiva.

Com aumento maior, mostrado na Figura 52 (b), é possível visualizar que o material está presente no contracorpo de maneira mais uniforme do que a percebida para as concentrações de 2% de PTFE.

As análises de composição mostradas nas Figura 52 (c-d) mostram a composição química de duas áreas da superfície de contato da condição Y05. A presença de PTFE no contracorpo e ainda de forma mais homogênea corrobora para a condição Y05 ter menor coeficiente de atrito e menor taxa de desgaste comparada a condição Y02 e PAEK.

As tribocamadas da condição AE05, expostas pelas Figura 52 (e-f), são dispostas em todo o comprimento do contracorpo, exercendo seu papel benéfico ao sistema durante o deslizamento em toda a largura da pista e conseqüentemente a homogeneidade de desgaste. As tribocamadas revelam espessura maior que na condição Y05 assim como também maior homogeneidade, contribuindo para que a taxa de desgaste fosse praticamente metade do valor comparada a amostra de mesma composição Y05, que mostrou tribocamadas não tão espessas e homogêneas quando comparadas a AE05.

As amostras com 15% de PTFE em massa, Y15 e AE15, mostradas pelas Figura 53 (a-b) e Figura 53 (e-f), respectivamente, aparentam ter formado tribocamadas menos volumosas, porém com distribuição uniforme de material em toda a largura do cilindro. A amostra Y15 apresentou quantidade de material maior e mais homogênea presente no cilindro comparada a AE15. A composição química obtida via EDS indica quantidade maior do elemento flúor na condição AE15 (Figura 53 (g)) comparando com a composição química da amostra Y15 (Figura 53 (c-d)), o que poderia ter influenciado a condição a ter menor coeficiente de atrito e menor taxa de desgaste comparada a Y15.

Por último, as condições com 30% em massa de PTFE apresentaram formação de tribocamada distintas, sendo mostradas pelas

Figura 54 (a-b) e

Figura 54 (e-f) para a Y30 e AE30, respectivamente. A amostra Y analisada apresentou quantidade de material aderido superior quando comparada a amostra AE, que apresentou tribocamadas menos dispersas e formadas em pequenas áreas não contínuas. Em relação a composição química, apresentada para a Y30 e AE30 pelas

Figura 54 (c-d) e

Figura 54 (g-h), respectivamente, os pontos verificados da condição Y mostraram porcentagem de flúor superior. Ressalta-se, porém, que os pontos de tribocamada da condição AE são menores e o material autolubrificante pode estar presente em mais pontos da superfície de contato do contracorpo auxiliando na redução de COF e taxa de desgaste da pista polimérica.

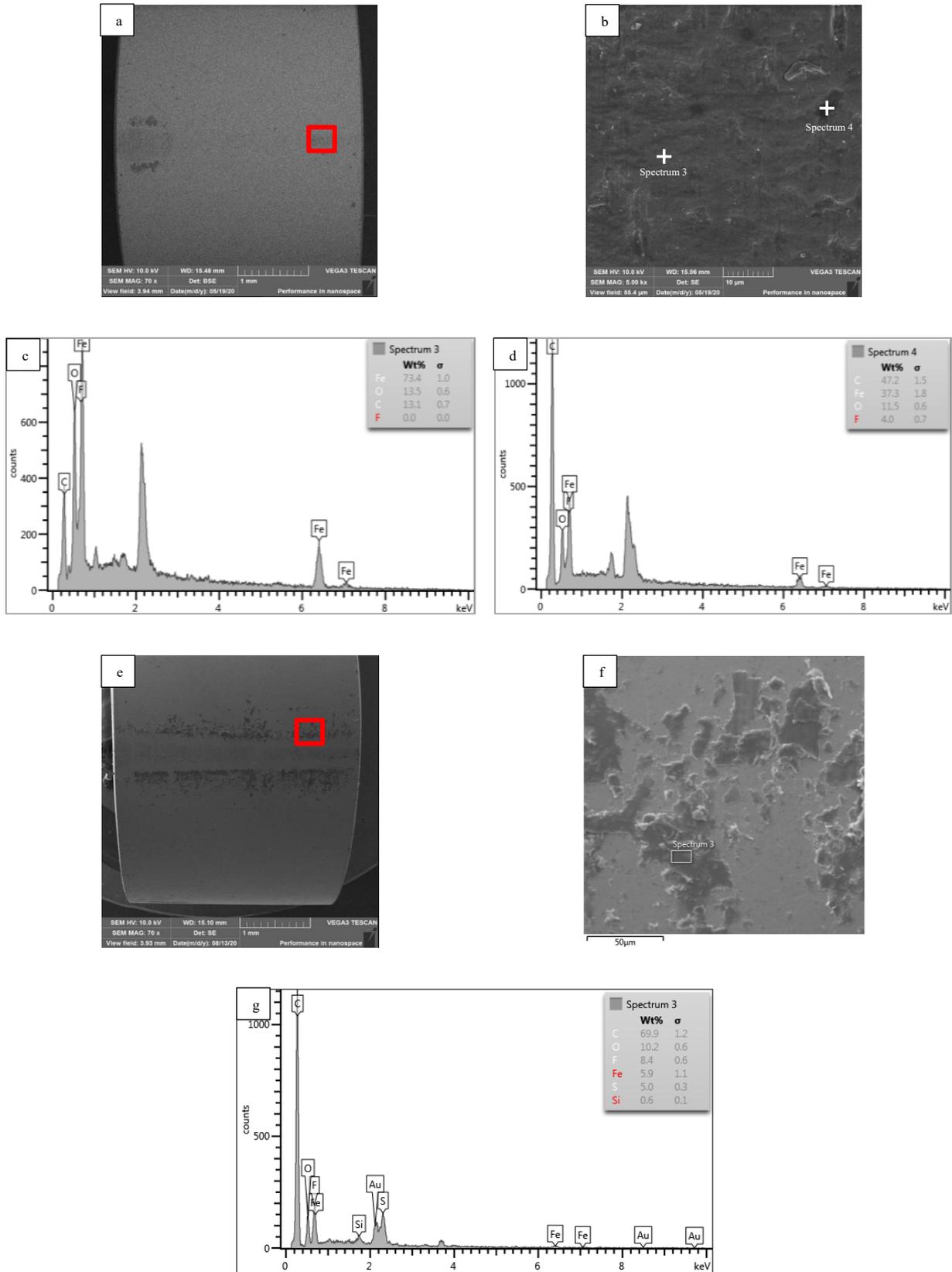
Nas figuras com resultado de composição química é possível ver que em alguns casos parte dos elementos listados estão em vermelho. Isso acontece pois os picos resultantes para análise dos materiais constituintes não mostraram confiabilidade ideal para sua diferenciação. Isso pode acontecer quando os constituintes a serem determinadas estão presentes em quantidades baixas na amostra ou a intensidade do feixe regulada não consegue gerar frequências diferenciáveis (comprimentos de onda diferentes) para os materiais presentes. Nesse estudo ocorreu o segundo caso, visto que a configuração necessária para visualização das tribocamadas e que foi utilizada para os ensaios de MEV e EDS não foi capaz de identificar com confiabilidade ideal a presença e quantidade de flúor, por exemplo.

O início da formação de tribocamadas pode demorar alguns instantes em alguns casos, o que pode ser a razão dos vales e picos das asperezas do contracorpo não estarem cobertos levando ao desgaste por adesão. Quando o desgaste cresce ocorre o aparecimento de debris e são acumulados nos sulcos do contracorpo cobrindo as asperidades, resultando na formação de filmes de transferência e conseqüentemente diminuindo a taxa de desgaste (JOSHI *et al.*, 2017).

Já a transferência de partículas muito irregulares pode induzir a instabilidade no coeficiente de atrito e causar inclusive sua diminuição, porém com provável aumento na taxa de desgaste (THEILER; HARSHA; GRADT, 2019).

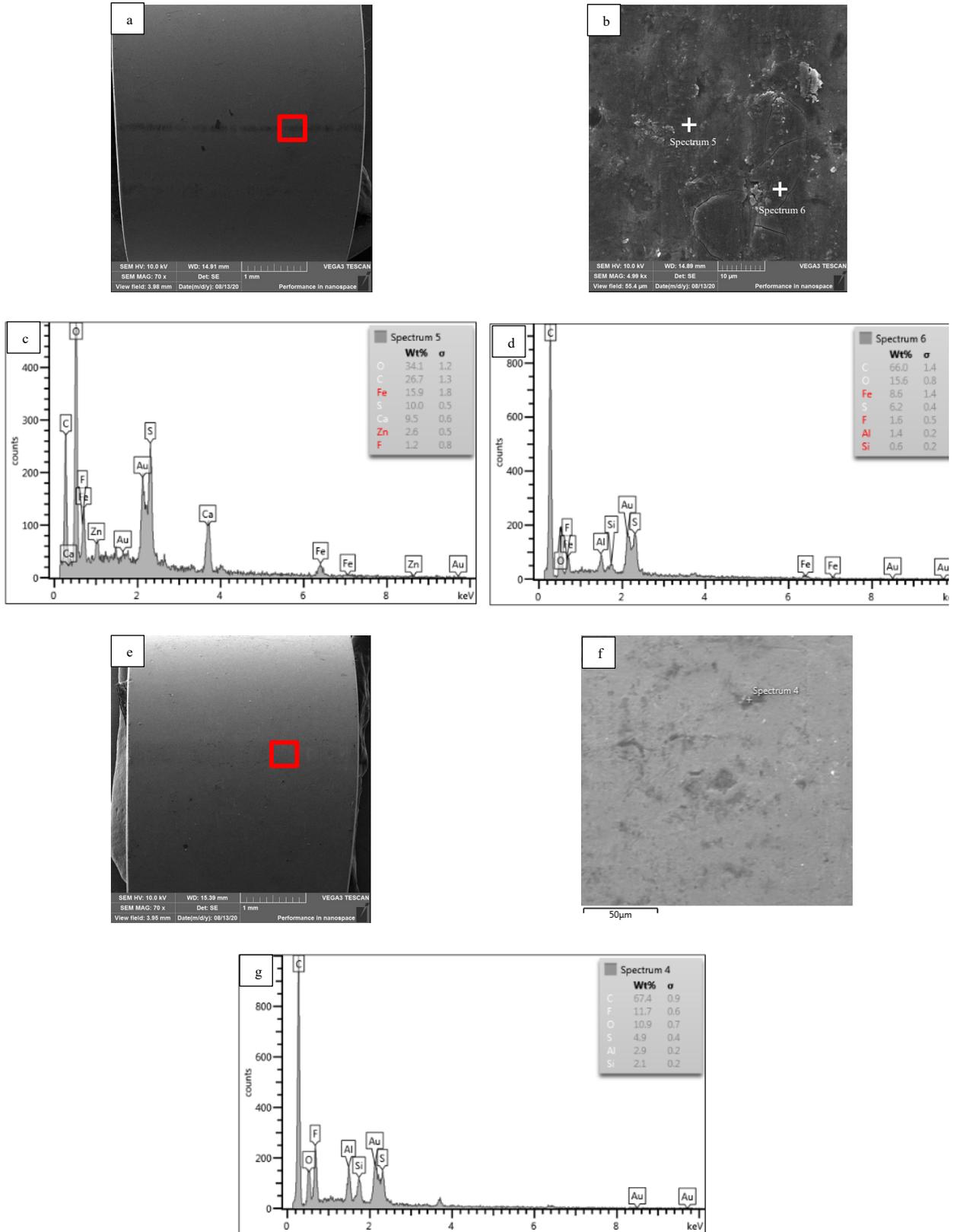
Atenta-se ao fato de que os testes foram conduzidos em direção paralela as marcas de acabamento (lixamento). Espera-se que nessa condição o volume desgastado seja menor quando comparado a condições onde o deslizamento é feito de forma perpendicular as asperidades geradas durante acabamento da superfície, como observado no estudo (LAUX; SCHWARTZ, 2013).

Figura 52 - Tribocamadas e composições analisadas no MEV/EDS para: (a, b, c, d) Y05, (e, f, g) AE05



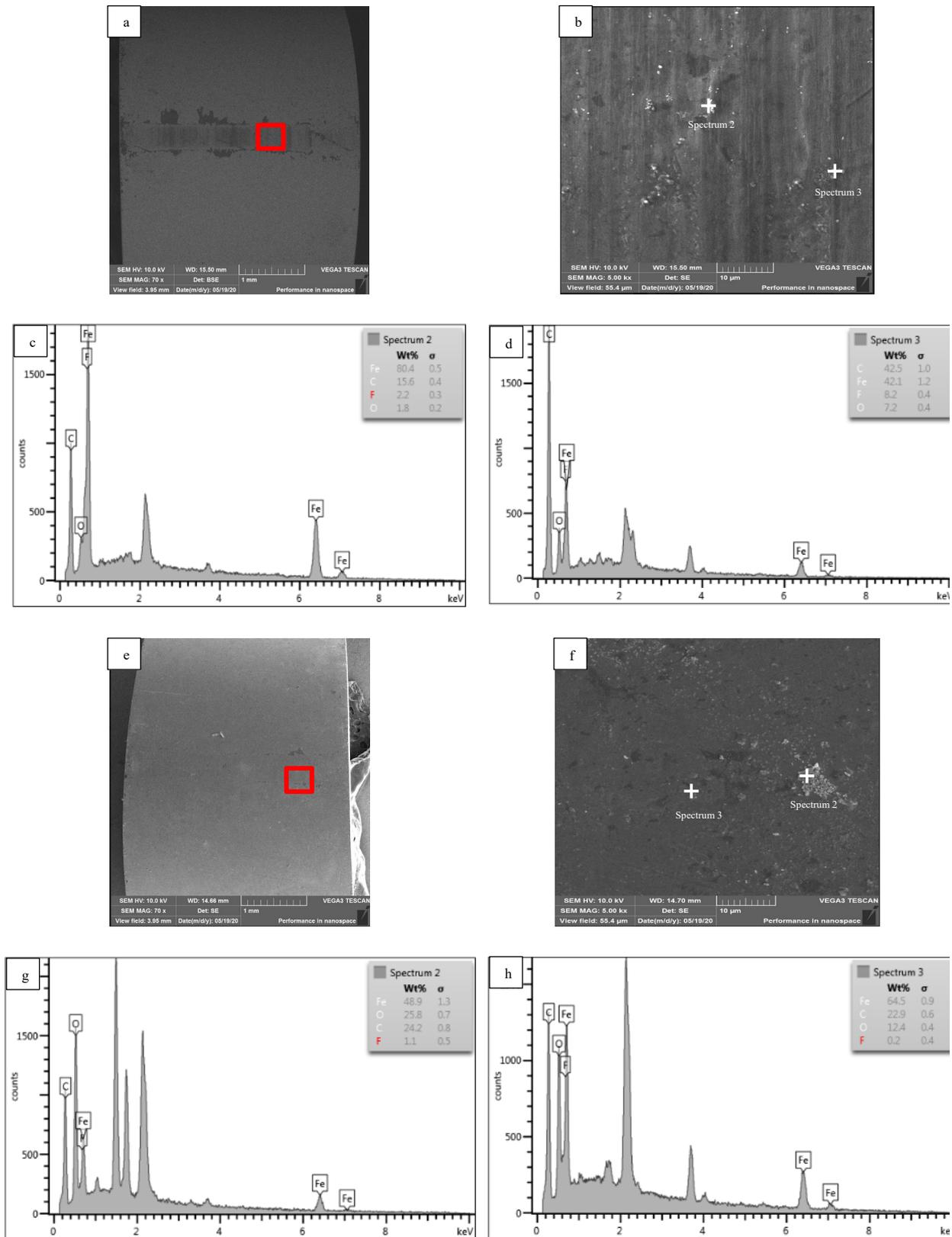
Fonte: autoria própria

Figura 53 - Tribocamadas e composições analisadas no MEV/EDS para: (a, b, c, d) Y15 e (e, f, g) AE15



Fonte: autoria própria

Figura 54 - Tribocamadas e composições analisadas no MEV/EDS para: (a, b, c, d) Y30 e (e, f, g, h) AE30



Fonte: autoria própria

6 CONCLUSÕES

De acordo com os resultados observados, pode-se concluir que as amostras processadas pelo método de mistura de alta energia mostraram menor tamanho resultante das partículas, melhor dispersão da carga de material autolubrificante, menor quantidade de aglomerados desse material assim como melhor inserção dessas partículas entre o componente PAEK. A partir de concentrações iguais ou superiores a 5% de PTFE foi possível observar o efeito benéfico do processamento de alta energia no comportamento tribológico das blendas. Além de apresentar menores dispersão e valores de COF, as deformações impressas pelo processamento de alta energia resultaram em menores taxas de desgaste das blendas.

Em relação a concentração de PTFE, quantidades de até 2% do lubrificante sólido geram maiores dispersões de resultados de coeficiente de atrito e taxa de desgaste. A lubrificação para essas combinações se mostrou ineficiente, sendo por falta de lubrificante ou não dispersão, levando a heterogeneidades de comportamento inclusive maiores do que condições que não possuem carga de lubrificante, como é o caso da condição PAEK.

As percepções sobre a quantidade mínima adequada de lubrificante sólido e tipo de processamento que levam a as melhores propriedades tribológicas foram evidenciadas pelas amostras AE15, que apresentaram o melhor comportamento, com valor de taxa de desgaste médio de $9,4E^{-16}$ [m³/Nm] e COF médio de 0,08. Em contrapartida, as piores propriedades tribológicas encontradas foram para as amostras PAEK com taxa de desgaste média de $5,3E^{-14}$ [m³/Nm] e COF médio de 0,32, devido a inexistência de lubrificante sólido junto à matéria prima pura.

Em relação a topografia de superfície apresentada pelos pares tribológicos foi observado maior homogeneidade das superfícies das amostras com concentração de PTFE igual ou superior a 5%. O comportamento mais homogêneo inclui a predominância de um modo de desgaste da pista de deslizamento, menor aglomeração e vazios menores na pista, além de sulcos de abrasão menos frequentes para essas amostras.

Analisados o contracorpos ensaiados, conclui-se que foram formadas tribocamadas com papel fundamental de proteção durante o deslizamento do par tribológico em virtude da presença de PTFE (nas blendas), diminuição de rugosidade e maior disponibilidade de platôs ao invés de picos pronunciados nas superfícies de contato dos cilindros.

Com relação aos modos de desgaste predominantes, percebeu-se que o desgaste por abrasão foi mais presente para as amostras que apresentaram maior coeficiente de atrito e taxa de desgaste (concentrações de até 2% de PTFE) e por adesão para as demais.

Por fim, conclui-se que o uso de PTFE é efetivo para a redução de coeficiente de atrito e taxa de desgaste para blendas formadas com PAEK. Adicionalmente, essas propriedades tribológicas são otimizadas quando os materiais são misturados por técnica de alta energia (moinho planetário associado ao uso de esferas) quando comparada à técnica de baixa energia (misturador de baixa velocidade com vaso de geometria Y).

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Ensaios de microdureza segundo a norma ASTM E384-17 (ASTM STANDARD, 2017), com carga de 100g, para a visualização de oscilação de dureza de superfície e possível redução de propriedades tribológicas das blendas.
- Caracterização tribológica em amostras confeccionadas utilizando método de moldagem por injeção.
- Caracterização tribológica em amostras com diferentes acabamentos de superfície (inferior e superior ao empregado nesse estudo).
- Medição para verificação de possíveis diferenças da condutividade térmica das blendas em função do método de processamento e composição empregados.
- Incorporação de segundo lubrificante sólido na blenda, gerando um compósito. Sugere-se a utilização de grafite.
- Ensaios em regime de carga constante com diferentes valores de carga normal e de velocidade de deslizamento (inferiores e superiores aos empregados nesse estudo).
- Ensaios de ranqueamento em mesmas condições para possíveis otimizações e polímeros base propostos para as blendas e/ou compósitos.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABEL, P. B.; FERRANTE, J. Modern Tribology Handbook. In: [s.l: s.n.]. p. 1727.

ASTM INTERNATIONAL. Standard Test Method for Transition Temperatures and Enthalpies of Fusion and Crystallization of Polymers by Differential Scanning. **ASTM Standard**, v. D4318- 08, p. 1–7, 2012.

ASTM STANDARD. Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials. **ASTM International**, v. E384, p. 1–40, 2017.

BIJWE, J. *et al.* Exploration of potential of solid lubricants and short fibers in Polyetherketone (PEK) composites. **Wear**, v. 301, n. 1–2, p. 810–819, 2013.

BIJWE, J.; SEN, S.; GHOSH, A. Influence of PTFE content in PEEK-PTFE blends on mechanical properties and tribo-performance in various wear modes. **Wear**, v. 258, n. 10, p. 1536–1542, 2005.

BLANCHET, T. A.; KENNEDY, F. E. Sliding wear mechanism of polytetrafluoroethylene (PTFE) and PTFE composites. **Wear**, v. 153, n. 1, p. 229–243, 1992.

BURRIS, D. L.; SAWYER, W. G. A low friction and ultra low wear rate PEEK/PTFE composite. **Wear**, v. 261, n. 3–4, p. 410–418, 2006.

CANTO, R. Theoretical and experimental study of the compaction and sintering processes of polytetrafluoroethylene (PTFE). 2007.

DHAS, D. J. C. *et al.* Extensive Investigation in Wear Behavior of Alumina-PTFE Composite for Medical Implant Applications. v. 7, n. 4, p. 115–119, 2017.

DYSON, C. J. *et al.* The tribological behaviour of carbon fibre reinforced polyaryletherketones (PAEKs) through their glass transitions. **Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part J: Journal of Engineering Tribology**, v. 230, n. 10, p. 1183–1196, 2016.

ERDEMIR, A.; HOLMBERG, K. Energy Consumption Due to Friction in Motored Vehicles and Low-Friction Coatings to Reduce It. In: CHA, S. C.; ERDEMIR, A. (Eds.). . **Coating Technology for Vehicle Applications**. Cham: Springer International Publishing, 2015. p. 1–23.

GERINGER, J.; TATKIEWICZ, W.; ROUCHOUSE, G. Wear behavior of PAEK, poly(aryl-ether-ketone), under physiological conditions, outlooks for performing these materials in the field of hip prosthesis. **Wear**, v. 271, n. 11–12, p. 2793–2803, 2011.

HARSHA, A. P.; TEWARI, U. S. Tribo performance of polyaryletherketone composites. **Polymer Testing**, v. 21, n. 6, p. 697–709, 2002.

HARSHA, A. P.; TEWARI, U. S.; VENKATRAMAN, B. Solid particle erosion behaviour of various polyaryletherketone composites. **Wear**, v. 254, n. 7–8, p. 693–712, 2003.

HARSHA, A. P.; WÄSCHE, R. Influence of Temperature on Friction and Wear Characteristics of Polyaryletherketones and Their Composites Under Reciprocating Sliding Condition. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 27, n. 10, p. 5438–5449, 2018.

HEDAYATI, M. *et al.* Ball milling preparation and characterization of poly (ether ether ketone)/surface modified silica nanocomposite. **Powder Technology**, v. 207, n. 1–3, p. 296–303, 2011.

HUTCHINGS, I.; SHIPWAY, P. 1 - Introduction. In: HUTCHINGS, I.; SHIPWAY, P. (Eds.). . **Tribology (Second Edition)**. Second Edi ed. [s.l.] Butterworth-Heinemann, 2017a. p. 1–5.

HUTCHINGS, I.; SHIPWAY, P. 3 - Friction. In: HUTCHINGS, I.; SHIPWAY, P. (Eds.). . **Tribology (Second Edition)**. Second Edi ed. [s.l.] Butterworth-Heinemann, 2017b. p. 37–77.

HUTCHINGS, I.; SHIPWAY, P. 4 - Lubricants and lubrication. In: HUTCHINGS, I.; SHIPWAY, P. (Eds.). . **Tribology (Second Edition)**. Second Edi ed. [s.l.] Butterworth-Heinemann, 2017c. p. 79–105.

HUTCHINGS, I.; SHIPWAY, P. 2 - Surface topography and surfaces in contact. In: HUTCHINGS, I.; SHIPWAY, P. (Eds.). . **Tribology (Second Edition)**. Second Edition. [s.l.] Butterworth-Heinemann, 2017d. p. 7–35.

INTERNATIONAL STANDARD. ISO 13565-2: Geometrical Product Specifications (GPS) - Surface Texture: Profile method; Surfaces having stratified functional properties - Part 2: Height characterization using the liner material ratio curve. 1996.

INTERNATIONAL STANDARD. ISO 25178-2: Geometrical product specifications (GPS) - Surface texture: Areal - Part 2: Terms, definitions and surface texture parameters. 2012.

JONES, M. R. *et al.* The Role of Microstructure in Ultralow Wear Fluoropolymer Composites. **Tribology Transactions**, v. 62, n. 1, p. 135–143, 2019.

JOSHI, M. D. *et al.* Tribological and thermal properties of hexagonal boron nitride filled high-performance polymer nanocomposites. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 134, n. 4, p. 1–9, 2017.

JOST, H. P. Lubrication (Tribology)—A report on the present position and industry's needs. **Department of Education and Science, HM Stationary Office, London, UK**, 1966.

JOST, H. P. Tribology—origin and future. **Wear**, v. 136, n. 1, p. 1–17, 1990.

KRAGHEL'SKY, I. V. Calculation of wear rate. **Journal of Fluids Engineering, Transactions of the ASME**, v. 87, n. 3, p. 785–790, 1965.

LAUX, K. A.; SCHWARTZ, C. J. Effects of contact pressure, molecular weight, and supplier on the wear behavior and transfer film of polyetheretherketone (PEEK). **Wear**, v. 297, n. 1–2, p. 919–925, 2013.

LEACH, R. **Characterisation of areal surface texture**. [s.l.: s.n.]. v. 9783642364

LI, N. *et al.* Investigations on the tribological properties of poly(arylene ether ketone) copolymer with 3-(trifluoromethyl) phenyl pendants and biphenyl units. **High Performance Polymers**, v. 26, n. 3, p. 247–254, 2014.

MAHESH, K. V. *et al.* Polyaryletherketone polymer nanocomposite engineered with nanolaminated Ti₃SiC₂ ceramic fillers. **Materials and Design**, v. 63, p. 360–367, 2014.

MANG, T. *et al.* **Industrial Tribology: Friction , Wear and Wear Protection Thixoforming Applied Tribology Nanolubricants**. [s.l: s.n.].

MCELWAIN, S. E. *et al.* Effect of particle size on the wear resistance of alumina-filled PTFE micro- and nanocomposites. **Tribology Transactions**, v. 51, n. 3, p. 247–253, 2008.

PADHAN, M.; MARATHE, U.; BIJWE, J. Tribology of Poly(etherketone) composites based on nano-particles of solid lubricants. **Composites Part B: Engineering**, v. 201, n. August, p. 108323, 2020a.

PADHAN, M.; MARATHE, U.; BIJWE, J. A complex interdependence of thermal conductivity and lubricity of two solid lubricants to control the tribo-performance of PAEK based composites. **Wear**, v. 458–459, n. August, p. 203406, 2020b.

PANDA, J. N.; BIJWE, J.; PANDEY, R. K. Comparative potential assessment of solid lubricants on the performance of poly aryl ether ketone (PAEK) composites. **Wear**, v. 384–385, p. 192–202, 2017a.

PANDA, J. N.; BIJWE, J.; PANDEY, R. K. Attaining high tribo-performance of PAEK composites by selecting right combination of solid lubricants in right proportions. **Composites Science and Technology**, v. 144, p. 139–150, 2017b.

PANDA, J. N.; BIJWE, J.; PANDEY, R. K. Tribo-performance enhancement of PAEK composites using nano/micro-particles of metal chalcogenides. **Composites Science and Technology**, v. 167, n. June, p. 7–23, 2018.

PANDA, J. N.; BIJWE, J.; PANDEY, R. K. Role of micro and nano-particles of hBN as a secondary solid lubricant for improving tribo-potential of PAEK composite. **Tribology International**, v. 130, n. September 2018, p. 400–412, 2019a.

PANDA, J. N.; BIJWE, J.; PANDEY, R. K. Optimization of the amount of short glass fibers for superior wear performance of PAEK composites. **Composites Part A: Applied Science**

and Manufacturing, v. 116, n. October 2018, p. 158–168, 2019b.

PANDA, J. N.; BIJWE, J.; PANDEY, R. K. Optimization of graphite contents in PAEK composites for best combination of performance properties. **Composites Part B: Engineering**, v. 174, n. March, p. 106951, 2019c.

PANDA, J. N.; BIJWE, J.; PANDEY, R. K. Variation in size of graphite particles and its cascading effect on the performance properties of PAEK composites. **Composites Part B: Engineering**, v. 182, n. November, p. 107641, 2020.

PAWLUS, P. *et al.* Material ratio curve as information on the state of surface topography—A review. **Precision Engineering**, v. 65, n. June, p. 240–258, 2020.

PICKERING, S. J. Recycling technologies for thermoset composite materials-current status. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 37, n. 8, p. 1206–1215, 2006.

REMANAN, M. *et al.* Microstructure Development, Wear Characteristics and Kinetics of Thermal Decomposition of Hybrid Nanocomposites Based on Poly Aryl Ether Ketone, Boron Carbide and Multi Walled Carbon Nanotubes. **Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials**, v. 27, n. 6, p. 1649–1663, 2017.

SAWYER, W. G. *et al.* Mechanistic Studies in Friction and Wear of Bulk Materials. **Annual Review of Materials Research**, v. 44, n. 1, p. 395–427, 2014.

SOLVAY. **No Title**. Disponível em: <<https://www.solvayultrapolymers.com/en/data-sheets>>. Acesso em: 10 jan. 2019.

SUN, H. *et al.* Supercritical CO₂ processing and annealing of polytetrafluoroethylene (PTFE) and modified PTFE for enhancement of crystallinity and creep resistance. **Polymer**, v. 46, n. 20, p. 8872–8882, 2005.

SURESHA, B. *et al.* Optimization of wear behaviour of boron nitride filled polyaryletherketone composites by Taguchi approach. **Materials Research Express**, v. 6, n. 8, 2019.

SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. **Mechanical Alloying and Milling**, n. January 2007, p. 1–472, 2004.

TAYEBI, N.; POLYCARPOU, A. A. Modeling the effect of skewness and kurtosis on the static friction coefficient of rough surfaces. **Tribology International**, v. 37, n. 6, p. 491–505, 2004.

THEILER, G.; HARSHA, A. P.; GRADT, T. On the sliding behavior of PAEK composites in vacuum environment. v. 141, n. April, p. 20–21, 2019.

WHITEHOUSE, D. Surface and They Measurement. p. 432, 2004.

ZHANG, G. *et al.* Tensile and tribological behaviors of PEEK/nano-SiO₂ composites compounded using a ball milling technique. **Composites Science and Technology**, v. 68, n. 15–16, p. 3073–3080, 2008.

9 APÊNDICES

APÊNDICE A –Parâmetros de rugosidade e distribuição espacial de picos e vales considerados para análise de topografia.

Os parâmetros de rugosidade de superfície analisados a partir dos dados coletados foram S_a , S_z e S_q . A rugosidade média, S_a , é definida como o desvio médio aritmético da altura da superfície a partir da linha média de um perfil. A linha média é definida como a linha com o melhor “*fit*” para áreas igualmente divididas dos perfis inferiores e superiores. Formalmente, a rugosidade média S_a é definida pela equação (9.1):

$$S_a = \frac{1}{A} \iint_A |Z(x, y)| dx dy \quad (9.1)$$

onde “ Z ” é a altura da superfície acima da linha média nas distâncias “ x ” e “ y ” a partir da origem, e A é área considerada.

A rugosidade r.m.s (*root mean square*) S_q , é definida como o desvio médio quadrático do perfil a partir da linha média, sendo formalmente definida pela equação (9.2) (ABEL; FERRANTE, 2000; HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017d):

$$S_q = \sqrt{\frac{1}{A} \iint_A |Z(x, y)|^2 dx dy} \quad (9.2)$$

E por fim, o parâmetro S_z representa a diferença entre as médias dos 5 picos mais altos e 5 vales mais profundos (ABEL; FERRANTE, 2000).

Para uma caracterização completa de um perfil ou uma superfície, os parâmetros descritos anteriormente não são suficientes, pois descrevem apenas a distância vertical do perfil a partir da linha média, não fornecendo informações sobre as formas e dimensões das asperidades, ou ainda sobre a frequência e regularidade com as quais aparecem na superfície (ABEL; FERRANTE, 2000). Visando uma descrição completa de topografia de superfície são necessárias informações sobre a distribuição de probabilidade de alturas e distribuição espacial de picos e vales da área analisada (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017d).

A necessidade de método para a descrição de distribuição de alturas levou a definição de uma função de densidade de amplitude, $p(z)$, onde o valor de “ p ” é proporcional a probabilidade de achar um ponto da superfície na altura “ z ”. Um perfil simétrico leva a uma curva de densidade de amplitude simétrica em relação a posição da linha média. Já perfis

assimétricos levam a distorção dos valores da função, que revelam informações sobre a morfologia das irregularidades da superfície analisada.

A forma da curva pode ser descrita pela sua distorção “Ssk” em relação ao plano médio, revelado por sua assimetria, e por sua curtose “Sku”, medida pelo achatamento da curva de distribuição. Algumas diferenciações dos parâmetros são mostradas pela Figura 55. A distorção “Ssk” é definida pela equação (9.3):

$$Ssk = \frac{1}{Sq^3} \frac{1}{A} \iint_A Z^3(x, y) dx dy \quad (9.3)$$

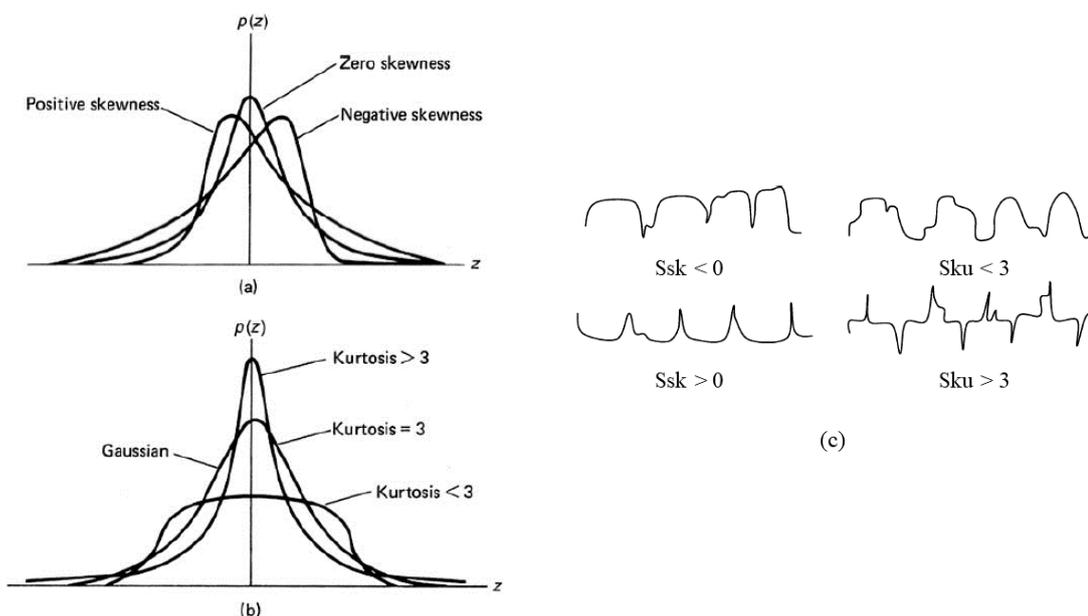
onde “Sq” é o desvio padrão da função de densidade de amplitude. Uma distribuição simétrica de alturas em relação a linha média irá resultar em Ssk=0, e conseqüentemente a uma curva simétrica em relação a linha central do gráfico de distribuição (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017d). O desvio da curva é função de onde o volume do material se encontra, levando o parâmetro “Ssk” a valores negativos se acima da linha média e a valores positivos se estiver abaixo dessa (LEACH, 2013). Picos altos em comparação a vales rasos levam a valores de distribuição positivos, mesmo que a maior parte das alturas esteja localizada abaixo da linha média (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017d).

A curtose “Sku” é definida pela equação (9.4):

$$Sku = \frac{1}{Sq^4} \frac{1}{A} \iint_A Z^4(x, y) dx dy \quad (9.4)$$

Ao contrário do parâmetro “Ssk”, a curtose não faz distinção entre picos e vales. O valor será sempre positivo não importando se as alturas são elevadas. Se a superfície apresentar distribuição normal (Gaussiana), Ssk terá valor zero e Sku=3. Curtose maior que 3 leva a uma curva com distribuição ampla, e indica uma superfície de análise com asperidades pontiagudas, enquanto curtoses menores que esse valor levam a curvas de distribuição mais estreitas que correspondem a superfícies mais bem comportadas, com picos e vales menos pontiagudos (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017d; LEACH, 2013). Os efeitos que as diferentes características de topografia de superfície causam nos valores de Sku e Ssk na Figura 55 (c) e conseqüentemente nas morfologias das curvas de densidade de amplitude na Figura 55 (a-b).

Figura 55 - Funções de densidade de amplitude para diferentes valores de Ssk (a) e diferentes valores de Sku (b), e esquema de superfícies com diferentes valores de Sku e Ssk (c)



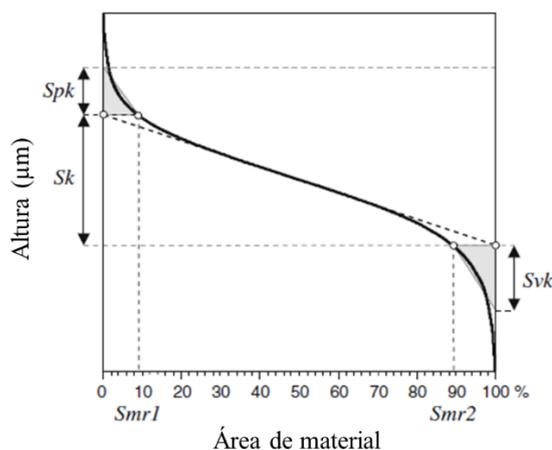
Fonte: adaptado de (ABEL; FERRANTE, 2000) (a-b) e de (TAYEBI; POLYCARPOU, 2004) (c)

Uma função usada constantemente em estudos tribológicos é a curva de Abbot-Firestone, diretamente relacionada função de densidade de amplitude. A função, que representa a fração de pontos em uma superfície acima de uma altura específica relativa à linha média, é uma construção gráfica, e seus parâmetros respeitam a norma ISO 13565-2 (INTERNATIONAL STANDARD, 1996) e apresentados pela Figura 56 (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017d; LEACH, 2013). Para a construção do gráfico os parâmetros Sk , Spk , Svk , $Smr1$ e $Smr2$ são obtidos a partir de uma superfície filtrada usando filtro desenvolvido para superfícies estratificadas, e são definidos como (PAWLUS *et al.*, 2020; WHITEHOUSE, 2004):

- Sk : profundidade de rugosidade do núcleo, sendo essa a profundidade que se encontra o perfil de rugosidade do núcleo.
- Spk : altura de pico reduzida, altura média dos picos mais altos acima do perfil de rugosidade do núcleo.
- Svk : profundidade de vale reduzida, profundidade médias dos vales abaixo do perfil de rugosidade do núcleo.
- $Smr1$: faixa de proporção de material onde ocorre a interseção entre os picos mais altos e a rugosidade do perfil do núcleo.

- Smr2: faixa de proporção de material onde ocorre a interseção entre os vales mais profundos e a rugosidade do perfil do núcleo.

Figura 56 - Curva de Abbott-Firestone



Fonte: adaptado de (LEACH, 2013)

Os parâmetros escolhidos para a descrição das superfícies obtidas após os ensaios tribológicos foram os valores de Spk e Svk , que são utilizados para avaliação de texturas de superfícies de componentes mecânicos com aplicações tribológicas. Espera-se que Spk possa ser a quantidade de material desgastada em um primeiro momento e Svk possa ter a capacidade de reter lubrificante e debris desgastados a partir da superfície, podendo auxiliar o par tribológico a diminuir sua taxa de desgaste (HUTCHINGS; SHIPWAY, 2017d; WHITEHOUSE, 2004). Visualizando as características dos vales e picos, a boa mancalização com parâmetro Ssk negativo, é devido a presença de poucos picos que poderiam desgastar rapidamente e mais picos profundos para a retenção de lubrificantes. Uma superfície com Ssk positivo pode ter baixa retenção de lubrificantes devido à falta de vales e presença de altos picos acima da linha média da superfície (LEACH, 2013).

APÊNDICE B – Resultados obtidos para os parâmetros de rugosidade e distribuição espacial de picos e vales considerados para análise das áreas das pistas de deslizamento.

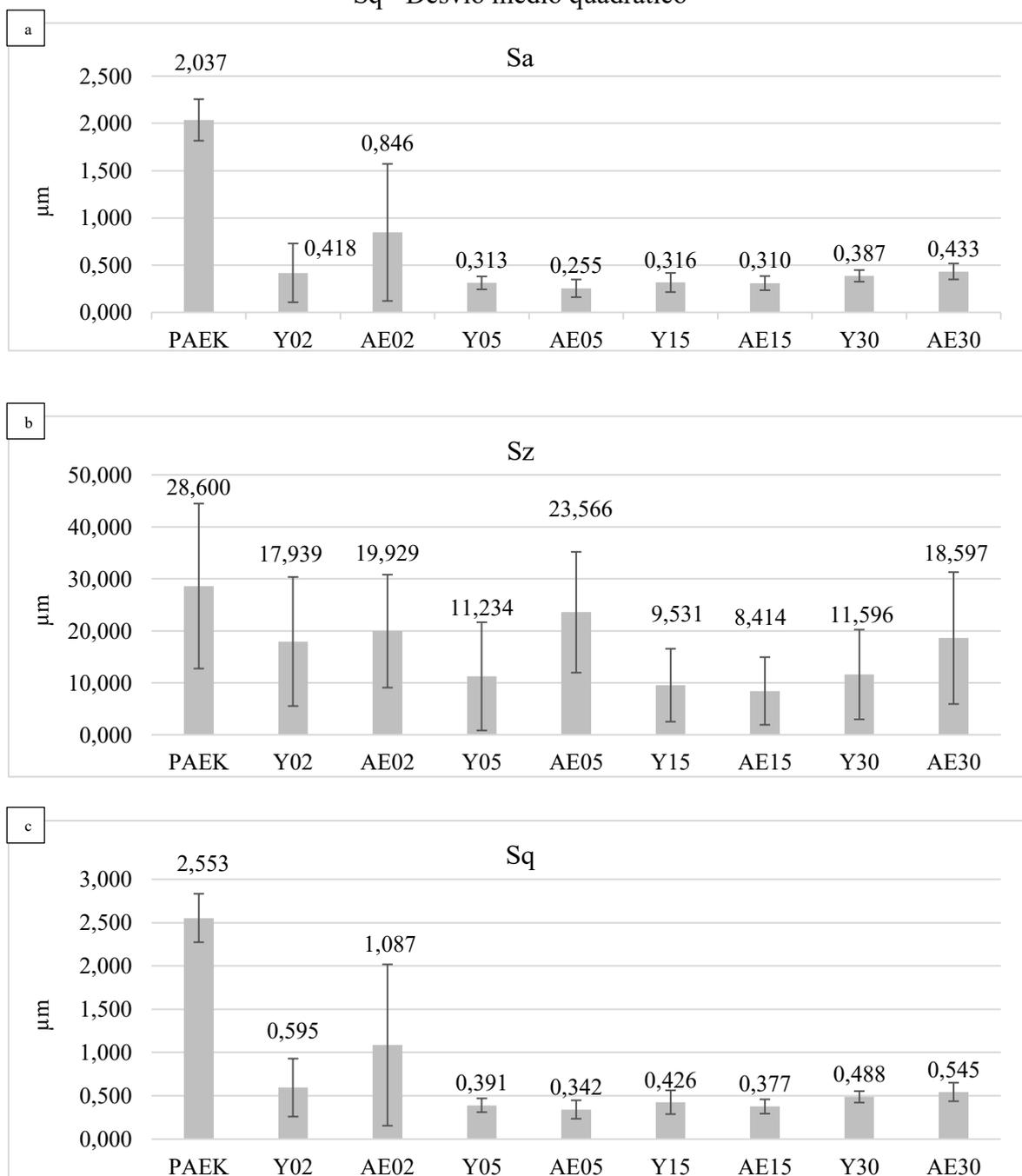
Na Figura 57 são apresentados os resultados de rugosidade média, distância entre picos e vales, e desvio médio quadrático. Para a rugosidade média S_a , as maiores diferenças foram detectadas para as condições PAEK, Y02 e AE02. A maior rugosidade média foi da condição PAEK, 2,037 μm , com valor aproximadamente 10 vezes maior quando comparado a menor S_a obtida, de 0,255 μm para a condição AE05. Entre as condições Y02 e AE02, a segunda apresentou o dobro do valor, 0,846 μm contra 0,418 μm . Além de ser a única condição de alta energia que apresentou maior S_a do que a condição Y de mesma concentração, a condição AE02 mostrou alto desvio padrão das medidas obtidas para as amostras ensaiadas.

A diferença da média dos 5 picos mais elevados e 5 vales mais profundos, S_z , foi maior para a condição PAEK, sendo seguida pelas condições AE05, AE02, AE30 e Y02, em ordem decrescente. Além de menores valores de S_z , as condições Y15 e AE15 apresentaram menor desvio padrão dessa medida, indicando topografia de superfície mais uniforme entre as amostras ensaiadas. O desvio médio quadrático, S_q , apresentou tendência similar a rugosidade média, com maior valor para a condição PAEK, seguida das condições AE02 e Y02. Novamente, os desvios padrões desse parâmetro para essas condições foram maiores, sendo especialmente elevado para a condição AE02.

Na Figura 58 são apresentados os parâmetros de densidade S_{ku} e S_{sk} e da curva Abbott-Firestone S_{vk} e S_{pk} . Todas as pistas apresentaram curtose S_{ku} maior que o valor 3, com valores elevados quando comparados as outras condições para as referências AE05, AE30 e Y02, em ordem decrescente. Para as mesmas condições, o desvio padrão de medida foi também especialmente elevado, indicando alta disparidade de resultados topográficos para as amostras ensaiadas tribologicamente. A medida de distorção S_{sk} apresentou alto desvio padrão para as mesmas condições citadas anteriormente, AE05, AE30 e Y02. Com exceção das condições AE05 e AE30, todas as outras apresentaram S_{sk} negativo, indicando a presença de vales mais aprofundados com platôs para apoio da carga aplicada no par tribológico. Com relação aos parâmetros da curva de Abbott-Firestone, para o parâmetro da profundidade de vale reduzida S_{vk} as condições que revelaram os maiores valores foram a PAEK e AE02, porém novamente com desvios de medição para as amostras analisadas. Para a altura de pico reduzida S_{pk} novamente as condições PAEK e AE02 apresentaram os maiores valores e desvios de medição. Para ambos os parâmetros da curva de Abbott-Firestone as demais condições mostraram comportamento mais homogêneo em questão de valores das propriedades e desvios padrões de

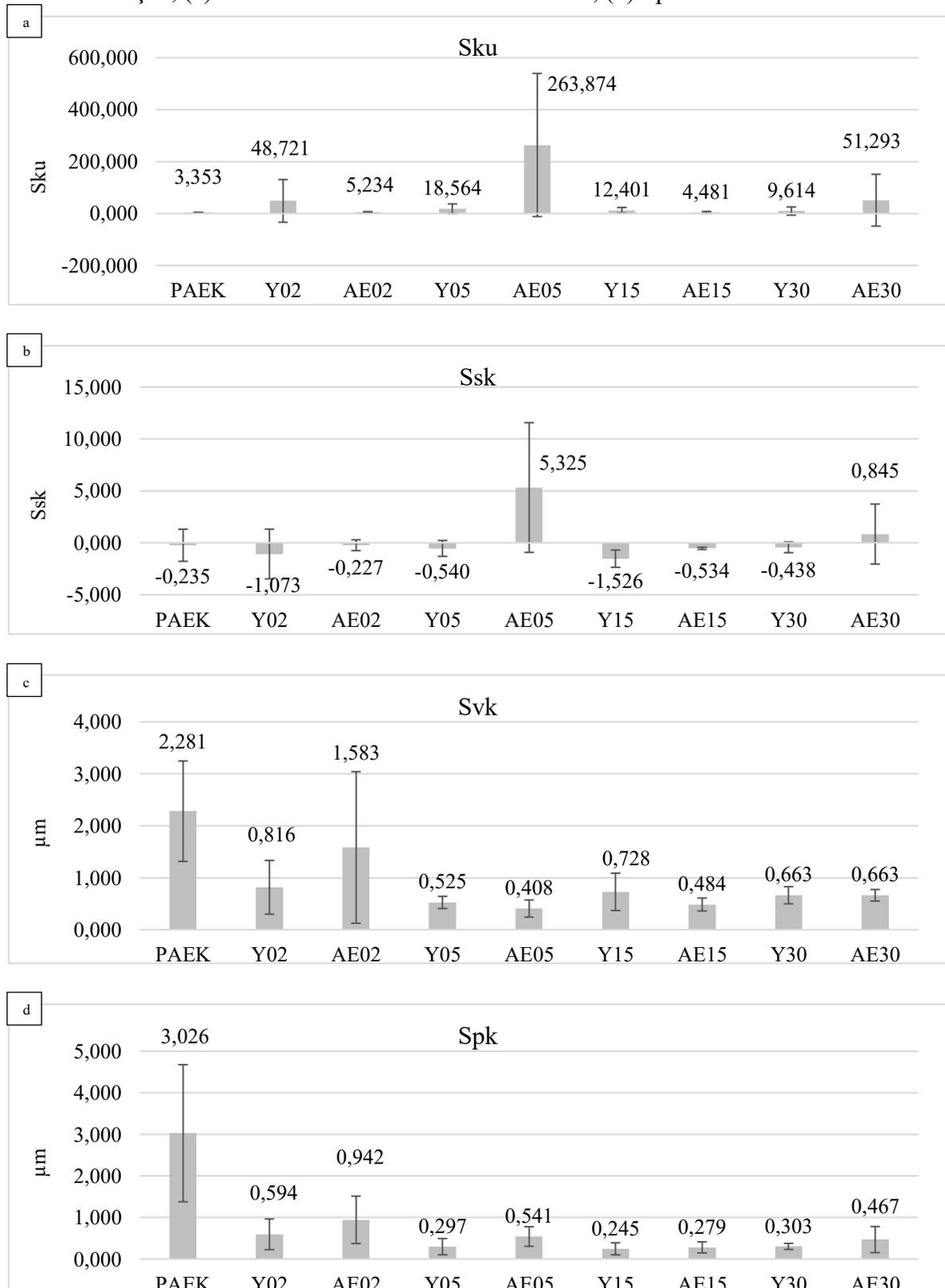
medição. Os menores valores de S_vk foram encontrados para as condições AE05 e AE15 e de S_{pk} para as condições Y05, Y15, AE15 e Y30.

Figura 57 - Parâmetros de topografia de superfície das pistas ensaiadas: (a) S_a - Rugosidade média, (b) S_z - diferença entre as médias dos 5 picos mais altos e 5 vales mais profundos, (c) S_q - Desvio médio quadrático



Fonte: autoria própria

Figura 58 – Parâmetros de topografia de superfície das pistas ensaiadas: (a) Sku - Curtose, (b) Ssk - Distorção, (c) Svk - Profundidade de vale reduzida, (d) Spk - Altura de vale reduzida



Fonte: autoria própria

APÊNDICE C – Resultados obtidos para os parâmetros de rugosidade e distribuição espacial de picos e vales considerados para análise das áreas de contato dos cilindros.

Os efeitos que ocorreram com as superfícies dos cilindros e as topografias resultantes para essas são mostrados pelos parâmetros S_a , S_z e S_q na Figura 59, e S_{ku} , S_{sk} , S_{vk} e S_{pk} na Figura 60. A rugosidade média S_a encontrada para o cilindro referência, não ensaiado e denominado de REF, foi de $0,183 \mu\text{m}$, valor aproximadamente 3 vezes maior que a segunda maior rugosidade média encontrada, que foi referente a condição PAEK, com valor de $0,069 \mu\text{m}$. Os demais valores foram diminuindo até chegar no mínimo de $0,025 \mu\text{m}$ para a condição Y02.

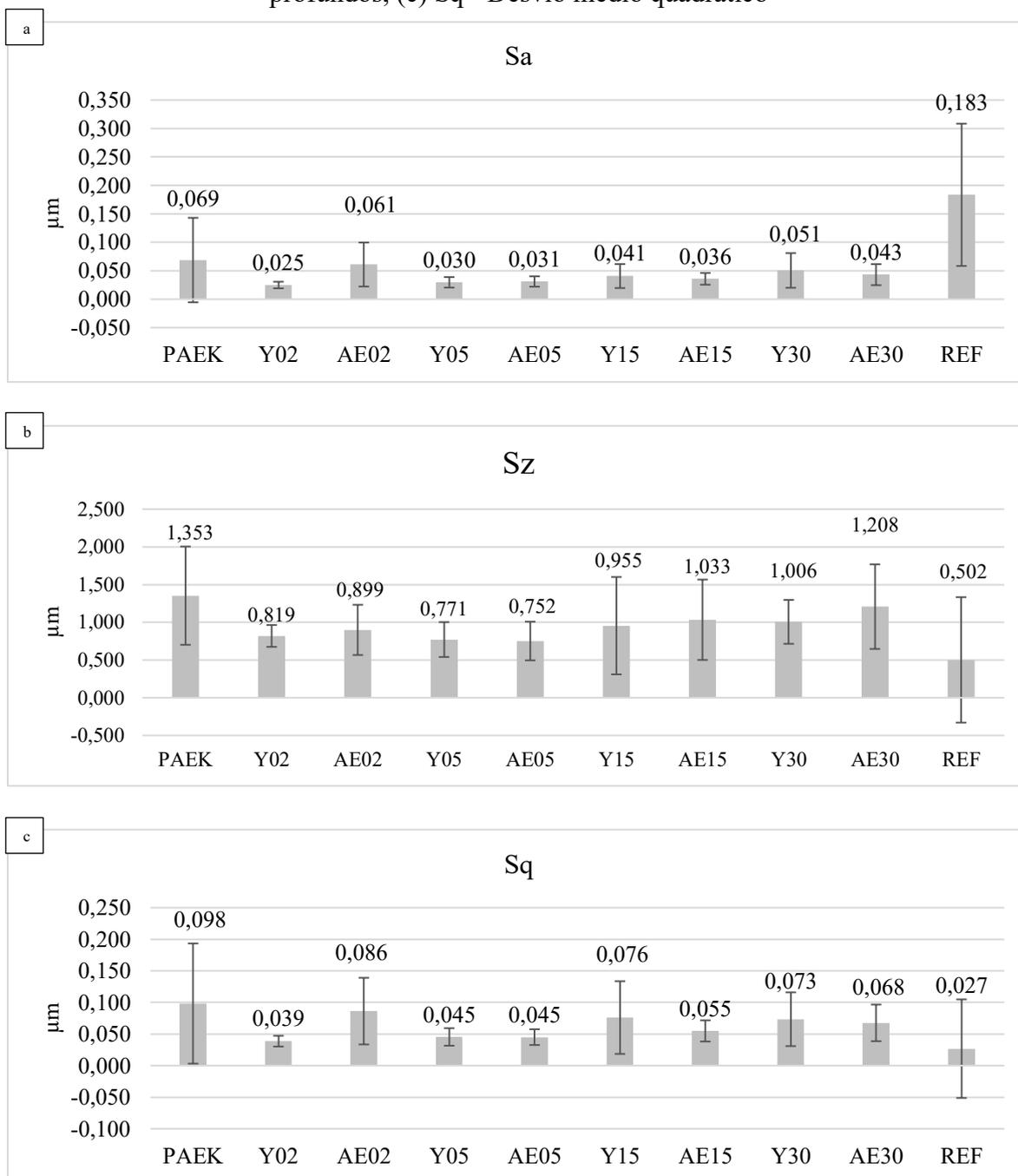
O parâmetro S_z teve seu menor valor para a condição de referência, com área de análise não ensaiada, com valor de $0,502 \mu\text{m}$. O maior valor do parâmetro foi encontrado para o par PAEK, com valor de $1,353 \mu\text{m}$.

O parâmetro desvio médio quadrático S_q apresentou valores da mesma ordem de grandeza para todas as condições, inclusive para a REF que apresentou o menor valor das condições. Em contraponto, o maior valor para o parâmetro de desvio foi da condição PAEK.

Os valores relacionados as funções de densidade e parâmetros da curva de Abbott-Firestone, evidenciam que todas as condições apresentaram valores de curtose S_{ku} maiores que o valor 3, indicando vales e picos mais próximos. Para a o parâmetro S_{sk} , com exceção das condições REF e AE02, todas as demais apresentaram valores negativos, o que indica que a topografia é composta de vales aprofundados junto de platôs que suportam a carga do par tribológico e possibilitam uma retenção eficaz de lubrificante nos vales. O valor do parâmetro S_{sk} para a condição AE02, embora positivo, teve seu valor próximo de zero, indicando que a topografia da superfície é praticamente mista.

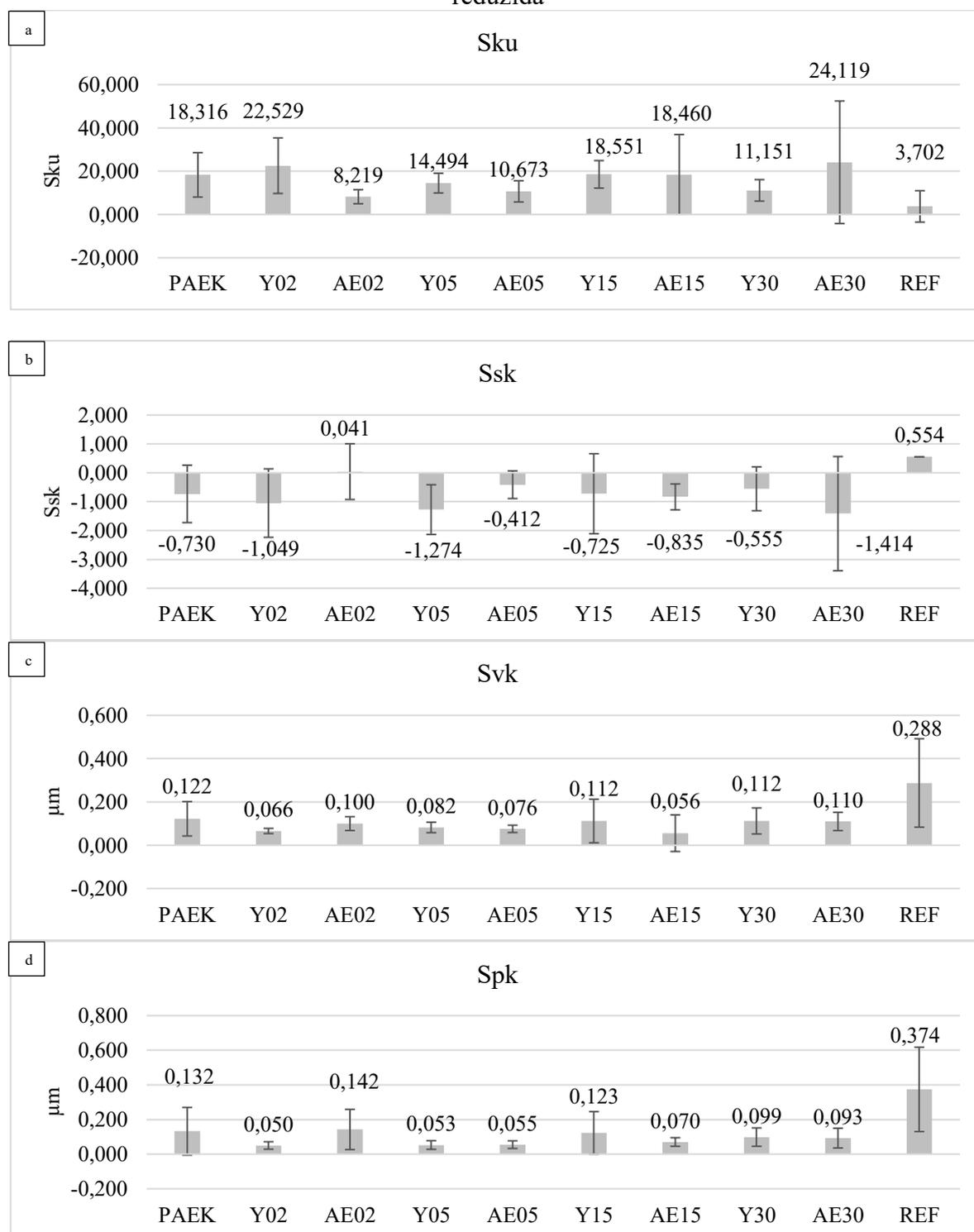
A profundidade de vale reduzida S_{vk} apresentou o maior valor para a condição de referência REF, com valor de $0,288 \mu\text{m}$. As demais tiveram suas topografias de superfície “suavizadas” para parâmetros S_{vk} abaixo de 50% do maior valor, chegando no mínimo de $0,056 \mu\text{m}$ para a condição AE15. A altura de pico reduzida S_{pk} apresentou tendências próximas as de S_{vk} . O maior valor encontrado foi para a REF com $0,374 \mu\text{m}$ caindo para menos de um terço desse valor para as demais condições e chegando ao mínimo de $0,050 \mu\text{m}$ para a Y02.

Figura 59 - Parâmetros de topografia de superfície dos cilindros utilizados: (a) Sa - Rugosidade média, (b) Sz - diferença entre as médias dos 5 picos mais altos e 5 vales mais profundos, (c) Sq - Desvio médio quadrático



Fonte: autoria própria

Figura 60 - Parâmetros de topografia de superfície dos cilindros utilizados: (a) S_{ku} - Curtose, (b) S_{sk} - Distorção, (c) S_{vk} - Profundidade de vale reduzida, (d) S_{pk} - Altura de vale reduzida



Fonte: autoria própria