



**CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS**



**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**ASPECTOS TRIBOLÓGICOS DE REVESTIMENTO DIAMOND-LIKE CARBON  
SOBRE A SUPERFÍCIE DE AÇO RÁPIDO AISI M2**

**Soraia Sandra Pires**

**Belo Horizonte  
Dezembro de 2018**

Soraia Sandra Pires

**Aspectos tribológicos de revestimento *Diamond-like Carbon* sobre a superfície  
de aço rápido AISI M2**

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, na área de concentração de Ciência e Desenvolvimento de Materiais, na Linha de Pesquisa em Seleção, Processamento e Caracterização, como parte integrante dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia de Materiais.

Prof. Dr. Ernane Rodrigues da Silva

Prof. Dr. Paulo Sérgio Martins

Belo Horizonte  
Dezembro de 2018

Pires, Soraia Sandra.  
P667a Aspectos tribológicos de revestimento Diamond-like Carbon sobre a superfície de aço rápido AISI M2 / Soraia Sandra Pires. – 2018. 111 f. : il.  
Orientador: Ernane Rodrigues da Silva  
Coorientador: Paulo Sérgio Martins

Dissertação (mestrado) – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Belo Horizonte, 2018.  
Bibliografia.

1. Filmes finos. 2. Deposição física de vapor. 3. Aço rápido. 4. Ligas de alumínio. 5. Desgaste. I. Silva, Ernane Rodrigues da. II. Martins, Paulo Sérgio. III. Título.

CDD: 621.89

**Aspectos tribológicos de revestimento *Diamond-like Carbon* sobre a superfície  
de aço rápido AISI M2**

Dissertação apresentada em 21 de dezembro de 2018 por Soraia Sandra Pires, ao Curso de Mestrado em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais – CEFET-MG, na área de concentração de Ciência e Desenvolvimento de Materiais, na Linha de Pesquisa em Seleção, Processamento e Caracterização, aprovada pela banca examinadora constituída dos professores:

---

Prof. Dr. Ernane Rodrigues da Silva - orientador  
Doutor, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais

---

Prof. Dr. Paulo Sérgio Martins - Coorientador  
Doutor, Centro Universitário Una

---

Prof<sup>a</sup>. Dra. Ivete Peixoto Pinheiro  
Doutora, Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais

---

Prof. Dr. Roney Amarante Braga  
Doutor, FCA-Fiat Chrysler Automobiles

Belo Horizonte  
21 de dezembro de 2018

]

Dedico este trabalho aos meus pais.

## AGRADECIMENTOS

À Deus, que permitiu a concretização de mais um sonho.

À minha família e amigos pelas orações, pelos bons momentos juntos, por torcerem e acreditarem no meu potencial e ao meu noivo, Hebert, pelo apoio em todos os momentos.

Ao CEFET-MG por toda estrutura e fomento à minha formação.

Ao prof. Dr. Ernane Rodrigues da Silva pelo acompanhamento e orientação deste trabalho.

Ao prof. Dr. Paulo Sérgio Martins pelo incentivo e coorientação deste trabalho.

À empresa Oerlikon Balzers, pela deposição dos filmes, em especial ao Rodrigo Bernardinelli, pela receptividade nas instalações da empresa.

À empresa Nipo-Tec, por ter cedido e preparado as amostras de aço rápido, em especial ao João Isamu Arakaki, pela disponibilidade em me atender.

Ao prof. Dr. Rogério Xavier, do Departamento de Engenharia Mecânica do CEFET-MG pela disponibilidade e concessão do laboratório para realização dos ensaios de caloteste.

Ao prof. Dr. Rochel Lago e à Mariana Gomes, do departamento de Química da UFMG pelo apoio na realização dos ensaios de Raman e AFM.

À Poliana Souza e ao Anderson Santos por todo o suporte dado para concretização deste trabalho, em especial nos ensaios de pino sobre disco e perfilometria.

Ao Marceliny Torrecili e Thaís Campos do Departamento de Engenharia Mecânica da PUC pelo apoio nas análises de micrografia.

Ao prof. Dr. Marcelo Câmara, do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da UFMG pelo apoio nos ensaios de pino sobre disco.

À prof. Dra. Ivete Peixoto pelas aulas de Metodologia de Pesquisa, que muito me auxiliaram na elaboração do presente trabalho.

Aos demais professores do POSMAT pelo conhecimento a mim transferidos durante as aulas.

A todos aqueles que, de uma forma direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho.

Os que confiam no SENHOR serão  
como o monte de Sião, que não se abala,  
mas permanece para sempre.

Salmos 125:1

## RESUMO

Os revestimentos de Carbono amorfo, conhecidos como *Diamond-like Carbon* (DLC) são filmes finos, formados por Carbono de ligações  $sp^2$  (grafite) e  $sp^3$  (diamante) em diferentes proporções e têm por características especiais sua alta dureza e inércia química. Sua aplicação visa melhoria efetiva das propriedades químicas, físicas e mecânicas de metais convencionais utilizados como substrato e proteção ao desgaste abrasivo e adesivo dos mesmos. As aplicações do filme DLC são amplas, podendo-se destacar a utilizações em engrenagens, instrumentos da área médica, sistemas hidráulicos e ferramentas de corte. Amplamente utilizado em brocas de aço rápido na usinagem de materiais não ferrosos, por exemplo, para processos de furação de blocos de ligas de Alumínio e Silício (Al-Si) na indústria automotiva. O presente trabalho estudou o comportamento tribológico do filme DLC depositado pelo método PVD assistido por plasma por arco catódico à vácuo. Foi investigada a influência da rugosidade do substrato de aço AISI M2 na adesão do revestimento, espessura, resistência ao desgaste abrasivo e resistência ao atrito com uma liga de Alumínio e Silício (7,76%). O coeficiente de desgaste específico do revestimento foi maior para a superfície de acabamento bruto. Verificou-se que o desgaste abrasivo não varia proporcionalmente à rugosidade. A baixa adesão do acabamento retificado não foi fator determinante para influenciar no desgaste abrasivo. A espessura do filme, calculada pelos diâmetros das calotas foi diferente da espessura real, obtida pelo MEV. Não houve rompimento significativo do filme durante o ensaio pino sobre disco, o filme DLC contra a liga de Al-Si apresentou coeficiente de atrito médio de 0,374, cerca de 20% menor em relação ao aço AISI M2/Al-Si. O coeficiente de atrito não teve relação proporcional à rugosidade, considerando todos os ensaios. O substrato de maior rugosidade foi o que apresentou o menor coeficiente de atrito durante o ensaio pino sobre disco. Considerando a adesão e o desgaste microabrasivo, o substrato polido apresentou melhor desempenho, com menores taxa e desgaste e coeficiente de desgaste específico. Considerando o ensaio total de pino sobre disco, o substrato bruto obteve melhor resultado, com o menor coeficiente de atrito médio.

Palavras Chave: DLC, PVD, aço rápido AISI M2, Al-Si, desgaste

## ABSTRACT

The amorphous carbon coatings, known as Diamond-like Carbon (DLC) are thin films formed by different proportions of carbon's bonds  $sp^2$  (graphite) and  $sp^3$  (diamond) and have special characteristics as high hardness and chemical inertia. Its application looks for the effective improvement of the chemical, physical and mechanical properties of the bulk metals used as substrate and protection to abrasive and adhesive wear of the base metal. The DLC film's applications are large, highlighting the use in gears, medical instruments, hydraulic systems and cutting tools. Widely used in high-speed steel drills, to non-ferrous metals machining, for example, to processes of drilling blocks of aluminum-silicon alloys (Al-Si) in the automotive industry. The present work studies the tribological behavior of the tetrahedral hydrogen-free DLC coating deposited by plasma assisted PVD method by cathodic arc in vacuum. It investigates the influence of the high-speed steel AISI M2 substrate roughness in the adhesion, thickness, abrasive wear resistance and friction resistance against an aluminum-7,76% silicon alloy. The specific wear rate of the coating was bigger in the finish gross substrate. It was verified that the abrasive wear is not proportional to roughness. The low adhesion of the finish ground substrate was not a determinant factor to influence the abrasive wear. The thickness of the coating, calculated by the crater diameters was different of the real thickness obtained by SEM. There was no significant disruption of the film in the pin on disk test, the DLC against Al-Si presented a medium friction coefficient of 0,374, being 20% smaller related to AISI M2 steel/Al-Si. The friction coefficient did not have a proportional relation with the roughness, considering all the tests. The more roughness substrate presented the smaller friction coefficient during the pin on disk test. Considering adhesion and microabrasive wear, the polished substrate presented the best performance, with lower wear rate and specific wear coefficient. Considering the total test of pin on disc, the raw substrate obtained the best result, with lower friction coefficient.

Keywords: DLC, PVD, high speed steel AISI M2, Al-Si, wear

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Representação esquemática da ligação covalente em uma molécula de metano (CH <sub>4</sub> ) .....	23
Figura 2 – Diagrama de fase para formação de grafite e diamante. ....	23
Figura 3 – Representação esquemática de alótropos de Carbono .....	24
Figura 4 – Tipos de hibridização do Carbono.....	26
Figura 5 – Grafite .....	26
Figura 6 – Estrutura do grafite com arranjo hexagonal .....	27
Figura 7 – Célula unitária de um cristal cúbico de diamante .....	28
Figura 8 – Filme fino de diamante visto pela técnica MEV .....	29
Figura 9 – Hibridização do filme DLC comparado ao grafite e ao diamante .....	30
Figura 10 – Diagrama de fase ternário do Carbono amorfo .....	31
Figura 11 – Ferramentas de corte revestidas com DLC.....	35
Figura 12 – Esquema de uma câmara de deposição a base PVD por arco catódico.	36
Figura 13 – Tipos de falhas em componentes revestidos sob alta carga .....	37
Figura 14 – Mecanismos de falha dominantes em função da .....	38
Figura 15 – Perfil para cálculo de rugosidade média (R <sub>a</sub> ) .....	40
Figura 16 – Altura dos elementos do perfil – Rugosidade R <sub>z</sub> .....	41
Figura 17 – Diagrama de equilíbrio binário de uma liga Al-Si .....	43
Figura 18 – Microestrutura de liga Al-Si a) hipoutética b) eutética c)hipereutética....	44
Figura 19 – Espectros característicos de materiais Carbonosos.....	47
Figura 20 – Espectroscopia Raman das superfícies 316L/DLC, CoCrMo/DLC e Ti6Al4V/DLC.....	49
Figura 21 – Variação da rugosidade com os níveis de energia para ta-C.....	50
Figura 22 – Visualização de multicamadas de filme CrTiN obtida por MEV .....	51
Figura 23 – Pistas de desgaste em superfícies depositadas com DLC.....	52
Figura 24 – Princípio de medição do teste de impressão Rockwell .....	54
Figura 25 – Classes de adesão de acordo com a norma VDI 3824 .....	55
Figura 26 – Resultados típicos do teste de impressão Rocwell .....	55
Figura 27 – Posicionamento da amostra e esfera no equipamento caloteste .....	57
Figura 28 – Diagrama esquemático do caloteste e do sistema tribológico formado em superfície plana .....	57
Figura 29 – Imagens do caloteste obtidas por perfilometria 3D .....	58

Figura 30 – Medição do diâmetro da calota por microscopia óptica.....	60
Figura 31 – Tribômetro .....	61
Figura 32 – Fluxograma da metodologia empregada nos testes deste trabalho.....	63
Figura 33 – Desenho esquemático dos corpos de prova de a) aço rápido e b) Al-Si	64
Figura 34 – Pinos de aço rápido e Al-Si para teste em tribômetro .....	64
Figura 35 – Microscópio de Força Atômica .....	66
Figura 36 – Processo de lavagem por ultrassom .....	67
Figura 37 – Esquema do dispositivo de fixação de placas e pinos .....	68
Figura 38 – Equipamento de Espectroscopia Raman .....	69
Figura 39 – Medição da indentação em Microdurômetro Vickers.....	70
Figura 40 – Equipamento de ensaio de desgaste micro abrasivo - Caloteste.....	71
Figura 41 – Esquema do ensaio em tribômetro.....	72
Figura 42 – Topografia do aço AISI M2 a) Bruto b) Retificado c) Polido .....	74
Figura 43 – Placas e pinos de aço rápido AISI M2 com filme DLC depositado.....	75
Figura 44 – Espectro Raman a)bruto/DLC b)polido/DLC c)retificado/DLC.....	77
Figura 45 – Topografia da superfície do DLC a) polido b) retificado .....	78
Figura 46 – Teste de adesão na placa de aço rápido polido.....	79
Figura 47 – Teste de adesão na placa de aço rápido retificado.....	79
Figura 48 – Teste de adesão na placa de aço rápido bruto .....	80
Figura 49 – Aço AISI M2/DLC – 3000x .....	81
Figura 50 – Microestrutura da liga Al-Si - 200x .....	82
Figura 51 – Calotas geradas no ensaio Caloteste a) AISI M2 b) AISI M2 (Bruto)/DLC c) AISI M2 (Polido)/DLC d) AISI M2 (Retificado)/DLC.....	84
Figura 52 – MEV/EDS das calotas a) bruto/DLC b) polido/DLC c)retificado/DLC ....	89
Figura 53 – Mapa EDS de Ferro na região da calota bruto/DLC – ampliação 150x..	90
Figura 54 – Perfilometria 3D das pistas de desgaste a) DLC x Al b) HSS x Al – As setas indicam a largura das pistas de desgaste.....	94
Figura 55 – Profundidade e área da pista de desgaste a) DLC x Al b) HSS x Al .....	95
Figura 56 – Perfilometria 3D das pistas de desgaste a) Bruto x Al b) Polido x Al c) Retificado x Al .....	100

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Tabela Periódica do Carbono.....	22
Tabela 2 – Alótropos de Carbono e suas características .....	25
Tabela 3 – Propriedades dos filmes de Carbono .....	31
Tabela 4 – Características de revestimentos a-C:H e ta-C .....	33
Tabela 5 – Dureza Rockwell C do aço AISI M2.....	74
Tabela 6 – Índice $I_D/I_G$ - Análise Raman.....	76
Tabela 7 – Composição química da liga de Al-Si.....	82
Tabela 8 – Microdureza Vickers da liga Al-Si.....	83
Tabela 9 – Diâmetro das calotas.....	83

## LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 – Rugosidade Média do aço AISI M2 por Rugosímetro e AFM .....	73
Gráfico 2 – Taxa de desgaste microabrasivo .....	85
Gráfico 3 – Taxa de desgaste x Rugosidade.....	86
Gráfico 4 – Coeficiente de desgaste específico x rugosidade $R_a$ do substrato .....	87
Gráfico 5 – Espessura dos revestimentos pela medição das calotas.....	91
Gráfico 6 – Coeficiente de atrito x distância deslizada dos pares: DLC x Al e HSS x Al – primeiros cinco metros .....	93
Gráfico 7 – Coeficiente de atrito x distância deslizada dos pares: DLC x Al e HSS x Al .....	94
Gráfico 8 – Coeficiente de atrito dos pares tribológicos: Pino Al-Si/AISI M2 bruto/DLC; Pino Al-Si/AISI M2 polido/DLC e Pino Al-Si/AISI M2 retificado/DLC .....	96
Gráfico 9 – Coeficiente de atrito x distância deslizada: Pino Al-Si/AISI M2 bruto/DLC; Pino Al-Si/AISI M2 polido/DLC e Pino Al-Si/AISI M2 retificado/DLC – Deslizamento 5 metros .....	97
Gráfico 10 – Coeficiente de atrito x distância deslizada: Pino Al-Si/AISI M2 bruto/DLC; Pino Al-Si/AISI M2 polido/DLC e Pino Al-Si/AISI M2 retificado/DLC – Deslizamento de 5 a 25 metros .....	98
Gráfico 11 – Coeficiente de atrito x distância deslizada: Pino Al-Si/AISI M2 bruto/DLC; Pino Al-Si/AISI M2 polido/DLC e Pino Al-Si/AISI M2 retificado/DLC – Deslizamento de 25 a 317 metros .....	99

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AISI	Instituto Americano de Ferro e Aço ( <i>American Iron and Steel Institute</i> )
ASTM	Sociedade Americana para Testes e Materiais ( <i>American Society for Testing and Materials</i> )
CEFET	Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais
CEN	Comitê Europeu para Padronização ( <i>European Committee for Standardization</i> )
CFC	Cúbico de Face Centrada
CVD	Deposição Química à Vapor ( <i>Chemical Vapor Deposition</i> )
DC	Corrente Contínua ( <i>Direct Current</i> )
DCVAE	Evaporação de Arco Catódico Direto em Vácuo ( <i>Direct Cathodic Vacuum Arc Evaporation</i> )
DLC	Carbono tipo diamante (Diamond-Like Carbon)
EDS	Espectroscopia de Raios X por Energia Dispersiva ( <i>Energy dispersive X-rays Spectrometry</i> )
FCVAE	Evaporação de Arco Catódico Filtrado em Vácuo ( <i>Filtered Cathodic Vacuum Arc Evaporation</i> )
HSS	Aço rápido ( <i>High Speed Steel</i> )
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura ( <i>Scanning Electron Microscopy</i> )
MQL	Mínima Quantidade de Lubrificante ( <i>Minimun Quantity Lubricant</i> )
PECVD	Deposição Química na Fase Vapor Assistida por Plasma ( <i>Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition</i> )
PLD	Deposição por laser pulsado ( <i>Pulsed Laser Deposition</i> )
POSMAT	Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais
PVD	Deposição Física à Vapor ( <i>Physical Vapor Deposition</i> )
SAE	Sociedade de Engenheiros Automotivos ( <i>Society of Automotive Engineers</i> )
UFMG	Universidade Federal de Minas Gerais
VDI	Associação dos Engenheiros Alemães ( <i>Verein Deutscher Ingenieure</i> )

## LISTA DE SÍMBOLOS

°C	Grau Celsius	-
μm	Micrometros	10 <sup>-6</sup> metros
μ	Micro	10 <sup>-6</sup>
A	Diâmetro interno da calota	μm
A	Amper	
a-C	Carbono amorfo duro não hidrogenado	-
a-C:H	Carbono amorfo hidrogenado	-
a-C:H:Me	Carbono amorfo hidrogenado com adição de metal	-
Al	Alumínio	-
Al-Si	Alumínio e Silício	-
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Alumina	-
Atm	Atmosfera	-
B	Diâmetro externo da calota	μm
B	Boro	-
Bar	Pressão	10 <sup>5</sup> N/m <sup>2</sup>
C	Carbono	-
C+	Íon de Carbono puro	-
C <sup>60</sup> -	Carbono sessenta – fulerenos	-
CH <sub>4</sub>	Hidrocarboneto – Metano	-
CrN	Nitreto de Cromo	-
Cr	Cromo	-
Cu	Cobre	-
Dd	Distância deslizada	m
Ddp	Diferença de potencial	
eV	Eletrovolts	96,48kJ/mol
Ge	Germânio	-
GPa	Giga Pascal	10 <sup>9</sup> Pa
g/cm <sup>3</sup>	Densidade - Gramas por centímetro cúbico	-
H	Hora	3600s
HC	Carbono polimérico	-

HCl	Ácido clorídrico	-
HF	Ácido fluorídrico	-
HNO <sub>3</sub>	Ácido nítrico (nital)	-
HRc	Dureza Rockwell C	-
Hz	Hertz	-
K	Coeficiente de desgaste específico	-
Kgf	Quilogramas-força	9,81N
kV	QuiloVolts	10 <sup>3</sup> V
lb/in <sup>2</sup>	Libra por polegada ao quadrado	-
m	Metros	-
Mg	Magnésio	-
Min	Minutos	60s
Mm	Milímetros	10 <sup>-3</sup> metros
mm <sup>3</sup>	Milímetros cúbicos	10 <sup>-9</sup> metros cúbicos
Mn	Manganês	-
mN	MiliNewton	10 <sup>-3</sup> Newton
mN/s	MiliNewton por segundo	-
Mo	Molibidênio	-
mW	MiliWatts	10 <sup>-3</sup> Watts
N	Newton	kg * m/s <sup>2</sup>
N/m <sup>2</sup>	Newton por metro quadrado	-
nm	Nanômetros	10 <sup>-9</sup> metros
R	Raio da esfera	mm
R <sub>a</sub>	Rugosidade média	µm
R <sub>ku</sub>	Fator de achatamento do perfil avaliado	µm
R <sub>q</sub>	Desvio médio quadrático do perfil avaliado	µm
R <sub>sk</sub>	Fator de assimetria do perfil avaliado	µm
R <sub>z</sub>	Altura total do perfil	µm
S	Segundos	-
Si	Silício	-
SiC	Carbeto de Silício	-
sp <sup>1</sup>	Hibridização 1 do Carbono	-
sp <sup>2</sup>	Hibridização 2 do Carbono	-

sp <sup>3</sup>	Hibridização 3 do Carbono	-
T	Espessura do revestimento	μm
ta-C	Carbono amorfo tetraédrico	-
ta-C:H	Carbono amorfo tetraédrico hidrogenado	-
ta-C:Me	Carbono amorfo tetraédrico com adição de metal	-
TiN	Nitreto de titânio	-
V	Volts	-
V	Volume de material desgastado	m <sup>3</sup>
V	Vanádio	-
Z	Número atômico	-
Zn	Zinco	-
W	Tungstênio	-

## SUMÁRIO

<b>1 JUSTIFICATIVA .....</b>	<b>19</b>
<b>2 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>20</b>
<b>2.1 Objetivo geral .....</b>	<b>21</b>
<b>2.2 Objetivos específicos .....</b>	<b>21</b>
<b>3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>22</b>
<b>3.1 O Carbono e suas estruturas .....</b>	<b>22</b>
3.1.1 <i>Grafite .....</i>	26
3.1.2 <i>Diamante .....</i>	27
<b>3.2 Revestimentos .....</b>	<b>29</b>
<b>3.3 Revestimento de Carbono tipo diamante - Diamond-Like Carbon (DLC) ....</b>	<b>30</b>
3.3.1 <i>Revestimentos de Carbono amorfo hidrogenado x não hidrogenado.....</i>	31
3.3.2 <i>Aplicações dos revestimentos DLC .....</i>	34
<b>3.4 Processo de deposição de filmes .....</b>	<b>35</b>
<b>3.5 Mecanismos de desgaste.....</b>	<b>37</b>
<b>3.6 Técnicas de medição de rugosidade.....</b>	<b>40</b>
<b>3.7 O Alumínio e suas ligas.....</b>	<b>42</b>
<b>3.8 Aço rápido .....</b>	<b>45</b>
<b>3.9 Ensaios de caracterização do revestimento DLC .....</b>	<b>46</b>
3.9.1 <i>Análise da estrutura molecular por espectroscopia Raman.....</i>	47
3.9.2 <i>Análise do perfil do revestimento por microscopia de força atômica .....</i>	49
3.9.3 <i>Análise do filme por microscopia eletrônica de varredura.....</i>	50
3.9.4 <i>Determinação da adesão do filme DLC pelo método Rockwell .....</i>	53
3.9.5 <i>Determinação da resistência à abrasão de filmes finos pelo ensaio de desgaste microabrasivo.....</i>	56
3.9.6 <i>Estudo de atrito do filme pelo ensaio pino sobre disco.....</i>	60

<b>4 METODOLOGIA.....</b>	<b>63</b>
<b>4.1 Preparação das amostras .....</b>	<b>64</b>
<b>4.2 Caracterização do aço rápido AISI M2 .....</b>	<b>65</b>
4.2.1 <i>Rugosidade média (<math>R_a</math>).....</i>	65
4.2.2 <i>Dureza Rockwell C .....</i>	65
4.2.3 <i>Topografia da superfície por microscopia de força atômica.....</i>	65
4.2.4 <i>Microscopia Eletrônica de Varredura.....</i>	66
<b>4.3 Processo de deposição do revestimento DLC .....</b>	<b>66</b>
4.3.1 <i>Limpeza .....</i>	67
4.3.2 <i>Deposição do filme DLC pelo método PVD por arco pulsado.....</i>	67
<b>4.4 Caracterização do revestimento DLC no aço rápido .....</b>	<b>68</b>
4.4.1 <i>Análise da estrutura molecular por espectroscopia Raman.....</i>	68
4.4.2 <i>Topografia da superfície do revestimento por microscopia de força atômica .</i>	69
4.4.3 <i>Teste de adesão pelo método Rockwell .....</i>	69
4.4.4 <i>Medição da espessura do revestimento por Microscopia Eletrônica de Varredura .....</i>	69
<b>4.5 Caracterização da liga Al-Si.....</b>	<b>70</b>
4.5.1 <i>Análise Metalográfica.....</i>	70
4.5.2 <i>Microdureza Vickers .....</i>	70
<b>4.6 Ensaio de desgaste micro abrasivo - Caloteste.....</b>	<b>71</b>
<b>4.7 Ensaio de atrito pelo método pino sobre disco .....</b>	<b>71</b>
<b>5 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>73</b>
<b>5.1 Caracterização do Aço rápido AISI M2 antes da deposição .....</b>	<b>73</b>
5.1.1 <i>Rugosidade e topografia das superfícies.....</i>	73
5.1.2 <i>Dureza Rockwell C .....</i>	74
<b>5.2 Amostras depositadas.....</b>	<b>75</b>
<b>5.3 Caracterização do revestimento DLC.....</b>	<b>75</b>

5.3.1	<i>Análise da estrutura molecular por espectroscopia Raman</i>	75
5.3.2	<i>Topografia da superfície por microscopia de força atômica</i>	77
5.3.3	<i>Análise da adesão do filme pelo método Rockwell</i>	78
5.3.4	<i>Medição da espessura do revestimento por Microscopia Eletrônica de Varredura</i>	80
<b>5.4</b>	<b>Caracterização liga Al-Si</b>	<b>81</b>
5.4.1	<i>Análise Metalográfica</i>	81
5.4.2	<i>Microdureza Vickers</i>	82
<b>5.5</b>	<b>Desgaste microabrasivo pelo caloteste</b>	<b>83</b>
5.5.1	<i>Diâmetro das calotas</i>	83
5.5.2	<i>Taxa de desgaste</i>	85
5.5.3	<i>Coefficiente de desgaste específico</i>	86
5.5.4	<i>Análise MEV e EDS</i>	88
5.5.5	<i>Cálculo da espessura do revestimento</i>	90
<b>5.6</b>	<b>Atrito pelo ensaio pino sobre disco</b>	<b>92</b>
5.6.1	<i>Atrito com revestimento x sem revestimento</i>	92
5.6.2	<i>Acabamentos bruto x polido x retificado</i>	95
<b>6</b>	<b>CONCLUSÕES</b>	<b>101</b>
	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	<b>105</b>

## 1 JUSTIFICATIVA

O Carbono é um elemento versátil em suas aplicações pois apresenta diferentes tipos de ligações interatômicas e intermoleculares, capazes de promover a ligação entre si e a maioria dos elementos, trazendo diversidade em estrutura e nas propriedades físicas e químicas.

Os revestimentos à base de Carbono amorfo, já existem a mais de 60 anos, mas somente nos últimos anos tem sido incorporado a diversos processos em escalas industriais, devido ao avanço tecnológico das técnicas de deposição. A utilização dos revestimentos DLC vem se expandindo na área de usinagem, atuando como lubrificante sólido em substituição aos fluidos de corte, em componentes submetidos à impacto como moldes para estampagem e trefilação, em processos que envolvem atrito contínuo, como engrenagens e pistões e em componentes submetidos à aquecimento e resfriamento rápido como moldes para injeção de plásticos.

O avanço dos processos de deposição imputa a necessidade de controlar a qualidade dos componentes revestidos, propriedades convencionais do filme quanto à do composto formado. Para que a gama de aplicações do DLC continue a crescer, faz necessário o estudo aprofundado dos aspectos tribológicos deste filme, em diferentes tipos de superfície, condições de ensaio e pares tribológicos, pois o seu comportamento se diferencia com a mudança das variáveis do sistema DLC/substrato/ensaio. O estudo do DLC gera aprofundamento de conhecimento sobre o mesmo, trazendo benefícios em suas propriedades e conseqüentemente melhorias nas suas aplicações.

## 2 INTRODUÇÃO

Os revestimentos de Carbono tipo diamante, do inglês, *Diamond-Like Carbon* (DLC), são filmes finos, formados por Carbono de ligações  $sp^2$  e  $sp^3$  em diferentes proporções. O DLC, têm sido largamente empregados em ferramentas de corte, pois aumentam seu desempenho nos processos de usinagem, especialmente nos processos de furação e retífica, em razão da crescente demanda de mercado destas tecnologias de corte (BOBZIN, 2017). Com isto, é necessária a avaliação destes revestimentos em diferentes substratos e condições mecânicas para buscar atingir níveis ótimos de desempenho, aumentando assim o custo benefício das ferramentas revestidas.

O filme DLC tem por características especiais sua alta dureza e resistência ao desgaste por atrito (THORWARTH et al, 2014). Ele é admissível na usinagem de materiais não ferrosos por exemplo, em brocas de aço rápido e de metal duro para processos de furação de blocos de ligas de Alumínio e Silício (Al-Si) na indústria automotiva e aeroespacial (BHOWMICK; BANERJI; ALPAS, 2015; MARTINS, 2016). A aplicação do revestimento DLC, permite não apenas a melhoria da produtividade das ferramentas, como também a utilização em processos de usinagem com mínima quantidade de lubrificante (MQL) (BALINIT, 2017) ou a seco trazendo benefícios ambientais com a redução do consumo de fluidos de corte.

Sabe-se que a boa adesão do revestimento DLC depende fortemente da rugosidade da superfície do substrato. Martins (2016) verificou que a eficiência do DLC (em termos de coeficiente de atrito e adesão) em ferramentas de aço rápido é menor do que em ferramentas de metal duro, pois o metal duro apresenta maior adesão do filme ao substrato. Faz-se necessária a busca pela redução de custos em processos de fabricação, mantendo os mesmos parâmetros de corte no processo de usinagem. Desta forma, deve-se estudar a adesão do DLC ao substrato de aço rápido para se obter desempenho que aproxime do obtido em metal duro.

O emprego de materiais não ferrosos como o Alumínio e outros metais de liga leve, cresceu nos últimos anos, devido à sua baixa massa específica, combinando leveza e resistência (SANTOS Jr et al., 2016).

Para isto é necessário o processamento e acabamento deste metal. A usinagem do Alumínio torna-se um desafio, pois, devido ao seu baixo ponto de fusão,

ocorre transferência adesiva do Alumínio para a ferramenta. O DLC minimiza tais efeitos (BHOWMICK et al, 2015), todavia, conhecer as interações entre o Alumínio e as ferramentas empregadas em sua fabricação é de grande relevância.

Aplica-se a este estudo o filme DLC não hidrogenado, depositado pelo método PVD assistido por plasma por arco catódico à vácuo. O presente trabalho investigou a resistência ao desgaste abrasivo, dureza, rugosidade superficial, adesão e coeficiente de atrito do filme DLC em deslizamento contra uma liga hipoeutética de 86,8% Al-7.76%Si. Tais comportamentos são abordados neste trabalho a fim de contribuir para o entendimento das interações do filme DLC e substrato de aço rápido durante a vida útil de uma ferramenta de corte deste metal e as interações do conjunto filme/substrato com a peça de trabalho de uma liga de Alumínio e Silício (Al-Si).

## **2.1 Objetivo geral**

Analisar o comportamento tribológico do filme DLC em função da rugosidade do substrato de aço AISI M2

## **2.2 Objetivos específicos**

Caracterizar o aço AISI M2 por meio dos ensaios de dureza Rockwell C, microscopia de força atômica e medidas de rugosidade;

Depositar o filme DLC comercial, por meio do processo PVD, nas amostras de aço rápido AISI M2 nas três condições de acabamento;

Caracterizar o revestimento DLC por meio dos ensaios de espectroscopia Raman e Microscopia de força atômica, e a liga de Al-Si por meio dos ensaios de microdureza Vickers, análise metalográfica e análise química;

Verificar a qualidade da adesão do filme nos diferentes substratos, por meio do teste de indentação Rockwell C;

Determinar o coeficiente de desgaste específico, espessura do revestimento e taxa de desgaste por meio do ensaio de caloteste, analisando a influência das rugosidades do substrato na resistência ao desgaste;

Determinar a taxa de desgaste e coeficiente de atrito dos pares tribológicos DLC x Al-Si, utilizando o ensaio pino sobre disco.

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 O Carbono e suas estruturas

O Carbono é um elemento que está presente em várias ligas metálicas, cerâmicos, poliméricos e compósitos. Isso se dá devido a sua abundância na terra e sua afinidade com os diversos componentes químicos, que fazem deste elemento um dos mais importantes para a ciência orgânica e para a ciência dos materiais.

Este elemento não metálico da coluna IVA da tabela periódica, exibe estrutura cristalina hexagonal e densidade  $2,25\text{g/cm}^3$  à temperatura de  $20^\circ\text{C}$ . Possui raio atômico de  $0,071\text{nm}$  e raio iônico de aproximadamente  $0,016\text{nm}$ . Seu ponto de sublimação é em cerca de  $3367^\circ\text{C}$  (CALLISTER; RETHWISCH, 2014). Outras características do Carbono são apresentadas na tabela 1.

**Tabela 1 – Tabela Periódica do Carbono**

Tabela Periódica dos elementos: Carbono

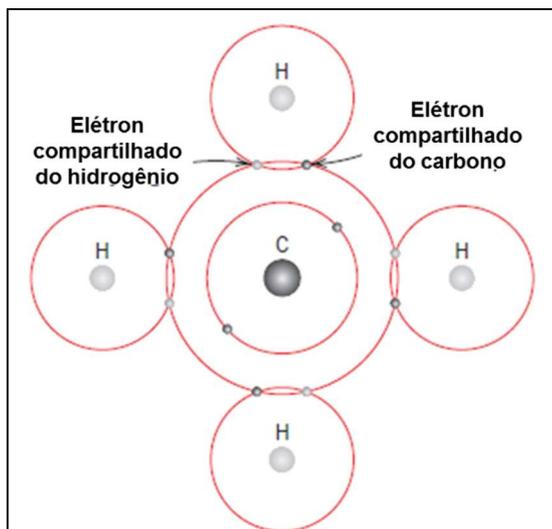
Número Atômico (Z)	6
Símbolo Atômico	C
Peso Atômico	[12,0096; 12,0116]
Configuração Eletrônica	$2 \cdot 4$

Fonte: Adaptado de PERIODIC...(2017)

O Carbono tem capacidade de se unir tanto com elementos eletropositivos, quanto eletronegativos, além da viabilidade de ligação a ele mesmo. Sua valência mais comum é  $4+$ , o que significa que seu íon é predisposto a receber quatro elétrons na camada de valência, que o torna capaz de fazer até quatro ligações covalentes, como as ligações com quatro átomos de hidrogênio, formando um hidrocarboneto (Figura 1).

É um elemento alotrópico, capaz de se organizar em várias estruturas subatômicas, formando os alótropos - compostos polimorfos e amorfos. Alguns destes compostos são encontrados na natureza enquanto outros foram descobertos por meio de sintetização em laboratório, dentre eles o grafite, diamante, fulerenos, grafenos, nanotubos de Carbono e Carbono amorfo (VETTER, 2014).

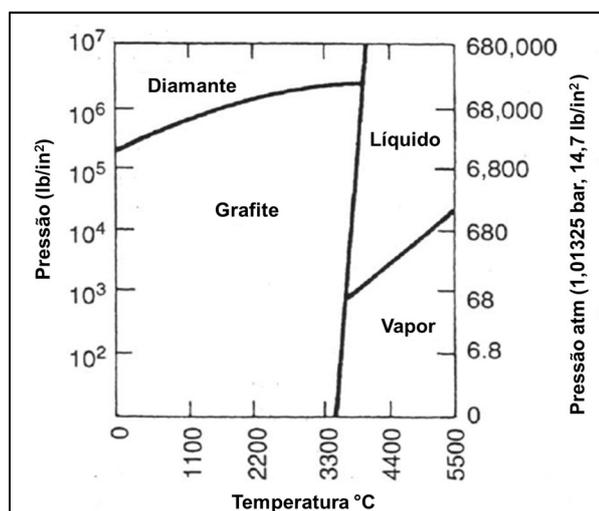
**Figura 1 – Representação esquemática da ligação covalente em uma molécula de metano (CH<sub>4</sub>)**



Fonte: Callister e Rethwisch (2014)

A formação dos alótropos de Carbono na natureza depende de um sistema de equilíbrio das fases de acordo com a pressão e temperatura presentes durante o processo formação ou sintetização (Figura 2).

**Figura 2 – Diagrama de fase para formação de grafite e diamante.  
Pressão x temperatura do Carbono**



Fonte: Adaptado de King (2006)

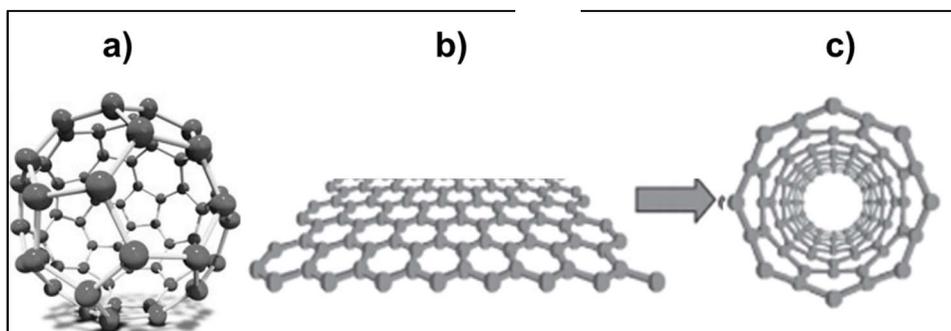
As diferentes combinações do Carbono geram substâncias de propriedades distintas e de grande destaque em comparação a outros elementos. Os nanotubos de Carbono, por exemplo, possuem elevado módulo de elasticidade.

Os fulerenos, descobertos em 1985, consistem em sessenta átomos de Carbono arranjados de forma poliédrica configurando uma esfera geodésica (Figura 3a). Trata-se do terceiro alótropo mais estável, seguindo o diamante e o grafite. A descoberta dos fulerenos, também conhecidos como Carbono sessenta ( $C_{60}$ ) trouxe um grande avanço para o campo da nanotecnologia. O  $C_{60}$  irá impactar de forma direta a sociedade com a ampla aplicação da nanotecnologia (AWESOME, 2010).

O grafeno (Figura 3b) possui propriedades não convencionais a partir do comportamento dos elétrons como partículas sem massa, originando alta mobilidade elétrica à temperatura ambiente e alta condutividade térmica que justifica sua aplicação em dispositivos como sensores térmicos, baterias e supercapacitores. É sintetizado, dentre outras formas, por deposição química a vapor, decomposição térmica de carvão de Silício e por exfoliação do grafite com combinação de processos químicos, com os quais também é possível se obter óxido de grafeno (PORRO et al, 2015).

Os nanotubos de Carbono (Figura 3c) podem ser de multicamadas e de camada simples. Suas combinações geram diferentes sistemas modelos, aplicáveis na nanociência, com alta estabilidade química devido as fortes ligações covalentes entre os átomos de Carbono. São formados de folhas de grafeno, com a espessura equivalente a um átomo de Carbono, enroladas de forma cilíndrica (SOUZA FILHO; FAGAN, 2007). As excelentes propriedades dos nanotubos podem ser manipuladas dependendo da forma como as folhas de grafeno são enroladas, gerando nanotubos de diferentes diâmetros, condutores ou semicondutores (FALCÃO; WUDL, 2007).

**Figura 3 – Representação esquemática de alótropos de Carbono**



a) Fulerenos b) folha de grafeno c) nanotubo de carbono

Fonte: Adaptado de Awesome (2010) e Souza Filho, Fagan (2007).

As nano-espumas de Carbono são isolantes térmicos e por último os Carbonos ativados possuem alta capacidade de sorção [fenômeno de adsorção e absorção concomitante] (ANTONIETTI; MÜLLEN, 2010). A tabela 2 sintetiza os principais alótropos, sua natureza, propriedades importantes e aplicações.

**Tabela 2 – Alótropos de Carbono e suas características**

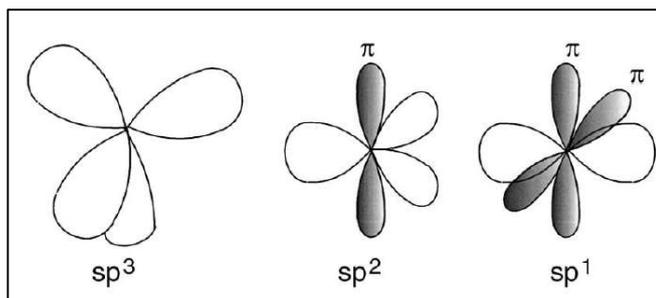
<b>Alótropo</b>	<b>Disponibilidade</b>	<b>Propriedades</b>	<b>Aplicações</b>
<b>Diamante</b>	Natural e artificial.	Dureza	Abrasivos
	Altamente estável	Condutividade térmica	Joias
	Disponível comercialmente		
<b>Grafite</b>	Natural e artificial.	Anisotropia eletrônica	Lubrificante
	Altamente estável	Condutividade elétrica e lubrificação	Componente de eletrodos
	Disponível comercialmente		
<b>Fulerenos</b>	Síntese em laboratório	Propriedades ópticas e eletrônicas	Células solares híbridas
	Disponível comercialmente	Alta dureza potencial em compósitos	Nanoeletrônicos e farmacêuticos
<b>Nanotubos</b>	Síntese em laboratório em baixa escala	Propriedades eletrônicas Alta resistência	Reforço estrutural Nanoeletrônicos e farmacêuticos
<b>Grafeno</b>	Síntese em laboratório	Propriedades eletrônicas	Sob investigação Nanoeletrônicos
<b>Carbono amorfo sp<sup>2</sup></b>	Síntese em larga escala industrial	Grande área de superfície	Eletrodos em baterias, catalisadores.
<b>Carbono amorfo sp<sup>3</sup></b>	Filmes preparados para aplicações específicas. Estável	Alta dureza Isolante térmico	Eletrônicos
<b>Espumas de Carbono</b>	Síntese em laboratório	Área de superfície relativamente grande Propriedades Magnéticas	Sob investigação
<b>Fibras de Carbono</b>	Produção industrial	Condutividade térmica e elétrica. Alta resistência	Reforço estrutural para várias aplicações

Fonte: Adaptado de Falcão e Wudl (2007)

Os elétrons de Carbono estão configurados nas orbitais  $1s^2$ ,  $2s^2$ ,  $2p^2$ . Em condições especiais, as orbitais s e p podem se combinar para formar a orbital híbrida  $sp^n$ , onde n indica o número de orbitais p envolvidas, que pode variar de 1 a 3. A força

motriz para a formação destas orbitais híbridas é o menor estado de energia dos elétrons de valência (CALLISTER; RETHWISCH, 2014). As hibridizações do Carbono, em  $sp^1$ ,  $sp^2$  e  $sp^3$  resultam em arranjo espacial distinto como demonstrado na figura 4.

**Figura 4 – Tipos de hibridização do Carbono**



Fonte: Robertson (2002)

### 3.1.1 Grafite

O grafite é um mineral encontrado na natureza, de coloração escura, opaca, como visto na figura 5, e ao contrário do diamante, possui baixa dureza (1,5 na escala Mohs).

**Figura 5 – Grafite**

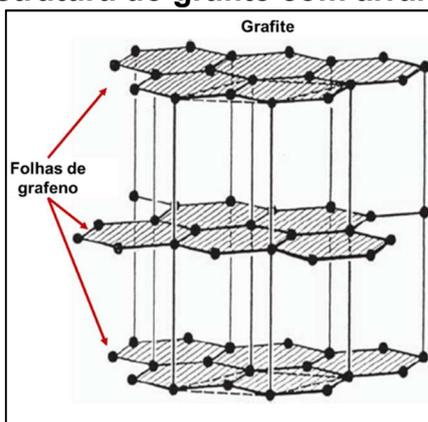


Fonte: Graphite (2008)

Segundo Falcão e Wudl (2007), este material é compreendido de infinitas camadas de Carbono hibridizado  $sp^2$ , onde cada átomo de Carbono está ligado a outros três, formando uma estrutura planar de hexágonos. A orbital deslocada  $2p$ , que acomoda o quarto elétron da camada de valência, gera uma nova orbital  $\pi$ . Os anéis de seis átomos de Carbono formam folhas horizontais amplamente espaçadas, cristalizando-se no sistema hexagonal como visto na figura 6.

As camadas sobrepostas dos anéis hexagonais são denominadas grafeno e a delaminação de tais folhas resulta em uma propriedade importante do grafite que é a capacidade de marcar outros materiais que estejam em atrito com sua coloração preta. O nome grafite se remete a esta propriedade, originado do vergo grego *graphein* que significa "para escrever" (GRAPHITE, 2008).

**Figura 6 – Estrutura do grafite com arranjo hexagonal**



Fonte: Adaptado de KING (2006)

O grafite tornou-se comercializável a partir de 1897, após a sua primeira sintetização em laboratório. São várias aplicações atuais, dentre elas como lubrificante, lápis, núcleo de reatores nucleares e em revestimentos (GRAPHITE, 2008).

Dentre suas características importantes, o grafite é inerte quimicamente e tem alta condutividade térmica. Comparando-se ao diamante, de elevada dureza, o grafite é relativamente macio. Em contrapartida, enquanto o grafite possui uma boa condutividade elétrica, o diamante é pouco condutor. Segundo Callister e Rethwisch (2014), esta distinção entre os componentes que, possuem o mesmo átomo em sua composição, está intimamente ligada ao tipo de ligação interatômica encontrada no grafite e inexistente no diamante.

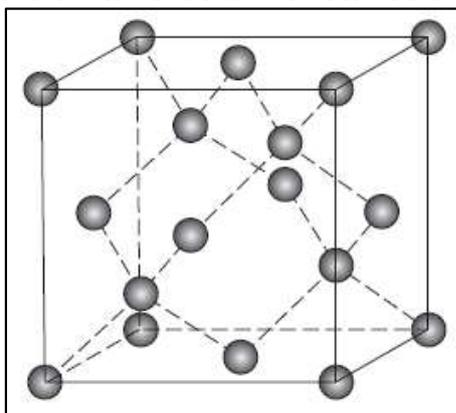
### 3.1.2 *Diamante*

O Diamante é o alótropo de Carbono mais estável da natureza, possui 100% de sua estrutura na forma  $sp^3$  e tem como principal propriedade sua dureza (grau 10 na escala de Mohs e dureza Vickers em torno de 130GPa) sendo, portanto, o mineral

mais duro já encontrado. Seus átomos podem se cristalizar na forma cúbica, mas também podem existir, menos comumente, na cristalização hexagonal (FALCÃO; WUDL, 2007).

Em suas ligações, como mostrado na figura 7, cada átomo de Carbono, com hibridização  $sp^3$ , se une a outros quatro, formando um arranjo espacial tetraédrico, formando uma rede tridimensional que faz com que o diamante seja rígido e estável (ROBERTSON; 2002).

**Figura 7 – Célula unitária de um cristal cúbico de diamante**



Fonte: Callister e Rethwisch (2014)

O Carbono em forma de diamante tem sido amplamente estudado e aplicado em diversas áreas para tratamentos superficiais, devido as suas características, que, segundo Martins (2016) são: dureza elevada, baixo coeficiente de atrito, elevada condutividade térmica, isolamento elétrico, inércia química, transparência óptica desde o comprimento de onda visível até espectro ultravioleta. O diamante possui ainda alto índice de refração.

Dentre as aplicações do diamante, pode-se mencionar sua utilização para corte de materiais e indentação (equipamentos medidores de dureza). A estrutura do Carbono em hibridização  $sp^3$  garante uma baixa taxa de desgaste em diferentes sistemas tribológicos (VETTER, 2014) o que justifica sua aplicação como revestimento de ferramentas de corte e estampagem, cuja proteção contra desgaste se faz necessária.

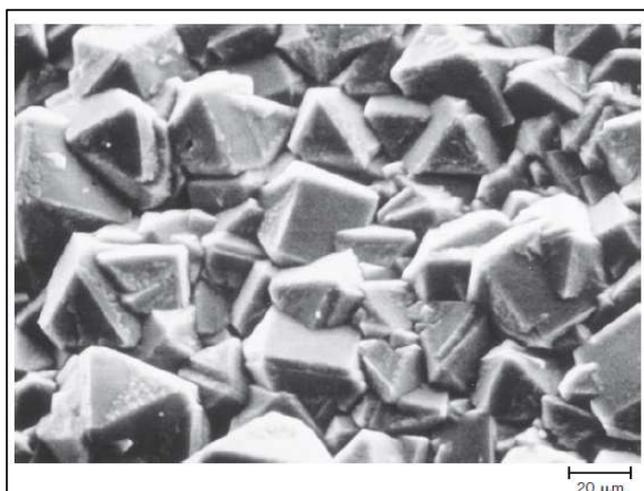
### 3.2 Revestimentos

As indústrias no campo de mineração, siderúrgicas, indústria de energia, usinas, trabalho subterrâneo e outros, envolvem processos de esmagamento, transporte, mistura e separação de materiais onde o desgaste atuante nos instrumentos e equipamentos de trabalho contribui para os custos de tais atividades. Tal ocorrência demanda um correto estudo e controle dos materiais aplicados, afim de aumentar sua vida útil e reduzir os gastos inerentes aos processos (VEINTHAL et al, 2012).

Revestimento é uma forma de tratamento superficial que consiste na aplicação de materiais em uma superfície matriz, com o intuito de recobrir o material de base, promovendo ou aprimorando suas propriedades. Existem diversas finalidades para deposição de camadas nos materiais, dentre estas, conferir ao substrato controle do desgaste e atrito, maior resistência à corrosão, redução dos custos inerentes ao processo de desgaste (VEINTHAL et al, 2012), proteger de deterioração, melhorar a aparência e promover isolamento elétrico (CALLISTER; RETHWISCH, 2014).

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) de um filme fino de diamante é apresentada na figura 8, com ampliação de 1000 vezes, mostrando numerosos micro cristais multifacetados.

**Figura 8 – Filme fino de diamante visto pela técnica MEV**



Fonte: Callister e Rethwisch (2014)

O revestimento de Carbono amorfo é classificado com um filme fino, pois revestimentos finos são aqueles que segundo Mittal (1978), a espessura é menor do

que  $1\mu\text{m}$ , e com algumas aplicações na ordem de  $50\text{nm}$ . A aplicação de revestimentos duros e finos, como mono ou multicamadas vem sendo uma alternativa poderosa para a melhoria efetiva das propriedades químicas, físicas e mecânicas de metais convencionais utilizados como substrato (VIDAKIS; ANTONIADIS; BILALIS, 2003).

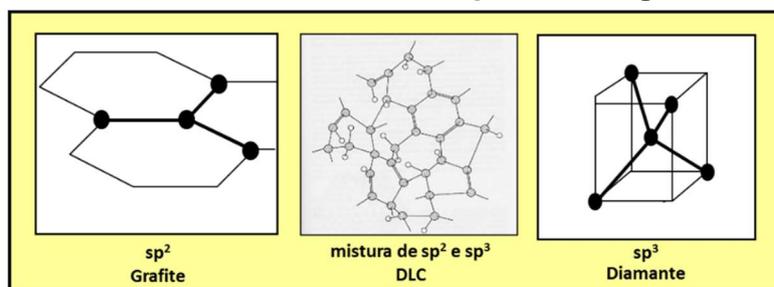
A utilização do Carbono em forma de diamante como revestimento tem sido explorada continuamente. São recobertas de filmes de diamante, superfícies de brocas, matrizes, rolamentos, facas e outras ferramentas para aumento de dureza superficial, assim como lentes e vidros (MIKI et al, 2015) que adquirem resistência mantendo sua transparência, micrometros de alta precisão e alto-falantes de alta frequência.

### 3.3 Revestimento de Carbono tipo diamante - Diamond-Like Carbon (DLC)

As ricas propriedades do Carbono, já mencionadas, são vantajosas no âmbito dos revestimentos. Axet et al (2016) destacam que os materiais de Carbono oferecem vantagens em comparação com revestimentos à base de óxidos, como estabilidade térmica, estabilidade química, resistência mecânica, grande área superficial, porosidade ótima e em particular uma rica e complexa química de superfície. Desta forma os revestimentos a base de Carbono têm ganhado espaço em diversos setores industriais, área médica e farmacêutica, todos estes buscando incorporar o Carbono como revestimento de suas ferramentas de trabalho.

Os filmes de Carbono amorfo são uma rede desordenada de átomos com hibridizações mistas entre  $sp^2$  e  $sp^3$  (Figura 9). A família de filmes de Carbono amorfo é chamada de DLC (VETTER, 2014, p. 213).

**Figura 9 – Hibridização do filme DLC comparado ao grafite e ao diamante**

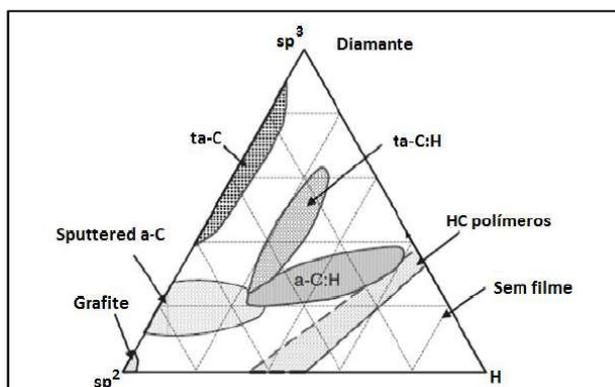


Fonte: Adaptado de Balzers (2017)

### 3.3.1 Revestimentos de Carbono amorfo hidrogenado x não hidrogenado.

Além das diferentes proporções de hibridização, as ligações do Carbono amorfo podem ocorrer com ou sem presença de hidrogênio em sua composição. A obtenção de cada tipo de filme depende fortemente do método de deposição utilizado, cujas técnicas vêm se aprimorando a mais de 60 anos. Com o avanço tecnológico, as técnicas de deposição se aprimoram permitindo a obtenção dos diferentes filmes conhecidos atualmente (VETTER. 2014). A figura 10 apresenta o diagrama de fase ternário do Carbono, relacionando os tipos de filme DLC de acordo com as ligações dos mesmos.

**Figura 10 – Diagrama de fase ternário do Carbono amorfo**



Fonte: Adaptado de Robertson (2002)

A tabela 3 identifica as propriedades das estruturas de filmes de Carbono, relacionando a concentração da hibridização  $sp^3$  e comparando-se ao grafite e ao diamante.

**Tabela 3 – Propriedades dos filmes de Carbono**

Material	$sp^3$ (%)	Hidrogênio (%)	Dureza (Gpa)	Módulo de Young (Gpa)
Grafite	0	0	0,2-2	10
a-C	0-5	<1	10-20	100-200
a-C:H macio	60	40-60	10-30	100-300
a-C:H duro	40	20-40	10-20	100-300
ta-C	80-88	0	50-80	300-500
ta-C:H	70	30	50	300
Diamante	100	0	100	1000

Fonte: Adaptado de Robertson (2002)

O grafite apresenta somente ligações  $sp^2$  e não possui hidrogênio em sua composição, posicionando-se na extremidade esquerda do diagrama de fase ternário (Figura 10), obtendo menor dureza e maior ductilidade. O diamante, que apresenta somente ligações  $sp^3$  em sua estrutura é mais duro e apresenta maior rigidez (extremidade superior do diagrama de fase ternário). Desta forma, quanto mais próximo da parte superior do diagrama, maior é a dureza do filme. A extremidade direita do diagrama representa as ligações com o hidrogênio.

Os filmes hidrogenados a-C:H descobertos por volta de 1950, depositados com a técnica de deposição química de vapor assistida por plasma (PECVD - *Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition*). Com o avanço da técnica de pulverização por alvos metálicos, este filme foi obtido com a presença de carbetos e metal puro em sua composição, utilizados comercialmente a partir de 1998. Sua dureza estimada é de 35GPa (VETTER; 2014), com aplicação ampla e ainda muito estudada atualmente. “Aplicação de revestimento DLC hidrogenado ocasiona aumento da dureza superficial com redução do coeficiente de atrito, manutenção da rugosidade [...]” (MARTINS, 2016, p.49). A adição de outros elementos químicos forma filmes do tipo a-C:H. Estes elementos dopantes como fósforo, nitrogênio, cromo e tungstênio são adicionados, dentre outros fatores, para melhorar a adesão do filme ao substrato.

Os filmes tetraédricos hidrogenados (ta-C:H), descobertos a partir de 1984 a partir da técnica de deposição por rádio frequência, pulverização em atmosfera de argônio e hidrogênio (VETTER; 2014). Atualmente é depositado pela técnica PECVD com arco pulsado e apresentam teor de hidrogênio de 25-35% e o conteúdo  $sp^3$  pode ser aumentado até 70% (SILVA; 2014).

O Carbono amorfo tipo polímero hidrogenado (HC) é uma subclasse do filme a-C:H, que segundo Silva (2014), podem ser depositados pela técnica PECVD, apresentando baixa densidade e maciez.

A ausência de hidrogênio e aumento da quantidade de hibridização  $sp^3$  propicia à película maior dureza e resistência mecânica do que filmes de Carbono amorfo com hidrogênio. Desta forma, os filmes livres de hidrogênio foram obtidos somente cerca de 20 anos após o filme a-C:H, por volta de 1971 (VETTER; 2014). O Carbono duro livre de hidrogênio (a-C) apareceu em 1976 por pulverização do Carbono a partir de um alvo de grafite. Este filme com adição de materiais (a-C:Me) foi obtido a partir de 1995 com a técnica de pulverização de metais com Zircônio e Titânio e evaporação a arco dos íons de Carbono (VETTER; 2014).

Com a busca em atingir uma maior quantidade de ligações  $sp^3$ , os filmes de Carbono tetraédrico não hidrogenado (ta-C), surgiram a partir do fluxo de íons de Carbono puro, pela técnica de um arco catódico à vácuo e atualmente podem ser obtidos por deposição à base PVD, dentre outras técnicas, por evaporação de arco catódico direto em vácuo (*Direct Cathodic Vacuum Arc Evaporation - DCVAE*), evaporação de arco catódico filtrado em vácuo (*Filtered Cathodic Vacuum Arc Evaporation - FCVAE*) e Deposição por laser pulsado (*Pulsed Laser Deposition - PLD*) (SILVA; 2014; VETTER; 2014). Eles apresentam maiores concentrações de hibridização  $sp^3$  em sua estrutura (até 90%) e conseqüentemente maior dureza (ROBERTSON et al, 2017). Anttila et al (1987), comparam as propriedades mecânicas de revestimentos DLC, a base de íons de Carbono puro e outros íons de hidrocarbonetos e afirma-se que os melhores revestimentos a base de Carbono são aqueles que utilizam feixes de íons de Carbono puro ( $C^+$ ).

A tabela 4 apresenta a comparação entre dois filmes produzidos comercialmente pela mesma empresa, onde pode-se destacar o significativo ganho de dureza superficial do filme ta-C e diminuição do gasto energético para deposição, que é feita abaixo da temperatura crítica de 150°C a 200°C. O decréscimo da temperatura de deposição é a responsável pelo aumento significativo das ligações  $sp^3$  no composto, que conseqüentemente aumenta a densidade e as tensões residuais presentes no filme ta-C. A menor temperatura de deposição também afeta outras características, dando ao ta-C maior condutividade, maior resistividade à temperatura ambiente, maior refração e aumento das propriedades ópticas (ROBERTSON, 2002).

**Tabela 4 – Características de revestimentos a-C:H e ta-C**

<b>Filme</b>	<b>DLC</b>	<b>Hard Carbon</b>
Material de revestimento	a-C:H	ta-C
Tecnologia de deposição	PVD + PECVD	PVD arco catódico
Microdureza* (HV 0.01)	2500	4000 - 6000
Temperatura máxima de serviço (°C)	350	500
Temperatura de deposição (°C)	200	< 150
Tipo de revestimento	Multicamada	Monocamada

Fonte: Adaptado de Balzers (201?)

Outra vantagem do filme ta-C é sua aplicabilidade a altas temperaturas. O aumento da temperatura de corte influencia no modo de falha do filme, logo, é importante que o conjunto filme e substrato funcione como uma barreira aos mecanismos de desgaste envolvidos e seja suficientemente resistente à altas cargas mecânicas e térmicas (BOBZIN, 2017). Porro et al (2015) abordam que o filme ta-C, sofre decomposição quando submetido a temperaturas acima de 700°C, enquanto outros filmes DLC são decompostos em processos de usinagem em torno de 300°C, causando a falha antecipada do revestimento.

### 3.3.2 *Aplicações dos revestimentos DLC*

Na área de biomateriais, o DLC é uma solução com potencial para os problemas de desgaste e liberação de íons de materiais metálicos (THORWARTH et al, 2014) e pode ser aplicado, em mono ou multicamadas e em combinação com outros elementos para a fabricação de próteses.

Em seus estudos, Zhang et al (2015) propõem a avaliação do DLC em aço inoxidável, ligas de titânio e ligas de cobalto, cromo e molibdênio, que são utilizados para articulações artificiais. Outros estudos apontam as propriedades mecânicas e biocompatibilidade do DLC em ligas biomédicas (HINÜBER et al, 2010); o comportamento tribológico em implantes revestidos (THORWARTH et al, 2010), verificação do desempenho do DLC em simuladores de ciclo e verificação da estabilidade do filme, no campo ortopédico (THORWARTH et al, 2014) e potencial antibactericida do polietileno revestido com DLC e DLC dopado com prata (Ag) (HARRASSER et al, 2016; PÍSAŘÍK et al, 2017).

O emprego de revestimentos em ferramentas de corte (Figura 11) vem crescendo nos últimos anos, atualmente, 85% de todas as ferramentas de metal duro são revestidas e a crescente demanda por ferramentas cada vez mais eficientes, é impulsionada pelo uso de novos materiais, bem como pelo aumento da produtividade dos processos de fabricação (BOBZIN, 2017). Por consequência, pesquisadores buscam implementar uma arquitetura em revestimentos PVD, a fim de aumentar a confiabilidade de trabalho de tais ferramentas (VEINTHAL et al, 2012)

A atuação dos filmes DLC em ferramentas de corte é estudada em pesquisas de Bhowmick, Banerji e Alpas (2015) investigaram o comportamento tribológico do filme DLC durante a usinagem de ligas de Alumínio. Silva et al (2015) verificaram o

desempenho do filme em processos de furação e Denkena et al (2013) examinaram o estado de tensão em insertos de metal duro.

**Figura 11 – Ferramentas de corte revestidas com DLC**



Fonte: Balinit (2017)

### 3.4 Processo de deposição de filmes

Os processos de deposição de filmes são primariamente divididos em: deposição química a vapor, que vem do inglês Chemical Vapor Deposition (CVD), e o segundo método de deposição física à vapor, que vem do inglês *Physical Deposition Vapor* (PVD).

O método CVD promove a reação química entre gases, aquecidos em uma câmara que contém as amostras a serem recobertas. O produto das reações dá origem a uma película que se condensa sobre as superfícies. No processo PVD o filme é condensado a partir de um feixe de íons, cujo impacto no substrato induz a formação de ligações  $sp^3$  durante o crescimento do filme de Carbono amorfo (SOUZA, 2014).

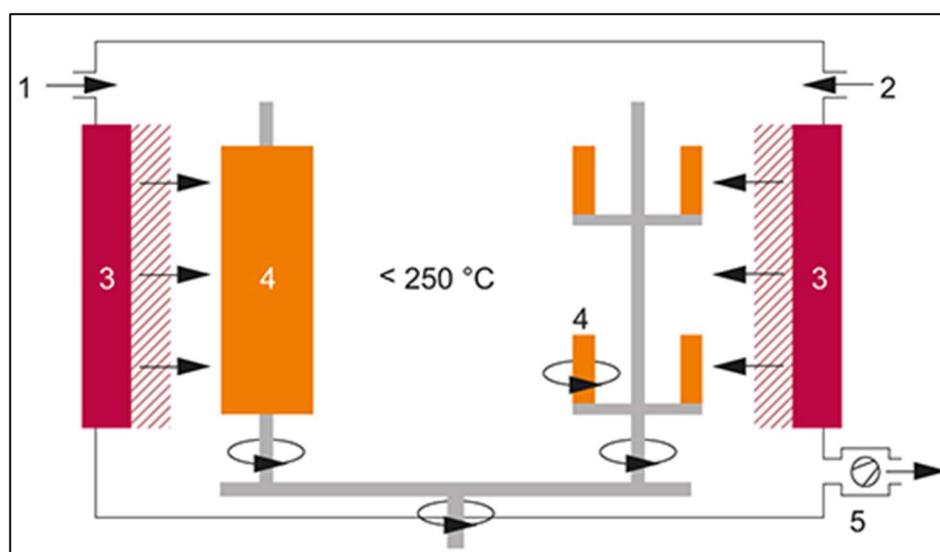
O PVD comumente utilizado para a obtenção de filmes DLC, a temperaturas entre 150°C e 500°C. O material de revestimento encontra-se no estado sólido, chamado de alvo ou *target* e tem sua composição altamente pura de Carbono, geralmente, um eletrodo de grafite.

A superfície da amostra é tratada com bombardeamento de íons com posterior deposição de subcamada. Em seguida o material é pulverizado à vácuo por arco elétrico do cátodo de grafite e é obtido o plasma de Carbono. Por último, o plasma de

Carbono é depositado na superfície da amostra, gerando o filme (Dechandt, 2005). “Para atingir uma espessura de revestimento uniforme [no processo de deposição de filmes por PVD], as peças devem girar várias vezes a uma velocidade constante” (MARTINS, 2016, p.73), para este fim, as amostras são colocadas em uma câmara de vácuo, em um dispositivo carrossel.

A figura 12 apresenta o esquema de uma câmara de deposição física de vapor por pulverização de íons assistido por plasma. Os íons de Carbono são vaporizados a partir do alvo (3) por descargas elétricas de corrente contínua (DC). Os íons vaporizados são transportados pelo plasma, gerado a partir do gás Argônio (1) e gases reativos (2), e se chocam com o material que está em rotação constante (4). O processo ocorre em ambiente à vácuo, gerado por uma bomba (5).

**Figura 12 – Esquema de uma câmara de deposição a base PVD por arco catódico**



Fonte: Sputtering (2017)

Atualmente os métodos de deposição utilizados para o filme amorfo não hidrogenado são evaporação por arco à vácuo e pulverização de íons de Carbono por arco catódico à vácuo, que são processos de tecnologia avançada, derivados dos primeiros processos PVD (VETTER;2014).

Métodos de descarga de arco fornecem recursos para deposição de filmes de Carbono com alta produção de plasma de Carbono puro (HIRVONEN, 1990 apud RONKAINEN, H et al, 1992, p. 639).

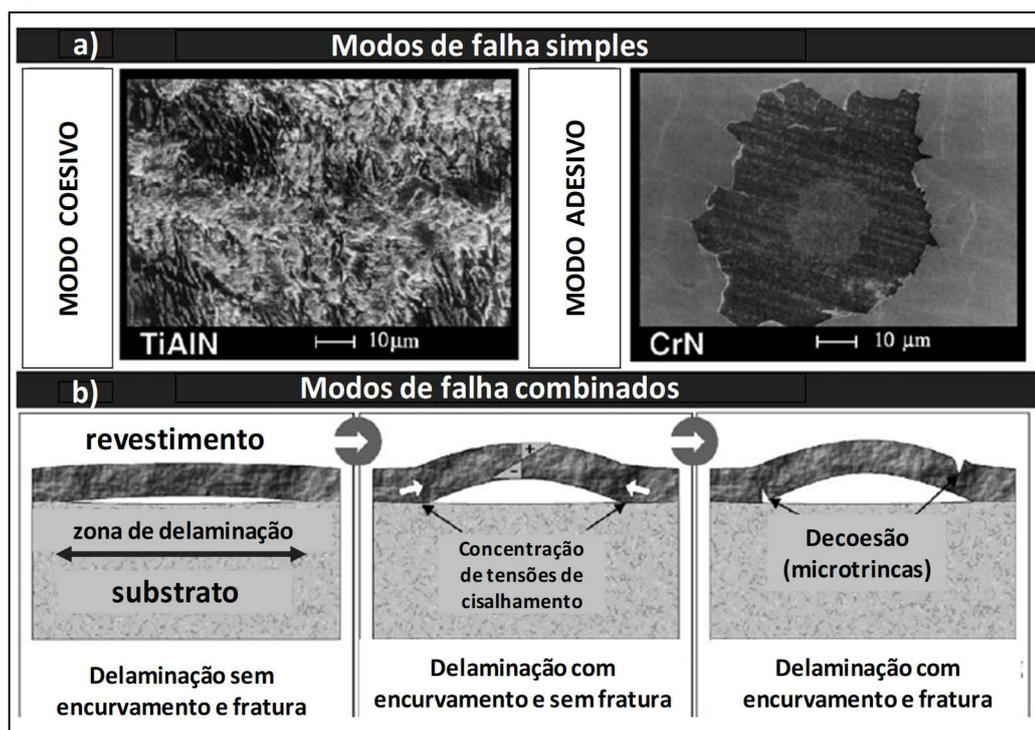
A pulverização de íons é gerada por uma descarga de gás em estado de plasma em um alvo por campo elétrico e magnético, promovendo o bombardeamento dos íons

com algumas centenas de energia em eletro Volts[eV]. Este método é o mais comum em indústrias (ROBERTSON, 2002; BLEYKHER et al, 2016).

### 3.5 Mecanismos de desgaste

Múltiplos fatores que determinam o sucesso durante a vida útil dos instrumentos, devem ser considerados no desenvolvimento de ferramentas revestidas mais eficientes. Dentre elas, o processo de fabricação do revestimento e da ferramenta, o processo de corte, o design da ferramenta e os materiais envolvidos no substrato e no revestimento, a peça de trabalho e o lubrificante (BOBZIN, 2017), além da topografia do revestimento e a formação de tribofilmes (ROSA et al, 2014).

**Figura 13 – Tipos de falhas em componentes revestidos sob alta carga**



Fonte: Vidakis, Antoniadis e Bilalis (2003)

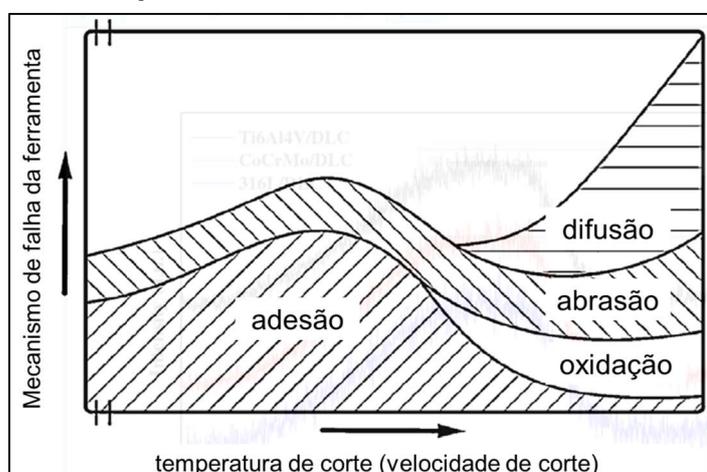
A princípio, existem dois tipos simples de falha, a adesiva e a coesiva. A falha adesiva pode ser definida como destacamento e separação de um revestimento de seu substrato com trincas e descolamento na interface do filme e substrato. Já a falha coesiva é aquela na qual o material é danificado e ocorre trincamento no substrato ou filme de forma distinta aos processos de delaminação e descolamento adesivo na

interface revestimento-substrato (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS; 2010).

A falha coesiva acontece quando se ultrapassa uma tensão normal crítica, gerando lascamento (Figura 13a). Já a falha adesiva (Figura 13a), está relacionada às tensões de cisalhamento presentes no componente, causando micro ou macro delaminações. A combinação dos dois tipos de falha origina os processos de decoesão e delaminação (Figura 13b), relacionados aos efeitos do cisalhamento, flexão e dobra do material (VIDAKIS; ANTONIADIS; BILALIS, 2003).

O mecanismo de falha dominante está relacionado à velocidade de corte e temperatura de corte (Figura 14). Os danos causados pelo aumento da temperatura, de corte empregada ocorrem na interface entre a ferramenta e a peça, ou entre a ferramenta e o ambiente. Com isto, a proteção das ferramentas de corte com revestimentos duros, depositados por processos PVD e CVD, contribui de forma significativa para o desempenho do processo de corte (BOBZIN, 2017).

**Figura 14 – Mecanismos de falha dominantes em função da temperatura de corte em ferramentas**



Fonte: Bobzin (2017)

Os mecanismos de adesão e abrasão ocorrem em qualquer estágio do processo de usinagem. Mas, à medida que a velocidade de corte aumenta, a oxidação e difusão da ferramenta na peça, se somam ao conjunto e mediante às cargas cíclicas, promovem a formação de trincas térmicas e mecânicas (BOBZIN, 2017).

A presença de elementos de liga que possuem afinidade com o filme podem contribuir para o aumento do desgaste por difusão (GEERS; GALETZ; SCHÜTZE,

2013). Em determinadas temperaturas críticas, os elementos de liga podem surgir compostos intermetálicos.

Outro aspecto crucial na falha da ferramenta é a presença de tensões internas entre o revestimento e o substrato resultantes do processamento mecânico e tratamentos termoquímicos da ferramenta. Trabalhos de Soroka; Klymenko e Kopeikina (2010), Skordaris et al (2017) e Rosa et al (2014) fazem parte de diversas pesquisas que estudam a influência das tensões residuais na falha dos revestimentos PVD em ferramentas de corte e análise do estado de tensão em filmes DLC (MIKI et al, 2015), provando que a performance das ferramentas revestidas é determinada pelo estado de tensão residual do revestimento e da subsuperfície do substrato (BREIDENSTEIN; DENKENA, 2013).

O acabamento superficial do substrato a ser revestido também influencia no mecanismo de desgaste predominante do filme. A modificação da rugosidade e composição do substrato podem melhorar a adesão do filme e conseqüentemente as taxas de desgaste (ROSA et al, 2014).

Em seus trabalhos, Jiang e Arnell (2000) estudam a influência da rugosidade do substrato de aço AISI M2, nos aspectos tribológicos em um filme de DLC de multicamadas. Provou-se que o acréscimo da rugosidade do substrato, aumenta as taxas de desgaste e que, em um momento crítico, é possível evidenciar a mudança de mecanismo de desgaste. O ponto crítico ocorre quando a pressão real de contato ( $P_{real}$ ) atinge um valor máximo, relacionado pela teoria do contato elástico de Hertz, cuja relação matemática, obtida por simulação numérica é expressa pela equação (1):

$$P_{real} > 1.6 Y > 0.53H = P_{crítica} \quad (1)$$

Onde  $Y$  é a tensão de cisalhamento e  $H$  é a dureza do filme.

A pressão crítica de contato no filme DLC ( $P_{crítica}$ ), segundo Jiang e Arnell (2000), não é atingida para valores de rugosidade inferiores a  $0,93\mu\text{m}$ , todavia, é necessário estudar o processo de desgaste com um maior range de rugosidades entre  $0,01\mu\text{m}$  e  $0,93\mu\text{m}$ , afim de se obter maiores informações de superfícies menos rugosas. Além disto, a carga normal, umidade e temperatura são fatores que modificam significativamente o filme.

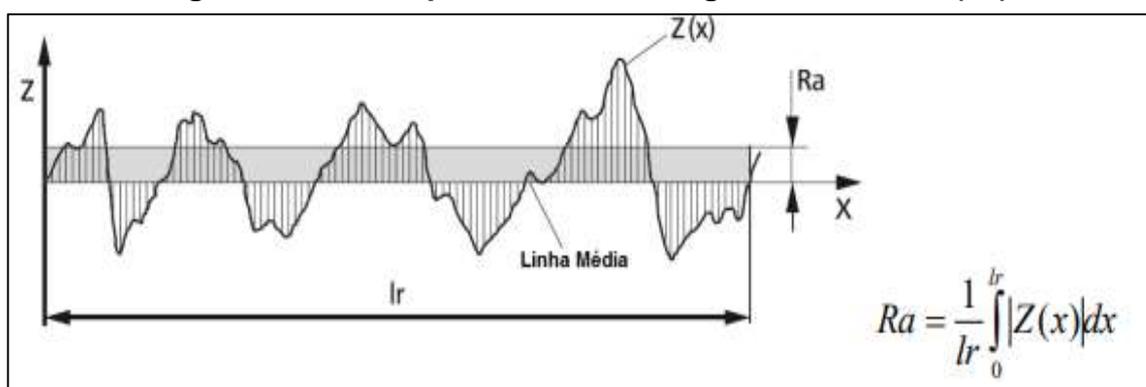
### 3.6 Técnicas de medição de rugosidade

As irregularidades das superfícies são quantificadas por meio da análise e do cálculo da rugosidade. Existem diversos métodos para medição e estudo da topografia dos materiais, sendo o mais comum, o método de medição por contato. Esta medição é feita por meio do uso de um apalpador de alta sensibilidade, que detecta as amplitudes da superfície. O apalpador se desloca verticalmente ao longo da superfície e esses movimentos que são convertidos por um transdutor em sinais eletrônicos que são ampliados e traduzidos na forma de gráfico do perfil da superfície (HUTCHINGS, 1992).

A partir do gráfico produzido pelo equipamento, a forma de quantificar a rugosidade depende da escala utilizada e método matemático envolvido para calcular os desvios de forma da superfície. Desta forma, alguns modelos matemáticos foram padronizados para se obter a medição quantitativa da rugosidade. A norma ISSO 4287:2002 apresenta as equações relacionadas dos parâmetros de rugosidade:  $R_a$ ,  $R_z$ ,  $R_q$ ,  $R_{sk}$  e  $R_{ku}$ .

A rugosidade média ( $R_a$ ), calcula o desvio, por média aritmética, da superfície em relação a uma linha central média (Figura 15). Onde  $L$  é o comprimento do perfil analisado,  $z$  é a altura da superfície em relação à linha média e  $x$  é distância a partir da origem.

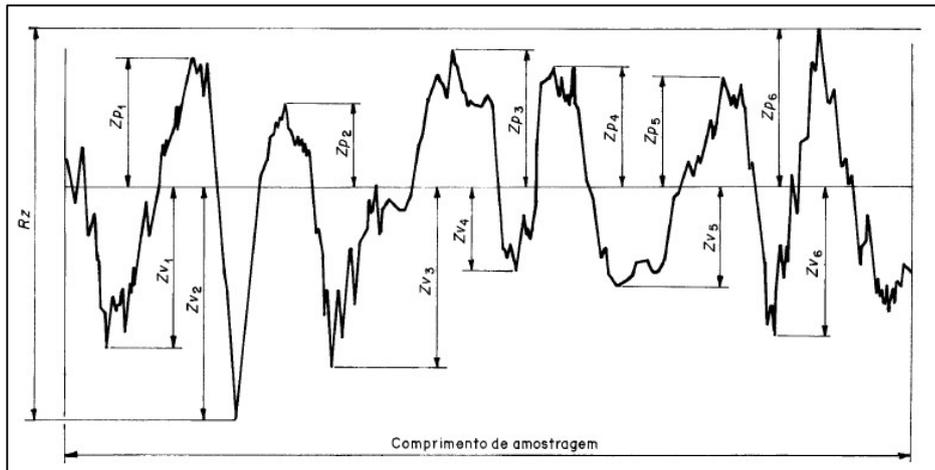
**Figura 15 – Perfil para cálculo de rugosidade média ( $R_a$ )**



Fonte: Beckert (2014)

A rugosidade de altura total do perfil ( $R_z$ ) soma a altura máxima dos picos ( $Z_p$ ) e a profundidade máxima dos vales ( $Z_v$ ) no comprimento analisado (Figura 16).

**Figura 16 – Altura dos elementos do perfil – Rugosidade  $R_z$**



Fonte: ABNT NBR ISO 4287 (2002)

O parâmetro de rugosidade de desvio médio quadrático do perfil avaliado ( $R_q$ ) calcula a raiz quadrada da média dos desvios em relação à linha média, representando o desvio padrão da função densidade de amplitude (HUTCHINGS, 1992), conforme a equação (2).

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{L} \int_0^L (z(x))^2 dx} \quad (2)$$

A forma da densidade de amplitudes pode ser descrita pela assimetria do perfil, cuja rugosidade Fator de assimetria do perfil avaliado ( $R_{sk}$ ) é definida pela equação (3) que calcula o quociente entre o valor médio dos valores das ordenadas  $Z(x)$  e  $R_q$ , ao cubo (ABNT NBR 4287; HUTCHINGS, 1992).

$$R_{sk} = \frac{1}{R_q^3} \left[ \frac{1}{L} \int_0^L Z^3(x) dx \right] \quad (3)$$

e pela intensidade dos picos na curva de distribuição de probabilidade, cuja rugosidade Fator de achatamento do perfil avaliado ( $R_{ku}$ ) é definida pela equação (4), indicando o achatamento da função densidade de probabilidade dos valores dos picos e vales  $z(x)$  (ABNT NBR 4287; HUTCHINGS, 1992).

$$Rku = \frac{1}{Rq^4} \left[ \frac{1}{lr} \int_0^{lr} Z^4(x) dx \right] \quad (4)$$

### 3.7 O Alumínio e suas ligas

O Alumínio é o terceiro elemento mais abundante da terra, pertencente à família dos alcalinos terrosos. Este elemento é encontrado na crosta terrestre em formas combinadas com outros elementos (SANTOS Jr. et al, 2016) gerando vários tipos de minerais.

O Alumínio e suas ligas carregam propriedades como alta condutividade elétrica e térmica e resistência à corrosão. Devido à sua estrutura cristalográfica cúbica de face centrada (CFC), este metal apresenta alta ductilidade, mesmo a baixas temperaturas, tornando-o facilmente conformável (CALLISTER; RETHWISCH, 2014)

É um elemento leve, de baixa densidade ( $2,70\text{g/cm}^3$ ) obtendo consequentemente uma elevada resistência específica de ( $21,8 \times 10^5 \text{cm}$  - razão resistência mecânica e peso específico) (ASKELAND; PHULÉ, 2008). Tal resistência específica é maior que a do aço ( $17,8 \times 10^5 \text{cm}$ ) justificando o uso do Alumínio na fabricação de componentes em substituição a ligas de aço que, apesar de ser altamente resistente mecanicamente, tem massa específica cerca de três vezes maior.

As ligas de Alumínio podem ser fabricadas por processos de conformação, denominando-se ligas trabalhadas ou por processo de fundição, originando as ligas fundidas. As ligas de Alumínio têm sua resistência aumentada por mecanismos de endurecimento de dispersão, solução sólida, trabalho ou envelhecimento. Estes mecanismos geram perdas na resistência à corrosão, característica do Alumínio puro, necessitando a adição de elementos como Silício (Si), magnésio (Mg), Cobre (Cu), Zinco (Zn) e Boro (B) para melhoria de suas propriedades (CALLISTER; RETHWISCH, 2014). A porcentagem de Silício contida nestas ligas garante boa fluidez e boa fundibilidade, devido à reação eutética entre Al-Si, (ASKELAND; PHULÉ, 2008) que resulta em um baixo ponto de fusão de cerca de  $660^\circ\text{C}$ .

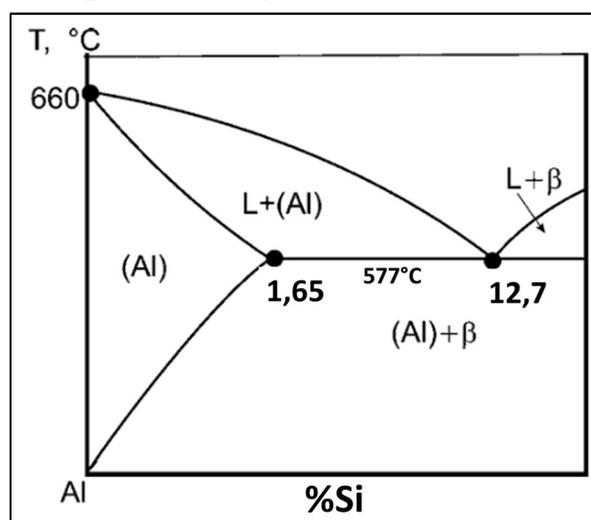
As aplicações mais comuns das ligas de Alumínio incluem peças automotivas como pistões e coletores, peças navais, partes estruturais de aeronaves e equipamentos de manipulação de alimentos (ASKELAND; PHULÉ, 2008). Atualmente

as ligas de Alumínio tem ganhado atenção no setor de transportes devido à combinação entre sua baixa densidade e resistência mecânica (TOTTEN; MACKENZIE, 2003 e CALLISTER; RETHWISCH, 2014) e por ser facilmente reciclável. Alumínio é utilizado em blocos de motor, anteriormente fabricados de ferro fundido, trazendo uma diminuição significativa do peso dos veículos e resultante redução do consumo de combustível (COELHO et al, 2012).

As propriedades das ligas de Alumínio dependem da complexa interação entre sua composição química e características microestruturais. Elementos de liga, são adicionados ao Alumínio puro para potencializar suas propriedades. “O Silício propicia a redução da contração durante a solidificação, reduz a porosidade nas peças fundidas, o coeficiente de expansão térmica e melhora a soldabilidade” (ZOLOTOREVSKY, 2007 apud RODRIGUES, 2016, p. 23). A adição de Silício gera um aumento da tensão de escoamento da liga e conseqüentemente, sua resistência mecânica, devido à formação de precipitados de Si que possuem uma estrutura similar ao do diamante (TOTTEN; MACKENZIE, 2003).

Em alta temperatura, o Si se interage com o Alumínio, formando uma solução sólida na fase  $\alpha$ Al. Ao longo do resfriamento, por volta de  $577^{\circ}\text{C}$  ocorre a formação uma fase secundária  $\beta$ , cuja morfologia depende da porcentagem de Silício da liga. Além disso, outros elementos como Mg e Cu, aumentam a resistência e dureza da liga, pela formação de partículas intermetálicas. A figura 17 apresenta o diagrama de equilíbrio binário de uma liga de Al-Si.

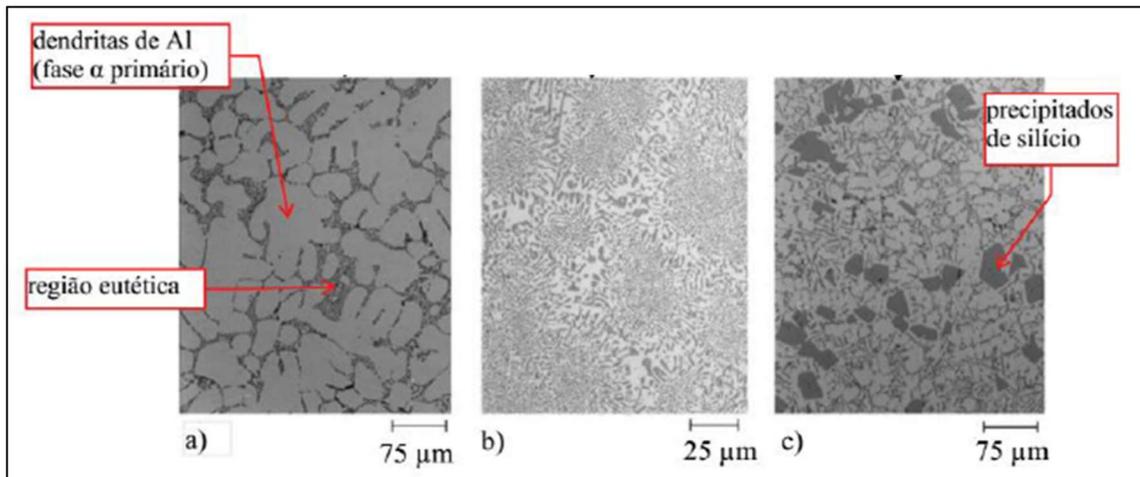
**Figura 17 – Diagrama de equilíbrio binário de uma liga Al-Si**



Fonte: Adaptado de Belov, Eskin e Aksenov (2005)

Conforme o diagrama de fases, as ligas com composição de 1,65-12,6%Si são denominadas hipotéticas. As de composição de 12,7% são denominadas eutéticas e as de composição acima de 12,7% são chamadas de hipereutéticas. A depender destas composições, a fase  $\beta$ , formada na solidificação, irá apresentar uma morfologia característica (Figura 18).

**Figura 18 – Microestrutura de liga Al-Si a) hipotética b) eutética c)hipereutética**



Fonte: Rodrigues (2016)

O Alumínio apresenta de modo geral, boa usinabilidade. Entretanto, sua ductilidade torna-se fator principal para o aumento das forças de usinagem, acabamento superficial pobre e dificuldade de controle do cavaco (SANTOS JR. et al, 2016).

O comportamento das ligas de Alumínio submetidas a processos de usinagem já foi estudado, dadas tais particularidades. Silva et al (2015), analisaram a performance de ferramentas de metal duro revestidas com DLC no processo de furação de ligas de Alumínio SAE 323. Bhowmick, Banerji e Alpas (2015) avaliaram o comportamento tribológico de ligas de Alumínio hipoeutéticas (Si abaixo de 12%), eutéticas (12% de Si) e hipereutéticas (Si acima de 12%), em usinagem com ferramentas revestidas com DLC.

O tipo de desgaste predominante no processo de remoção de material está ligado ao teor de Silício da liga de Alumínio. Alto teor de Silício provoca aumento da taxa de desgaste (SANTOS JR. et al, 2016). Durante a usinagem de ligas de Alumínio com baixo teor de Silício, um dos principais problemas é a transferência de material

do Alumínio para a ferramenta, por adesão. Já nas ligas com alto teor de Silício, ocorre desgaste na aresta da ferramenta (BHOWMICK; BANERJI; ALPAS, 2015).

Mediante a formação dos componentes, o processo de acabamento de peças de ligas fundidas de Al-Si torna-se desafiador em frente aos mecanismos de desgaste envolvidos. Em seu trabalho, Souza (2014) aborda as dificuldades encontradas na usinagem de ligas de Alumínio, devido ao seu baixo ponto de fusão (em torno de 660°C). Neste contexto, ocorre a adesão do metal sobre a ferramenta cortante, gerando perdas na vida útil da ferramenta com a ocorrência de fratura na região de corte.

Além disso, o aumento da temperatura pode gerar alterações microestruturais no Alumínio, tensões residuais, erros de tolerância, distorções na peça e formação de cavacos longos, tudo isto, contribuindo para o aumento das taxas de desgaste adesivo e abrasivo. Uma forma de minimizar os efeitos abordados, é a aplicação de revestimentos à base de Carbono (BHOWMICK et al, 2015) que em geral, tornam-se eficientes para suportar aumentos na velocidade de corte no Alumínio (SANTOS Jr. et al, 2016).

### **3.8 Aço rápido**

O aço AISI M2 é um aço hipereutetóide (teor de Carbono acima de 0,77%), pertencente ao grupo de aços ferramenta, na categoria de aço rápido ao Molibdênio. Este aço também é comumente denominado de HSS, do inglês *High Speed Steel*.

Sua dureza está compreendida entre 63-65HRC à temperatura ambiente e se mantém na faixa de 57HRC a temperaturas acima de 600°C, tornando-o eficiente para ambientes onde ocorre aquecimento elevando, como nos processos usinagem (VILLARES, 2003 e CHIAVERINI, 1996).

Em sua obtenção, passa pelos tratamentos térmicos de recozimento à aproximadamente 880°C, têmpera com aquecimento até 1200°C e revenimento à 565°C, este último, para alívio das tensões residuais causadas, dentre outros fatores, pela presença de austenita retida altamente ligada, martensita tetragonal altamente ligada e carbonetos (CHIAVERINI, 1996).

O aço AISI M2 comercial tem em sua composição química cerca de 0,89% de Carbono, 4,2% de cromo (Cr), 4,9% de molibdênio (Mo), 6,2% de tungstênio (W) e 1,8% de vanádio (V) (VILLARES, 2003). Pode apresentar ainda, outros elementos

como Silício (Si) e manganês (Mn), em torno de 0,3% (CHIAVERINI, 1996). Cada elemento presente atribui ao aço rápido as principais propriedades, dentre elas alta dureza, resistência ao desgaste e temperabilidade. O Carbono confere dureza e resistência ao desgaste, por intermédio da formação de carbonetos complexos. O cromo é adicionado para aumentar a temperabilidade ao ar, melhorar a tenacidade e aumentar da dureza na região ferrítica, além de diminuir a probabilidade de oxidação do aço durante o processo de têmpera. O Vanádio funciona como desoxidante e controlador do tamanho dos grãos, promovendo o refinamento dos mesmos e consequente aumento da dureza. Além disso, é sabido que o vanádio aumenta o rendimento de corte do aço. O tungstênio propicia a formação de carbonetos complexos e duro junto ao ferro, ao Carbono e aos outros elementos, mantendo a resistência do aço em temperaturas em torno de 600°C. O molibdênio, assim como o tungstênio, forma carbonetos, melhorando a dureza à quente do material, alta resistência ao amolecimento pelo calor, promovendo ainda, aumento da ductilidade, aumento da profundidade de têmpera e aumento da resistência à abrasão (CHIAVERINI, 1996 e SILVA; MEI, 1988).

A aplicação industrial do aço rápido inclui: ferramentas de mandrilar; brocas e alargadores; fresas; ferramentas para abertura e laminação de roscas; mandris para trefilação de tubos; facas circulares; estampos de corte; punções e matrizes para estampagem profunda e outros processos de conformação (VILLARES, 2003).

A aplicação de revestimentos em ferramentas de aço rápido não é novidade, contudo, estudar suas propriedades torna-se relevante para a melhoria de seu desempenho nos processos produtivos. Mohammadzadeh, Akbari e Drouet (2014) propõem em suas pesquisas, o estudo da microestrutura e desgaste em ferramentas de aço AISI M2 nitretadas. Czyzniewski (2012) aborda sobre a otimização dos parâmetros de deposição em ferramentas de aço rápido, em termos de adesão, resistência ao desgaste e dureza.

### **3.9 Ensaios de caracterização do revestimento DLC**

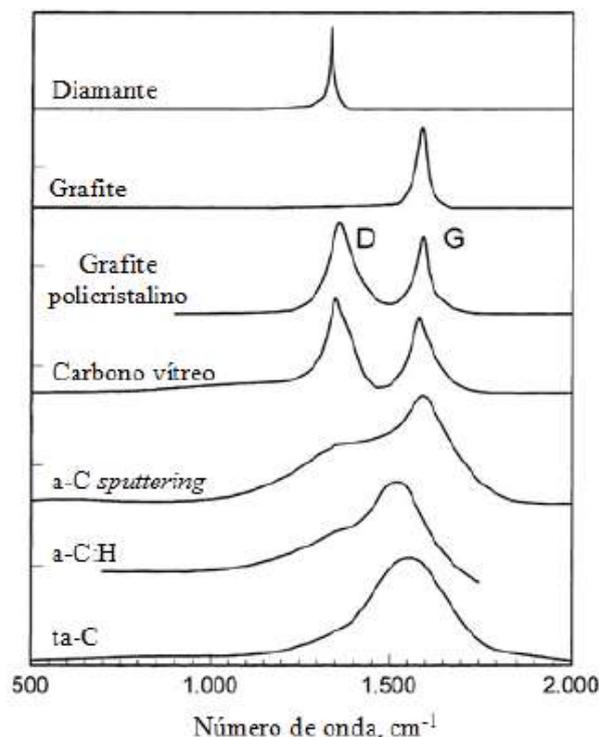
Neste tópico são abordadas as técnicas utilizadas no presente trabalho, abordando os princípios de funcionamento e aspectos relevantes para caracterização do filme DLC.

### 3.9.1 Análise da estrutura molecular por espectroscopia Raman

A espectroscopia por espalhamento Raman é uma técnica não destrutiva, utilizada, entre outros fins, para caracterização de materiais Carbonosos com obtenção detalhada da estrutura das ligações do filme DLC (ROBERTSON, 2002) (SILVA, 2014).

Seu princípio de funcionamento consiste na incidência de luz proveniente de um laser de argônio (fótons), sobre a amostra. Devida a esta incidência, ocorre o no espalhamento inelástico do fóton, causado pela vibração da rede (fônons) do material analisado (SOUZA, 2014) (MARTINS, 2016).

**Figura 19 – Espectros característicos de materiais Carbonosos**



Fonte: Robertson (2002)

Em cada tipo de material o espalhamento ocorre em determinados comprimentos de onda, detectados pelo equipamento. Os cristais de diamante apresentam espectros na zona central de  $1332\text{cm}^{-1}$ . Cristais de grafite apresentam espectros Raman na zona central de  $1580\text{cm}^{-1}$ , classificados como banda G, de grafite. O grafite desordenado apresenta um segundo modo de retroespalhamento na zona em torno de  $1350\text{cm}^{-1}$ , classificada como banda D, de desordem. Os materiais

amorfo de Carbono apresentam espectros semelhantes às bandas D e G do grafite (ROBERTSON, 2002).

Os espectros obtidos para os filmes DLC têm comportamento e intensidade esperados, de acordo com o tipo de filme. Os picos alargados e sobrepostos indicam a presença de Carbono amorfo desordenado, com ligações mistas de  $sp^2$  e  $sp^3$ . Para o filme ta-C espera-se picos do espectro com deslocamento em torno de  $1500\text{cm}^{-1}$  (Figura 19).

A análise das tensões residuais presentes no DLC é importante, visto que, está relacionada à adesão entre o filme e substrato. A difração de Raio-X é o ensaio mais comum para determinar tensões, todavia, por ser uma estrutura amorfa, torna-se inviável analisar o filme DLC por este método. Devido à sua alta sensibilidade para estruturas amorfas, a espectroscopia Raman se mostra eficiente para caracterização de materiais onde espera-se desordem cristalina (JULIEN et al, 2002).

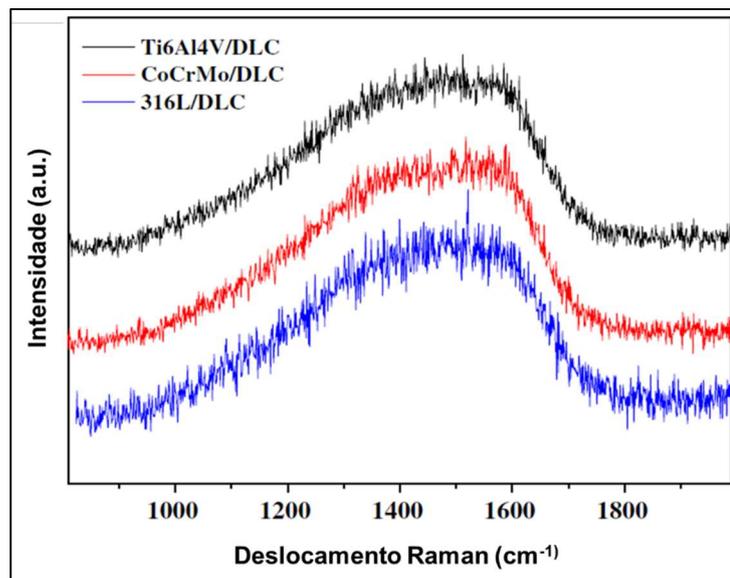
A espectroscopia Raman, portanto, é uma alternativa para avaliação das tensões residuais presentes no filme DLC, como é proposto por Miki et al (2015). Em sua pesquisa, estes autores relacionam o pico de banda G, com espectros em torno de  $1560\text{cm}^{-1}$ , com as tensões residuais presentes em suas amostras revestidas com DLC e afirma-se que esta relação é linear. Zhang et al (2015) observaram picos da banda G em  $1552\text{cm}^{-1}$  para o filme DLC revestindo aço inoxidável. Lin et al (2017) encontraram espectros de  $1360\text{cm}^{-1}$  da banda D e  $1585\text{cm}^{-1}$  da banda G.

Este método também é usado para comparar a estrutura de conjuntos filme-substrato. A figura 20 mostra o gráfico obtido na espectroscopia Raman de substratos de aço inoxidável 316L, liga de cobalto, cromo e molibdênio (CoCrMo) e uma liga de titânio (Ti6Al4V). Com base na semelhança das três curvas obtidas, o autor concluiu que a estrutura do filme DLC é a mesma para os três tipos de substratos.

Outra relação que pode ser obtida por meio do método é a comparação do módulo de elasticidade e dureza do filme. Observa-se que, quanto maior o módulo de elasticidade do filme, maior é o deslocamento, em  $\text{cm}^{-1}$  do pico da banda G e quanto maior a tensão compressiva residual, maior é a dureza encontrada no filme, pelo método de Nanoindentação (MIKI et al, 2015).

Além das tensões residuais, a variação do deslocamento Raman para a banda G também está relacionada à proporção de ligações  $sp^3/sp^2$  e quantidade de hidrogênio.

**Figura 20 – Espectroscopia Raman das superfícies 316L/DLC, CoCrMo/DLC e Ti6Al4V/DLC**



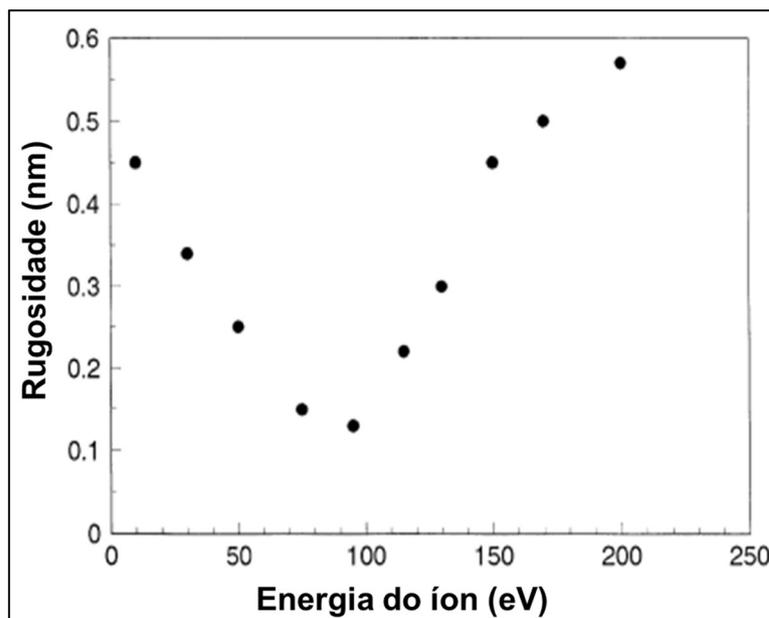
Fonte: Zhang et al (2015)

Sabe-se que com o aumento da proporção de ligações  $sp^3$  e redução da quantidade de hidrogênio no filme, ocorre o aumento das tensões residuais e por consequência a redução do deslocamento Raman na banda G (MIKI et al, 2015). O aumento das tensões residuais no filme ta-C está também ligado à baixa temperatura de deposição (ROBERTSON, 2002).

### 3.9.2 *Análise do perfil do revestimento por microscopia de força atômica*

A microscopia de força atômica (AFM) tem sido continuamente aplicado para a medição de nano e microestruturas e caracterização de detalhes da superfície como rugosidade, porosidade e áreas desgastadas. Seu princípio de operação é por varredura da amostra com obtenção das imagens em alta resolução lateral, devido pequeno diâmetro da ponta de medição e pelo seu contato intermitente com a superfície (DAI et al, 2013).

A técnica de AFM fornece imagens da topografia da superfície e pode ser executada com o intuito de relacionar os níveis de energia de ionização do processo de deposição do material com a rugosidade do mesmo (Figura 21).

**Figura 21 – Variação da rugosidade com os níveis de energia para ta-C.**

Fonte: Robertson (2002)

### 3.9.3 Análise do filme por microscopia eletrônica de varredura

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) é uma técnica robusta, que possui maior capacidade de ampliação, quando comparada à microscopia óptica. Enquanto os microscópios ópticos convencionais têm aumento de no máximo 2000 vezes, os aparelhos mais modernos do MEV permitem aumentos de 300000 vezes (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007). Isto ocorre, pois, a formação da imagem se dá por feixes de elétrons e não mais pela radiação de luz (CALLISTER; RETHWISCH, 2014).

Os elétrons produzidos a partir da interação com a amostra são chamados de elétrons primários ou retroespalhados e secundários. A escolha do tipo de elétron para formação da imagem depende da profundidade e estrutura que se deseja analisar (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007).

Os elétrons secundários são produzidos na superfície e contém baixa energia, resultando imagens com alta resolução, mas pouca profundidade. Desta forma, as imagens obtidas por elétrons secundários possibilitam a visualização de detalhes na topografia da superfície (BREIDENSTEIN; DENKENA, 2013).

Os elétrons retroespalhados possuem alta energia e são interações ocorridas mais para o interior da amostra. Desta forma, com os elétrons retroespalhados,

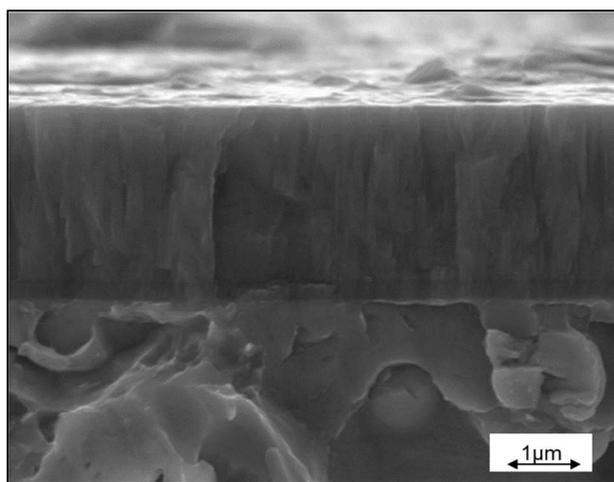
visualiza-se melhor contraste do material, pela diferença de número atômico (BREIDENSTEIN; DENKENA, 2013)

Pode-se, com este método, visualizar diversas características micro estruturais de uma superfície antes e após a condução de ensaios e deposição do revestimento.

Antes da deposição do revestimento, o perfil de rugosidade do substrato pode ser comparado com a rugosidade do filme, como nos testes conduzidos por Dechandt (2005). Neste estudo as imagens foram obtidas em microscopia eletrônica de varredura em baixo vácuo e elétrons retroespalhados com magnificação em 60 vezes. A técnica também permite encontrar a morfologia do aço AISI M2, evidenciando a presença de carbonetos e sua composição química por espectroscopia de Raio-X por Energia Dispersiva (EDS), como apresentado por Zhou et al (2011).

Em seu trabalho Jakubéczyová, Kočík e Hvizdoš (2014) identificam por MEV e EDS a espessura e o mecanismo de desgaste adesivo em seu filme de CrTiN, desenvolvido na região de fratura após um ensaio de dobramento (Figura 22). Analisando-se a sessão transversal de filmes de mono ou multicamadas, é possível enxergar a presença de delaminações da base do substrato e ainda medir a espessura do filme. Robertson et al (2017) encontraram espessuras de 967nm e 1450nm para seu filme DLC depositado por PECVD.

**Figura 22 – Visualização de multicamadas de filme CrTiN obtida por MEV**

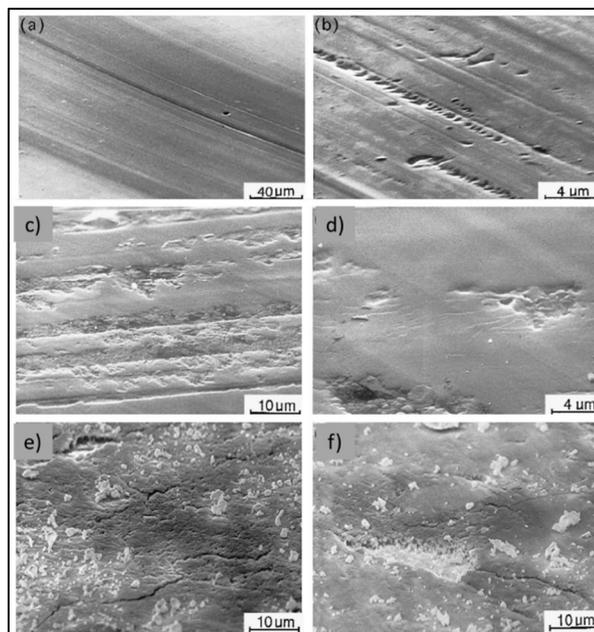


Fonte: Jakubéczyová, Kočík e Hvizdoš (2014)

O MEV é aplicável ainda para análise da pista de desgaste gerada após ensaios de pino sobre disco (JIANG; ARNELL, 2000) e ensaios de riscamento (ZHANG et al, 2015). Com base nesta análise é possível identificar a presença de

estrias (Figura 23a), fissuras (Figura 23b), rebarbas, lascas (Figura 23c), micro trincas (Figura 23d) e determinar os mecanismos de desgaste envolvidos; desgaste adesivo (Figura 23a), micro fadiga (Figura 23b), e fragmentação (Figura 23e/f).

**Figura 23 – Pistas de desgaste em superfícies depositadas com DLC**



Fonte: Jiang e Arnell (2000)

Pode-se ainda, utilizar o MEV para análise da superfície desgastada após o teste de adesão por impressão Rockwell, como mostrado por Breidenstein e Denkena (2013), cujas indentações foram visualizadas por elétrons secundários e por elétrons retroespalhados.

Trabalhos recentes identificaram, a formação do filme em diferentes substratos (Harrasser et al, 2016), composição química obtida por EDS e presença de nanopartículas de elementos na superfície de um compósito de DLC dopado com prata (JUKNIUS et al, 2016) e análise de revestimentos nano estruturados (BOBZIN, 2017). Destaca-se ainda a utilização do MEV para avaliação do pino, utilizado em tribômetro, afim de analisar as interferências do desgaste do pino durante o deslizamento (DECHANDT, 2005).

A composição química do DLC, avaliada pelo EDS, pode variar de acordo com a voltagem de aceleração adotada. Robertson et al (2017) destacam que, em 10kV, identificados somente os elementos Carbono, Silício e germânio (Ge). A partir de 15kV, a presença de cromo e ferro foi detectada, pois o aumento da aceleração das

partículas permitiu maior penetração na amostra e identificação de elementos que estavam recobertos pelo filme DLC.

Em ferramentas, é possível analisar a região da face da ferramenta e as arestas de corte para identificar possíveis desgastes ou alterações após os testes. Souza (2014) evidencia deslocamento do filme DLC e a descontinuidade do revestimento em regiões de quinas em brocas de metal duro. Exposição do substrato e material da peça aderido à ferramenta, foi observado por Rosa et al (2014).

Constata-se que a microscopia eletrônica de varredura pode ser utilizada em várias etapas do estudo do revestimento DLC e seus substratos.

#### 3.9.4 *Determinação da adesão do filme DLC pelo método Rockwell*

O termo adesão é definido pela Sociedade Americana para Testes e Materiais (American Society For Testing and Materials – ASTM), como sendo o estado em que duas superfícies são unidas por forças interfaciais que podem consistir em forças de valência, forças interligantes, ou ambas, Tais interações interatômicas podem ser eletrostáticas, químicas ou de Van der Waals (MITTAL, 1978).

Adesão também é dita como a colagem entre dois materiais, como por exemplo a fixação de um filme fino ao seu substrato por meio das interações intermoleculares entre filme e substrato (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS; 2010). Esta propriedade tribológica desempenha um importante papel no campo da cinética de crescimento e estrutura de filmes finos e dita fortemente os resultados de estrutura granular, integridade e uniformidade do filme. Além disto, a interação de adesão entre os materiais é importante para determinar a performance, características funcionais, estrutura e propriedades de todo o sistema. Dentre outras razões, a relevância de se determinar a adesão dos filmes está ligada à otimização do processo de deposição e condições do substrato (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS; 1978).

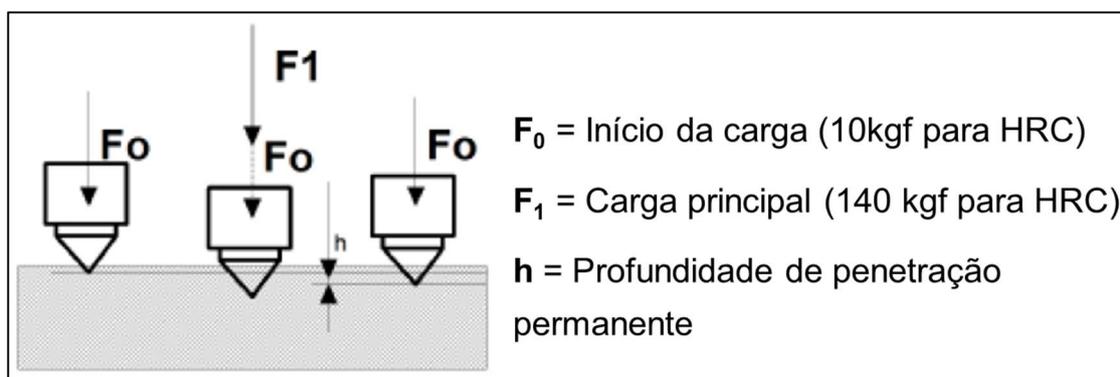
O teste de qualidade de revestimentos duros pode ser feito por diversas técnicas como ensaios de riscamento (*scratch test*), de raspagem (*scraping test*), de dobramento (*bending test*), de impacto, de cavitação e da impressão Rockwell (SILVA, 2014). A impressão Rockwell visa garantir a qualidade e a coesão do compósito revestimento/substrato, para filmes depositados por PVD (VEREIN DEUTSCHER INGENIEURE, 2001).

A técnica é abordada na norma VDI 3198, pertencente à associação de engenheiros alemães, como um teste destrutivo para compostos revestidos, com vantagens de ser um teste fácil e rápido, apropriado para substratos com dureza entre 55HRC e 70HRC. Este teste possui ótimo custo benefício para ser executado durante o processamento produtivo de um filme (HEINKE et al, 1995).

O método consiste em pressionar um penetrador cônico de diamante, com ângulo incluso de  $120^\circ$  induzindo uma deformação plástica massiva ao substrato e fratura do revestimento, que posteriormente será avaliado quanto à sua adesão e fragilidade. O equipamento utilizado é o mesmo para medição de dureza Rockwell C (VIDAKIS; ANTONIADIS; BILALIS, 2003; LIN et al, 2017).

Uma pré-carga é aplicada no valor de 10 quilogramas-força (kgf), o equivalente a 98,1N. Em seguida é aplicada uma segunda carga de 140kgf, o equivalente a 1372,9N, obtendo-se uma carga total de 1471N, que está de acordo com a norma VDI1298 (Figura 24).

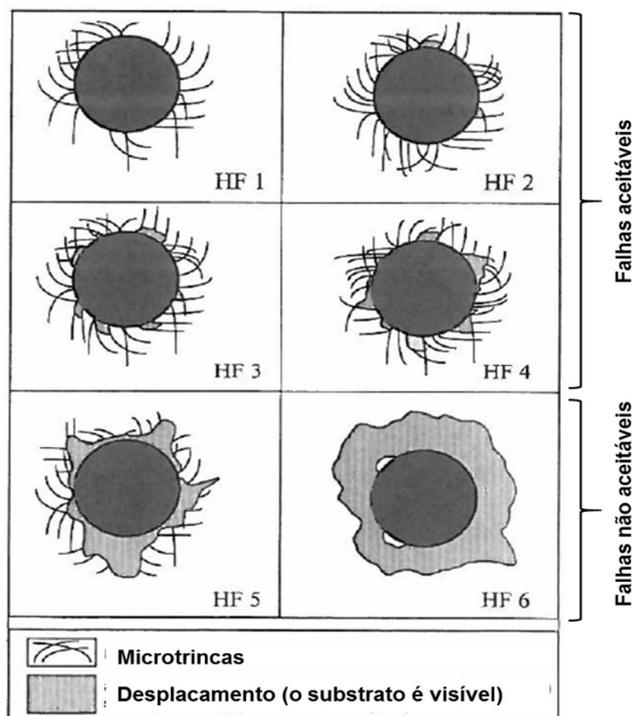
**Figura 24 – Princípio de medição do teste de impressão Rockwell**



Fonte: Adaptado de Martins (2016)

As classes de adesão do filme ao substrato são definidas como aceitáveis ou não aceitáveis, de acordo com a quantidade de micro trincas e delaminação do revestimento encontradas por microscopia óptica (Figura 25). O termo HF é uma abreviação da expressão alemã *Hafffestigkeit* que significa força de adesão. Para os parâmetros de HF1 a HF4, indica-se uma adesão suficiente, enquanto os parâmetros HF5 e HF6 indicam adesão insuficiente (HEINKE et al, 1995).

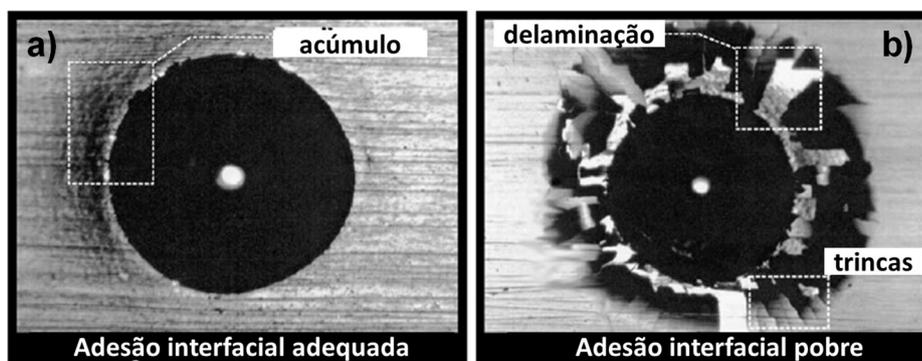
**Figura 25 – Classes de adesão de acordo com a norma VDI 3824**



Fonte: Adaptado de Verein Deutscher Ingenieure (2001)

A figura 26 mostra os resultados encontrados por Vidakis, Antoniadis e Bilalis (2003) em um revestimento fino de nitreto de cromo (CrN) em diferentes substratos. No substrato de aço 100Cr6 (Figura 26a) ocorreu a formação de uma protuberância ao redor da área da indentação, mas não houve falha do filme. No substrato de HSS (Figura 26b) é possível identificar a delaminação e trincas radiais, indicando uma ligação interfacial pobre.

**Figura 26 – Resultados típicos do teste de impressão Rocwell**



Fonte: Vidakis, Antoniadis e Bilalis (2003)

A espessura do revestimento deve ser pelo menos 10 vezes maior do que a profundidade de penetração da indentação. Como não é possível determinar volumes e espessuras com a microscopia óptica, o volume de material e o tipo da zona de falha podem ser mais efetivamente detectados com auxílio da microscopia eletrônica de varredura (VIDAKIS; ANTONIADIS; BILALIS, 2003).

### 3.9.5 *Determinação da resistência à abrasão de filmes finos pelo ensaio de desgaste microabrasivo*

Conhecer a resistência ao desgaste abrasivo de revestimentos finos auxilia na correta aplicabilidade dos mesmos. A norma DD ENV 1071-6 estabelece os parâmetros para determinação da resistência a abrasão em superfícies planas (EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION, 2001).

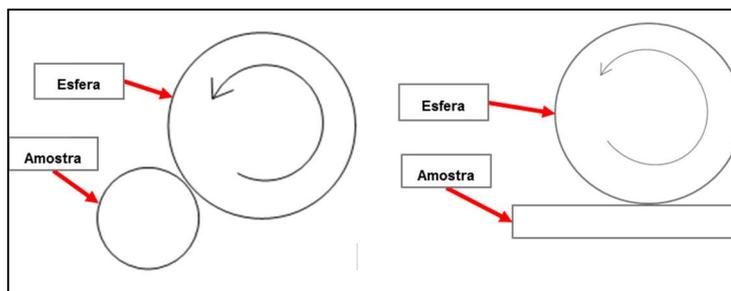
O ensaio de caloteste pode ser realizado em superfícies planas ou cilíndricas, com um raio de curvatura conhecido. O princípio de funcionamento de ambas as técnicas é similar. Este ensaio pode ser executado sem que haja perfuração do filme ou com a devida perfuração. A espessura do filme deve ser maior de que  $1\mu\text{m}$  (EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION, 2001).

O caloteste consiste em um ensaio destrutivo que visa analisar a resistência à abrasão, a estrutura e a espessura de filmes finos (VEINTHAL et al, 2012). Segundo Silva, Souza e Carneiro (2016), uma esfera é pressionada contra uma amostra revestida e submetida a giros sobre o próprio eixo com velocidade e número de revoluções pré-determinados. Ao mesmo tempo, uma solução abrasiva é adicionada ao sistema entre a amostra e a esfera, geralmente com partículas finas (em micrometros), formando um sistema tribológico de três corpos, promovendo o desgaste abrasivo. Os parâmetros envolvidos no ensaio são; a carga, a velocidade tangencial, o número de revoluções, o diâmetro e material da esfera, a composição, morfologia, concentração e tamanho das partículas do abrasivo, taxa de alimentação do abrasivo e ainda, a geometria da superfície (EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION, 2001). Geralmente utiliza-se uma esfera de aço SAE52100 com diâmetro de 25mm, seguindo a norma ISO 3290.

O posicionamento da amostra e da esfera também são importantes para a determinação da calota. Este fator depende principalmente da geometria da superfície

da peça, que pode ser cilíndrica ou plana. A figura 27 exemplifica o posicionamento do sistema quando a amostra tem superfície cilíndrica ou plana.

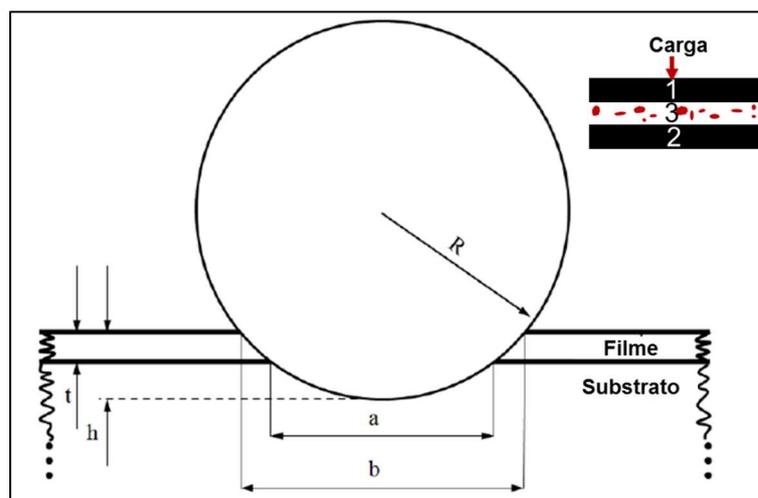
**Figura 27 – Posicionamento da amostra e esfera no equipamento caloteste**



Fonte: Elaborado pela autora

Existem vários tipos de abrasivos, dentre eles o Carbetto de Silício (SiC) e Alumina ( $Al_2O_3$ ). O abrasivo deve ser uma solução homogênea e sua escolha depende do tipo de filme e espessura a ser analisada, mas o diâmetro médio das partículas do abrasivo não deve exceder a  $4\mu m$ . A concentração recomendada para o abrasivo é de 2% em volume, para uma solução diluída e 20% em volume para uma solução concentrada (EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION, 2001).

**Figura 28 – Diagrama esquemático do caloteste e do sistema tribológico formado em superfície plana**



Fonte: Adaptado de Silva, Souza e Carneiro (2016)

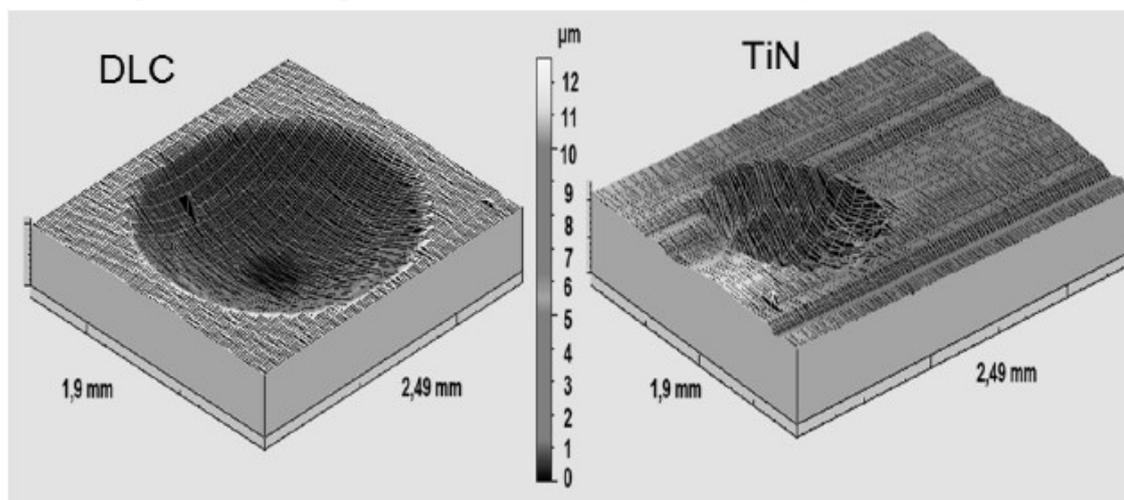
A figura 28 apresenta a geometria do desgaste causado pelo teste de micro abrasão com uma esfera de raio  $R$  e um substrato revestido por um filme de espessura

t. A penetração total  $h$  do desgaste provocado pela esfera é a somatória da espessura do filme com uma parte do substrato. A depressão esférica formada é comumente chamada de calota com diâmetro interno  $a$  e diâmetro externo  $b$  (Figura 28).

O perfil da cratera formada no ensaio pode ser analisado por diversas técnicas, sendo mais comum a microscopia óptica. Entretanto, esta análise não permite a visualização da profundidade da calota e o perfil completo da mesma, sendo uma desvantagem na precisão do método.

Em seus estudos, Silva, Souza e Carneiro (2016) propuseram uma análise alternativa, para avaliação do caloteste em filmes de nitreto de titânio e DLC. Além do microscópio óptico e do MEV para análise da espessura, os autores utilizaram um perfilômetro tridimensional (3D) acoplado a um software, permitindo a visualização nítida do perfil da calota. Contudo os autores concluíram que este método é impreciso para a obtenção do volume real desgastado, pois o coeficiente de desgaste dos revestimentos TiN e DLC foi maior do que no substrato de aço rápido, sendo inconsistente com a realidade. Portanto a perfilometria tridimensional pode ser utilizada para fins qualitativos (Figura 29), mas ainda necessita de ajuste para determinação quantitativa do desgaste microabrasivo do ensaio.

**Figura 29 – Imagens do caloteste obtidas por perfilometria 3D**



Resoluções: 65 nm no eixo z, 250 nm no eixo x e 1000 nm no eixo y.

Fonte: Silva, Souza e Carneiro (2016)

O perfil da cratera formada no ensaio pode ser analisado por diversas técnicas, sendo mais comum a microscopia óptica que permite o monitoramento das mudanças relevantes e das falhas ocorridas nas regiões de transição.

Estima-se que para filmes DLC hidrogenados, o coeficiente de desgaste específico esteja na faixa de  $10^{-6}$  a  $10^{-7}$  mm<sup>3</sup>/(N.m), enquanto que o filme ta-C o desgaste decresce significativamente para a faixa de  $10^{-9}$  mm<sup>3</sup>/(N.m) (ROBERTSON, 2002). O coeficiente de desgaste específico dos materiais, com e sem revestimento, pode ser calculado por meio da manipulação da equação de Archard (SILVA; SOUZA; CARNEIRO, 2016), (CAMERINI et al, 2011), conforme a equação (5):

$$k = \frac{V}{Dd \cdot N} \quad (5)$$

Onde V é o volume de material desgastado em milímetros cúbicos (mm<sup>3</sup>), Dd é a distância deslizada em metros (m), N é a carga normal em Newton (N) e k é o coeficiente de desgaste específico em milímetros cúbicos por Newton x metro (mm<sup>3</sup>/(N.m)). O volume desgastado pode ser obtido na equação (6), pela relação matemática com o diâmetro externo da calota e raio da esfera (COZZA, 2013a):

$$V = \frac{\pi b^4}{64R} \quad (6)$$

Onde b é o diâmetro externo da calota formada em milímetros (mm) e R é o raio da esfera em milímetros (mm). A distância deslizada é obtida pelo perímetro da esfera e número de rotações durante o ensaio, conforme a equação (7).

$$Dd = 2 \cdot \pi \cdot R \cdot n \quad (7)$$

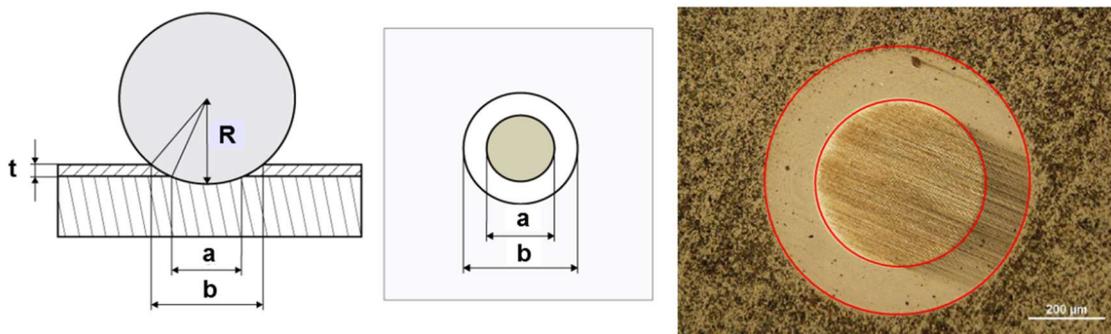
Onde R é o raio da esfera em metros (m) e n é o número de rotações.

A avaliação das calotas pode ser feita por microscopia óptica que permite o monitoramento das mudanças relevantes e das falhas ocorridas nas regiões de transição. O método ainda, permite o cálculo da espessura do revestimento (JAKUBÉCZYOVÁ; KOČÍK; HVIZDOŠ, 2014), utilizando a equação (8), onde t é a espessura do revestimento, a é o diâmetro interno da calota, b é o diâmetro externo da calota e R corresponde ao raio da esfera (EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION, 2001).

$$t = \sqrt{R^2 - \left(\frac{a}{2}\right)^2} - \sqrt{R^2 - \left(\frac{b}{2}\right)^2} \quad (8)$$

Sendo assim, através da medição direta dos diâmetros interno e externo da calota, como na figura 30, a espessura do filme pode ser calculada.

**Figura 30 – Medição do diâmetro da calota por microscopia óptica**



Fonte: Adaptado de Jakubéczyová, Kočík e Hvizdoš (2014)

### 3.9.6 *Estudo de atrito do filme pelo ensaio pino sobre disco*

Define-se como atrito, a dissipação de energia durante o movimento relativo entre duas superfícies, que sofrem atrito no contato em alguns pontos de suas asperezas. A área real de contato, portanto, é muito menor do que a área aparente pois a rugosidade dos materiais não permite o contato completo de toda a superfície. Desta forma, a pressão real de contato é maior (ROBERTSON, 2002) (MARTINS, 2016).

A força de atrito ( $F$ ) é calculada pela relação entre a área real de contato ( $A$ ) e a tensão de cisalhamento aplicada ( $Y$ ), conforme a equação (9):

$$F = AY \quad (9)$$

A área real de contato é dada pela razão entre carga normal aplicada ( $W$ ) e a dureza do material ( $H$ ), dando origem à equação (10):

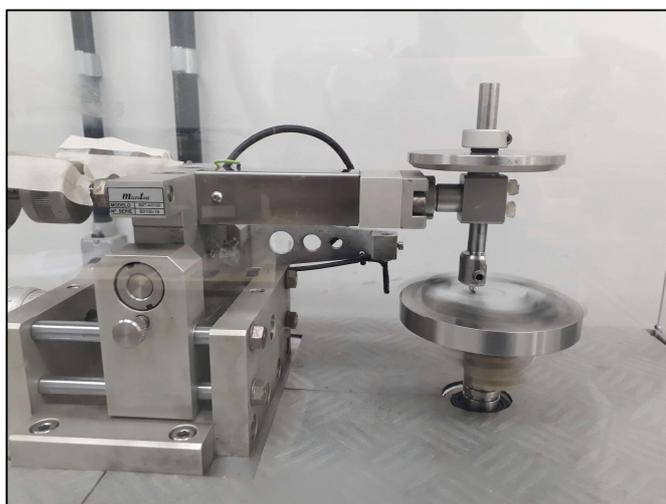
$$\mu = \frac{F}{W} = \frac{Y}{H} \approx 0,2 \quad (10)$$

Uma constante é obtida com a relação entre a força de atrito sobre a carga normal aplicada e a tensão de cisalhamento sobre a dureza do material. Esta

constante é denominada coeficiente de atrito ( $\mu$ ). O coeficiente de atrito é diretamente proporcional à tensão de cisalhamento da interface, que é relacionado à ductilidade, portanto, determinante na formação de rebarbas e na rugosidade (CÂMARA, 2014).

O ensaio de pino sobre disco é realizado para obter o coeficiente de atrito e força de atrito entre dois materiais, em equipamento denominado tribômetro (Figura 31). A técnica consiste no deslizamento de um pino sobre a amostra, com movimentos circulares. Uma carga normal, pré-determinada, é aplicada ao pino que desliza sobre a amostra a uma velocidade constante durante um tempo. O ensaio pode ser realizado ao ar, ou em ambiente controlado (umidade e temperatura).

**Figura 31 – Tribômetro**



Fonte: Elaborado pela autora

Os parâmetros iniciais para a realização do teste são: Carga normal [N], velocidade de deslizamento [m/s], raio do pino esférico [mm], tempo [s] ou distância de deslizamento [m], raio da pista de desgaste [mm], material do pino e rugosidade da superfície. Após o atrito, o volume de material desgastado e os aspectos da pista de desgaste podem ser obtidos por perfilometria, MEV e AFM, este último, com possibilidades de analisar quantitativamente o nano desgaste (BHOWMICK et al, 2015) (BHOWMICK et al, 2017) (DAI et al, 2013) (JIANG; ARNELL, 2000).

A determinação dos parâmetros depende, dentre outros fatores, da rugosidade do material, dureza e espessura do filme e outras propriedades que se deseja analisar. Capote et al (2016) executaram o ensaio de pino sobre disco em ambiente controlado a 20°C e 40% de umidade relativa, encontrando coeficiente de atrito de 0,6 no filme

DLC depositado em aço inoxidável. Em sua pesquisa, Czyzniewski (2012) realizou o ensaio de pino sobre disco convencional, utilizando um pino de  $AL_2O_3$  com 10mm de diâmetro, carga normal de 10N, velocidade de 0,2m/s e deslizamento total de 1000m.

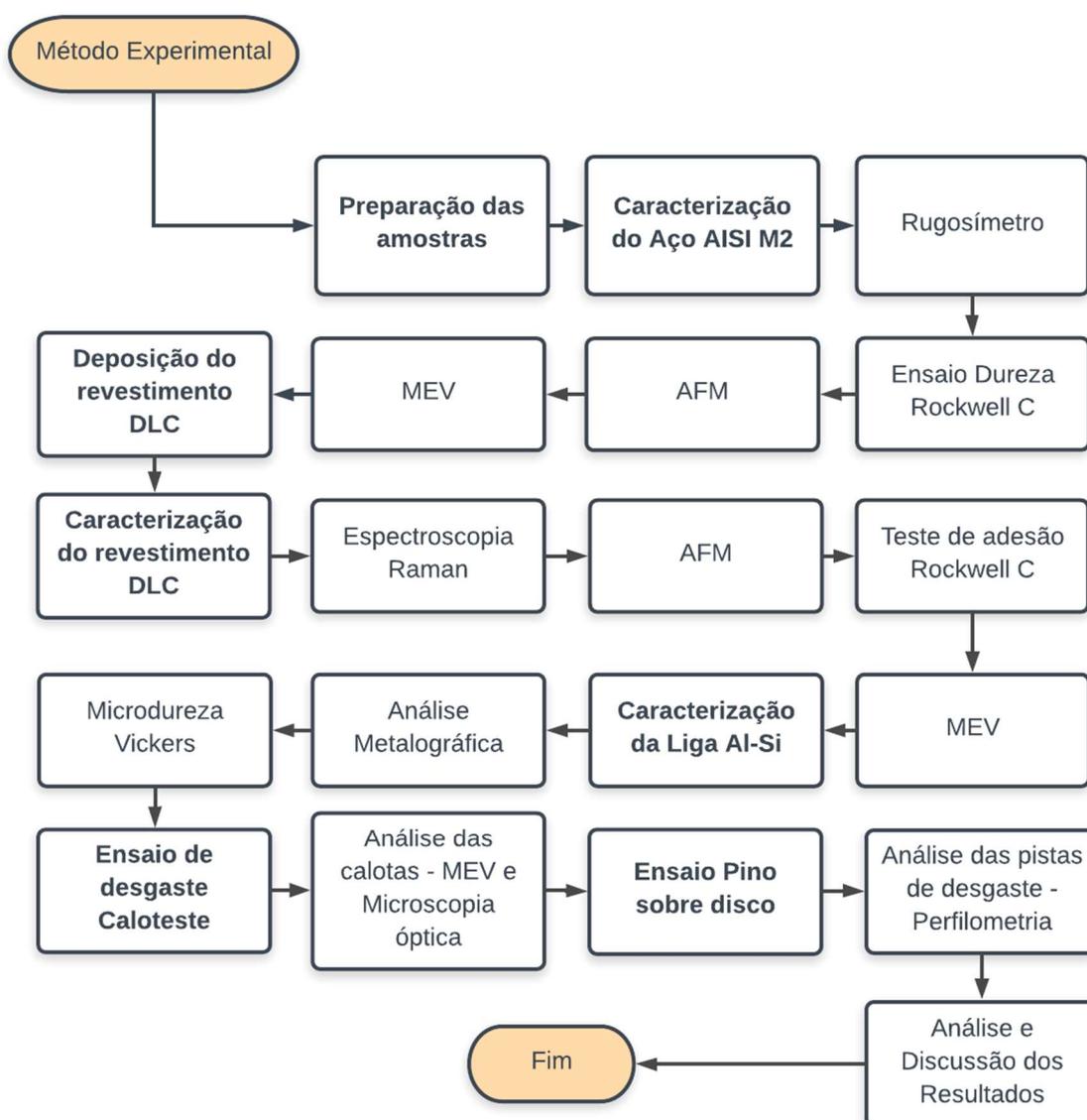
Bhowmick et al (2015) estudam o deslizamento em filmes DLC a altas temperaturas (de 25°C a 500°C) contra ligas de Alumínio, utilizando carga normal de 5N, velocidade de 0,12m/s e 2000 revoluções. Com isto, verificou-se que o coeficiente de atrito de filmes DLC não hydrogenados cresce abruptamente acima de 100°C e os hydrogenados, acima de 200°C (BHOWMICK; BANERJI; ALPAS, 2015). Logo, a temperatura de deslizamento afeta o comportamento tribológico do filme.

Os parâmetros envolvidos neste ensaio, devem ser previamente avaliados para viabilizar a execução do teste, pois, o desgaste, como o atrito, não são propriedades do material, mas sim uma resposta do sistema (CÂMARA, 2014).

## 4 METODOLOGIA

A metodologia de pesquisa deste projeto foi sintetizada nas seguintes fases; a preparação das amostras, caracterização aço rápido AISI M2; a deposição e caracterização do revestimento DLC; caracterização da liga Al-Si; ensaio de desgaste e atrito pelos métodos caloteste e pino sobre disco. O fluxograma das fases e técnicas envolvidas é apresentado na figura 32.

**Figura 32 – Fluxograma da metodologia empregada nos testes deste trabalho**

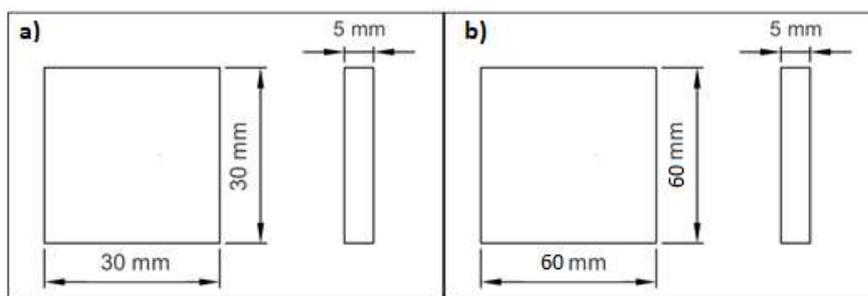


Fonte: Elaborado pela autora

#### 4.1 Preparação das amostras

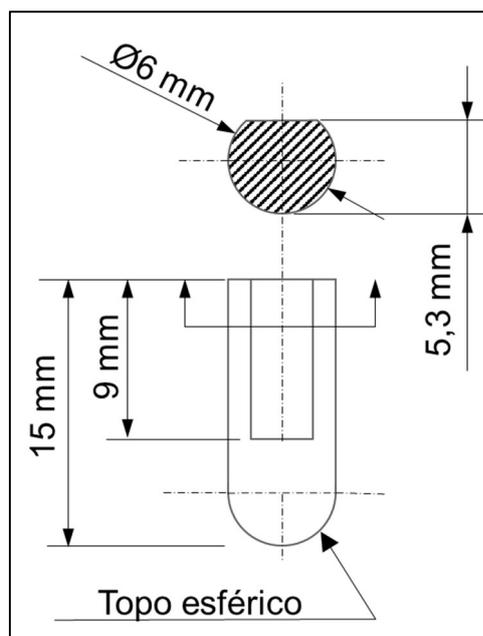
A preparação das amostras de aço AISI M2 foram preparadas na empresa NIPO-TEC. Placas do aço foram cortadas em tamanho 30x30x5mm (Figura 33a) e preparadas para obtenção de três acabamentos diferentes (bruto, retificado e polido). A superfície da amostra bruta foi mantida nas mesmas condições de recebimento. A amostra retificada passou por um processo de retífica. A amostra polida passou pelos processos de retífica seguida por polimento com lixas D64, D50, D45 e D15.

**Figura 33 – Desenho esquemático dos corpos de prova de a) aço rápido e b) Al-Si**



Fonte: Elaborado pela autora

**Figura 34 – Pinos de aço rápido e Al-Si para teste em tribômetro**



Fonte: Elaborado pela autora

A liga de Alumínio e Silício foi obtida na empresa TEKSID em processo de fundição sob pressão na forma de cabeçote. Placas de Alumínio e Silício foram cortadas nas dimensões 60x60x5mm e fresadas (Figura 33b). Foram preparados pinos com ponta esférica de aço rápido e Al-Si com as dimensões demonstradas na figura 34 conforme especificação do ensaio de pino sobre disco.

## **4.2 Caracterização do aço rápido AISI M2**

Os tópicos abaixo apresentam as principais técnicas utilizadas para caracterização dos corpos de prova do aço AISI M2 sem revestimento.

### *4.2.1 Rugosidade média ( $R_a$ )*

A medidas de rugosidade foram realizadas com um Rugosímetro Portátil Hexagon - Rugosurf 20 do laboratório de Engenharia de Materiais do CEFET-MG. A rugosidade média ( $R_a$ ) do aço foi medida com Cutoff 0,8 mm.

### *4.2.2 Dureza Rockwell C*

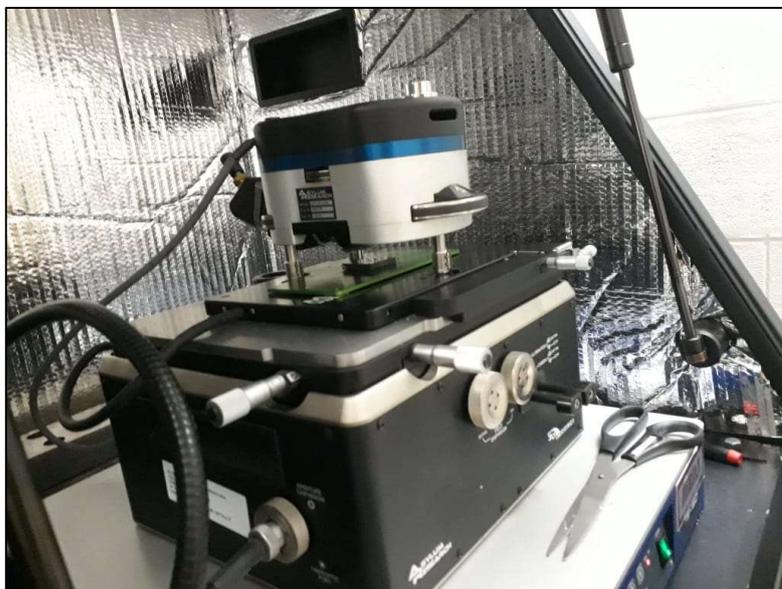
O teste de dureza Rockwell C foi realizado no laboratório de Engenharia Mecânica da PUC Minas Contagem. Conforme a norma ISO 6508-1. Foi utilizado um durômetro PANTEC com pré-carga de 10kgf, carga de 140kgf em 5 pontos aleatórios para medição. O valor da dureza foi obtido pela leitura do visor analógico do equipamento.

### *4.2.3 Topografia da superfície por microscopia de força atômica*

A topografia dos corpos de prova de aço AISI M2 em diferentes acabamentos, foi obtida por meio do microscópio de força atômica no Centro de Microscopia da UFMG - Laboratório de SPM, no equipamento AFM Asylum Research, modelo MFP3D, com capacidade de deslocamento em até 90 $\mu$ m em x e y (Figura 35). A sonda utilizada foi AC160TS-R3 da marca Olympus, de Silício, com frequência média de ressonância de 300 KHz e constante de mola média de 42 N/m. O modo de varredura

da sonda foi do tipo oscilatório constante intermitente (*Tapping*). As imagens foram obtidas e tratadas por meio do software do equipamento.

**Figura 35 – Microscópio de Força Atômica**



Fonte: Elaborado pela autora

#### 4.2.4 *Microscopia Eletrônica de Varredura*

A microscopia eletrônica de varredura foi realizada no Laboratório de Caracterização de Materiais no departamento de Engenharia de Materiais do CEFET-MG, em equipamento SEM SSX-550, Shimadzu, equipado com detector de energia dispersiva (EDS).

### 4.3 **Processo de deposição do revestimento DLC**

O processo de deposição, nas placas e pinos de aço rápido AISI M2, foi pessoalmente acompanhado na empresa Oerlikon Balzers. As etapas do processo produtivo da empresa consistem em identificação das amostras, inserção no lote de produção, limpeza e por último a deposição.

#### 4.3.1 *Limpeza*

A limpeza das peças foi executada em uma lavadora ultrassônica Amsonic, (Figura 36) constituída de 8 etapas automáticas de lavagem, enxague e secagem. Na primeira etapa ocorre movimento das peças aquecimento, bombardeamento de ultrassom, e reagentes para retirada do óleo. O processo de aquecimento e ultrassom continua nas etapas seguintes com a troca do líquido com reagentes para água deionizada. Na última etapa o material é seco com ar quente.

**Figura 36 – Processo de lavagem por ultrassom**



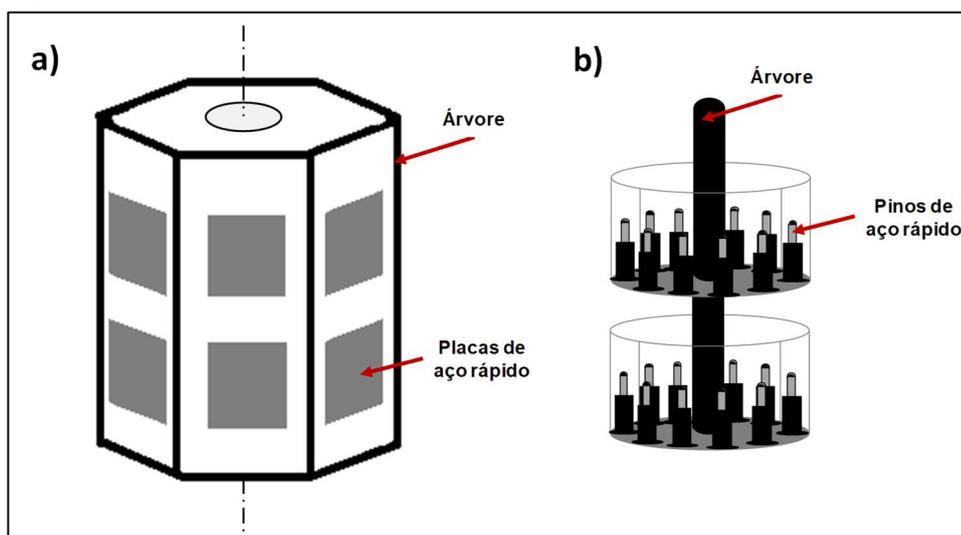
Fonte: Adaptado de AMSONIC (2017)

Ao final o processo de lavagem, que dura cerca de 1h e 30min, o material está completamente livre de partículas ou resíduos oleosos em sua superfície.

#### 4.3.2 *Deposição do filme DLC pelo método PVD por arco pulsado*

Após a limpeza por ultrassom, as placas foram fixadas por meio de imã em um dispositivo de rotação. O lado externo das placas foi recoberto pelo filme. As arvores são acopladas em um dispositivo específico do equipamento, que permite a rotação das peças em três eixos, conforme o desenho esquemático da figura 37a. Essa rotação permite que as amostras sejam homoganeamente depositadas em toda sua área útil. Os pinos de topo esférico foram afixados na árvore específica para pinos como visto na figura 37b. Após a montagem, todos os dispositivos foram encaminhados para a deposição.

**Figura 37 – Esquema do dispositivo de fixação de placas e pinos**



Fonte: Elaborado pela autora

A câmara de deposição PVD assistido por plasma de arco catódico à vácuo, tem cerca de 60cm de comprimento e contém 6 alvos de Carbono em seu interior. A temperatura média de deposição foi de 150°C, com uma frequência do pulso de 100Hz e energia iônica de 15 a 35eV. A corrente elétrica do sistema foi de 123A. A deposição é feita de forma descontínua, com tempo de deposição de 2 minutos e intervalos de 5 minutos. O tempo de processamento total foi de 3 horas. Após a deposição aguardou-se 30 minutos para resfriamento das peças.

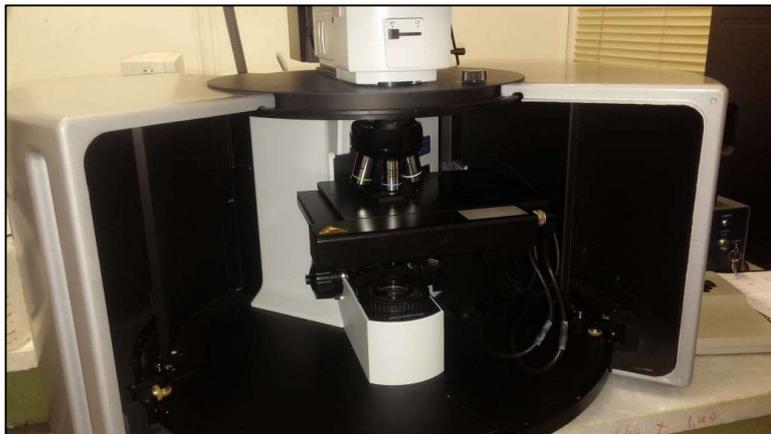
#### **4.4 Caracterização do revestimento DLC no aço rápido**

Após o processo de deposição, os corpos de prova de aço rápido foram separados e identificados para os processos de caracterização e ensaios dos tópicos a seguir.

##### *4.4.1 Análise da estrutura molecular por espectroscopia Raman*

Os ensaios de espectroscopia Raman foram realizados no Departamento de Química da UFMG em equipamento de marca Senterra/Bruker (Figura 38) Foram realizadas 15 varreduras de 15 segundos em cinco áreas aleatórias da superfície do filme DLC, com 2mW de potência do laser e comprimento de onda de 532nm. Os dados obtidos foram tratados por meio do software Origin 9.0.

**Figura 38 – Equipamento de Espectroscopia Raman**



Fonte: Elaborado pela autora

#### *4.4.2 Topografia da superfície do revestimento por microscopia de força atômica*

A topografia do revestimento foi obtida por um microscópio de força atômica no Centro de Microscopia da UFMG - Laboratório de SPM, no equipamento AFM Asylum Research com os mesmos parâmetros citados no tópico 4.2.3.

#### *4.4.3 Teste de adesão pelo método Rockwell*

O teste de adesão foi realizado conforme a norma VDI 3198 para a execução deste ensaio em substratos de aço rápido. O teste foi realizado em um durômetro PANTEC com pré-carga de 10kgf, carga de 140kgf e três indentações em cada amostra. A análise qualitativa da adesão foi realizada por microscopia óptica e classificada de acordo com os padrões estabelecidos na figura 25.

#### *4.4.4 Medição da espessura do revestimento por Microscopia Eletrônica de Varredura*

A espessura do revestimento foi medida por meio do ensaio de microscopia eletrônica de varredura no Laboratório de Caracterização de Materiais no departamento de Engenharia de Materiais do CEFET-MG, em equipamento SEM SSX-550, Shimadzu, equipado com detector de energia dispersiva (EDS). Amostras de aço AISI M2 com os três acabamentos diferentes foram analisadas com ampliação

de 3000 vezes, feixe de elétrons com voltagem de 15kV e leitura por elétrons secundários.

## 4.5 Caracterização da liga Al-Si

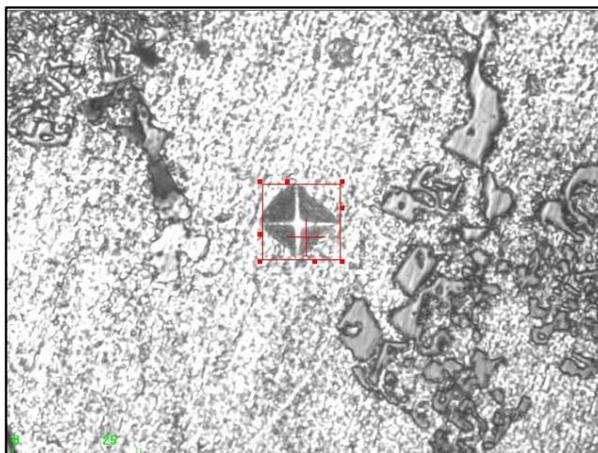
### 4.5.1 *Análise Metalográfica*

Análise metalográfica foi realizada no laboratório de Engenharia Mecânica da PUC Minas Contagem. As amostras de Al-Si foram atacadas quimicamente durante 15 segundos em solução contendo 2ml de ácido fluorídrico (HF), 5ml de ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) e 3ml de ácido clorídrico (HCl), dissolvidos em 190ml de água destilada. As imagens da microestrutura foram obtidas por microscopia óptica.

### 4.5.2 *Microdureza Vickers*

O ensaio de microdureza Vickers foi realizado no laboratório de Engenharia Mecânica da PUC Minas Contagem, em microdurômetro Shimadzu HVM-2T, com os parâmetros de carga de 98,07mN (HV 0,01) e tempo 20 segundos. As cinco indentações foram visualizadas e medidas por meio do software HVM-AD, do próprio equipamento. A figura 39 apresenta uma imagem da tela do software mostrando a medição manual das diagonais da indentação obtida sobre a superfície da liga de Al-Si.

**Figura 39 – Medição da indentação em Microdurômetro Vickers**



Fonte: Elaborado pela autora

#### 4.6 Ensaio de desgaste micro abrasivo - Caloteste

O ensaio foi conduzido no laboratório de tribologia do departamento de engenharia mecânica do CEFET-MG no equipamento Calotest Anton Paar, com capacidade de rotação de até 720rpm e temporização máxima de 999 segundos (Figura 40). Com base na norma DD ENV 1071-6, utilizou-se esfera de aço AISI 52100 de diâmetro de 30mm e solução abrasiva de óxido de Alumínio ( $Al_2O_3$ ) em água destilada com partículas de tamanho  $1\mu m$ .

A rotação da esfera ocorreu a uma velocidade tangencial de 1,13m/s e carga de 0,4N. Foram ensaiadas quatro placas, sendo uma de aço rápido não revestido e três placas aço rápido; de acabamentos bruto, retificado e polido; revestidas com o DLC.

Ao final do ensaio foram geradas 5 calotas em cada amostra, as quais foram analisadas em Microscópio Óptico e MEV.

**Figura 40 – Equipamento de ensaio de desgaste micro abrasivo - Caloteste**



Fonte: Elaborado pela autora

#### 4.7 Ensaio de atrito pelo método pino sobre disco

O ensaio de atrito foi realizado em tribômetro do tipo pino sobre disco Micro Test, modelo MT no laboratório de tribologia do Departamento de Engenharia Metalúrgica e Materiais da UFMG. Os ensaios de deslizamento foram realizados de acordo com a norma ASTM G99/05, com o objetivo de avaliar o coeficiente de atrito e taxa de desgaste dos pares tribológicos. A montagem do equipamento foi realizada para promover o deslizamento nas seguintes condições:

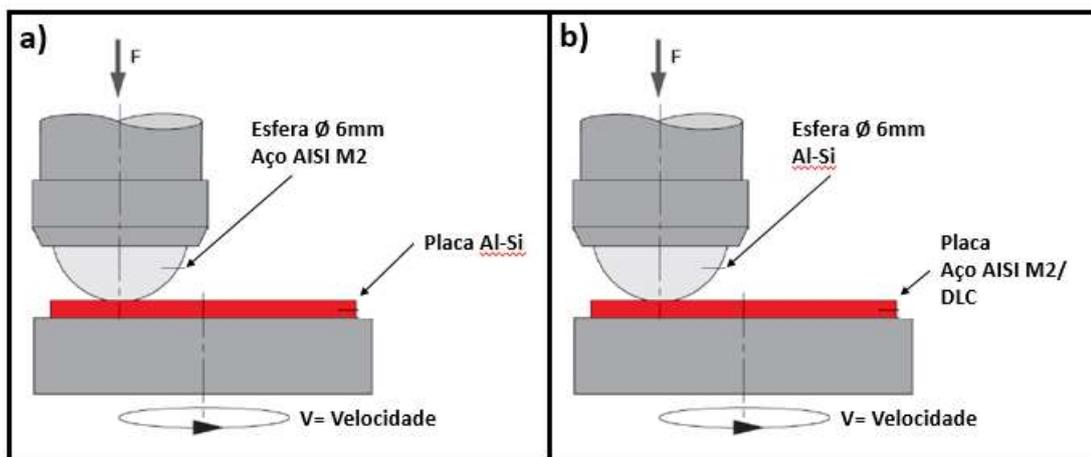
- Pino de aço rápido AISI M2 não revestido deslizando contra placas de Al-Si
- Pino de aço rápido AISI M2 revestido com DLC deslizando contra placa de Al-Si (Figura 41a).
- Pinos de Al-Si deslizando contra placas de aço rápido AISI M2 (bruto, retificado e polido), revestidas com DLC (Figura 41b).

Os parâmetros do ensaio foram definidos com base no trabalho de Bhowmick, Banerji e Alpas (2015), que propõem deslizamento contra a liga de Alumínio, ao ar, com 5000 ciclos, a uma velocidade linear de 0,12m/s, carga normal de 5N, diâmetro da trilha 20,2mm, rotação 113,5RPM.

Todas as amostras foram pesadas em balança analítica, antes e após o ensaio para cálculo da massa perdida em função desgaste.

As pistas de desgaste foram analisadas para identificação da profundidade e posterior cálculo da taxa de desgaste. Para isso foi utilizado perfilômetro HOMMEL WERKE T4000 do laboratório de tribologia do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG.

**Figura 41 – Esquema do ensaio em tribômetro**



Fonte: Adaptado de Balzers (2017)

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

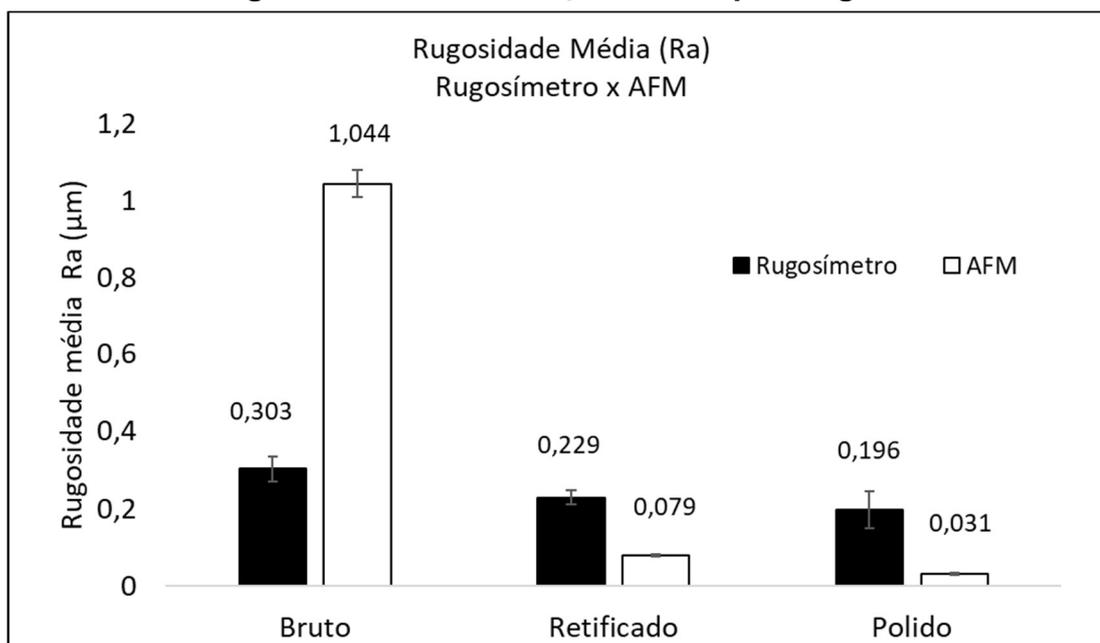
### 5.1 Caracterização do Aço rápido AISI M2 antes da deposição

Foram obtidas placas de aço AISI M2 nos três processos de acabamento bruto, retificado e polido e em seguida foi realizada a caracterização dos materiais.

#### 5.1.1 Rugosidade e topografia das superfícies

Abaixo são apresentados os resultados de rugosidade em Ra do aço AISI M2 nos três acabamentos, obtidos pelas duas técnicas, rugosímetro e AFM (Gráfico 1).

**Gráfico 1 – Rugosidade Média do aço AISI M2 por Rugosímetro e AFM**



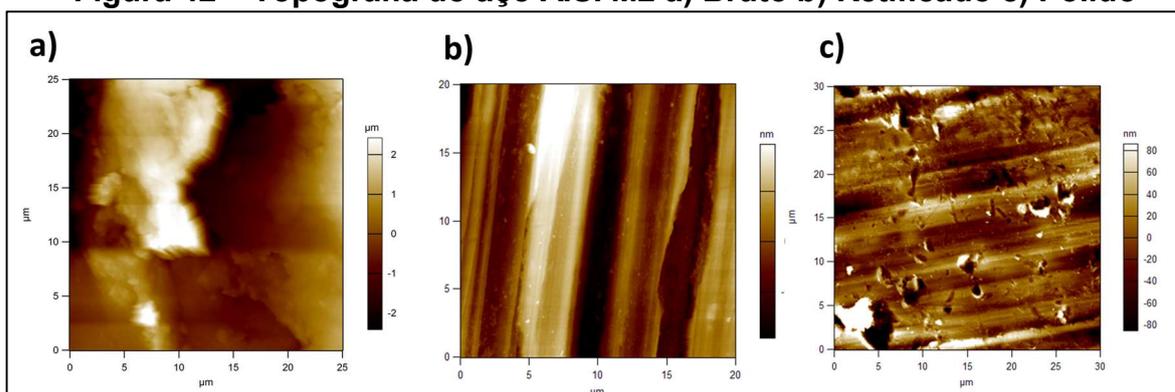
Fonte: Elaborado pela autora

Verifica-se que a média das rugosidades Ra obtidas pelo método do rugosímetro foram de  $0,303 \pm 0,032\mu\text{m}$  para o acabamento bruto,  $0,229 \pm 0,019\mu\text{m}$  para o acabamento retificado e  $0,196 \pm 0,048\mu\text{m}$  para o acabamento polido. Levando em consideração o desvio padrão das medições mencionadas e devido a característica dos três acabamentos, não se pode afirmar com precisão, por este método, que as superfícies possuem rugosidades diferentes. No entanto, para o

método AFM, que apresenta maior precisão na análise da topografia das superfícies, por fazer a varredura em uma área, foi observada uma diferença de valores de rugosidade média, coerente com as técnicas de acabamento aplicadas. Obteve-se os valores de  $1,044 \pm 0,035\mu\text{m}$ ,  $0,079 \pm 0,003\mu\text{m}$  e  $0,031 \pm 0,003\mu\text{m}$  para os substratos bruto, retificado e polido respectivamente.

A figura 42 apresenta as imagens da topografia do aço AISI M2 obtidas no AFM.

**Figura 42 – Topografia do aço AISI M2 a) Bruto b) Retificado c) Polido**



Fonte: Elaborado pela autora

Para este trabalho, todas as análises em função da rugosidade média serão baseadas nos valores obtidos pelo método AFM.

### 5.1.2 Dureza Rockwell C

A tabela 5 apresenta os resultados das medições de dureza no aço AISI M2.

<b>Tabela 5 – Dureza Rockwell C do aço AISI M2</b>		
<b>DUREZA (HRC)</b>	<b>MÉDIA (HRC)</b>	<b>DESVIO PADRÃO (HRC)</b>
59,7	60,7	1,0
61,5		
60,5		
60,0		
62,0		

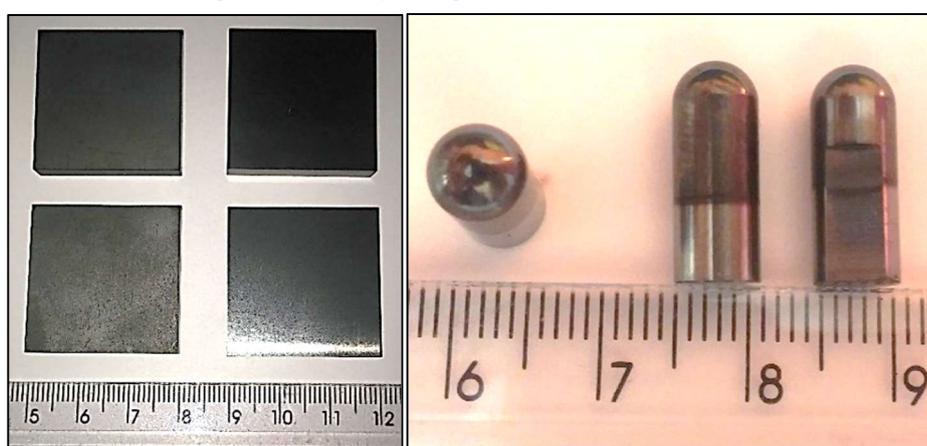
Fonte: Elaborado pela autora

Verifica-se que o aço AISI M2 apresenta dureza média de 60,7HRC que é coerente com o esperado para este aço ferramenta (VILLARES, 2003).

## 5.2 Amostras depositadas

A figura 43 ilustra as placas e pinos de aço rápido AISI M2 revestidos com o filme DLC.

**Figura 43 – Placas e pinos de aço rápido AISI M2 com filme DLC depositado**



Fonte: Elaborado pela autora

## 5.3 Caracterização do revestimento DLC

Os tópicos a seguir apresentam os testes de caracterização do filme DLC revestindo as placas de aço AISI M2.

### 5.3.1 *Análise da estrutura molecular por espectroscopia Raman*

A figura 44 apresenta os resultados da análise de espectroscopia por espalhamento Raman. Os dados gerados foram tratados no software Origin 9.0 realizando uma deconvolução das curvas por distribuição gaussiana. Este tratamento permite visualizar a divisão do pico principal em duas fases, sendo estas, referentes à banda D e banda G do filme.

Para os três acabamentos analisados, o pico principal apresentou configuração semelhante, comprimento de onda próximo de  $1500\text{cm}^{-1}$ , que é característico do filme

tetraédrico não hidrogenado (ta-C), conforme discutido na figura 19. Portanto, a estrutura resultante do filme depositado é similar entre os três acabamentos.

É possível verificar que o filme é parcialmente constituído por ligações  $sp^2$  do grafite, caracterizado pela banda G do espectro. O filme bruto/DLC mostrou a banda G com  $1568\text{cm}^{-1}$ , a polido/DLC com  $1571\text{cm}^{-1}$  e a retificado/DLC com  $1556\text{cm}^{-1}$ . Para a banda D, a superfície bruto/DLC obteve  $1414\text{cm}^{-1}$ , a superfície polido/DLC apresentou  $1411\text{cm}^{-1}$  e por último, a superfície retificado/DLC com  $1382\text{cm}^{-1}$ , concluindo que o filme DLC é parcialmente constituído por ligações  $sp^3$  do diamante.

Todos os comprimentos de onda são próximos aos encontrados por Miki et al (2015), Zhang et al (2015) e Lin et al (2017). Desta forma observa-se que as curvas caracterizam o espectro típico de um filme de carbono amorfo do tipo tetraédrico não hidrogenado.

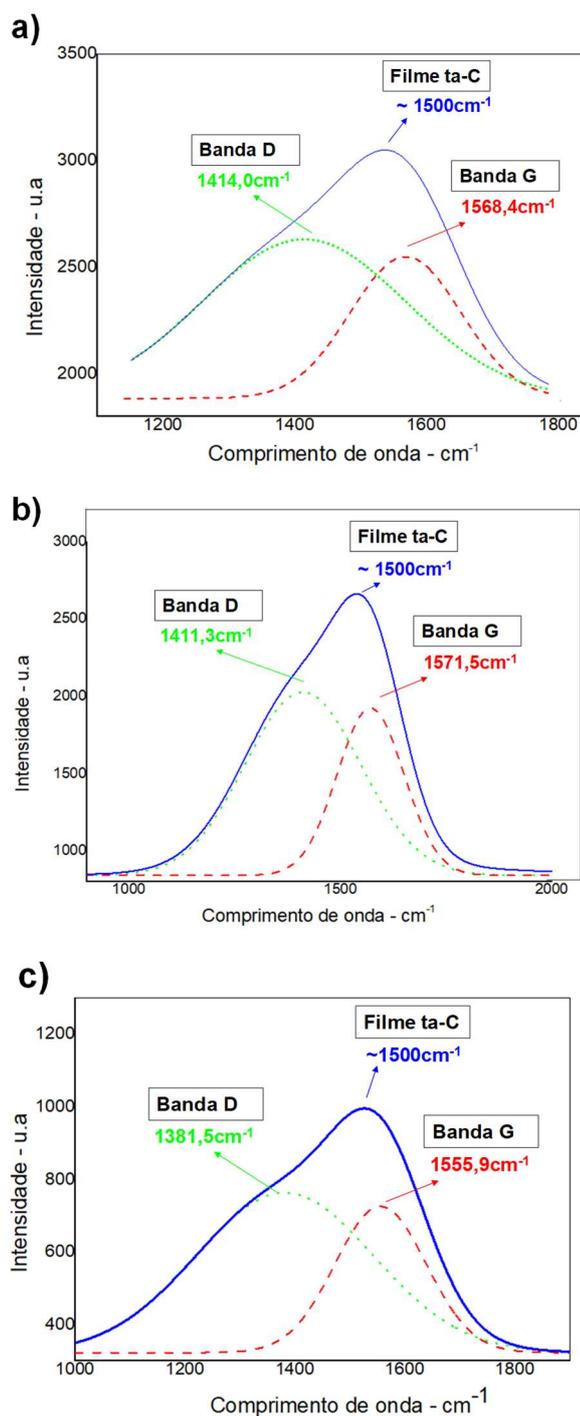
A quantidade de ligações  $sp^3$  pode ser relacionada com a razão das intensidades dos picos da banda D e G, gerando o índice  $I_D/I_G$ . Quanto maior o  $I_D/I_G$  maior é a taxa de ligações  $sp^3$  presentes no filme (FOONG et al., 2011 apud MARTINS, 2016 p.159). A tabela abaixo mostra a intensidade dos picos e a razão calculada para os três acabamentos; bruto/DLC, polido/DLC e retificado/DLC. Verifica-se que os valores encontrados são coerentes para o tipo de filme. Zhang et al (2015) encontraram um índice o  $I_D/I_G$  de 1,52 para um filme DLC não hidrogenado (fonte de carbono puro), depositado em substratos de aço inox e liga de titânio. Já Martins (2016) encontrou índices de 0,876 para o filme DLC depositado em aço rápido. Khamnualthonga, Siangchaewb e Limsuwana (2012) não conseguiram relacionar o índice com as proporções de ligações  $sp^3$  mas perceberam que um aumento no índice  $I_D/I_G$  configura uma mudança microestrutural do filme e perda de propriedades do mesmo. Desta forma, ratifica-se que os substratos estudados possuem a mesma microestrutura, não tendo sido influenciados pela diferença de rugosidade do substrato.

**Tabela 6 – Índice  $I_D/I_G$  - Análise Raman**

	<b>Intensidade Banda D</b>	<b>Intensidade Banda G</b>	<b><math>I_D/I_G</math></b>
<b>Bruto</b>	2631,56	2550,64	1,03
<b>Polido</b>	2027,57	1924,52	1,05
<b>Retificado</b>	763,40	726,29	1,05

Fonte: Elaborado pela autora

Figura 44 – Espectro Raman a)bruto/DLC b)polido/DLC c)retificado/DLC



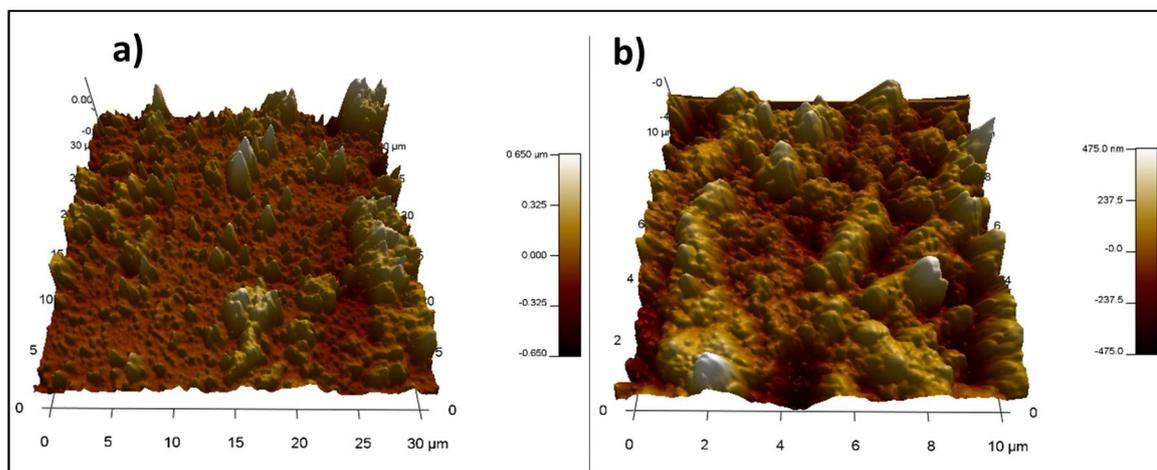
Fonte: Elaborado pela autora

### 5.3.2 Topografia da superfície por microscopia de força atômica

A topografia das superfícies revestidas foi visualizada por meio do método AFM (Figura 45). Observa-se que a superfície do filme de substrato retificado apresenta maior quantidade de asperezas em relação à superfície polida. Isso ocorre pois, no

momento da deposição, o crescimento atômico do filme amorfo acompanha a rugosidade da superfície do substrato.

**Figura 45 – Topografia da superfície do DLC a) polido b) retificado**



Fonte: Elaborado pela autora

Não foi possível realizar a análise AFM na superfície do DLC bruto pois a alta rugosidade causou interferências no equipamento.

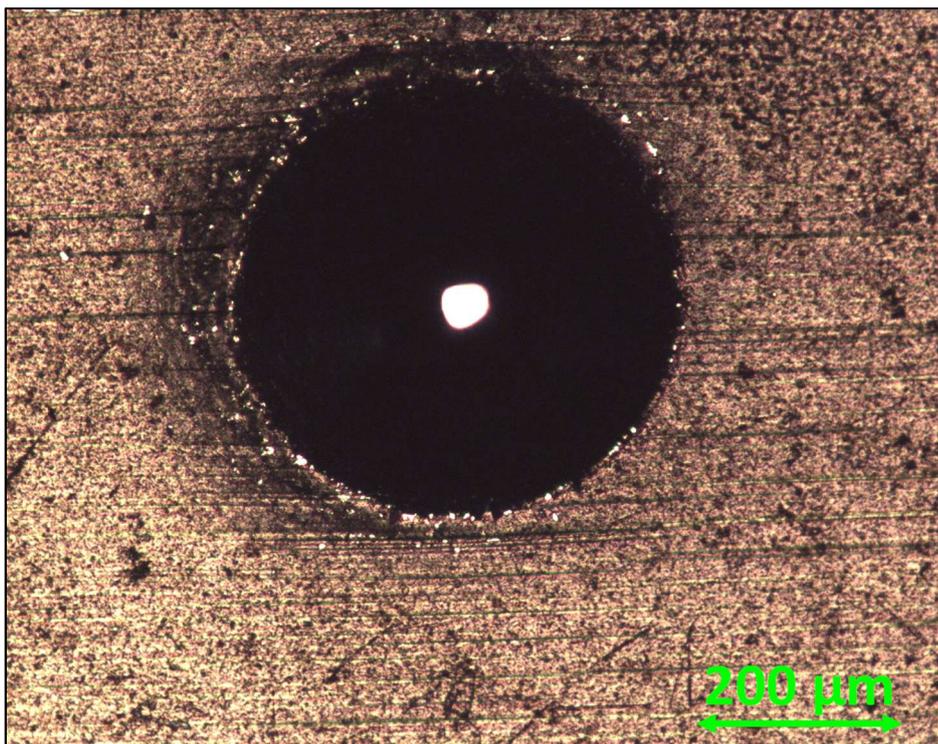
### 5.3.3 Análise da adesão do filme pelo método Rockwell

A técnica qualitativa de análise da adesão do filme foi realizada conforme a norma VDI 3198 e os resultados são apresentados abaixo (Figura 46, Figura 47 e Figura 48). O substrato de aço rápido polido não apresentou micro trincas ou deslocamento concentrado na região ao redor da indentação, configurando uma forte adesão do filme ao substrato, como pode ser observado na figura 46).

O filme DLC depositado no substrato de aço rápido retificado apresentou baixa adesão. Conforme a figura 47, o ensaio promoveu grandes parcelas de deslocamento ao redor da indentação, o que caracteriza a falha do revestimento e exposição do substrato. Este resultado assemelha-se à classe de adesão HF5, de acordo com as determinações da norma VDI 3824 (Figura 25).

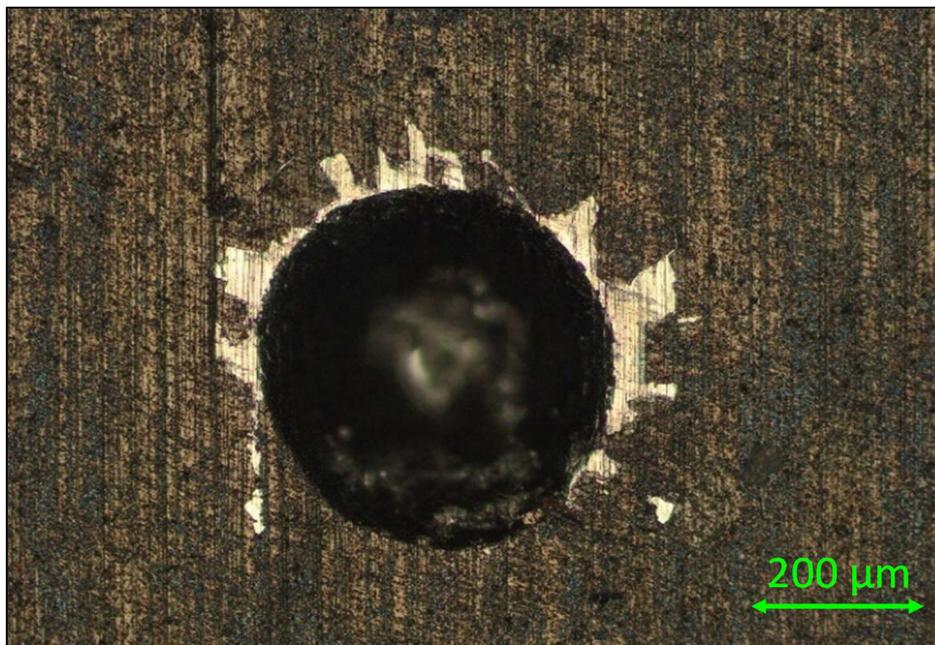
O substrato de aço rápido bruto (Figura 48) obteve boa adesão do filme, com pequenos deslocamentos pontuais, mas sem a ocorrência de deslocamento concentrado na região ao redor da indentação, se assemelhando com a classe de adesão HF2, como visto anteriormente na figura 25.

**Figura 46 – Teste de adesão na placa de aço rápido polido**



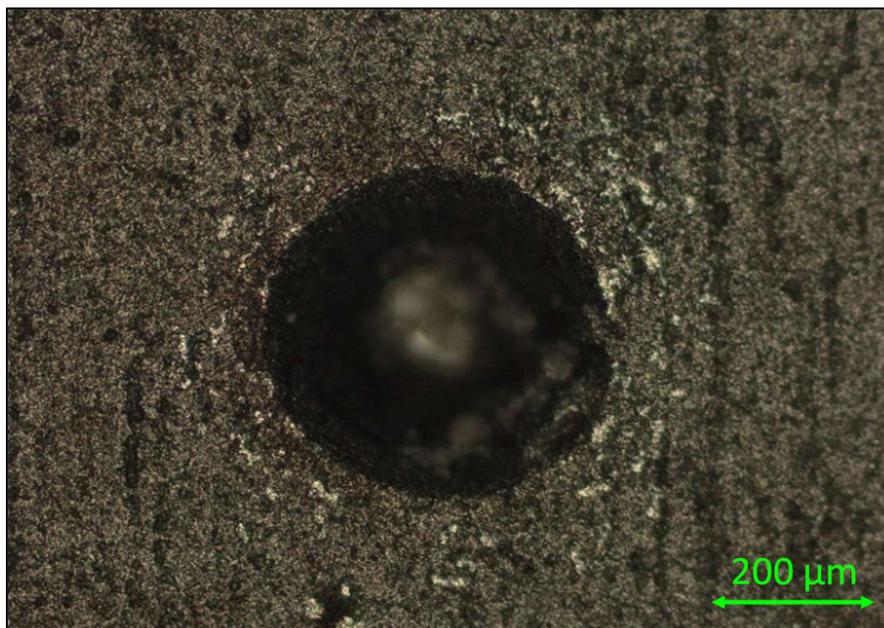
Fonte: Elaborado pela autora

**Figura 47 – Teste de adesão na placa de aço rápido retificado**



Fonte: Elaborado pela autora

**Figura 48 – Teste de adesão na placa de aço rápido bruto**



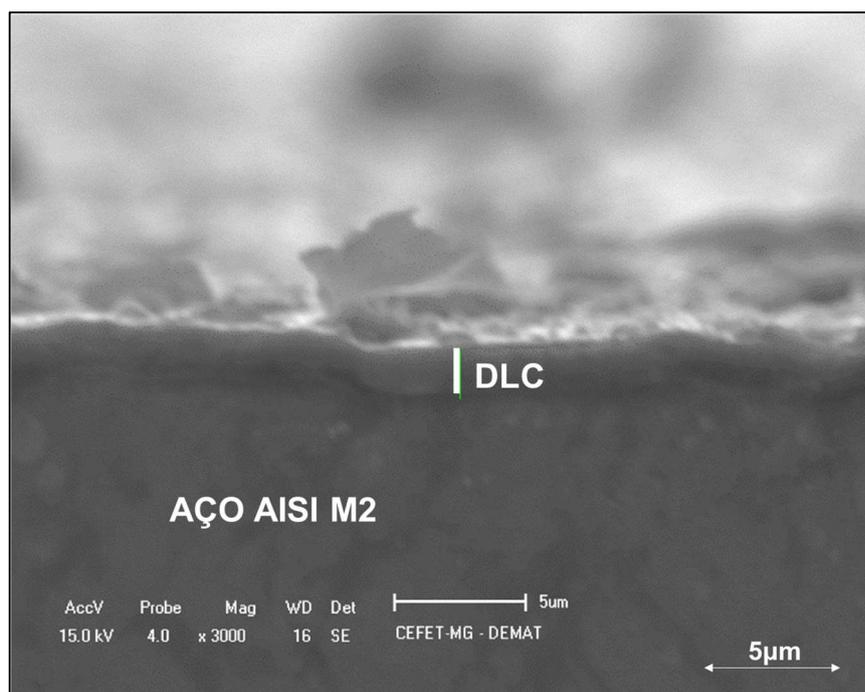
Fonte: Elaborado pela autora

O acabamento polido gerou o substrato que obteve melhor adesão ao filme, seguido do acabamento bruto. O substrato retificado apresentou insatisfatória de acordo com a norma. Com base nestes resultados levanta-se a hipótese de que existem faixas de rugosidade na qual a adesão do revestimento é maior. Tais hipótese será confirmada a partir do estudo do desempenho tribológico do filme nos testes de resistência à micro abrasão e pino sobre disco.

#### *5.3.4 Medição da espessura do revestimento por Microscopia Eletrônica de Varredura*

Amostras de aço AISI M2 com os três acabamentos diferentes foram analisadas por MEV. A figura 49 apresenta a seção transversal entre o substrato e o filme DLC para a amostra de acabamento bruto. É possível diferenciar as regiões do substrato e filme, que por meio de medição direta no equipamento obteve uma espessura média de  $2,10 \pm 0,44 \mu\text{m}$ . Não foi possível a identificação da espessura do filme para as amostras de acabamento retificado e polido, devido à dificuldade de foco do equipamento na seção transversal das amostras.

**Figura 49 – Aço AISI M2/DLC – 3000x**



Fonte: Elaborado pela autora

## 5.4 Caracterização liga Al-Si

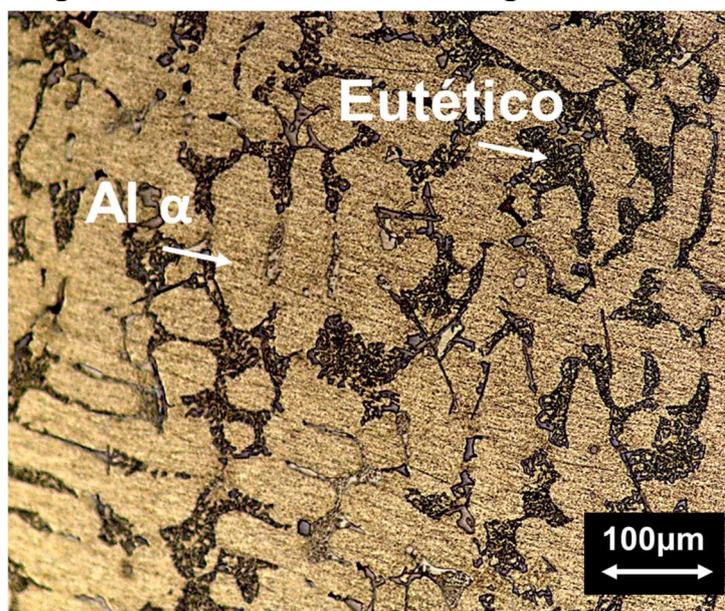
A liga de Al-Si foi caracterizada quanto à sua microestrutura, composição química e microdureza Vickers, conforme os tópicos a seguir.

### 5.4.1 Análise Metalográfica

A figura 50 apresenta a microestrutura da liga Al-Si obtida por ataque químico com solução Keller (1%HF, 2,5%HNO<sub>3</sub> e 1,5%HCl) e microscopia óptica com ampliação de 200 vezes.

A região mais clara é a fase  $\alpha$  de morfologia dendrítica rica em Alumínio e região mais escura caracteriza a fase  $\beta$  com a morfologia dos precipitados de Silício, formados após a temperatura eutética da liga (em torno de 577°C). Além destas fases, a presença de compostos intermetálicos, na região precipitada, é comum neste tipo de liga. Dentre eles pode-se destacar o Al<sub>5</sub>FeSi e CuAl<sub>2</sub> cuja presença pode ser conformada por EDS ou difração de Raio-X.

**Figura 50 – Microestrutura da liga Al-Si - 200x**



Fonte: Elaborado pela autora

A liga de Al-Si utilizada neste trabalho foi caracterizada previamente por Martins (2016). A composição química da liga de Al-Si é apresentada tabela 7.

**Tabela 7 – Composição química da liga de Al-Si**

Elemento	Al	Si	Cu	Fe	Mg	Mn	Zn	Ni	Pb	Sn
(%)	86,80	7,76	3,11	0,74	0,36	0,40	0,56	0,03	0,05	0,02

Fonte: Martins (2016)

A liga estudada é uma liga de Alumínio e Silício do tipo hipoeutética, conforme o diagrama de fases binário e confirma a caracterização das fases encontradas na microscopia óptica. A composição química encontrada, se assemelha à liga de Alumínio fundido da série 380, cuja composição química tabelada é; 7,5-9,5%Si; 3-4%Cu; 0,6%Fe e 0,1%Mg. Estes elementos influenciam na solidificação da liga, tornando sua microestrutura mais complexa, representada pelo diagrama ternário de Al-Si-Cu (BELOV; ESKIN; AKSENOV, 2005).

#### 5.4.2 Microdureza Vickers

A tabela 8 apresenta os resultados obtidos no ensaio de microdureza Vickers para a liga de Al-Si.

**Tabela 8 – Microdureza Vickers da liga Al-Si**

<b>Carga (mN)</b>	<b>Tempo (s)</b>	<b>Dureza (HV)</b>	<b>Média (HV)</b>	<b>Desvio Padrão (HV)</b>
98,07	20	81,8 99,2 92,8 86,0 84,9	88,9	7,0

Fonte: Elaborado pela autora

Verifica-se que a liga apresenta microdureza média de 88,9HV.

## 5.5 Desgaste microabrasivo pelo caloteste

### 5.5.1 Diâmetro das calotas

As calotas geradas no ensaio de caloteste são mostradas na figura 51 e o diâmetro de cada uma é apresentado na tabela 9.

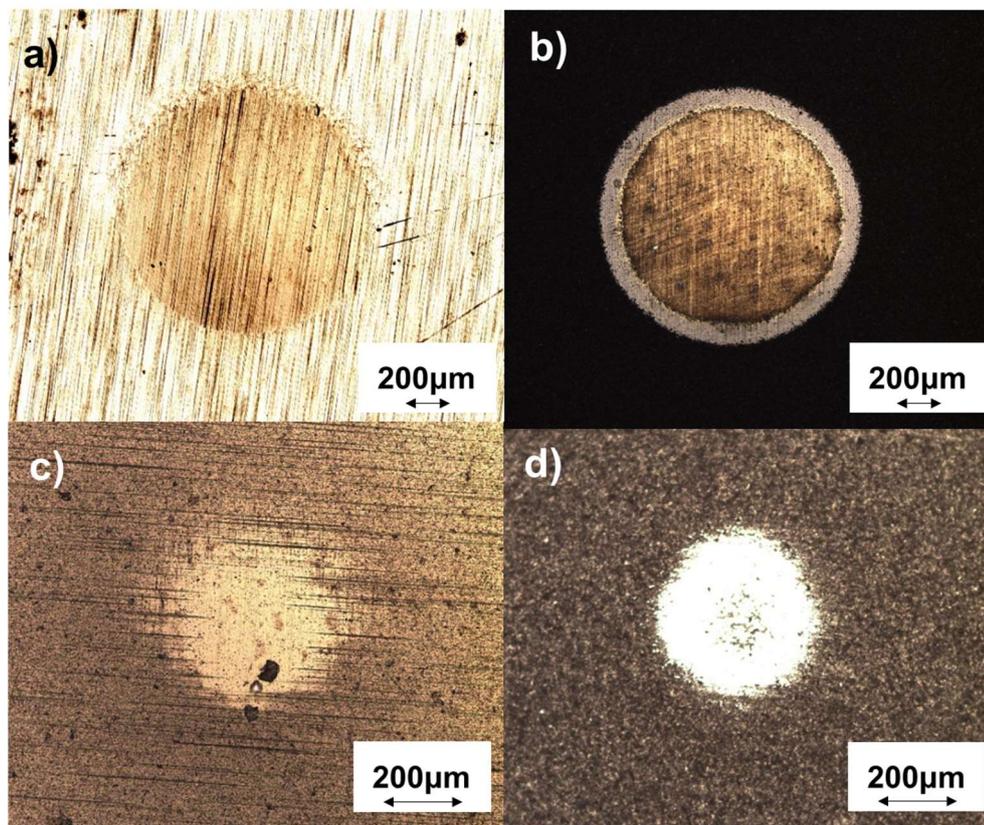
**Tabela 9 – Diâmetro das calotas**

<b>Figura</b>	<b>Acabamento</b>	<b>Diâmetro da calota (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
51a	Sem revestimento	1387,49 $\pm$ 134,03
51b	DLC/Bruto	1196,44 $\pm$ 233,45
51c	DLC/Polido	516,51 $\pm$ 27,06
51d	DLC/Retificado	447,33 $\pm$ 6,08

Fonte: Elaborado pela autora

Nas figuras 51a e 51b identifica-se modo de desgaste por riscamento, que ocorre devido ao movimento de translação das partículas abrasivas aderidas ao corpo. Outros mecanismos de desgaste (rolamento, micro rolamento ou abrasivo misto) podem estar envolvidos, a depender as condições do ensaio, mas estes mecanismos não são detectáveis por microscopia óptica (COZZA; 2011).

**Figura 51 – Calotas geradas no ensaio Caloteste a) AISI M2 b) AISI M2 (Bruto)/DLC c) AISI M2 (Polido)/DLC d) AISI M2 (Retificado)/DLC**



Fonte: Elaborado pela autora

Quanto menor o diâmetro da calota, menor é o desgaste provocado pela abrasão a três corpos e, portanto, maior é a resistência da superfície, podendo-se inferir que as duas superfícies mais resistentes ao desgaste micro abrasivo são a amostra de acabamento polido, revestida com DLC (Figura 51c) e a amostra de acabamento retificado com revestimento DLC (Figura 51d).

Observa-se que as calotas geradas nas amostras de c) a d) possuem bordas irregulares. Estas imperfeições na formação da cratera são denominadas *ridgings*, e ocorrem devido à não penetração das partículas abrasivas na região central (COZZA, 2013b). As irregularidades são relatadas em vários estudos que utilizam este ensaio, principalmente em amostras não revestidas (COZZA, 2013b). A presença de *ridgings* traz uma desvantagem na precisão do método, visto que há dificuldades na medição do diâmetro das calotas geradas (SILVA; SOUZA; CARNEIRO, 2016) e consequente erro de cálculo do volume desgastado (COZZA, 2013b) considerando-se as mesmas condições para todos testes.

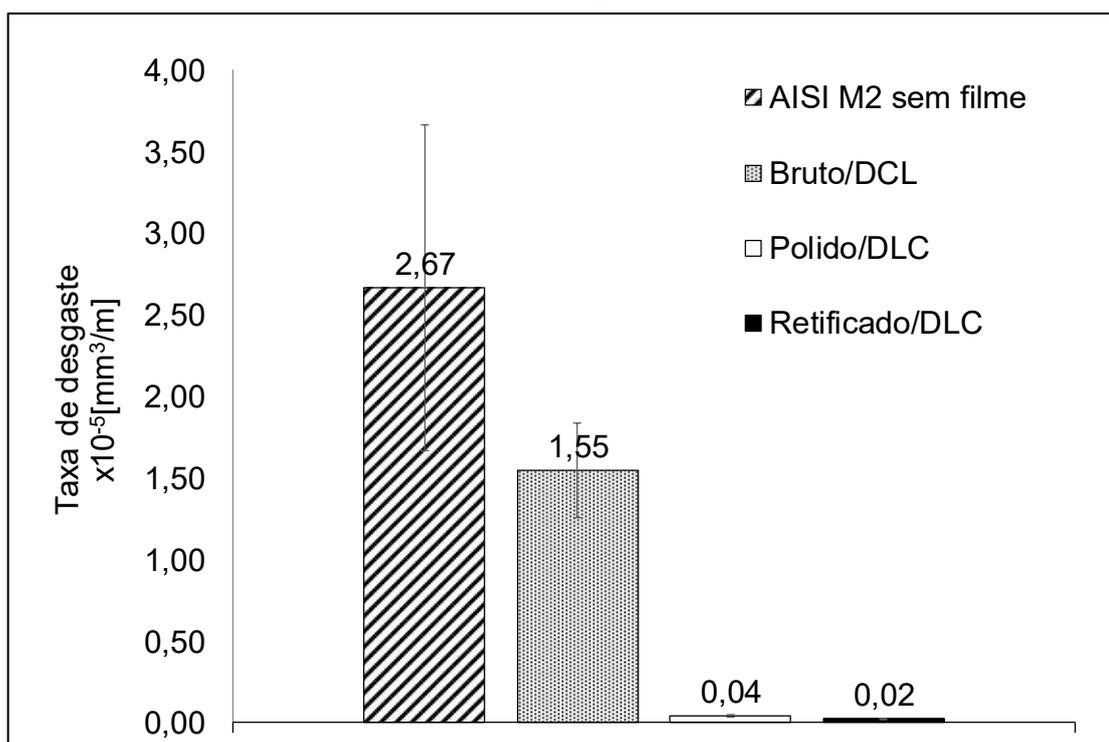
A amostra de aço AISI M2 não revestido apresentou o maior diâmetro médio,

sendo, portanto, o substrato com menor resistência ao desgaste. Apenas com as medidas dos diâmetros das calotas já é possível inferir que o filme DLC atribuído ao substrato possui maior resistência ao desgaste abrasivo.

### 5.5.2 Taxa de desgaste

O gráfico 2 apresenta a taxa de desgaste, calculada para os substratos estudados. A taxa de desgaste é a razão entre o volume de material desgastado, calculado com base no diâmetro das calotas e o raio da esfera (equação 6) e a distância total deslizada que é calculada pelo número de rotações, tempo de deslizamento e comprimento da esfera deslizante (equação 7).

**Gráfico 2 – Taxa de desgaste microabrasivo**



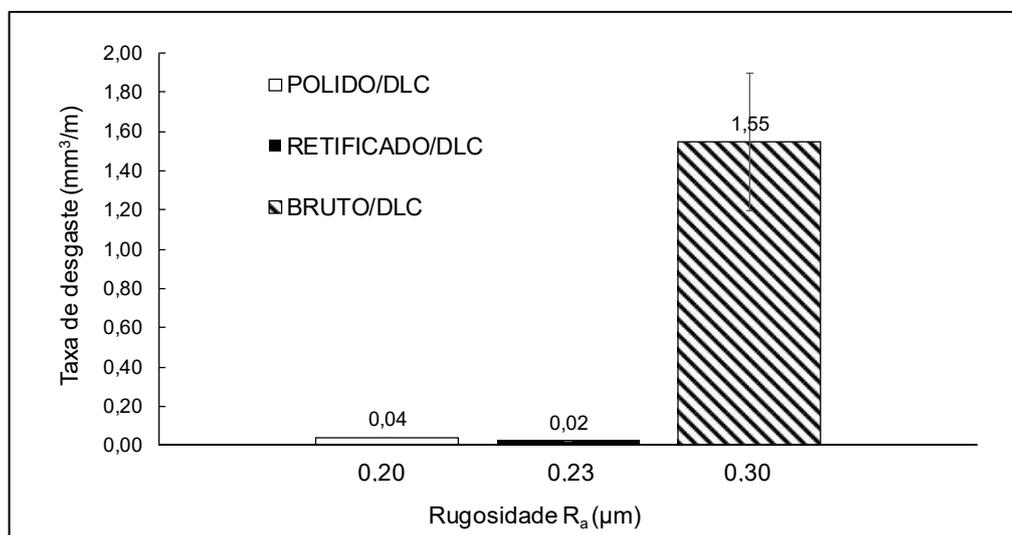
Fonte: Elaborado pela autora

A taxa de desgaste da amostra bruto/DLC foi 42% menor do que a taxa de desgaste da amostra sem revestimento. As amostras polido/DLC e retificado/DLC apresentaram desgaste cerca de 98% a menos do que o aço AISI M2 sem revestimento. Isso significa que o filme DLC reduz a taxa de desgaste das superfícies, configurando maior resistência ao desgaste em condições abrasivas.

Comparando-se o desempenho das amostras revestidas, as amostras polido/DLC e retificado/DLC apresentaram um desgaste de cerca de 96% menor do que a amostra bruto/DLC. Desta forma, verifica-se que a superfície de maior rugosidade ( $1,044 \pm 0,035\mu\text{m}$ ) apresentou maior taxa de desgaste. Entretanto, a relação entre a taxa de desgaste e rugosidade não foi inversamente proporcional para todas os casos (Gráfico 3). A amostra polido/DLC que tem a menor rugosidade, apresentou um pequeno aumento da taxa de desgaste em relação a amostra retificado/DLC. Este resultado pode estar relacionado à imprecisão do método para medição do diâmetro das calotas e cálculo do volume desgastado.

Outro fator relacionado aos resultados, é a medida de rugosidade. Como não há diferença significativa entre as rugosidades medidas, pode-se considerar que a amostra polido/DLC e retificado/DLC obtiveram a mesma rugosidade e, portanto, são similares. Mesmo com esta imprecisão, é possível observar a diferença significativa do desgaste da amostra bruto/DLC em relação às demais, inferindo que houve uma diferença, entre elas, no mecanismo de desgaste.

**Gráfico 3 – Taxa de desgaste x Rugosidade**



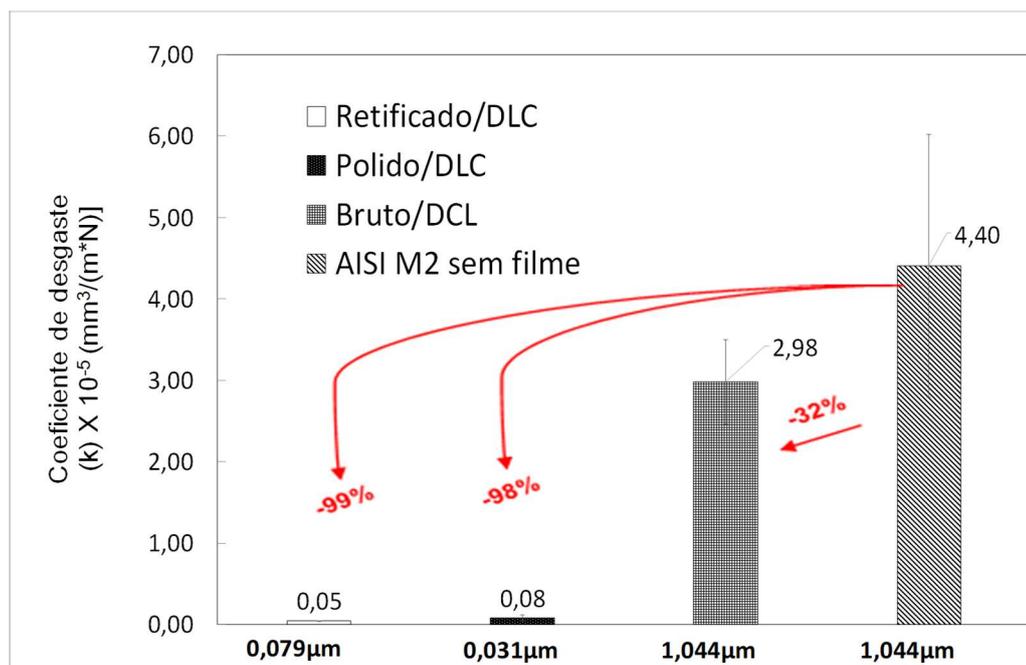
Fonte: Elaborado pela autora

### 5.5.3 Coeficiente de desgaste específico

O coeficiente de desgaste específico das amostras foi calculado por meio das equações (5), (6) e (7) com os diâmetros gerados nas calotas e apresentado no gráfico 4. Comparando a amostra AISI M2 sem filme com as demais, observa-se uma redução

de 32% a 99% no coeficiente de desgaste específico das amostras revestidas, considerando os valores absolutos encontrados. O resultado é consistente com o comportamento esperado para o filme, que tem a função de reduzir o coeficiente de desgaste do sistema e por consequência, promover proteção ao substrato.

**Gráfico 4 – Coeficiente de desgaste específico x rugosidade  $R_a$  do substrato**



Fonte: Elaborado pela autora

Analisando-se somente as amostras revestidas, conclui-se que amostra de acabamento bruto/DLC, de rugosidade  $R_a$   $1,044 \pm 0,035 \mu\text{m}$ , obteve o maior coeficiente de desgaste específico ( $2,98 \times 10^{-5} \text{mm}^3/(\text{m}\cdot\text{N})$ ). Isso significa que as asperezas das superfícies contribuíram para o aumento da propagação de trincas no filme e maior fragilização do mesmo, promovendo um desgaste acentuado.

Verifica-se que o aumento da rugosidade  $R_a$  de  $0,079 \pm 0,003 \mu\text{m}$  (superfície retificada) para  $1,044 \pm 0,035 \mu\text{m}$  (superfície bruta) promoveu um aumento considerável no desgaste abrasivo a três corpos.

A amostra que obteve o menor coeficiente de desgaste foi a de acabamento retificado/DLC, com rugosidade  $R_a$   $0,079 \pm 0,003 \mu\text{m}$ . Vale ressaltar que a adesão da superfície retificada não foi, portanto, fator determinante para influenciar no desgaste abrasivo do conjunto filme/substrato. Mesmo com baixa adesão, o composto filme-substrato retificado apresentou o menor desgaste abrasivo.

Vale ainda ressaltar que o coeficiente de desgaste não variou de forma proporcional à rugosidade, já que o acabamento polido/DLC, de rugosidade  $0,031 \pm 0,003 \mu\text{m}$  não apresentou o menor coeficiente de desgaste específico. Medidas mais precisas de rugosidade são necessárias para confirmar a real topografia das superfícies. Além disso, é necessário aumentar a faixa das rugosidades estudadas e repetir os testes a fim de se obter o comportamento tribológico do filme em maior diversidade de condições. Contudo, pode-se afirmar que de fato o acréscimo da rugosidade do substrato foi fator determinante para o aumento do desgaste.

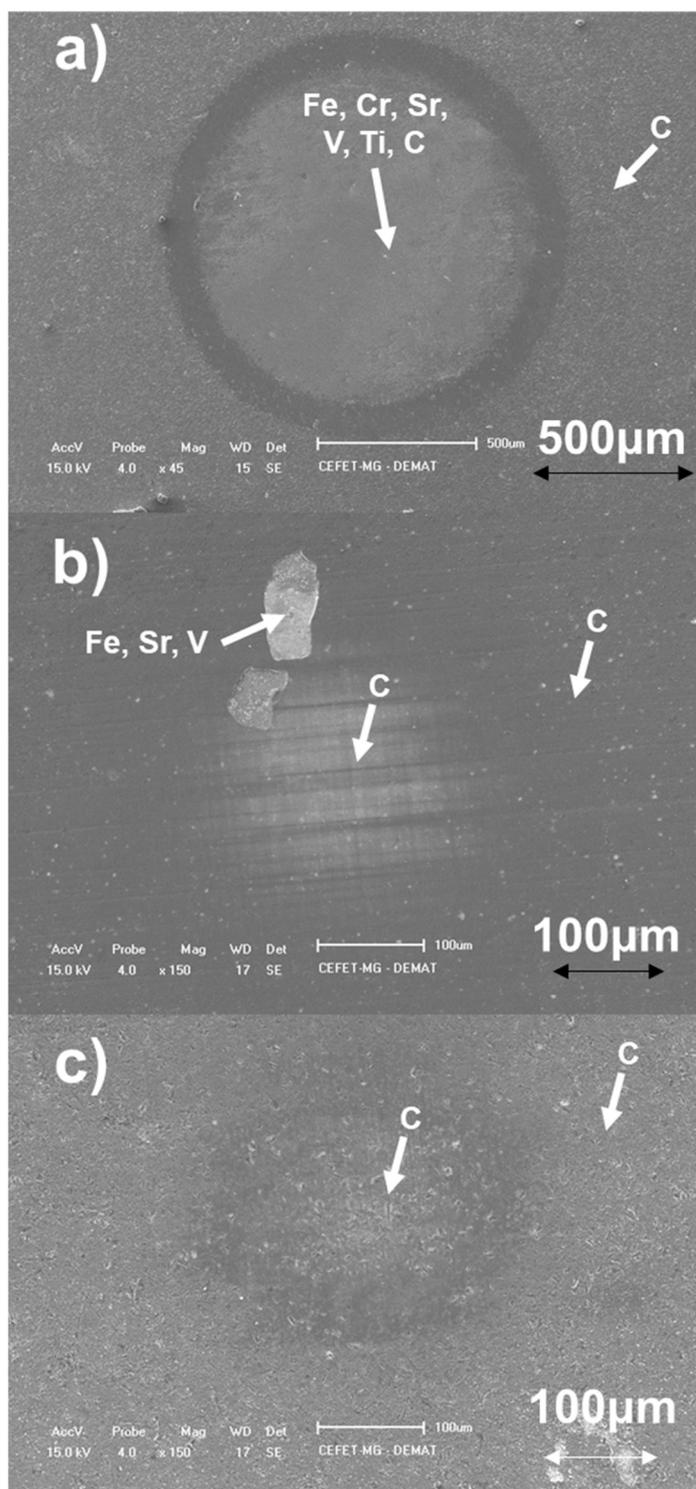
Devido à maior quantidade de asperezas, superfícies mais rugosas revestidas são propensas à formação de trincas na interface. Isso acontece, pois, a irregularidade do acabamento superficial gera pontos onde a espessura do filme é significativamente mais fina do que o restante da superfície. Nestes pontos, onde o filme é extremamente fino, ocorre fragilização durante o atrito, promovendo desgaste do filme por mecanismos mais agressivos (JIANG; ARNELL, 2000).

Simulações numéricas com base na teoria do contato elástico de Hertzian assumem que, quanto maior a rugosidade do substrato, maior é a pressão de contato efetiva que pode provocar mudanças no mecanismo de desgaste adesivo para fragmentação, caso a pressão atinja valores críticos, que envolvem dureza, tensões de cisalhamento e módulo de elasticidade do material (JIANG; ARNELL, 2000). Desta forma, pode-se inferir que a pressão de contato entre a esfera e o filme/substrato foi grande o suficiente para provocar um desgaste mais agressivo na superfície mais rugosa (bruto/DLC).

#### 5.5.4 *Análise MEV e EDS*

As três amostras revestidas foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura. A figura 52 apresenta o MEV das calotas formadas nos acabamentos a) bruto/DLC com ampliação de 40 vezes b) polido/DLC com ampliação de 150 vezes c) retificado/DLC. com ampliação de 150 vezes. A análise pontual de EDS realizada no centro e na parte exterior das calotas traz confirmação dos principais elementos presentes nessas regiões.

Figura 52 – MEV/EDS das calotas a) bruto/DLC b) polido/DLC c)retificado/DLC



Fonte: Elaborado pela autora

A amostra bruto/DLC, que apresentou o maior coeficiente de desgaste específico, tem no centro da calota, a presença dos elementos Fe, V, Sr, Ti, Cr e C, evidenciando a exposição do substrato no centro da calota. Na parte externa à

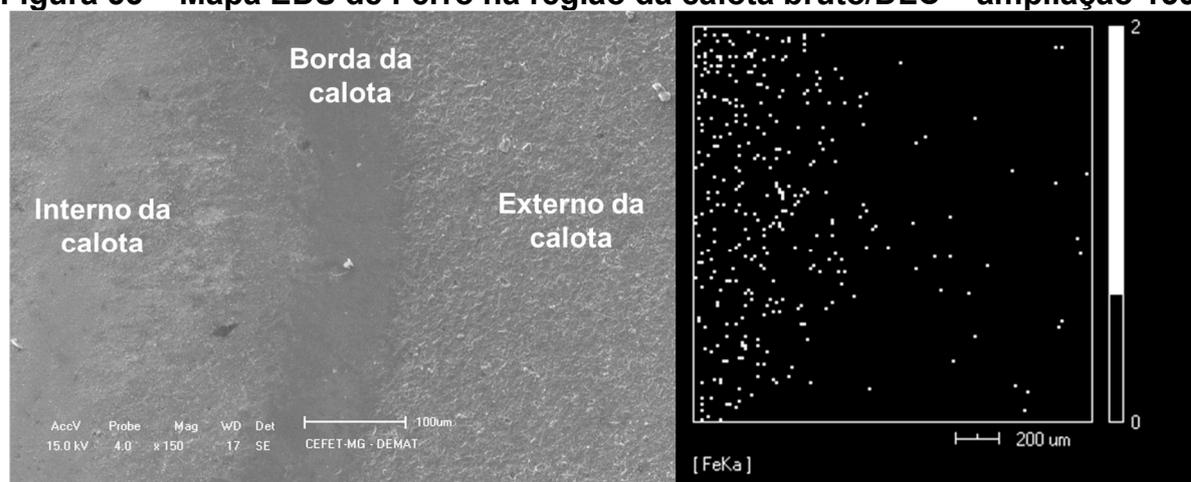
mesma, encontra-se somente a presença de Carbono, sendo, portanto, o filme DLC nesta região.

As amostras polido/DLC e retificado/DLC apresentaram apenas Carbono, tanto na região central da calota quanto na parte externa à mesma. Logo, o desgaste abrasivo provocado pelo teste não foi suficiente para atingir o substrato, o que justifica o baixo coeficiente de desgaste específico em relação à amostra bruto/DLC.

Contudo, para a superfície polido/DLC, uma análise EDS realizada na mancha encontrada ao lado da calota, evidencia que houve deslocamento localizado do filme e exposição do substrato. A fragilidade do filme nesta região pode ser relacionada a presença de descontinuidades em sua espessura, permitindo a propagação de trincas ou outros fatores indeterminados.

Para maior confirmação do resultado encontrado, foi realizada uma análise EDS em mapa para matriz de ferro na amostra bruto/DLC (Figura 53).

**Figura 53 – Mapa EDS de Ferro na região da calota bruto/DLC – ampliação 150x**



Fonte: Elaborado pela autora

A presença de Ferro na região analisada, concentra-se na parte interior da calota, dando base para concluir que o desgaste abrasivo foi suficiente para atingir o substrato.

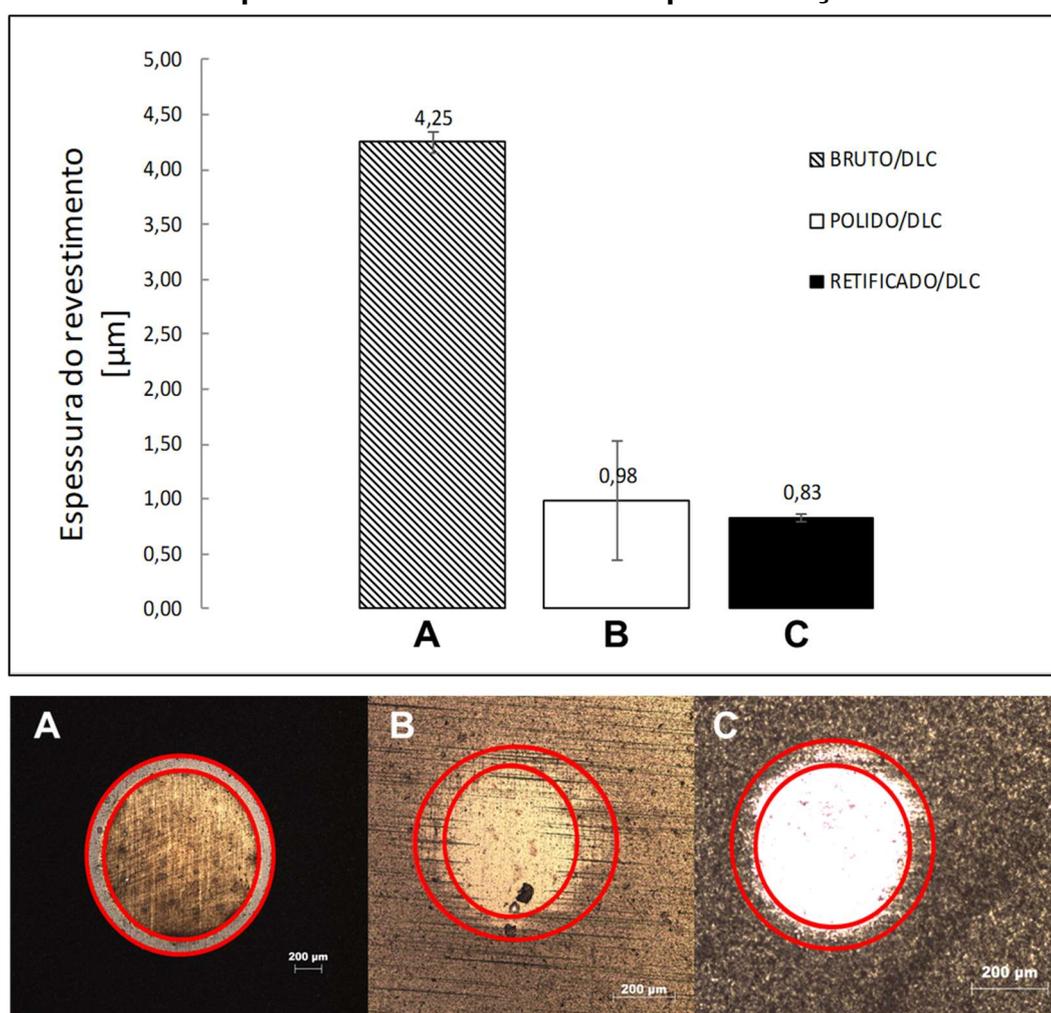
#### 5.5.5 Cálculo da espessura do revestimento

Um dos objetivos do ensaio caloteste é calcular a espessura do revestimento com base na equação (10). Para isto, faz-se necessária a medição dos diâmetros

internos e externos das calotas.

As amostras de acabamento polido/DLC (Figura 51c) e retificado/DLC (Figura 51d) não possuem calotas com bordas definidas, o que dificulta a medição dos diâmetros. Já a amostra de acabamento bruto revestida com DLC (Figura 51b) apresentou a calota com bordas externa e interna bem definidas, possibilitando calcular, com maior precisão, o volume desgastado na calota e ainda a espessura do filme. A medição do diâmetro interno e externo e os respectivos valores de espessura são mostrados no gráfico 5.

**Gráfico 5 – Espessura dos revestimentos pela medição das calotas**



Fonte: Elaborado pela autora

A espessura média do filme, encontrada para a amostra bruto/DLC foi de 4,25 $\mu\text{m}$ . Já para a amostra polido/DLC, obteve-se 0,98 $\mu\text{m}$  de espessura e finalmente, para a amostra retificado/DLC encontrou-se 0,83 $\mu\text{m}$ . Estes resultados são divergentes

entre si, e divergentes da espessura encontrada pela análise no MEV ( $2,10 \pm 0,44\mu\text{m}$ ) demonstrando a inviabilidade do método para medida de espessura do filme.

A medição do diâmetro das calotas irregulares, gera erros iminentes do processo, onde, não se pode afirmar, mesmo para a calota de borda regular, que a região de transição é correspondente ao degrau do filme. Isto porque as condições de rotação do caloteste, podem ter gerado deslocamentos excessivos do filme, e o que se enxerga como sendo a região de transição entre o filme e substrato, pode ser na verdade, parte do filme deslocado,

## 5.6 Atrito pelo ensaio pino sobre disco

O ensaio pino sobre disco foi realizado em duas etapas principais. A primeira consiste na comparação do desempenho das amostras com revestimento e sem revestimento. A segunda etapa consiste na comparação do desempenho das amostras revestidas nos três diferentes acabamentos bruto, polido e retificado.

### 5.6.1 Atrito com revestimento x sem revestimento

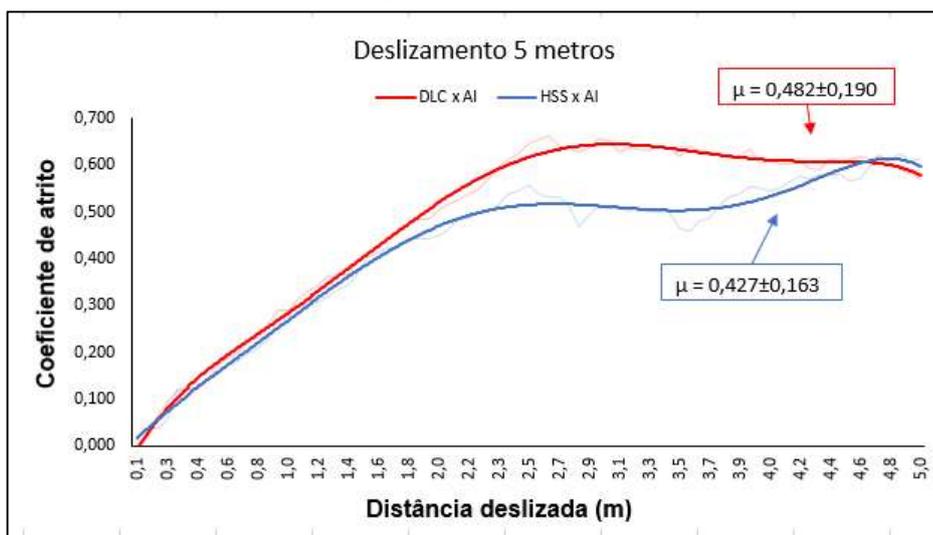
Este tópico faz a avaliação do comportamento tribológico do filme DLC em comparação ao aço AISI M2 não revestido. Os pares analisados são:

- **HSS x AI:** Pino de aço rápido AISI M2 não revestido deslizando contra placa de Al-Si;
- **DLC x AI:** Pino de aço rápido AISI M2 revestido com DLC deslizando contra placa de Al-Si.

O gráfico 6 apresenta os resultados de coeficiente de atrito em função da distância deslizada durante os primeiros cinco metros de deslizamento do ensaio de pino sobre disco para os pares tribológicos. Analisando-se os primeiros metros de deslizamento (Gráfico 6) verifica-se que há um aumento gradativo do coeficiente de atrito para ambos os pares analisados. Este aumento está relacionado à etapa conhecida como *running-in* (quebra dos picos mais acentuados e adequação entre as superfícies). Como o alumínio é um material dúctil, as partículas das asperezas se desprendem, entre as superfícies em contato, e passam a atuar como agentes abrasivos, acentuando o nível de desgaste.

Para pequenas distâncias de deslizamento, o aço AISI M2 apresentou maior resistência a atrito. O fato de o coeficiente de atrito do filme DLC ser inicialmente maior que ao do aço AISI M2 está ligado às tensões residuais inerentes do processo de deposição PVD do filme. Sabe-se que revestimentos duros PVD tem tensões residuais de compressão em torno de 0,5 a 1,5GPa. Este efeito ocorre durante o resfriamento do conjunto filme/substrato, que devido aos diferentes coeficientes de expansão térmica, cria-se uma tensão de compressão no revestimento. Essa tensão residual se soma à tensão exercida pela carga normal aplicada no ensaio, gerando inicialmente uma força de atrito elevada (HOLMBERG et al., 2006; MATTHEWS; LEYLAND, 1995; MATTOX, 1998 apud CÂMARA, 2014, p.63).

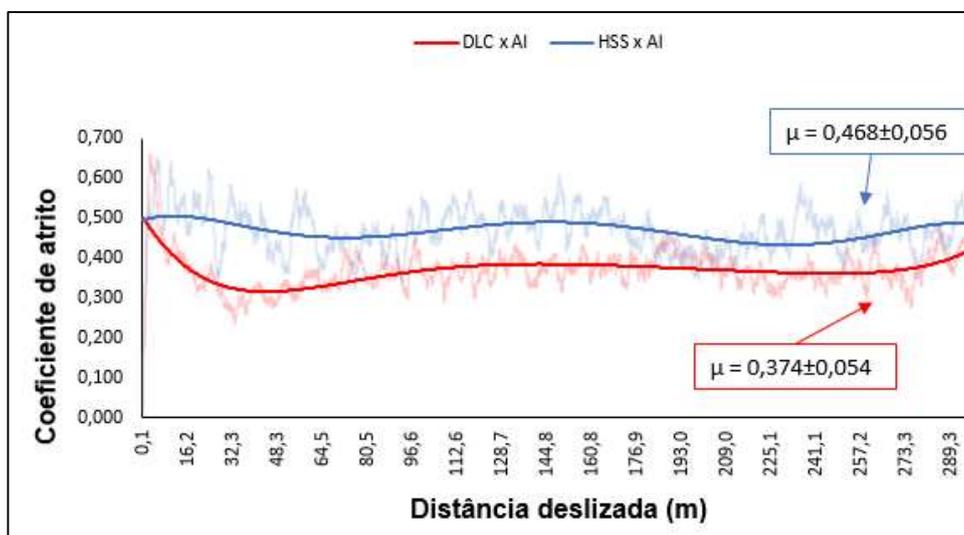
**Gráfico 6 – Coeficiente de atrito x distância deslizada dos pares: DLC x AI e HSS x AI – primeiros cinco metros**



Fonte: Elaborado pela autora

Avaliando-se os dois pares, para maiores distâncias de deslizamento (Gráfico 7), observa-se uma queda no coeficiente de atrito do par DLC x AI que se mantém em média mais baixa do que o par HSS x AI. Este fenômeno pode ser relacionado às ligações  $sp^2$  presentes no filme DLC, cuja estrutura lamelar de grafite atua como lubrificante sólido. O coeficiente de atrito médio para o par DLC x AI foi de  $0,374 \pm 0,054$  enquanto o par HSS x AI apresentou coeficiente de atrito de  $0,468 \pm 0,056$ . Portanto, pode-se afirmar que o filme DLC tem melhor desempenho tribológico quando comparado ao substrato sem revestimento, cumprindo assim, sua função de proteção ao desgaste adesivo no substrato.

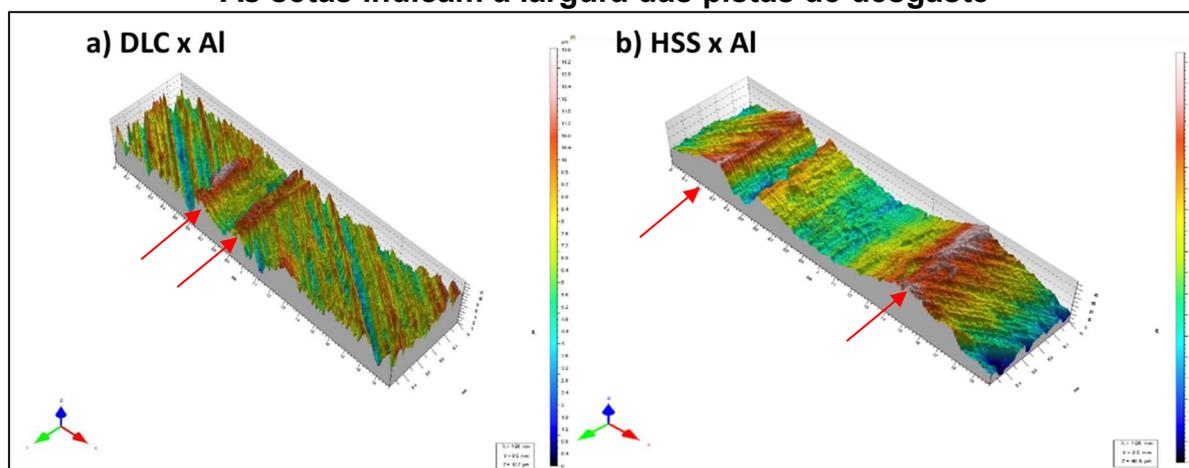
**Gráfico 7 – Coeficiente de atrito x distância deslizada dos pares: DLC x Al e HSS x Al**



Fonte: Elaborado pela autora

As pistas de desgaste foram analisadas por perfilometria 3D (Figura 54).

**Figura 54 – Perfilometria 3D das pistas de desgaste a) DLC x Al b) HSS x Al – As setas indicam a largura das pistas de desgaste**



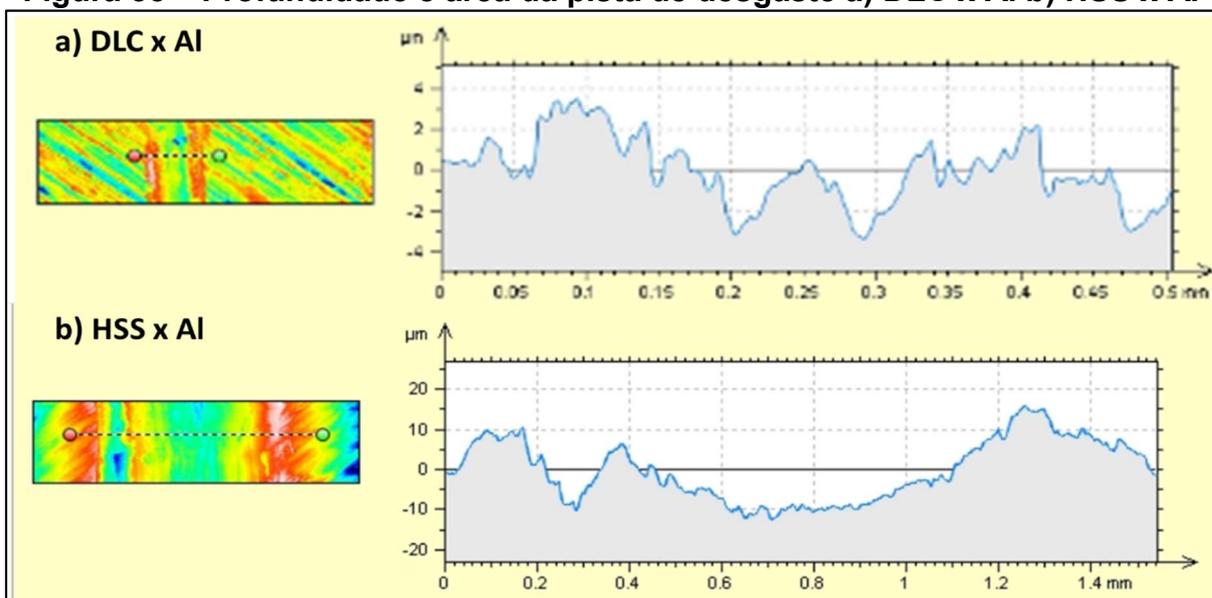
Fonte: Elaborado pela autora

Verifica-se que o desgaste mais intenso, em termos de profundidade e largura da pista, ocorreu no par HSS x Al. A liga de Al-Si por ser mais dúctil, sofreu arrancamento e deformação de material que foi acumulado nas regiões laterais da pista de desgaste. A figura 55 apresenta os gráficos gerados pela análise em perfilômetro. Verifica-se que a profundidade máxima da pista de desgaste do par DLC

x Al foi de  $3,89\mu\text{m}$  e uma área de profundidade de  $304\mu\text{m}^2$ . Já para o par HSS x Al, registrou-se  $18\mu\text{m}$  de profundidade e  $8439\mu\text{m}^2$  de área desgastada.

A alta profundidade e largura da pista de desgaste do par HSS x Al também está relacionada com o processo de desgaste abrasivo. É provável que as partículas de aço AISI M2 que se soltaram do pino, se deslizaram sobre a placa de alumínio, causando deformação plástica no alumínio que apresenta menor dureza e maior ductilidade em relação ao aço (BHUSHAN, 2013 apud CÂMARA, 2014).

**Figura 55 – Profundidade e área da pista de desgaste a) DLC x Al b) HSS x Al**



Fonte: Elaborado pela autora

Desta forma o filme DLC apresentou um comportamento tribológico satisfatório, com menor coeficiente de atrito médio e menor volume de material desgastado, atuando como um revestimento que dá proteção ao substrato.

### 5.6.2 Acabamentos bruto x polido x retificado

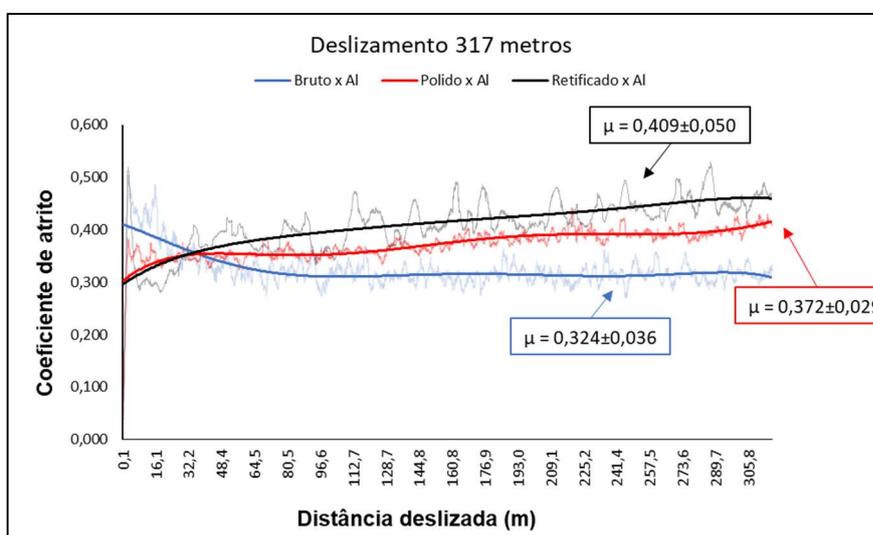
O gráfico 8 apresenta os resultados de coeficiente de atrito em função da distância deslizada durante o ensaio completo de pino sobre disco para os pares tribológicos;

- **Bruto x Al:** Pino de Al-Si deslizando contra placas de aço rápido AISI M2 bruto/DLC;

- **Polido x Al:** Pino de Al-Si deslizando contra placas de aço rápido AISI M2 polido/DLC;
- **Retificado x Al:** Pino de Al-Si deslizando contra placas de aço rápido AISI M2 bruto retificado/DLC.

Verifica-se que de modo geral, o par Bruto x Al obteve a maior resistência ao atrito, com coeficiente de atrito médio de  $0,324 \pm 0,036$ . O segundo mais resistente foi o par Polido x Al com coeficiente  $0,372 \pm 0,029$  e por último, o menor resistente, ou seja, que sofreu maior atrito foi o par Retificado x Al.

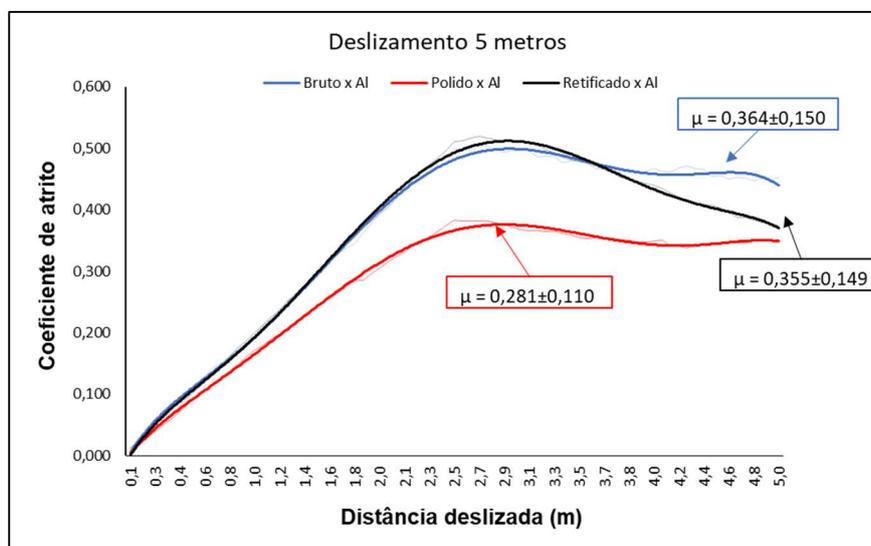
**Gráfico 8 – Coeficiente de atrito dos pares tribológicos: Pino Al-Si/AISI M2 bruto/DLC; Pino Al-Si/AISI M2 polido/DLC e Pino Al-Si/AISI M2 retificado/DLC**



Fonte: Elaborado pela autora

Uma análise mais detalhada do ensaio foi necessária para compreender os mecanismos envolvidos no processo de atrito desde o início do deslizamento até o final. O gráfico 9 apresenta o coeficiente de atrito x distância de deslizamento dos pares já mencionados: bruto x Al; polido x Al; retificado x Al, para um deslizamento inicial de cinco metros.

**Gráfico 9 – Coeficiente de atrito x distância deslizada: Pino Al-Si/AISI M2 bruto/DLC; Pino Al-Si/AISI M2 polido/DLC e Pino Al-Si/AISI M2 retificado/DLC – Deslizamento 5 metros**



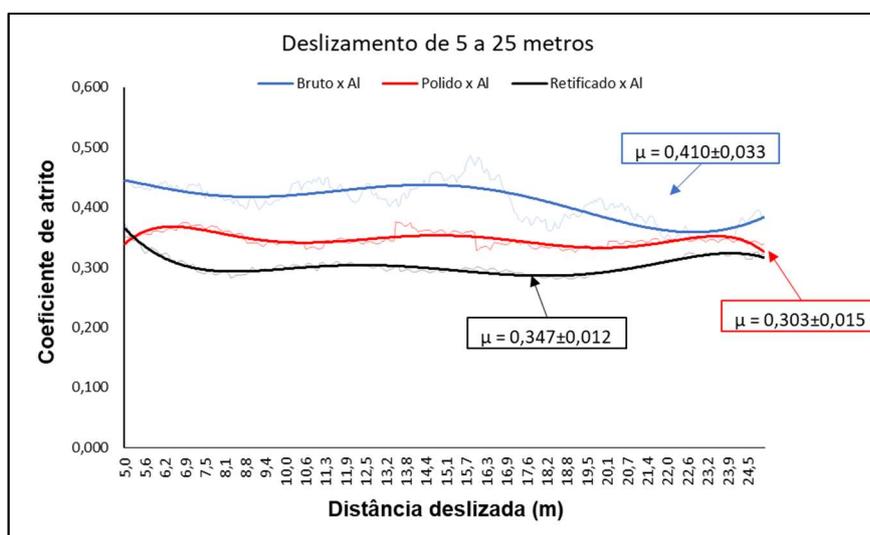
Fonte: Elaborado pela autora

Analisando-se os primeiros metros de deslizamento verifica-se que há um aumento gradativo do coeficiente de atrito, que assim como o ensaio anterior, relaciona-se à etapa de *running-in* (quebra dos picos mais acentuados e adequação entre as superfícies). Neste caso houve a quebra das asperezas do filme em conjunto com o desgaste do pino de alumínio. As partículas desprendidas passam a atuar como agentes abrasivos, acentuando o nível de desgaste inicial. Como o substrato bruto apresenta alta rugosidade, o comportamento do mesmo foi consistente com o esperado, apresentando maior coeficiente de atrito ( $0,364 \pm 0,150$ ) na fase inicial, devido a maior quantidade de asperezas presentes nesta amostra. O substrato retificado apresentou um coeficiente médio de  $0,355 \pm 0,149$ , caracterizando que também houve quebra de asperezas similarmente ao substrato bruto.

Nesta fase o substrato polido apresentou maior resistência ao atrito e, portanto, menor coeficiente de atrito médio ( $0,281 \pm 0,110$ ). Além disso, demonstrou-se mais estável na fase inicial com a rampa de aumento menos acentuada e com coeficiente de atrito máximo em torno de 0,350, enquanto os demais atingiram um coeficiente máximo em torno de 0,500. Este fato está relacionado com as tensões residuais presentes entre o filme e o substrato. O DLC em superfície rugosa apresenta maior tensão residual quando comparado em superfícies planas (XIAO et al, 2016).

Continuando a análise do coeficiente de atrito após os primeiros metros de deslizamento, observa-se que houve uma estabilização até cerca de 25 metros (Gráfico 10). Nesta etapa, verificou-se que o comportamento da amostra retificada melhorou com o aumento da distância, reduzindo o esforço para o deslizamento e conseqüentemente, apresentando o menor coeficiente de atrito médio. Esta etapa pode ser comparada aos resultados obtidos no ensaio Caloteste, que obteve comportamento similar. Pode-se inferir que nesta etapa, após a quebra das asperezas, as partículas que atuam abrasivos fazem o processo similar ao desgaste abrasivo do ensaio caloteste.

**Gráfico 10 – Coeficiente de atrito x distância deslizada: Pino Al-Si/AISI M2 bruto/DLC; Pino Al-Si/AISI M2 polido/DLC e Pino Al-Si/AISI M2 retificado/DLC – Deslizamento de 5 a 25 metros**



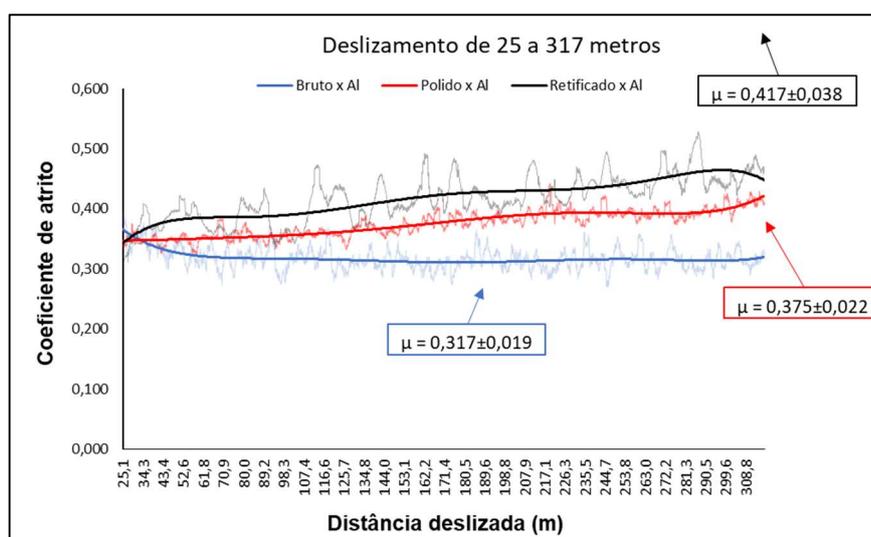
Fonte: Elaborado pela autora

Com o aumento da distância de deslizamento (de 25 até 317 metros) e conseqüentemente o tempo de contato entre as superfícies, o coeficiente de atrito tende a aumentar (Gráfico 11). Isso ocorre porque com a quebra das asperezas, aumenta-se a área de contato entre a superfície do pino e da placa, intensificando o mecanismo de desgaste adesivo na região. Desta forma, os pares; polido x Al e retificado x Al, por terem menor rugosidade, obtêm mais facilmente uma área de contato plana. Sendo assim, ambos apresentaram um crescimento do coeficiente de atrito, podendo-se inferir que o desgaste adesivo foi intensificado.

Esta hipótese é ratificada considerando a planicidade das pistas de desgaste apresentadas na figura 56.

O par retificado x Al, ao final do ensaio obteve o maior coeficiente de atrito médio de  $0,417 \pm 0,038$  e, portanto, a maior força de atrito atuante. Isto se deve ao fato de que, em longas distâncias de deslizamento, e com a atuação do desgaste adesivo, a adesão do filme ao substrato passa a ser um fator determinante para o desempenho tribológico, havendo possivelmente a ocorrência de deslocamentos pontuais, já que, este substrato obteve baixa adesão quando comparado aos substratos polido e bruto. Esta hipótese não foi confirmada na perfilometria da pista de deslizamento, já que a análise foi feita em uma região específica, não abrangendo toda a trilha.

**Gráfico 11 – Coeficiente de atrito x distância deslizada: Pino Al-Si/AISI M2 bruto/DLC; Pino Al-Si/AISI M2 polido/DLC e Pino Al-Si/AISI M2 retificado/DLC – Deslizamento de 25 a 317 metros**



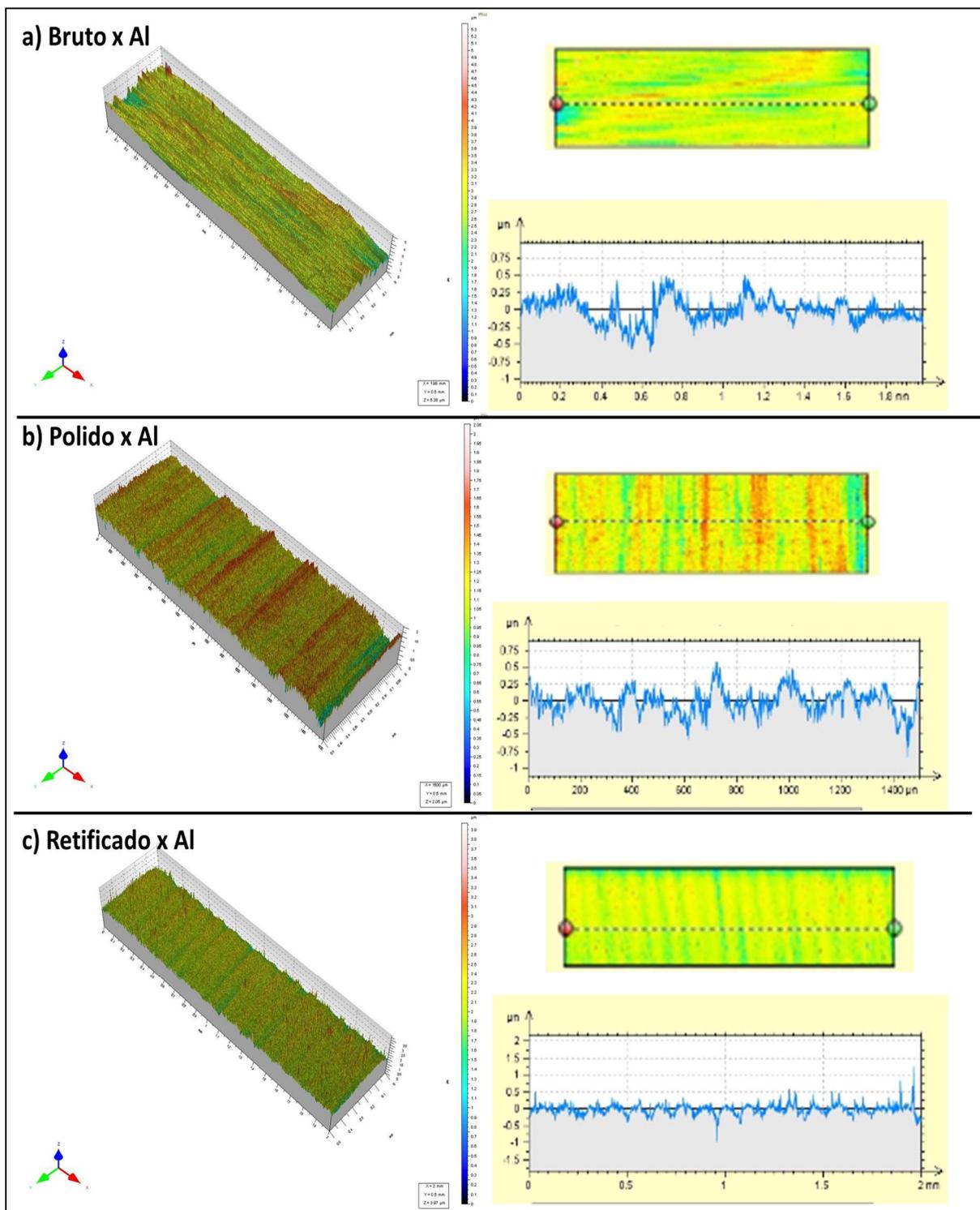
Fonte: Elaborado pela autora

A profundidade de desgaste, em todas as regiões das pistas, não foi superior a  $0,5\mu\text{m}$  na região analisada (Figura 56). Este fato confirma que não ocorreu quebra do filme de DLC que possui profundidade de cerca de  $2\mu\text{m}$ . O contato tribológico ocorreu exclusivamente sobre o filme e não é possível detectar se houve maior nível de desgaste entre os três substratos.

Como o pino em alumínio é um material com alta ductilidade, pode-se inferir que o maior nível de desgaste ocorreu na ponta esférica do pino. A massa dos pinos foi aferida antes e após os ensaios. Entretanto, a balança utilizada não foi precisa o

suficiente para detectar mudança significativa e permitir o cálculo da perda de massa decorrente do atrito.

**Figura 56 – Perfilometria 3D das pistas de desgaste a) Bruto x Al b) Polido x Al c) Retificado x Al**



Fonte: Elaborado pela autora

## 6 CONCLUSÕES

O filme DLC foi classificado com um filme tetraédrico não hidrogenado com base na espectroscopia Raman, que evidenciou o comprimento de onda do pico central em torno de  $1500\text{cm}^{-1}$ , característico deste tipo de filme.

A rugosidade do substrato não influencia na estrutura do DLC, em termos de ligações  $\text{sp}^2$  e  $\text{sp}^3$ , mas interfere na morfologia e no comportamento tribológico do revestimento.

A formação do filme DLC sobre o substrato seguiu a tendência da topografia depositada, desta forma, verificou-se que o filme DLC apresentou mais asperezas com o aumento da rugosidade do substrato.

No ensaio caloteste, verificou-se que quanto maior a rugosidade do substrato, menor a resistência ao desgaste do filme, pois, o substrato bruto ( $R_a 1,044\mu\text{m}$ ) apresentou maiores taxas de desgaste e coeficiente de desgaste específico. Este comportamento está coerente com a teoria do contato elástico de Hertz que relaciona o aumento da rugosidade com o acréscimo da pressão de contato entre as superfícies em atrito. Pressão de contato e desgaste são diretamente proporcionais.

A taxa de desgaste e coeficiente de desgaste específico para os substratos; polido ( $R_a 0,031\mu\text{m}$ ) e retificado ( $R_a 0,079\mu\text{m}$ ) não obtiveram valor proporcional à rugosidade, mas, como a diferença entre a rugosidade das amostras é pequena, não se pode afirmar que há uma mudança significativa ao ponto de distinguir o desgaste das duas condições.

Outro fator, relacionado a este resultado, é a imprecisão do método para medição do diâmetro das calotas. As bordas irregulares dificultam a delimitação do diâmetro das calotas durante a medição, e conseqüentemente, os valores de volume desgastado, coeficiente de desgaste específico e taxa de desgaste, calculados por meio das equações de Archard, apresentam desvio padrão elevado. Conclui-se que o substrato retificado apresentou a maior resistência ao desgaste abrasivo.

O filme obteve boa adesão para os substratos bruto e polido, mas, houve baixa adesão no substrato retificado, apresentando deslocamento. Com isso, conclui-se que a baixa adesão do filme ao substrato retificado não foi um fator determinante para influenciar o mecanismo de desgaste abrasivo no caloteste, já que, mesmo com baixa adesão, apresentou melhor desempenho no ensaio.

O mecanismo de desgaste detectado por microscopia óptica, no ensaio caloteste, foi a abrasão por riscamento. Outros mecanismos podem ter influenciado o comportamento das amostras durante o deslizamento, mas estes não foram detectados nas análises por microscopia óptica. Também não foi possível detectar outros mecanismos por meio da análise MEV, logo, são necessários estudos mais aprofundados das superfícies, outros métodos de análise das calotas e a realização de mais ensaios, a fim de se investigar quais os tipos de desgaste presentes e a relação dos mesmos com os parâmetros do teste.

A espessura do revestimento calculada com base no diâmetro das calotas obteve valores divergentes com a espessura encontrada por meio da visualização no MEV ( $2,1\mu\text{m}$ ). Para superfície bruto/DLC encontrou-se  $4,25\mu\text{m}$ , no que se pode inferir que houve arrancamento excessivo do material. As superfícies polido e retificado apresentaram  $0,98\mu\text{m}$  e  $0,83\mu\text{m}$  respectivamente. Para estas duas, por meio da análise o EDS, pode-se verificar que as calotas não atingiram o substrato de aço AISI M2. Desta forma, conclui-se que o método caloteste não é adequado para determinação da espessura do filme, pois o desgaste excessivo ou insuficiente da calota gera incoerência na determinação da espessura.

O comportamento tribológico do filme também foi avaliado por meio de ensaio pino sobre disco. Em relação ao aço AISI M2, o filme DLC apresentou maior coeficiente de atrito, na etapa inicial de deslizamento, devido à presença de tensões residuais inerentes ao processo de deposição e resfriamento. Após os primeiros metros, o filme se estabilizou e obteve menor coeficiente de atrito médio ( $0,374$ ).

O coeficiente encontrado não pode ser comparado aos valores de referência de ensaios convencionais de pino sobre disco pois o resultado é uma resposta ao sistema montado, que envolve tanto o desgaste do pino de DLC quanto o desgaste da placa de Al-Si.

A análise em perfilômetro permitiu a comparação das pistas na placa de Al-Si. É perceptível que o par DLC x Al obteve menor quantidade de material arrancado do que o par HSS x Al, justificando o menor coeficiente de atrito. Desta forma, o pino revestido com DLC apresentou melhor desempenho em relação ao pino de aço AISI M2.

Comparou-se o filme DLC em diferentes rugosidades. Na fase primária, de running-in, o substrato polido/DLC, obteve menor coeficiente de atrito médio, do que

os substratos bruto/DLC e retificado DLC. A maior rugosidade presentes nestes dois últimos, influenciou na força necessária para o arrancamento das asperezas.

Após os primeiros metros de deslizamento, na fase secundária, o substrato retificado/DLC passou a ter o menor coeficiente de atrito (0,347), logo, até este momento, assim como no caloteste, a baixa adesão do filme ao substrato não influenciou no desgaste do filme. Ainda na fase secundária, o maior coeficiente de atrito foi do substrato bruto/DLC, (0,410) concluindo que a rugosidade do substrato foi diretamente proporcional ao desgaste envolvido no ensaio pino sobre disco.

Na última etapa, o aumento da distância de deslizamento promoveu a quebra intensa das asperezas, deixando as superfícies mais planas, aumentando a área de contato contra o pino e conseqüentemente aumentando o coeficiente de atrito. Quanto mais plana a superfície, maior a intensificação do desgaste adesivo, O substrato retificado, portanto, que passou a ter o maior coeficiente de atrito (0,417), sofreu maior desgaste adesivo. A análise em perfilometria confirma esta hipótese, considerando que a topografia da pista de desgaste do substrato retificado é mais plana que as demais.

Pode-se concluir que a baixa adesão do filme ao substrato retificado foi fator de influência ao final do ensaio pino sobre disco, já que o mesmo apresentou o maior coeficiente de atrito médio (0,409), em segundo, o substrato polido (0,372) e por último o substrato bruto (0,324)

O ensaio de pino sobre disco proporcionou visualizar uma diferença no comportamento do filme com as diferentes condições de rugosidade do substrato. Contudo, os valores e relações encontradas, não podem ser diretamente relacionados a condições reais de deslizamento, como por exemplo, um processo de usinagem, pois a velocidade e a distância de deslizamento são baixas e não correspondem aos processos industriais que envolvem altas taxas de velocidade e avanço das ferramentas de corte. Por fim, este estudo serve como referência na previsão do comportamento do filme em testes de deslizamento contra uma liga hipoeutética de Al-Si, sendo estes dados de grande interesse na indústria automobilística, que utiliza ferramentas revestidas com DLC para usinagem de componentes de alumínio.

No ensaio pino sobre disco, não houve rompimento significativo do filme DLC, visto que, a profundidade máxima das pistas de desgaste ( $0,5\mu\text{m}$ ) não ultrapassou a espessura do filme ( $2,1\mu\text{m}$ ). Tanto no ensaio de desgaste abrasivo, quanto no ensaio de atrito, filme DLC apresentou maior resistência ao desgaste, quando comparado ao

substrato de aço AISI M2 sem revestimento, comprovando que este filme pode ser aplicável como proteção ao substrato diminuindo os danos causados pela abrasão a três corpos e atrito contra uma liga de Al-Si.

Com base em todas as análises não é possível determinar com certeza, qual acabamento obteve melhor comportamento tribológico pois em cada método analisado, obteve-se resultados diferentes. Considerando a adesão, o substrato polido apresentou melhor qualidade. Considerando o desgaste microabrasivo, o substrato polido apresentou melhor desempenho, com menores taxa e desgaste e coeficiente de desgaste específico. E por último, considerando o ensaio total de pino sobre disco, o substrato bruto obteve melhor resultado, com o menor coeficiente de atrito médio.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR ISO 4287**: Especificações geométricas do produto (GPS) - Rugosidade: Método do perfil -Termos, definições e parâmetros da rugosidade. Rio de Janeiro, 2002.

AMSONIC AquaLine / ModuLine. **Ultrasonic cleaning system**. Disponível em <[http://www.amsonic.com/en/Precision\\_Cleaning/Products/Ultrasonic\\_Water-based/Amsonic\\_AquaLine\\_\\_\\_ModuLine.html](http://www.amsonic.com/en/Precision_Cleaning/Products/Ultrasonic_Water-based/Amsonic_AquaLine___ModuLine.html)> Acesso em: 16 jun. 2017

ANTONIETTI, M.; MÜLLEN, K. Carbon: the sixth element. **Advanced Materials**, v. 22, p. 787, 2010.

ANTTILA, A. et al. Comparison of diamondlike coatings deposited with C+ and various hydrocarbon ion beams. **Appl. Phys. Lett.**, v.50, n. 3, p. 132-134, Jan. 1987.

AQUALINE: Ultrasonic precision cleaning systems. Disponível em <[http://www.amsonic.com/amsonic-amsonic/uploadfiles/EN\\_1001KA.pdf](http://www.amsonic.com/amsonic-amsonic/uploadfiles/EN_1001KA.pdf)> Acesso em: 15 jun. 2017

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS: **C1624-05**: standard test method for adhesion strength and mechanical failure modes of ceramic coatings by quantitative single point scratch testing. West Conshohocken, 2010. 29 p.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS: **STP640**: adhesion measurement of thin films, thick films, and bulk coating. Philadelphia: ASTM special technical publication, 1978. 406 p.

ASKELAND, D. R.; PHULÉ, P. P. **Ciência e engenharia dos materiais**. 4. ed. [SI]: Cengage Learning, 2008. 616p.

AWESOME allotropy. **Nature Materials**, v.9, p. 867-868, 2010.

AXET, M.R. et al. Coordination chemistry on carbon surfaces. **Coordination Chemistry Reviews**, v. 308, p. 236–345, 2016.

BALINIT hard carbon: usinagem altamente produtiva em metais não ferrosos Oerlikon Balzers, 2017. Disponível em: <<https://www.oerlikon.com/balzers/br/pt-br/portfolio/solucoes-de-superficie-balzers/revestimentos-a-base-de-pvd-e-pacvd/balinit/a-base-de-Carbono/balinit-hard-carbon-1/>>. Acesso em: 5 maio 2017.

BALZERS, Oerlikon. **Tecnologia hard carbon**. Apresentação comercial, Jundiaí, SP, 2017. 20 Slides; color.

BALZERS, Oerlikon. **Tribological characterization for antifriction coatings: sliding wear test**. Disponível em <<https://www.oerlikon.com/balzers/br/pt-br/portfolio/solucoes-de-superficie-balzers/revestimentos-a-base-de-pvd-e-pacvd/balinit/a-base-de-Carbono/balinit-c-1/>> Acesso em: 5 maio 2017.

BECKERT, Suelí Fischer. **Primeiro programa de comparação interlaboratorial de medição de rugosidade**. Universidade Federal de Santa Catarina. Joinville, 2014.

BELOV, Nikolay A.; ESKIN, Dmitry G.; AKSENOV, Andrey A. **Multicomponent phase diagrams**: applications for commercial aluminum alloys. Elsevier, 2005. 424p.

BHOWMICK, S.; BANERJI, A.; ALPAS, A.T. Tribological behavior of Al–6.5%, –12%, –18.5% Si alloys during machining using CVD diamond and DLC coated tools. **Surface & Coatings Technology**, v.284, p. 353–364, 2015.

BHOWMICK, S. et al. High temperature tribological behavior of tetrahedral amorphous carbon (ta-C) and fluorinated ta-C coatings against aluminum alloys. **Surface & Coatings Technology**, v.284, p. 14-25, 2015.

BHOWMICK, S. et al. Role of an oxygen atmosphere in high temperature sliding behaviour of W containing diamond-like carbon (W-DLC). **Surface & Coatings Technology**, v. xx, p.xx, 2017. Disponível em <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897217309374?via%3Dihub>> Acesso em 10 jun. 2017.

BOBZIN, K. High-performance coatings for cutting tools. **CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology**, v. 18, p. 1-9, 2017.

BREIDENSTEIN, B.; DENKENA, B. Significance of residual stress in PVD-coated carbide cutting tools. **CIRP Annals**, v. 62, n.1, p. 67-70, 2013.

BLEYKHER, G.A. et al. Energy and substance transfer in magnetron sputtering systems with liquid-phase target. **Vacuum**, v. 124, p. 11-17, 2016.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Materials science and engineering**: an introduction. 9. ed. Hoboken: John Wiley & Sons, Inc., 2014. 990p.

CÂMARA, M. A. **Influência do efeito escala sobre a operação de microfresamento**. 2014. 191f. Tese (Doutorado) - Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte. 2014.

CAMERINI, R. V. et al. Ball cratering test on ductile materials. **Wear**, v. 271, p. 770-774, 2011.

CAPOTE, G. et al. Improvement of the properties and the adherence of DLC coatings deposited using a modified pulsed-DC PECVD technique and an additional cathode. **Surface & Coatings Technology**, v. 308, p. 70-79, 2016.

CHIAVERINI, V. **Aços e ferros fundidos**. 7 ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - ABM, 1996. 599p.

COELHO, R. S. et al. Friction-stir dissimilar welding of aluminum to high strength steels: Mechanical properties and their relation to microstructure. **Materials Science and Engineering A**, v. 556, p. 175-183, 2012.

COZZA, R. C. **Estudo do desgaste e atrito em ensaios micro-abrasivos por esfera rotativa fixa em condições de força normal constante e pressão constante**. 2011. 290f. Tese (Doutorado) – Engenharia Mecânica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2011.

COZZA, R. C. A study on friction coefficient and wear coefficient of coated systems submitted to micro-scale abrasion tests. **Surface & Coatings Technology**, v. 215, p. 224–233, 2013a.

COZZA, R. C. Análise sobre a reprodutibilidade de resultados e fragmentação de partículas abrasivas em ensaios “ball-cratering”. **Tecnol. Metal. Mater. Miner.**, São Paulo, v. 10, n. 2, p. 103-111, 2013b.

CZYZNIEWSKI, A. Optimising deposition parameters of W-DLC coatings for tool materials of high speed steel and cemented carbide. **Vacuum**, v. 86, p. 2140- 2147, 2012.

DAI G. et al. Quantitative analysis of nano-wear on DLC coatings by AFM. **CIRP Annals - Manufacturing Technology**, v. 62, p. 543–546, 2013.

DECHANDT, S. T. **Características de filmes duros de Carbono amorfo DLC depositados em polietileno de peso molecular ultra alto empregado em próteses ortopédicas**. 2005. 100f. Dissertação (Mestrado) – Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2005.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. **Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras**. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007. 60p.

DENKENA, B. et al. Influence of shot peening and laser ablation on residual stress state and phase composition of cemented carbide cutting inserts. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 36, p. 85-89, 2013.

DESGASTE e tribologia. Oerlikon Balzers. Disponível em <<https://www.oerlikon.com/balzers/br/pt-br/portfolio/tecnologias-de-superfície/desgaste-e-tribologia/>> Acesso em: 13 jun. 2017.

EGERTON, R.F. **Physical principles of electron microscopy: an introduction to TEM, SEM, and AEM**. 2. Ed. Edmonton: Springer, 2016.

EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION. **DD ENV 1071-6: determination of the abrasion resistance of coatings by a micro-abrasion wear test**. Brussels: DIN, 2001.

FALCÃO, E. H. L.; WUDL, F. Carbon allotropes: beyond graphite and diamond. **Journal of Chemical Technology and Biotechnology**, v.82, p. 524–531, 2007.

GEERS, C.; GALETZ, M.; SCHÜTZE, M. Investigation of the effect of the alloy 600 substrate for the stability of a Ni<sub>3</sub>Sn<sub>2</sub> coating for metal dusting protection at 620 °C. **Surface and Coatings Technology**, v. 215, p. 2-6, 2013.

GRAPHITE. **Britannica Academic, Encyclopedia Britannica**, 2008. Disponível em: <<https://academic-eb-britannica.ez107.periodicos.capes.gov.br/levels/collegiate/article/graphite/37755>>. Acesso em: 12 jun. 2017.

HARRASSER, N. et al. Antibacterial potency of different deposition methods of silver and copper containing diamond-like carbon coated polyethylene. **Biomater. Res.**, v. 20, n. 17, 2016.

HEINKE, W. et al. Evaluation of PVD nitride coatings, using impact, scratch and Rockwell-C adhesion tests. **Thin Solid Films**, v. 270, p. 431-438, 1995.

HINÜBER, C. et al. Biocompatibility and mechanical properties of diamond-like coatings on cobalt-chromium-molybdenum steel and titanium-aluminum-vanadium biomedical alloys. **J. Biomed. Mater. Res. A.**, v. 95, n.2, p. 388-400, 2010.

HIRSCH, A. The era of carbon allotropes. **Nature Materials**, v. 9, p. 868-871, 2010.

HUTCHINGS, Ian. **Tribology: friction and wear of engineering materials**. Florida: CRC Press, 1992. 273p.

INTERNACIONAL STANDARD: ISO 6508-1:2016. **Metallic materials – Rockwell hardness test – part 1: test method**. 4 ed.

JAKUBÉCZYOVÁ, D.; KOČÍK, M.; HVIZDOŠ, P. Multicomponent thin films deposited by PVD ARC and LARC technology. **Materials Science (Medžiagotyra)**, v. 20, n. 1, p. 36-41, 2014.

JIANG, J.; ARNELL R.D. The effect of substrate surface roughness on the wear of DLC coatings. **Wear**, v. 239, p. 1-9, 2000.

JUKNIUS, T. et al. Antimicrobial properties of diamond-like carbon/silver nanocomposite thin films deposited on textiles: towards smart bandages. **Materials**, v. 9, n.5, p. 371, 2016.

JULIEN, C; MASSOT, M; RANGE, S; LEMAL, M; GUYOMARD, D. Study of structural defects in MnO<sub>2</sub> by Raman spectroscopy. **J. Raman Spectrosc**, v. 33, p. 223 – 228, 2002.

KHAMNUALTHONGA, N; SIANGCHAEWB, K; LIMSUWANA, P. Thermal Stability Evaluation of Diamond-like Carbon for magnetic recording head application using Raman spectroscopy. **Procedia Engineering**, v.32, p.888 – 894, 2012.

KING, R. J. Minerals explained: graphite. **Geology Today**, v. 22, n. 2, p. 73-77, 2006.

MARTINS, P. S. **Estudo da furação em altas velocidades de corte em ligas de Al-Si utilizando brocas de aço rápido e metal duro sem e com revestimento de DLC (Diamond like carbon)**. 2016. 209f. Tese (Doutorado) - Engenharia Mecânica, Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte. 2016.

MIKI, Y. et al. Residual stress measurement in DLC films deposited by PBIID method using Raman microprobe spectroscopy. **Surface and Coatings Technology**, v. 283, p. 274-280, 2015.

MITTAL, K. L. Adhesion measurement: recent progress, unsolved problems, and prospects. In: **Adhesion measurement of thin films, thick films, and bulk coatings**, ASTM STP 640 Ed. Philadelphia: American Society for Testing and Materials, 1978, pp. 5-17

MOHAMMADZADEH, R.; AKBARI, A.; DROUET, M. Microstructure and wear properties of AISI M2 tool steel on RF plasma nitriding at different N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub> gas compositions. **Surface & Coatings Technology**, v. 258, p. 566–573, 2014.

PERIODIC table of the elements: carbon. **Columbia Electronic Encyclopedia**, 6<sup>th</sup>, 1, Mar. 2017. ISSN: 9780787650155.

PÍSAŘÍK, P. et al. Antibacterial, mechanical and surface properties of Ag-DLC films prepared by dual PLD for medical applications. **Materials Science and Engineering C**, v. 77, p. 955-962, 2017.

PORRO; S. et al. Memristive devices based on graphene oxide. **Carbon**, v. 85, p. 383 - 396, 2015.

PROCESSO de produção. Oerlikon Balzers. Disponível em <<https://www.oerlikon.com/balzers/br/pt-br/portfolio/servicos-de-revestimento/processo-de-produção/>> Acesso em: 13 jun. 2017

ROBERTSON, J. Diamond-like amorphous carbon. **Materials Science and Engineering**, v. 37, p. 129-281, 2002.

ROBERTSON, S. N. et al. Investigation of the antimicrobial properties of modified multilayer diamond-like carbon coatings on 316 stainless steel. **Surface & Coatings Technology**, v. 314, p.72–78, 2017.

RODRIGUES, Marcelo Colnaghi. **Caracterização mecânica e metalúrgica das ligas hipoeutéticas de Al-Si utilizadas no processo de fundição da placa reforçadora de solo**. 2016. 80f. Dissertação (Mestrado) – Engenharia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2016.

RONKAINEN, H. et al. Tribological characterization of hard carbon films produced by the pulsed vacuum arc discharge method. **Diamond and Related Materials**, v. 1, n. 5-6, p. 639-643, 1992.

ROSA, S. N. et al. Analysis of the life of cemented carbide drills with modified surfaces. **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 71, n. 9-12, p. 2125-2136, 2014.

SANTOS Jr. M. C. et al. Machining of aluminum alloys: a review. **Int. J. Adv. Manuf. Technol.**, v. 86, p. 3067–3080, 2016.

SILVA, André Luiz da Costa e; MEI, Paulo Roberto. **Aços e ligas especiais**. 2. ed. Sumaré: Eletrometal S.A – Metais Especiais, 1988. 512p.

SILVA, P. C. S. **Estudo da formação de interface para obtenção de filmes de DLC altamente aderentes sobre aço**. 2014. 100f. Dissertação (Mestrado) Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – INPE, São José dos Campos. 2014.

SILVA, W.M. et al. Performance of carbide tools coated with DLC in the drilling of SAE 323 aluminum alloy. **Surface & Coatings Technology**, v. 284, p. 404–409, 2015)

SILVA, W. M.; SOUZA, P. S.; CARNEIRO, J. R. Methods of data analysis for the ball cratering test on TiN and DLC coated steel. **Materials Research**, v. 19, n. 1, p. 9-17, 2016.

SKORDARIS, G. et al. Effect of PVD film's residual stresses on their mechanical properties, brittleness, adhesion and cutting performance of coated tools. **CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology**, v.18, p. 145-151, 2017.

SOROKA, O. B.; KLYMENKO, S. A.; KOPEIKINA, M. Y. Evaluation of residual stresses in PVD-coatings. Part 2. **Strength of Materials**, v. 42, n. 4, p. 450 -459, 2010

SOUZA FILHO, A. G.; FAGAN; S. B. Funcionalização de nanotubos de Carbono. **Quim. Nova**, v. 30, n. 7, p. 1695-1703, 2007.

SOUZA, P.S. **Caracterização das propriedades mecânicas de revestimento de Carbono tipo diamante em ferramenta de furação**. 2014. 103f. Dissertação (Mestrado) - Engenharia Mecânica, Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, Belo Horizonte. 2014.

SPUTTERING. Oerlikon Balzers. Disponível em <<https://www.oerlikon.com/balzers/br/pt-br/portfolio/tecnologias-de-superficie/processos-a-base-de-pvd/sputtering-1/>> Acesso em: 13 jun. 2017.

THORWARTH, G. et al. Tribological behavior of DLC-coated articulating joint implants. **Acta. Biomater.**, v. 6, n. 6, p. 2335-2341, 2010.

THORWARTH, K. et al. On interlayer stability and high-cycle simulator performance of diamond-like carbon layers for articulating joint replacements. **Int. J. Mol. Sci.**, v. 15, n. 6, p.10527-10540, 2014.

TOTTEN, G. E.; MACKENZIE, D. Scott. **Handbook of Aluminum**: v. 1 - Physical metallurgy and processes. New York: CRC Press, 2003.

VEINTHAL, R. et al. Coatings and surface engineering. Industry oriented research. **Estonian Journal of Engineering**, v.18, n. 3, p. 176-184, 2012.

VEREIN DEUTSCHER INGENIEURE. **VDI 3824 Part 4**: quality assurance of PVD and CVD hard coating inspection planning of hard coatings. Düsseldorf: VDI, 2001

VETTER, J. 60 years of DLC coatings: historical highlights and technical review of cathodic arc processes to synthesize various DLC types, and their evolution for industrial applications. **Surface & Coatings Technology**, v. 257, p. 213-240, 2014.

VIDAKIS, N.; ANTONIADIS, A.; BILALIS, N. The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds. **Journal of Materials Processing Technology**, v.143–144, p. 481-485, 2003.

VILLARES metals. **Aços Rápidos – VWM2**. São Paulo, 2003. Catálogo. Disponível em: <<http://www.villaresmetals.com.br/villares/pt/Produtos/Acos-Rapidos/VWM2>>. Acesso em 06 nov. 2017.

XIAO, Yangyi, et al. Residual stress and its effect on failure in a DLC coating on a steel substrate with rough surfaces. **Diamond & Related Materials**, v.66, p. 23–35, 2016.

ZHANG, T.F. et al. Wear and corrosion properties of diamond like carbon (DLC) coating on stainless steel, CoCrMo and Ti6Al4V substrates. **Surface & Coatings Technology**, v. 273, p. 12–19, 2015.

ZHOU, X. F. et al. Morphology and microstructure of M<sub>2</sub>C carbide formed at different cooling rates in AISI M2 high speed steel. **J. Mater. Sci.**, v.46, p.1196–1202, 2011.