

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DE MINAS GERAIS
Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica

Poliana Santos Souza

**CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE REVESTIMENTO
DE CARBONO TIPO DIAMANTE EM FERRAMENTA DE FURAÇÃO**

Belo Horizonte
2014

Poliana Santos Souza

**CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE REVESTIMENTO
DE CARBONO TIPO DIAMANTE EM FERRAMENTA DE FURAÇÃO**

Dissertação apresentada ao Programa Pós-graduação em Engenharia Mecânica da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do título em Mestre em Engenharia Mecânica.

Orientador: William de Melo Silva

Belo Horizonte
2014

FICHA CATALOGRÁFICA

Elaborada pela Biblioteca da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais

S729c Souza, Poliana Santos
Caracterização das propriedades mecânicas de revestimento de carbono tipo diamante em ferramenta de furação / Poliana Santos Souza. Belo Horizonte, 2014.
104 f. : il.

Orientador: William de Melo Silva
Dissertação (Mestrado) - Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica

1. Brocas (Ferramenta) - Avaliação. 2. Revestimentos. 3. Usinagem. 4. Ferramentas. 5. Metais - Propriedades mecânicas. 6. Microscopia eletrônica de varredura. 7. Resistência de materiais. I. Silva, William de Melo. II. Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. III. Título.

SIB PUC MINAS

CDU: 621.914.2

Poliana Santos Souza

**CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DE REVESTIMENTO
DE CARBONO TIPO DIAMANTE EM FERRAMENTA DE FURAÇÃO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica da Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais, como requisito parcial para obtenção do título em Mestre em Engenharia Mecânica.

William de Melo Silva (Orientador) – PUC Minas

José Rubens Gonçalves Carneiro (Co-orientador) – PUC Minas

Pedro Américo Almeida Magalhães Júnior – PUC Minas

Sara Silva Ferreira de Dafé - UFMG

Belo Horizonte, 27 de Fevereiro de 2014.

*Aos meus pais, que através de mim refletem as
oportunidades de estudo que a vida não
permitiu que tivessem.*

AGRADECIMENTOS

Obrigada meu Deus pela força e coragem de cada dia de dedicação para a conclusão deste trabalho. Nos momentos de dúvida e desincentivo foi em ti que busquei a certeza de seguir o caminho e fechar mais um ciclo de crescimento em minha vida. Agradeço as pessoas que eu busquei e de forma muito gentil me ajudaram em cada ensaio realizado neste trabalho.

De uma forma muito carinhosa, agradeço a empresa Fiat Automovés S/A, na pessoa de seus funcionários e amigos que lá fiz, em especial Leonardo Dutra e Ricardo Silva que muito me ajudaram na preparação e execução de alguns ensaios.

Agradeço à Ferramentas Nipotec pelo fornecimento das brocas que foram utilizadas no trabalho e a empresa CVD Vale pela deposição do revestimento nas mesmas.

Agradeço a Luciana Seara do Centro de Microscopia da UFMG pela gentileza e disponibilidade.

Agradeço a orientação e incentivo no desenvolvimento do trabalho do professor William de Melo.

Agradeço a orientação, disponibilidade e conselhos do professor José Rubens.

Agradeço a família e amigos pelo apoio e principalmente ao Adriano pelo amor e conforto nos momentos difíceis.

Agradeço a todos que, de alguma forma, contribuíram.

O verdadeiro amor permite que cada um siga seu próprio caminho, sabendo que isso jamais afastará as partes.

Paulo Coelho "Brida".

RESUMO

Foi realizado neste trabalho um estudo experimental sobre as propriedades mecânicas e aderência dos revestimentos de carbono tipo diamante. Para isso, foram analisadas amostras revestidas sobre substratos metálicos, mais especificamente sobre o aço rápido e metal duro. Um diferencial deste trabalho foi que as caracterizações dos filmes foram feitas sobre substratos especiais, ou seja, as próprias ferramentas utilizadas em sistemas de usinagem por furação. Dessa forma, foram realizadas as deposições, através da técnica de deposição química a vapor assistido por plasma, sobre as ferramentas de furação. Na sequência, foram efetuados: imagens de espessura dos filmes por microscopia eletrônica de varredura e análise visual da aderência sobre a geometria complexa da ferramenta; as imagens topográficas da intercamada de silício em escalas micrométricas e a rugosidade do revestimento, por microscopia de força atômica; a caracterização atômica estrutural dos filmes, por espectroscopia de retroespalhamento Raman; os ensaios de nanodureza do revestimento; medidas comparativas de taxa de desgaste abrasivo do substrato e revestimento; a dureza do substrato e teste de aderência do filme em um durômetro Rockwell e a cristalinidade dos substratos por difração de raios-X. Como resultados, verificou-se que os revestimentos possuem elevada dureza comparados ao substrato correspondendo a aproximadamente 5 vezes a dureza do aço rápido (~7,6 GPa) e 2 vezes a dureza do metal duro (~13,4 GPa), aumentando assim a capacidade de carga da superfície de ambos os materiais, variação da qualidade de adesão principalmente na quina das ferramentas e uma diminuição significativa no coeficiente de atrito, além de um aumento na resistência ao desgaste da superfície do substrato.

Palavras-chave: Ferramentas, Furação, Revestimento, Propriedades Mecânicas, Carbono tipo Diamante, Aço Rápido e Metal Duro.

ABSTRACT

An experimental study on the mechanical properties and adhesion of diamond-like carbon coatings was carried out in this work. For this, samples coated on metal substrates, more specifically on the high speed steel and cemented carbide were analyzed. A distinguishing aspect of this study was that the films characterizations were made on special substrates, e. g., their own tools used in machining systems for drilling. Thus, the depositions were performed by the technique of plasma assisted by chemical vapor deposition on the drilling tools. In sequence, were made: thickness micrographies of the films by scanning electron microscopy and visual analysis of grip on the complex geometry of the tool; topographical images of the silicon interlayer in micrometer scales and roughness of the coating by microscopy atomic force; atomic structural characterization of the films by Raman backscattering; tests of coating hardness on nanometer scales; comparative measurements of abrasive wear rate of the substrate and coating; hardness of the substrate and the film adhesion test on a Rockwell hardness tester and crystallinity substrates by X-ray diffraction. As a result, it was found that the coatings have high hardness compared to the substrate corresponding to approximately 5 times the hardness of high speed steel (~7.6 GPa) and 2 times the hardness of cemented carbide (~13.4 GPa), thereby increasing the load capacity of the surface of both materials, variation in the quality of adhesion especially in machine tools and a significant decrease in friction coefficient, and an increase in wear resistance of the surface of the substrate.

Keywords: Tools, Drilling, Coating, Mechanical Properties, Diamond-like Carbon, High Strength Steel and Carbide.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Diferentes tipos de brocas utilizadas na indústria e os principais parâmetros de uma broca helicoidal. Brocas para furar: 1 madeira sendo de três pontas. 2 metal sendo helicoidal de aço rápido. 3 cimento e outros produtos cerâmicos sendo de metal duro. 4 vidros, semelhante a uma fresa.....	28
Figura 2 Material aderido em processo de furação de uma liga de alumínio.	29
Figura 3 Tipos de desgaste em brocas helicoidais.....	31
Figura 4 Tipos diferentes de Revestimentos.	34
Figura 5 Valores típicos de espessura de revestimentos e temperatura de processos de métodos de revestimentos.	36
Figura 6 Esquema ilustrativo do processo de deposição física por Sputtering.	37
Figura 7 Representação esquemática das etapas envolvidas no processo CVD.	37
Figura 8 Estrutura cristalina do carbono amorfo.....	40
Figura 9 Estrutura cristalina. A) Diamante. B) Grafite.	41
Figura 10 Diagrama de fase ternário do carbono amorfo.....	41
Figura 11 Fenômeno de Difração de Raios-X (Lei de Bragg).	43
Figura 12 Espectroscopia Raman do Diamante.....	44
Figura 13 Espectroscopia Raman: CN1 – aço; CN2 aço/carbonitretado; CNCE-equilibrado e o aço/DLC.....	45
Figura 14 Topografia feita por MEV. A) Diamante; B) DLC hidrogenado.	46
Figura 15 Picos de pressão devido à variação de rugosidade.	47
Figura 16 Representação da linha média calculada pelo método M.	48
Figura 17 Representação do calculo da rugosidade média “Ra”.....	48
Figura 18 Teste de indentação Rockwell C sobre a haste cilíndrica da broca de HSS revestida com TiN/TiAlN. Desplacamento acentuado na segunda indentação.	49
Figura 19 Profundidade de indentação, força aplicada, força de fricção e coeficiente de fricção durante o teste de riscamento em aço 6150 revestido com DLC.	50
Figura 20 Delaminação do filme de DLC em substrato metálico de implantes de aplicação biomédica. a) Imagem por micrografia. b) Imagem tridimensional com leituras de profundidade, pela técnica de perfilometria.	51
Figura 21 Diagrama de modos de falha relacionados a diferenças de dureza.....	52
Figura 22 A) Formação de borda. B) Retração.	55

Figura 23 A) Indentação cônica e os parâmetros do ensaio. B) Curva típica de força em função do deslocamento do ensaio instrumentado de dureza, sendo h_m = deslocamento máximo no carregamento e h_f = deslocamento permanente.	56
Figura 24 Princípio do teste, e detalhe da partícula abrasiva rolando entre a esfera e a amostra.	58
Figura 25 Geometria das calotas sem e com revestimento seus respectivos parâmetros, sendo b = diâmetro externo; a =diâmetro interno; h =profundidade e t =espessura do revestimento.	59
Figura 26 Taxas de desgaste abrasivo de filmes de diamante CVD, filmes de carbono amorfo (a-C:H) e metais recobertos com filme de carbono (me-C:H).	60
Figura 27 Fluxograma do desenvolvimento da metodologia do trabalho.	61
Figura 28 Desenho técnico da ferramenta de furação com as dimensões da broca.	62
Figura 29 Brocas de metal duro. A) Sem revestimento. B) Revestida DLC.	63
Figura 30 Corte em seção transversal para análise da interface substrato/DLC no MEV e AFM. * Espessura do revestimento fora de escala.	64
Figura 31 A) Broca cortado transversalmente na região inferior do mandril. B) Amostra embutida e polida para análise transversal do revestimento.	65
Figura 32 Geometria da amostra para análise no AFM e durômetro. * Espessura do revestimento fora de escala.	66
Figura 33 Amostras após preparação com corte longitudinal e indicação do posicionamento do indentador.	66
Figura 34 Picos característicos de materiais a base de carbono.	68
Figura 35 Topo do semicírculo. Região onde foi posicionada a ponta do indentador.	70
Figura 36 Ensaio de micro indentação Rockwell C (<i>Ensaio Mercedes</i>).	71
Figura 37 Formato geométrico dos volumes desgastados decorrentes do formato da superfície em análise.	72
Figura 38 Formato tridimensional e volume do parabolóide.	72
Figura 39 Subdivisão dos volumes gerados no desgaste.	73
Figura 40 Brocas de HSS e metal duro revestida com DLC. Destaque para as arestas cortantes e canal interno com deslocamento adesivo do revestimento.	75
Figura 41 Regiões do gume e do flanco sem indícios de deslocamento em broca nova de aço rápido.	76
Figura 42 Imagem por MEV região entre a guia e o canal da broca de metal duro. .	77

Figura 43 Região 01 (figura 42). O filme segue o perfil da superfície da broca.....	77
Figura 44 Região 02 (figura 42). Imagem referente ao encontro de faces.	78
Figura 45 Região de quina da ferramenta. Deslocamento do filme.....	78
Figura 46 Interface entre a resina/revestimento/substrato através do MEV.....	79
Figura 47 Medidas da espessura do revestimento com um aumento de 15000X.	80
Figura 48 Topografia da interface HSS/Si/DLC. Valores aproximados de espessuras de camadas de Si (1,8 μm) e DLC (1,0 μm).....	81
Figura 49 Topografia da região de interface entre metal duro/Si/DLC. Valores aproximados de espessuras de camadas de Si (1,8 μm) e DLC (1,0 μm).	81
Figura 50 Difratograma da ferramenta de aço rápido. Picos de maior intensidade do espectro localizados em 43,4°; 44,3°; 50,8°; e 82,3°	83
Figura 51 Difratograma da ferramenta de metal duro. Picos de maior intensidade do espectro localizados em 31,6°; 35,7°; 48,4°; 64,1°; 65,8°; 73,2°; 75,6°; 77,2°; 84,1°; 98,9°; 108,2°	83
Figura 52 Espectro Raman referente ao revestimento de DLC/ metal duro.....	84
Figura 53 Espectro Raman referente ao revestimento de DLC/aço rápido.....	84
Figura 54 Perfil de rugosidade da amostra da HSS revestida.....	85
Figura 55 Perfil de rugosidade da amostra de metal duro revestida.	85
Figura 56 Perfis tridimensionais de rugosidade da amostra da HSS revestida.	86
Figura 57 Curvas de nanoindentação realizados sobre a superfície da amostra de DLC/HSS, com carga máxima de 8,0 e 12,0 mN, respectivamente.	88
Figura 58 Curvas de nanoindentação realizados sobre a superfície da amostra de DLC/Metal duro, com carga máxima de 8,0 e 12,0 mN, respectivamente.	89
Figura 59 Padrões de avaliação do ensaio de indentação de acordo com a norma VDI 3198.	91
Figura 60 Micrografias ópticas das indentações na broca de aço rápido. Padrão de classificação HF6, devido à delaminação do filme ao redor da indentação.	91
Figura 61 Micrografias ópticas das indentações na superfície da broca de metal duro. Padrão de classificação HF6, devido à completa delaminação do filme ao redor da indentação.....	91
Figura 62 Perfil bidimensional da calota desgastado após ensaio de Caloteste sobre a broca em aço rápido/DLC. Medidas do diâmetro longitudinal e profundidade.	93
Figura 63 Imagem gerada por microscópio óptico, da calota desgastada para medidas dos diâmetros interno e externo da calota.	93

Figura 64 Evolução do volume desgastado com o aumento do número de giros. A) DLC/HSS. B) DLC/Metal duro.94

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 Métodos de deposição empregados na indústria.....	39
Tabela 2.2 Propriedades de diferentes estruturas do carbono.....	42
Tabela 4.1 Valores de rugosidade médios das amostras de HSS e Metal duro.....	86
Tabela 4.2 Resultados dos ensaios de nanoindentação.....	87
Tabela 4.3 Dureza do substrato	92
Tabela 4.4 Médias dos valores de volume e coeficiente de desgaste medidos.....	95

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

AFM	Atomic Force Microscope
AISI	American Iron and Steel Institute
Al	Alumínio
APC	Aresta portiça de corte
Ar	Argônio
ASTM	American Society for Testing and Materials
Au	Ouro
C	Carbono
CA-PVD	Deposição física a vapor por arco catódico
CBN	Nitreto Cúbico de Boro
Cemet	Mistura de metal e cerâmico
Co	Cobalto
Cr	Cromo
CrN	Nitreto de cromo
CrN	Nitreto de cromo
CTCM	Centro Tecnológico de Ciência dos Materiais
Cu	Cobre
CVD	Chemical Vapor Deposition
DC	Descarga continua
DIN EN	Norma Europeia Deutsches Institut für Normung
DLC	Diamond-Like Carbon
EDS	Energy dispersive X-rays Spectrometry
H	Hidrogênio
HSS	High Speed Steel
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
Mo	Molibdênio
MQL	Minimum Quality Lubrification
Ni	Níquel
PCD	Diamante policristalino
PUC-MG	Pontifícia Universidade Católica de Minas Gerais
PVD	Physical Vapor Deposition
RF	Radio frequencia
RF-PCVD	Deposição química a vapor por plasma assistido de radio frequência
RPM	Rotações por minuto
SAE	Society of Automotive Engineers
Si	Silício
SiC	Carboneto de silício

Ta	Tanânio
Ti	Titânio
TiAlN	Nitreto de alumínio titânio
TiC	Carboneto de titânio
TiC	Carboneto de titânio
TiCN	Carboneto nitretado de titânio
TiN	Nitreto de titânio
UFMG	Universidade Federal de Minas Gerais
VDI	Verein Deutscher Ingenieure
W	Tungstênio
WC	Carbeto de tungstênio
WC-Co	Metal duro

LISTA DE SÍMBOLOS

$^{\circ}\text{C}$	Grau Celsius	-
a	Diâmetro interno da calota	mm
$A1$ e $A2$	Áreas acima da linha média	-
$A3$	Área abaixo da linha média	-
A_c	Área projetada	-
$a\text{-C}$	Carbono amorfo	-
$a\text{-C:H}$	Carbono amorfo hidrogenado	-
b	Diâmetro externo da calota	mm
D	Pico com intensidade em torno de 1350 cm ⁻¹	-
d_{hkl}	Distância interplanar	-
Dp	Distância percorrida	M
E	Modulo de elasticidade	GPa
E_{eff}	Modulo de elasticidade efetivo	GPa
eV	Eletronvolt	-
F	Força	N
g	Gramas	-
G	Pico com intensidade em torno de 1580 cm ⁻¹	-
h	Profundidade	mm
H	Dureza	-
H_{o-p}	Dureza da nanoindentação	GPa
H_c	Dureza do revestimento	GPa
h_c	Profundidade de contato	nm
HF	Padrão de classificação de adesão	-
h_{max}	Profundidade máxima	nm
HRC	Dureza Rockwell escala "C"	-
K	Coefficiente de desgaste	mm ³ /mN
k_c	Coefficiente de desgaste do recobrimento	mm ³ /mN
k_s	Coefficiente de desgaste do substrato	mm ³ /mN
l	Comprimento médio das diagonais	-
l_e	Comprimento da amostragem	-
l_m	Percurso de medição	-
M	Linha média	-
N	Carga	N

n	Nano	-
$nC-G$	Grafite nanocristalino	-
$^{\circ}$	graus	-
P	Pressão	bar
P_o	Pressão média	bar
R	Raio da esfera	mm
Ra	Rugosidade média	μm
s	Segundo	-
t	Espessura do revestimento	μm
$Ta-C$	Carbono amorfo tetragonal	-
$Ta-C:H$	Carbono amorfo tetragonal hidrogenado	-
V	Volume desgastado	mm^3
VHN	Dureza Vickers	HV
V_i	Volume interno	mm^3
V_r	Volume do revestimento desgastado	mm^3
V_s	Volume do substrato	mm^3
V_t	Volume total desgastado	mm^3
W	walts	-
y_i	Ordenada de afastamento	-
θ_{hkl}	Ângulo do plano de difração	$^{\circ}$
λ	Comprimento de onda	μm
μ	Micro	-

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	21
1.1	Objetivo da dissertação.....	25
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	26
2.1	Usinagem.....	26
2.1.1	<i>Furação</i>	<i>27</i>
2.1.1.1	<u>Desgaste em brocas helicoidais</u>	<u>30</u>
2.2	Materiais para Ferramentas	31
2.3	Revestimentos Auto-lubrificantes	33
2.4	Técnicas de Deposição de Revestimentos.....	35
2.4.1	<i>Deposição de filmes de DLC</i>	<i>36</i>
2.5	Revestimento de Carbono tipo Diamante	39
2.6	Caracterização das Ferramentas e Revestimentos	42
2.6.1	<i>Caracterização das ferramentas: Difração de Raios-X</i>	<i>43</i>
2.6.2	<i>Identificação de Revestimentos a Base de Carbono por Espectroscopia Raman.....</i>	<i>44</i>
2.6.3	<i>Espessura e Camadas de Interface</i>	<i>46</i>
2.6.4	<i>Rugosidade.....</i>	<i>47</i>
2.6.5	<i>Adesão</i>	<i>49</i>
2.6.6	<i>Dureza e modulo de elasticidade.....</i>	<i>53</i>
2.6.7	<i>Resistência ao Desgaste: Caloteste</i>	<i>57</i>
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	61
3.1	Obtenção das Amostras.....	61
3.2	Preparação das amostras	63
3.3	Obtenção da Espessura do Revestimento e da Camada de Interface	67
3.4	Técnicas de Caracterização Mecânica	67
3.4.1	<i>Estrutura Molecular: Espectroscopia Raman</i>	<i>67</i>
3.4.2	<i>Análise Superficial: Rugosidade.....</i>	<i>69</i>
3.4.3	<i>Nanoindetação.....</i>	<i>69</i>
3.4.4	<i>Aderência: Avaliação Qualitativa por Indentação</i>	<i>70</i>

3.4.5	<i>Ensaio de Desgaste Microabrasivo pela Técnica de Caloteste</i>	71
4	ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS	75
4.1	Análise Visual do Revestimento Após Processo de Deposição	75
4.2	Medidas de Espessura do Revestimento e Análise Morfológica por AFM	79
4.3	Difração de Raios-X	82
4.4	Raman	83
4.5	Rugosidade	85
4.6	Nanoindentação	87
4.7	Adesão	90
4.8	Caloteste	92
5	CONCLUSÃO	97
6	TRABALHOS FUTUROS	99
7	REFERÊNCIAS	100

1 INTRODUÇÃO

A deposição do revestimento de carbono tipo-diamante (mais conhecido por DLC, proveniente do inglês Diamond Like–Carbon) sobre ferramentas de corte e componentes deslizantes é de interesse para as indústrias mecânicas e de perfuração de rochas. Isto se deve, às propriedades únicas do DLC de elevada dureza conciliada com baixo coeficiente de atrito e boa resistência ao desgaste. Além disso, o filme de DLC é efetivo para melhorar a resistência à corrosão e a resistência à fadiga (CHOWDHURY *et al.*, 2004; CHOI *et al.*, 2012; SUZUKI *et al.*, 2013; KAKIUCHI *et al.*, 2011; SUTTON *et al.*, 2013).

O carbono pode formar composições consigo mesmo e com outros elementos, sendo duas formas puras de carbono cristalino, o grafite e o diamante. Estes são conhecidos e utilizados pela humanidade durante séculos, juntamente com outros materiais a base de carbono, não claramente identificados no passado como as brasas, hidrocarbonetos (óleos) e os materiais orgânicos. O DLC por outro lado é uma forma de carbono amorfo produzido pela primeira vez no final da década de sessenta por Aisenberg e Chabot (LETTINGTON, 1998; NAKAHIGASHI *et al.*, 2004). Estes foram pioneiros na utilização de espécies energéticas para deposição, desenvolvendo, a princípio, o trabalho de deposição com silício (produção de íons de Si por pulverização de eletrodos em um plasma de argônio). Por fim, utilizando o mesmo aparelho para pulverizar eletrodos de carbono. Sendo assim criada a deposição do filme de carbono transparente e de elevada dureza. Apesar de o filme ter as propriedades similares ao diamante, seus inventores não acharam apropriado dar o nome de “diamond”, mas por precaução “diamond-like” ou “i-C”, uma vez que a estrutura do filme era amorfa e não cristalinizada como o diamante (LIFSHITZ, 1999; NAKAHIGASHI *et al.*, 2004).

O desenvolvimento da técnica continuou com resultados importantes no final da década de setenta, com a deposição de filme de carbono amorfo contendo hidrogênio, depositado através de um feixe de gás ionizado de hidrocarbonetos. Desde então o processo de deposição do filme de carbono continua sendo desenvolvido e aprimorado, buscando a diversificação de substratos, formas e tamanhos para deposição. A técnica de plasma assistido de rádio frequência por deposição de vapor químico (RF-PCVD), também foi desenvolvido para filmes de carbono amorfo hidrogenado. Porém, para filmes de carbono não hidrogenados a

deposição ocorre por deposição química por arco catódico (CA-PVD) e pulverização catódica. Em meados da década de oitenta, metais contendo filmes de carbono amorfo foram depositados simultaneamente por pulverização de metal e alvos de carbono. Já na década de noventa, o método desenvolvido foi a implantação iônica por imersão em plasma (NAKAHIGASHI *et al.*, 2004).

Apesar das evoluções dos processos de deposição, os mecanismos que envolvem formação do recobrimento ainda não são completamente entendidos. Os diferentes processos geram tipos distintos de filme, com características, como a dureza e o coeficiente de fricção, que variam de acordo com a quantidade de hidrogênio e a razão das ligações sp^3/sp^2 . Em se tratando das tensões internas geradas na deposição, em alguns casos, a preparação da superfície do substrato, pode evitar defeitos de descolamento do filme. Para isso, usam-se metais intermediários ou camadas compostas, que mostram potencial para melhorar a força de adesão dos filmes (TAKENO, SUGAWARA, MIKI, TAKAGI, 2009).

O uso de revestimentos, na interface de superfícies tem gerado resultados satisfatórios, prolongando a vida útil de ferramentas. As principais dificuldades encontradas nos processos de deposição em aço, material este amplamente utilizado na indústria, são as altas tensões compressivas residuais e a incompatibilidade do coeficiente de expansão térmica. Essas características influenciam diretamente a limitação do crescimento da espessura de filmes com boa aderência em no máximo $0,25 \mu\text{m}$ do DLC. Silva, Trava-Airoldi e Chung (2011) tentaram superar essas dificuldades utilizando pré-tratamentos superficiais de carbonitretação e cementação, em aço SAE 6150, sem quebra de vácuo seguido pela deposição do DLC, sendo realizados estudos sobre a estrutura e a composição do revestimento, na tentativa de compreender melhor os mecanismos de aderência. O objetivo dos tratamentos superficiais é tentar igualar as características do substrato e do revestimento. Os resultados de Silva *et al.* (2011) chegam a uma espessura de $1,0 \mu\text{m}$ do DLC sobre um tipo de aço, reforçando a importância do trabalho de caracterização.

Para que as ferramentas a base de aços continuem atendendo a evolução da indústria, o uso de revestimentos e tratamentos superficiais se torna indispensável no melhoramento de propriedades como a resistência ao desgaste. Um exemplo de processo que vem se beneficiando da aplicação de DLC é a furação, principalmente no trabalho com ligas de alumínio. O uso de revestimentos de carbono aumenta a

vida útil das brocas, aumentando a sua dureza e diminuindo o coeficiente de fricção. Outra vantagem é a possibilidade de se trabalhar com uma mínima quantidade de lubrificação (MQL). Bhowmick e Alpas (2008) avaliaram as vantagens que são possíveis quando ferramentas revestidas com DLC são usadas com MQL na furação de uma liga de Al-6% Si (329 Al). A perfuração a seco de ligas de alumínio (sem a utilização de fluidos de corte) é um processo ambientalmente correto, mas também uma tarefa extremamente difícil devido à tendência do alumínio de aderir às brocas feitas de materiais convencionais, tais como o aço rápido (High Speed Steel). Estudos experimentais com revestimentos de DLC demonstram um melhor desempenho da perfuração a seco devido a suas propriedades de adesão atenuantes (BHOWMICK; ALPAS, 2008; DASCH *et al.*, 2006).

A caracterização mecânica do revestimento de DLC (dureza - H e módulo elástico- E) é difícil devido a sua espessura reduzida (ordem de um a quatro micrômetros) e, portanto, exige o uso de pequenas cargas (menores que 1g) uma vez que a medida não pode sofrer influência do substrato. Como as cargas usadas são muito pequenas, as impressões não são suficientemente grandes para serem medidas por microscopia ótica. Portanto, uma técnica que vem sendo desenvolvida desde os anos 90 capaz de efetuar esse tipo de medida é a nanoindentação instrumentada. Ela permite monitorar tanto as forças envolvidas durante a penetração do indentador como a profundidade de indentação, gerando uma curva de carga/descarga a partir da qual se calcula os valores do módulo de elasticidade e da dureza (QIAN *et al.*, 2005; WANG *et al.*, 2013b).

A indústria automotiva é um dos grandes consumidores dos revestimentos de DLC e vem buscando continuamente o melhor desempenho de seus motores, junto à sustentabilidade, por meio da redução de emissões gasosas, baixo consumo de combustível e pelo aumento do tempo de serviço de seus componentes. Os revestimentos de Me-C:H (revestimentos de DLC dopados com metais ou carbonetos) são utilizados em componentes automobilísticos como no pistão, engrenagens, pinos e de modo geral nos componentes sujeitos ao desgaste (VEVERKOVA; HAINSWORTH, 2007).

Na biomedicina, o DLC tem sido um candidato para revestir implantes de articulações biomecânicas, que necessitam melhorar a resistência ao desgaste para aumentar o tempo de vida útil em pacientes. O trabalho de Thorwarth *et al.* 2010, que realizou testes em pares de articulações metálicas de liga de Co-Cr-Mo

apresentando desgaste até 20 vezes superior ao par revestido com DLC. No entanto, os teste de simulação para movimento do conjunto ainda não apresentaram resultados satisfatórios, com falhas relacionadas a baixa adesão do recobrimento, reforçando a importância em se desenvolver técnicas de caracterização para o melhor conhecimento e aprimoramento das propriedades de adesão do filme.

Revestimentos a base de carbono foram selecionados para utilização em projetos de perfuração em água de rochas ornamentais. Na pesquisa, o DLC foi usado no desenvolvimento de um martelo, revestindo a superfície do êmbolo. Dentro do martelo, o pistão que atinge a parte de escavação faz-se necessário deslizar com baixo atrito e desgaste mínimo, de forma a garantir alta eficiência energética e baixo consumo. No entanto, o substrato macio induz a fratura e delaminação do filme e, em substratos mais duros os resultados de resistência ao desgaste foram melhores (NOBILI; MAGAGNIN, 2009).

Apesar de muito se falar na aplicação de DLC em materiais rígidos, este também apresenta resultados satisfatórios em polímeros, como resinas e borracha. O DLC pode formar uma fina película flexível e aderente em polímeros, mesmo quando o material é deformado. Suas características mostram baixo desgaste (menor que o teflon), alta resistência a água (90° de ângulo de contato para água pura), menor ocorrência de *peeling-off* na superfície, devido a expansão e contração do material polimérico, deposição a baixas temperaturas e superfícies mais lisas. Um exemplo da utilização em polímeros é a deposição sobre o anel de vedação (conhecido como *O'ring*) utilizado no sistema de zoom de lentes de 35 mm em câmeras fotográficas compactas, depositado pela técnica modulada RF plasma-CVD (NAKAHIGASHI *et al.*, 2004).

A evolução tecnológica conduz cada vez mais à utilização de revestimentos auto-lubrificantes, devido à necessidade de redução de resíduos poluentes. O DLC é comumente conhecido pelo seu baixo coeficiente de atrito e taxa de desgaste, também tem despertando interesse em sua diversidade de aplicações. Uma tendência no desenvolvimento de revestimentos resistentes ao desgaste é tornar-los cada vez mais duros e mais finos, através de melhorias dos processos de deposição (TUCK *et al.*, 2001). Estudos recentes têm mostrado a influência da dureza e adesão, no comportamento dos filmes, contudo os mecanismos por trás destes efeitos ainda não são bem entendidos. Por isto, este trabalho se justifica de forma a contribuir com informações sobre as propriedades mecânicas, confiáveis, oriundas

das caracterizações dos revestimentos em ferramentas de furação. Essas informações são importantes para a compreensão dos mecanismos de aderência entre o filme e o substrato, possibilitando conhecimento para a correta manipulação das propriedades que intensificam a força das ligações. Permitindo assim, filmes mais aderentes e a deposição em peças com formas e dimensões cada vez mais diversificadas.

1.1 Objetivo da dissertação

Esta dissertação de mestrado apresentará uma metodologia experimental para levantar as propriedades mecânicas dos filmes de DLC sobre substratos de aço rápido e metal duro. Em particular, objetiva-se:

- Desenvolvimento de uma metodologia para análises em superfícies não planas, tais como, as ferramentas de furação em aço rápido e metal duro;
- Realizar medidas de dureza, módulo de elasticidade, resistência ao desgaste e adesividade do filme;
- Conhecer o comportamento da adesão do filme de DLC e apontar as características que favorecem sua melhor condição.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Os processos de fabricação transformam a matéria-prima em produtos acabados, através das etapas de planejamento, onde são especificadas formas e dimensões, escolha da matéria-prima, seleção do método de fabricação e acabamento. No processo leva-se em conta não somente os requisitos técnicos, mas também fatores econômicos que possam tornar o produto mais competitivo no mercado. Existem tipos diferentes de processos que trabalham materiais como o aço, ligas metálicas, compósitos, cerâmicos e outros. A escolha do processo depende de uma combinação de fatores como propriedades mecânicas, disponibilidade e custos dos materiais. No estudo das operações que envolvem metais, que são os materiais mais usados na indústria, distinguem-se uma classe de trabalho: que são as operações de usinagem. Sendo estas importantes para o desenvolvimento da indústria (FERRARESI, 2000).

2.1 Usinagem

A usinagem é uma operação que ao conferir à peça uma forma, ou dimensão, ou acabamento, ou uma combinação das três produz cavaco, sendo este uma porção de material retirado pela ferramenta, caracterizado por apresentar irregularidades na forma. A usinagem é capaz de conferir formas mais complexas, com tolerâncias dimensionais e acabamentos especificados, principalmente em peças metálicas, pré-fabricadas ou brutas (FERRARESI, 2000). A formação do cavaco envolve diversos fatores, tais como o desgaste da ferramenta, os esforços do corte, o calor gerado na usinagem, a penetração do fluido do corte. Seus mecanismos de formação envolvem condições de operações que estão diretamente ligados a aspectos econômicos, de qualidade e de segurança na operação da máquina ferramenta (DINIZ, *et al.* 2006).

Existem vários processos de usinagem com diferentes finalidades. Eles podem ser divididos em duas grandes categorias: convencionais e especiais. Os processos convencionais envolvem a remoção de material por energia mecânica na operação de corte entre a peça e a ferramenta. Entre os principais processos convencionais estão o torneamento, alargamento, retificação e furação. Já os processos especiais envolvem outro tipo de energia, como por exemplo, térmica e

elétrica, não gerando marcas padrões nas superfícies das peças e nem grandes remoções de volumes. Exemplos dessa categoria são os processos a laser, plasma e eletroerosão (CHEN; TSAO, 1999). Entre os processos de usinagem, a furação representa de 30 a 40 % de todas as operações de corte em metal. Sendo um dos processos mais usados na indústria manufatureira, uma vez que a maioria das peças tem pelo menos um furo (CHEN; TSAO, 1999; MARMENTINI, 2009).

O trabalho Santos *et al.* (2007) mostra o uso usinagem empregadas em acabamento de ligas de Al-Si para componente de motores. Quando a usinagem ocorre por técnica convencional, como a fresagem, é comum o uso de dois tipos de materiais para ferramentas de corte: metal duro e PCD (diamante policristalino). O inconveniente na usinagem de ligas com baixo ponto de fusão é a tendência de adesão sobre a ferramenta de corte. Isso acaba reduzindo o tempo de vida útil da ferramenta, causando falhas por fratura na região de corte. Para superar a adesão do alumínio são indicados três procedimentos: uso abundante de líquido de arrefecimento e fluidos lubrificantes, afiamento da face cortante e ângulo de inclinação positivo. No entanto, o DLC vem se mostrando como uma alternativa para revestimento em ferramentas de metal duro. Os resultados do trabalho indicam que o DLC melhora a lubrificação do processo, apesar de não afetar significativamente a força de corte.

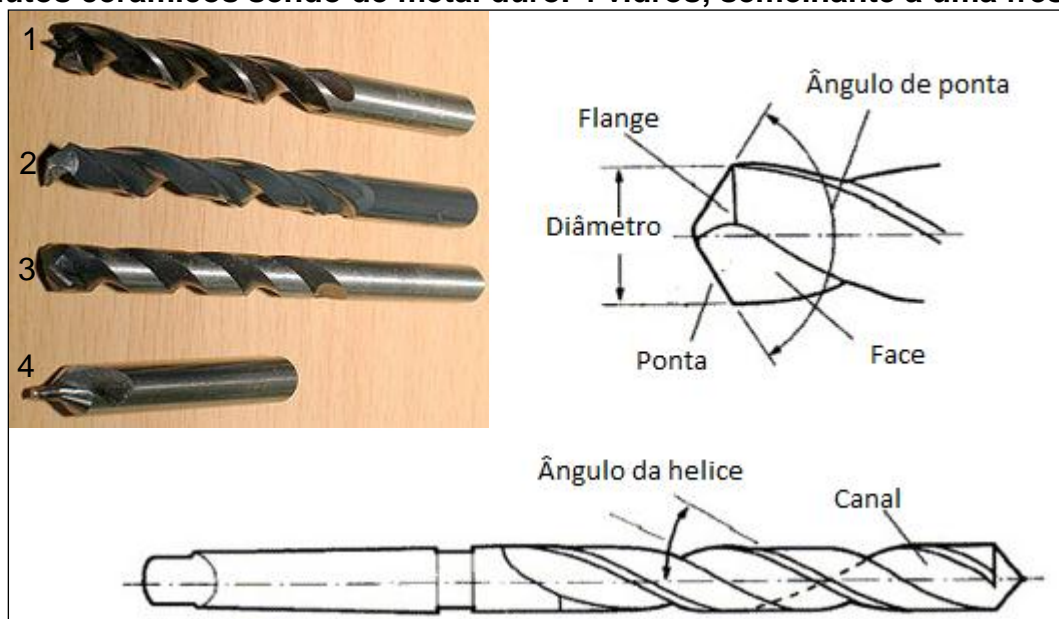
2.1.1 Furação

A furação é um processo mecânico destinado à obtenção de um furo geralmente cilíndrico, através do movimento relativo de rotação entre a peça e a ferramenta, denominada broca. O movimento da ferramenta é uma combinação de rotação e deslocamento retilíneo (ao longo do eixo do furo). Modelar as forças de corte com base no material a ser usinado, na geometria da ferramenta e nas condições de usinagem possibilita determinar as taxas máximas de produção e o desenvolvimento de novas geometrias de brocas, visando uma melhora na qualidade e produtividade do processo. A furação com brocas de metal duro permite altas taxas de remoção de material e grande volume de cavaco que são expelidos junto com o fluido de corte, injetado internamente a alta pressão (FERRARESI, 2000).

Furação, como o próprio nome designa, é um processo que envolve fazer

furos em materiais dos quais podem ser metálicos ou não. As brocas geralmente têm um longo comprimento comparado com seu diâmetro e podem apresentar diferentes formatos de acordo com a sua aplicação, como pode ser observado na figura 1, sendo capaz de produzir furos profundos, contudo devido a sua flexibilidade, precauções necessárias devem ser tomadas para manter a precisão do furo e prevenir quebras.

Figura 1 Diferentes tipos de brocas utilizadas na indústria e os principais parâmetros de uma broca helicoidal. Brocas para furar: 1 madeira sendo de três pontas. 2 metal sendo helicoidal de aço rápido. 3 cimento e outros produtos cerâmicos sendo de metal duro. 4 vidros, semelhante a uma fresa.



Fonte adaptada: Nouari *et al.* (2005).

Durante a furação são produzidos cavacos que devem ser extraídos através dos sulcos da ferramenta em direção à superfície. Uma fricção é gerada nesse movimento quando a broca entra em contato com o cavaco. Portanto, a direção do cavaco e os fluidos refrigerantes estão entre os elementos mais importantes a se considerar durante o processo. Normalmente, os furos produzidos são maiores que o diâmetro da broca, por isso está sujeito a outras operações sequenciais de acabamento.

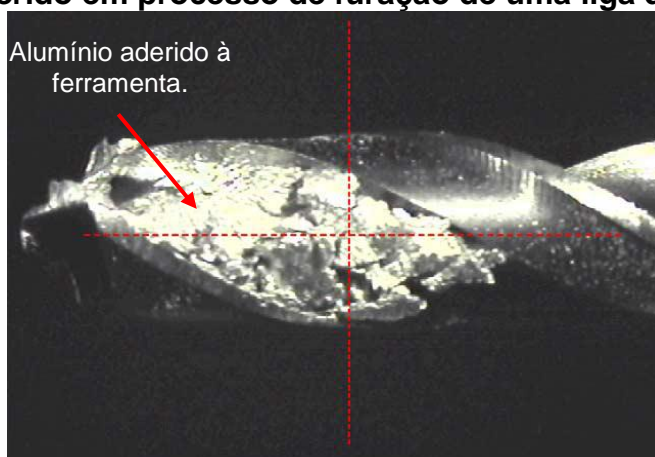
A broca é uma ferramenta rotativa de corte reto, com uma ou mais arestas de corte. Possui sulcos helicoidais ou retos para passagem de cavaco e fluido de corte ou refrigerante. As brocas espirais são as mais comuns, formadas por duas ranhuras em espiral e duas arestas de corte. Os cavacos produzidos são guiados através dessas ranhuras em espiral que, também, servem de passagem para o fluido de

corte. Para o trabalho de corte são necessários dois movimentos simultâneos: a velocidade de rotação e a alimentação axial. Nas brocas em espiral, vários ângulos podem ser considerados, como o ângulo de ponta e o ângulo de hélice, também vistos na figura1(DINIZ *et al.*, 2006).

Um dos materiais mais usados em brocas de perfuração é o aço rápido. Chen e Tsao (1999) trabalharam com o desenvolvimento dessas brocas revestidas com nitreto de titânio. Seus experimentos foram realizados para investigar e comparar as respostas de força de corte e vida útil das ferramentas revestidas. As brocas de aço rápido são usadas na furação de ligas de alumínio, no entanto uma das principais dificuldades é de se trabalhar a elevada aderência do material na ferramenta.

Dasch *et al.* (2006) avaliaram a aplicação de cinco categorias diferentes de DLC, para brocas de HSS em usinagem de alumínio sem o uso de fluido de remoção de metal. O alumínio é particularmente difícil de usinar a seco por causa da sua tendência a aderir na ferramenta em altas temperaturas, como mostrado na figura 2. O material extraído na furação (cavaco) se adere a superfície da ferramenta, sendo conhecido como aresta portiça de corte (APC). Esta APC não permite a afiação natural da ferramenta no processo, pois ocorre um aumento do limite de escoamento na região onde o cavaco fica aderido e as tensões de cisalhamento são insuficientes para quebrar as ligações e fazer a remoção do material depositado. Esse fenômeno ocorre diversas vezes e é o responsável pelo acabamento ruim em baixas velocidades de corte. Contudo, mesmo sem o fluido de corte o revestimento de DLC hidrogenado apresentou uma melhora no desempenho da ferramenta.

Figura 2 Material aderido em processo de furação de uma liga de alumínio.



Fonte: Dasch *et al.* (2006).

O trabalho realizado por Bhowmick e Alpas (2008) também comparou o desempenho da broca de HSS com e sem revestimentos de DLC em condições de baixa refrigeração (MQL). O uso de ambos os revestimentos reduziu o torque de perfuração em procedimento a seco, para um nível semelhante à condição inundada. Uma vantagem adicional a MQL foi obter uma maior estabilidade, com uma menor percentagem de furos fora da especificação. O desempenho do DLC não hidrogenado foi melhor ao do DLC hidrogenado, pois resultou em menor formação de aresta postiça e também em menor quantidade de adesão de alumínio na broca.

2.1.1.1 Desgaste em brocas helicoidais

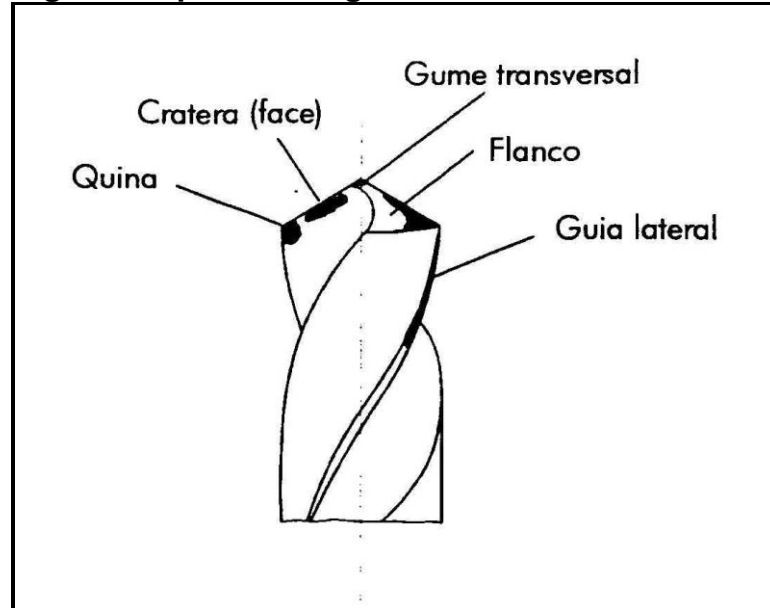
Durante a operação de furação uma broca fica exposta a diversos mecanismos de desgaste, como por exemplo, o abrasivo, o adesivo e o corrosivo. Normalmente, a broca apresenta um valor elevado de desgaste na periferia, onde a velocidade de corte é máxima, correlacionando com o aumento de temperatura, que acelera o processo de desgaste da ferramenta. O desgaste das brocas passa por diferentes estágios. Inicialmente o desgaste é rápido, devido à adequação natural ao sistema tribológico envolvido, seguido por um período moderado, onde o desgaste é lento e, finalmente, por uma aceleração, promovendo num curto espaço de tempo, elevados níveis de temperatura e tensões que eventualmente conduzem a ferramenta ao colapso (MARMENTINI, 2009).

O processo de desgaste nas brocas é inevitável e torna-se um dos modos de falhas mais importantes no processo de usinagem. Existe uma preocupação muito grande em conhecer o seu comportamento para poder controlar a sua influência nas peças usinadas. Os tipos de desgaste que as brocas apresentam são: o desgaste de flanco, o desgaste de cratera, o desgaste de quina, o desgaste do gume transversal e o desgaste da guia lateral, como mostra a figura 3 (MARMENTINI, 2009).

Os diversos tipos de desgaste em uma broca ocorrem de maneira simultânea em ambos os gumes. Porém, os desgastes de quina e de guia lateral apresentam diferenças significativas entre os pares. Este fato ocorre devido à excentricidade da broca seja por diferença na altura dos gumes ou imprecisão geométrica da broca, acarretando em uma instabilidade do processo. O desgaste de flanco ocorre em função do forte atrito dos flancos da broca com as superfícies da peça (superfície transitória e superfície usinada). O desgaste de cratera ocorre em função do

deslizamento do cavaco sobre a superfície de saída da ferramenta, com consequente desgaste pelo atrito de materiais (MARMENTINI, 2009).

Figura 3 Tipos de desgaste em brocas helicoidais.



Fonte: Marmentini (2009).

2.2 Materiais para Ferramentas

Os materiais para ferramentas podem ser agrupados com base no seu caráter químico, sendo eles: os aços carbono, aços rápidos, ligas fundidas, metal duro e materiais cerâmicos. Outros materiais que, também, poderiam ser considerados são o diamante e o cermet (mistura de metal e cerâmico) (FERRARESI, 2000).

A seleção do material de uma ferramenta de corte depende de muitos fatores, como o material a ser usinado, a natureza da operação, as dimensões da ferramenta e as condições de lubrificação. No entanto, na prática o fator preponderante é o conhecimento prévio do material. Tendo em vista esses fatores os materiais mais usados são os aços rápidos e o metal duro. Os materiais mais comuns para ferramentas de cortes são: o aço rápido (HSS) e o metal duro (WC-Co), ambos largamente utilizados em diversas indústrias e cada um com suas vantagens e desvantagens específicas. O aço rápido, para ferramentas, é mais barato e pode ser confeccionado com menores raios de aresta, devido a sua boa tenacidade. Por outro lado, o metal duro, pode ser utilizado em altas velocidades de corte devido a sua elevada resistência, mesmo em temperaturas superiores a 600 °C. As principais desvantagens do metal duro em relação ao aço rápido são o aumento da fragilidade

diante cortes interrompidos e o custo (BHOWMICK; ALPAS, 2008; DINIZ *et al.*, 2006; MARMENTINI, 2009).

Os aços rápidos foram desenvolvidos no final do século XX por Taylor e White, na tentativa de criar um aço que trabalhasse em condições de usinagem cada vez mais severas e com aumento da produção (FERRARESI, 2000; CHIAVERINI, 2005). Ele foi assim designado, pois no seu desenvolvimento era o material de ferramenta que suportava as maiores velocidades de corte. A composição típica desses aços apresenta elevado carbono, alto teor de tungstênio, podendo elevar-se a 20%, molibdênio entre 8 e 9%, vanádio até 5% e cobalto até 12%, quando presente. Bhowmick e Alpas (2008) usaram brocas de aço rápido de composição química 0,95% carbono, 6 % tungstênio, 5 % molibdênio, 4,20% cromo e 2 % vanádio, sendo a dureza média de 64 HRC. Essas brocas foram revestidas com DLC para avaliação de desempenho em condições de baixa lubrificação (MQL).

Os elementos de liga nos aços rápidos atuam basicamente na dureza e resistência ao desgaste. O carbono atua no sentido de aumentar a dureza e a temperabilidade. O tungstênio e o molibdênio formam carbonetos complexos com o ferro e o carbono, sendo responsável pela elevada resistência ao desgaste e dureza a quente do material. O molibdênio é introduzido como um substituto do tungstênio na proporção aproximada de 1:2. O vanádio adicionado inicialmente com espécie desoxidante, atua no rendimento do corte. Os aços com alto teor de carbono e vanádio são os que possuem melhor resistência ao desgaste. O vanádio tem sido substituído pelo nióbio, com características semelhantes, mas economicamente mais viável. Finalmente o cobalto que também aumenta a dureza a quente e, conseqüentemente, na eficiência do corte em temperaturas elevadas (DINIZ *et al.*, 2006).

Outro importante material para ferramentas utilizadas na indústria moderna é o metal duro, já citado anteriormente, devido à combinação de dureza a temperatura ambiente, resistência ao desgaste e tenacidade. Este é um produto da metalurgia do pó feito de partículas duras finamente divididas de carbonetos de metais refratários, sinterizados com um ou mais metais do grupo do ferro. Os carbonetos de tungstênio, titânio, tântalo e nióbio, formam partículas duras e variam de 1 a 10 μm e ocupam mais de 50% do volume do material (DINIZ *et al.*, 2006). Quando aplicado a ferramentas de corte, a dureza e a tenacidade, avaliada pela resistência a ruptura transversal, são as propriedades fundamentais que se exigem do metal duro. Outras

propriedades como a porosidade e microestrutura são normalmente controladas no seu processo de produção. A importância do conhecimento da porosidade está ligada com a densidade do material, pois quanto mais denso mais isento de poros é o material, melhorando suas características mecânicas.

Ferramentas de metal duro são usadas com frequência em operações de usinagem tais como torneamento, fresamento, mandrilamento e em furação. Elas podem usinar qualquer tipo de material, desde que sua dureza não ultrapasse 45 HRC. As principais características na escolha do metal duro para aplicação em usinagem estão intimamente relacionadas com o tipo de material trabalhado e o tipo de cavaco que será formado. Os outros fatores são o tipo de operação de corte, a velocidade de corte, condições da máquina ferramenta, a ferramenta de corte e finalmente, o último fator que pode influenciar é o tamanho de grão (FERRARESI, 2000; DINIZ *et al.*, 2005).

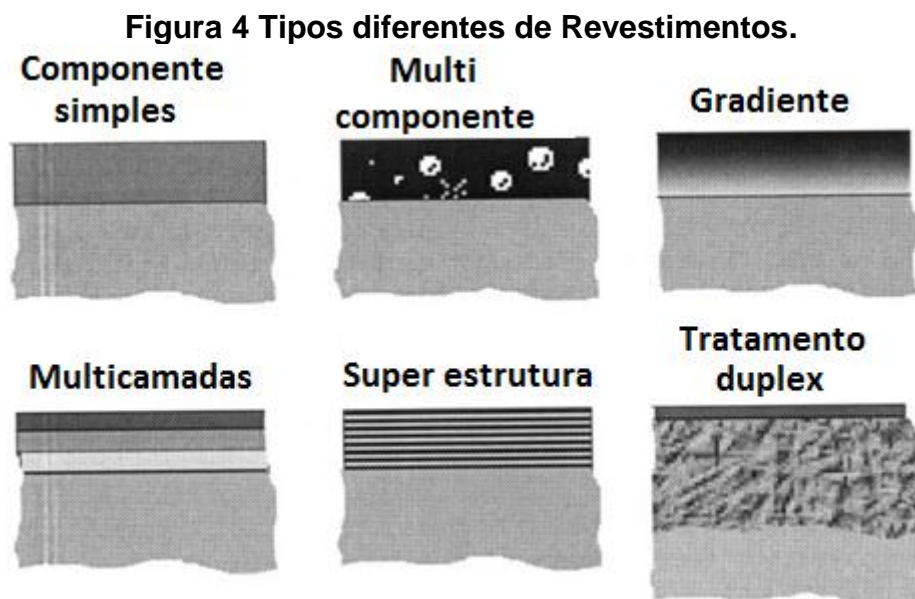
2.3 Revestimentos Auto-lubrificantes

O uso de revestimentos que melhoram as propriedades tribológicas de ferramentas para corte e conformação tem aumentado constantemente. No desenvolvimento de materiais é cada vez mais comum a combinação de diferentes compósitos, com o intuito de melhorar as propriedades tribológicas, elétricas, ópticas, químicas e magnéticas. A aplicação de recobrimentos em ferramentas e elementos de máquinas é uma maneira eficiente de reduzir o atrito, aumentar a velocidade de corte e consequente produtividade (HOGMARK *et al.*, 2000; DINIZ *et al.*, 2005; FERRARESI, 2000).

Na década de 80, os chamados revestimentos auto-lubrificantes de baixo atrito se tornaram disponíveis no mercado, entre os quais se encontra o disulfato de molibdênio (MoS_2), depositado por deposição física em fase vapor (PVD), e os filmes de carbono depositados por PVD e deposição química em fase de vapor (CVD). Hoje em dia, os principais revestimentos comerciais são fabricados por esses processos, PVD e CVD. Alguns dos revestimentos mais utilizados são carbetos de titânio (TiC), nitreto de titânio (TiN) e DLC. Eles são aplicados diretamente à superfície de um substrato, isso consequentemente gera uma alta tensão nas interfaces. As possíveis estruturas de revestimentos que podem ser encontradas são basicamente os de camada simples, revestimento sanduíche e revestimento graduado (HOGMARK *et al.*, 2000).

Apesar de ainda ter uma pequena participação no mercado de tratamentos superficiais, os revestimentos, despertam cada vez mais o interesse na área mecânica, pois se especializam em função das condições de utilização. Assim aparecem os revestimentos de camada múltipla, ou com tratamento superficial combinado com nitretação. Os revestimentos duros são conhecidos por multicamadas, duplex, superestruturas e metaestáveis, alguns dessas combinações de revestimentos são mostrados na figura 4. Quando dois materiais com diferentes módulos de cisalhamento são usados como camadas ultrafinas, pode-se imaginar um limite teórico, da força de aproximação, entre estes materiais. O aumento dessa força seria possível pelo retardamento dos deslocamentos e mobilidade gerados (WANG; CHU, 2013a).

No início da década de noventa uma variedade de materiais foram revestidos com DLC, pelo processo CVD. De todos os materiais o silício foi o mais eficaz como material de substrato. Era praticamente impossível remover o DLC de silício. A adesão à maioria dos outros substratos era boa, no entanto, nenhum filme aderente conseguiu ser depositado em Au, Cu, W, ou em aço inoxidável. Isso mostrou a importância em estudar mecanismos de adesão para o desenvolvimento da tecnologia (HOLMBERG; MATTHEWS, 1994).



Fonte adaptada: Hogmark, Jacobson e Larsson (2000).

A maior desvantagem na deposição de filmes finos e duros de DLC é a baixa adesão em substratos metálicos, causados pelas altas tensões internas

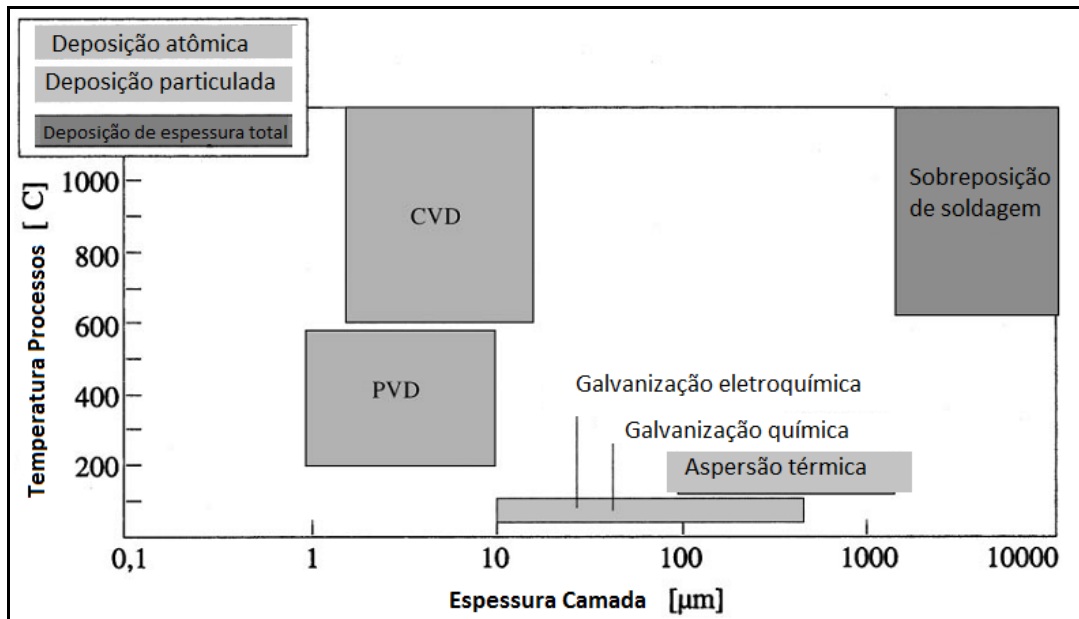
compressivas entre o substrato e o revestimento. Para melhorar os problemas de baixa adesão vários conceitos de revestimentos estão sendo desenvolvidos e aplicados, tais como: deposição de intercamadas de filmes metálicos (Si, Cr, Ti, Ta, W, etc.); gradientes de intercamadas ou multicamadas (SiC, TiC, TiN, TiCN, CrN, etc.); uso tratamentos superficiais e variação dos parâmetros de deposição. Em condições adequadas pode gerar uma combinação de boa resistência ao desgaste, corrosão e baixa fricção (HOGMARK *et al.*, 2000; CAPOTE, 2008).

2.4 Técnicas de Deposição de Revestimentos

Nas últimas décadas houve um aumento no desenvolvimento de materiais mais duros que diminuem a taxa de desgaste e aumentam a vida útil da ferramenta e ou a velocidade de operação da mesma. Entretanto, o aumento da dureza e acompanhado do aumento da fragilidade, tornando-se uma desvantagem em muitas operações de corte. Uma solução para este problema é a deposição de revestimento que são mais duros e mais resistentes. No entanto, a garantia de que os revestimentos irão apresentar resultados satisfatórios está diretamente ligada ao desempenho do seu processo de deposição.

Segundo Lima e Trevisan (2002) os revestimentos são resultados da deposição de pouca ou quase nenhuma massa à superfície. Os processos mais usados no mercado são os conhecidos como Physical Vapor Deposition (PVD) e Chemical Vapor Deposition (CVD), pois trabalham com uma grande variedade de componente, composição e estrutura, sendo bem sucedida em revestir elementos de diversas formas e tamanhos. Um exemplo de aplicação dessas técnicas é encontrado no trabalho de Bhowmick e Alpas (2008) que depositaram dois tipos de revestimentos de DLC, hidrogenado e não hidrogenado, em brocas de HSS para furação. Revestimentos tribológicos estão associados com procedimentos de deposição que variam da temperatura ambiente a superior a 1000 °C, como mostra a figura 5. Os métodos que envolvem altas temperaturas de deposição podem levar à indesejável transformação de fase do substrato ou mudança de fase dos componentes revestidos (HOGMARK *et al.*, 2000).

Figura 5 Valores típicos de espessura de revestimentos e temperatura de processos de métodos de revestimentos.



Fonte adaptada: Hogmark, Jacobson e Larsson (2000).

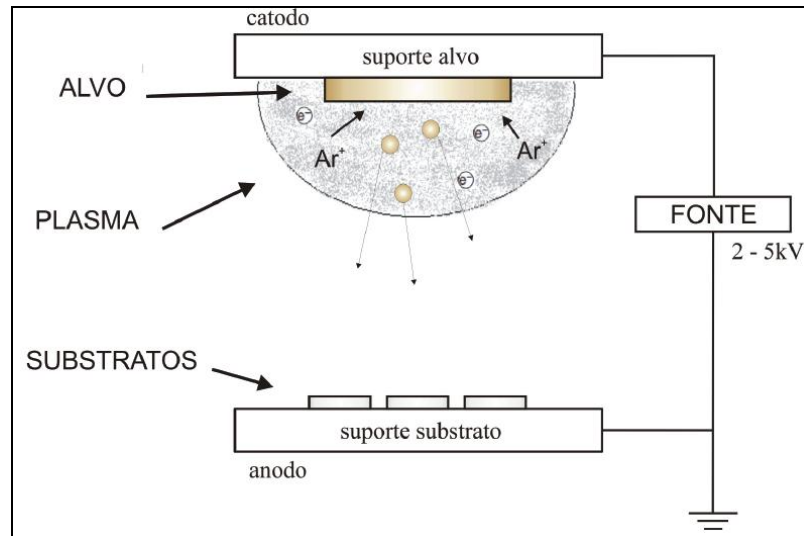
2.4.1 Deposição de filmes de DLC

O filme de DLC pode se depositado por diversos processos químicos ou físicos dependendo da sua utilização. No processo PVD o filme é condensado a partir de um feixe contendo em média 100 eV de energia dos íons de carbono ou de hidrocarbonetos, e o impacto desses íons no substrato induz a formação de ligações sp^3 no processo de crescimento do filme. Esse método contrasta com o processo químico, o qual estabiliza essas ligações sp^3 em fase gasosa (COSTA, 2010b). Para obter uma espessura de revestimento uniforme, as peças devem girar a uma velocidade constante durante o processo. A pulverização catódica (*sputtering*) enquadra-se na deposição física em fase de vapor, como ilustra a figura 6, sendo este o processo mais usado a nível industrial, onde se utiliza um plasma de argônio (Ar) para pulverizar, em modo de descarga contínua (DC) ou radio frequência (RF), um elétrodo de grafite.

O processo CVD consiste em depositar material sólido a partir de uma fase gasosa. Onde o substrato é colocado num reator que recebe alimentação de gases. O princípio do processo é uma reação química entre os gases, em que o produto desta reação é um material sólido que condensa sobre todas as superfícies dentro do reator, formando a película de revestimento sobre o substrato. As características

específicas do processo permitem obter filmes uniformes, aderentes, com baixa porosidade, mesmo em substratos de formas complexas.

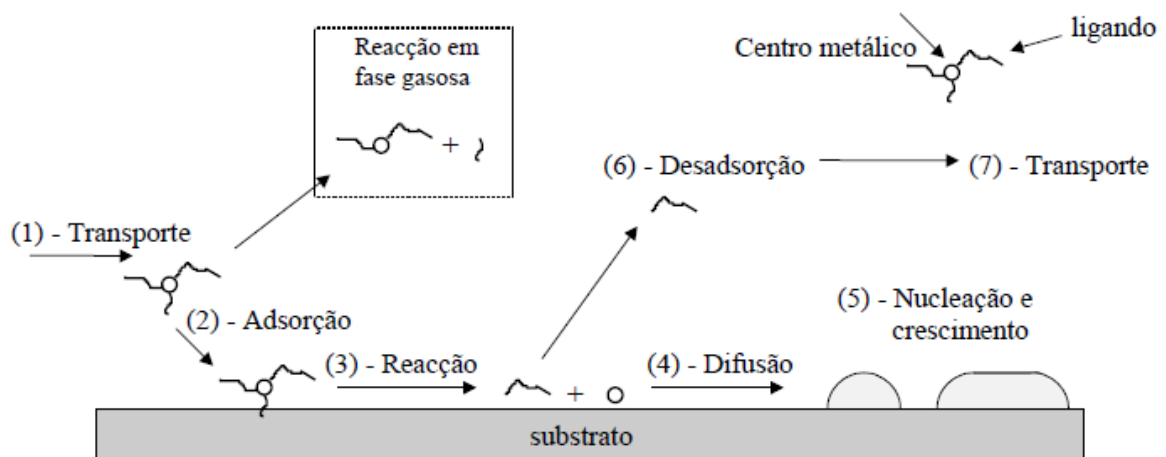
Figura 6 Esquema ilustrativo do processo de deposição física por Sputtering.



Fonte adaptada: Delplanque *et al.* (2007).

A velocidade de deposição é controlável pela atividade dos reagentes, temperatura do substrato e pressão total. Como desvantagens dos processos CVD, indicam-se a existência de produtos químicos tóxicos, inflamáveis, explosivos ou corrosivos (MELLO, 2011). Numa deposição por CVD, ocorrem as etapas sequenciais de 1 a 7, qualquer delas podendo limitar a velocidade de deposição. Sendo elas representadas na figura 7.

Figura 7 Representação esquemática das etapas envolvidas no processo CVD.



Fonte: Mello (2011).

O mecanismo de crescimento dos filmes depositados tanto por PVD quanto por CVD se inicia pela formação de pequenos aglomerados de material, denominados núcleos, espalhados aleatoriamente sobre a superfície do substrato. O que mantém os átomos presos à superfície são as forças de atração eletrostáticas. Quando a fixação ocorre por transferência de elétrons entre o substrato e a partícula depositada ela é denominada adsorção química e se isto não ocorrer é adsorção física. Átomos adsorvidos migram sobre a superfície do substrato interagindo com outros átomos para formar os núcleos. O processo é denominado nucleação. À medida que mais átomos interagem os núcleos crescem. Quando os núcleos entram em contato uns com os outros ocorre a coalescência que resulta em estruturas maiores. O processo continua formando canais e buracos de substrato exposto, preenchidos com novos núcleos até a formação de um filme contínuo (FERRARI, 2008; COSTA, 2010b).

Ao final da deposição os filmes são compostos por grãos dispostos em várias direções cristalográficas. O tamanho dos grãos depende das condições da deposição e dos tratamentos térmicos posteriores. Grãos maiores geralmente estão associados às temperaturas maiores de processamento. A rugosidade de um filme está relacionada com o tamanho dos grãos. Deposições em alta temperatura tendem a produzir filmes menos rugosos (FERRARI, 2008).

Uma técnica muito utilizada para a deposição do DLC é a deposição química na fase vapor assistida por plasma (PECVD), do qual o revestimento apresenta grande quantidade de hidrogênio, sendo conhecido como DLC hidrogenado ou simplesmente a-C:H. Os teores de hidrogênio podem ser tão altos quanto até 40%, o revestimento apresenta baixo coeficiente de fricção e são capazes de transferir carbono para a superfície para agir como um lubrificante sólido, em solicitações de atrito. Essa camada de transferência de lubrificante reduz ou até elimina a necessidade de líquidos de arrefecimento no uso do revestimento (SANTOS *et al.*, 2007).

Revestimentos de diamante tem atraído a atenção de muitos pesquisadores desde a década de 80 sendo hoje provavelmente o recobrimento de superfície mais estudado. Desde a década de 50 já se conseguia fazer a deposição de filmes de diamantes, mas a pesquisa cresceu no início dos anos 80 quando as taxas de deposição alcançaram a ordem de 1,0 $\mu\text{m}/\text{h}$ (HOLMBERG; MATTHEWS, 1994). Na Tabela 2.1 são apresentadas as principais características dos diferentes métodos de

deposição dos filmes de DLC aplicados na atualidade.

Tabela 2.1 Métodos de deposição empregados na indústria.

Método de deposição	Características	Vantagens	Desvantagens
Feixe de íons (<i>Ion beam</i>)	Íons de carbono produzidos pelo bombardeamento do grafite.	Deposição controlável das espécies e da energia, possibilitando a dopagem de outras espécies iônicas.	Alto custo e tamanho do equipamento.
<i>Sputtering</i>	Utiliza o <i>sputtering</i> DC ou RF de um eletrodo de grafite por plasma de argônio.	Versátil, diversas aplicações para uso em diferentes materiais.	Alto custo e baixa taxa de deposição
Arco catódico	Um arco é iniciado em alto vácuo pelo toque de um catodo de grafite com um eletrodo pequeno precursor de carbono.	Produz um plasma altamente ionizado com espécies energéticas, alta taxa de crescimento, e baixo custo.	O filtro não é suficiente para algumas aplicações e o catodo fica instável.
Deposição por laser pulsado	Um laser excimer pulsado, como o ArF, gera pequenos e intensos pulsos de energia, os quais podem ser usados para vaporizar materiais como num plasma intenso.	Método versátil em escala laboratorial, o que permite sua utilização para depositar em diferentes materiais.	Não é possível escalonar em proporções industriais.
Deposição Química na Fase Vapor Assistida por Plasma (PECVD)	O reator consiste de 2 eletrodos de áreas diferentes. O menor é o catodo, local onde os substratos são colocados e onde é aplicada a tensão. O outro eletrodo é o anodo, formado pelas paredes da câmara e é aterrado.	Versatilidade para se utilizar diferentes precursores, facilidade de deposição em amostras com diferentes tamanhos e formas, baixo custo de produção	Não é possível ter um controle independente da corrente e da energia iônica, visto que as duas variam com a tensão da fonte.

Fonte adaptada: Costa (2010b).

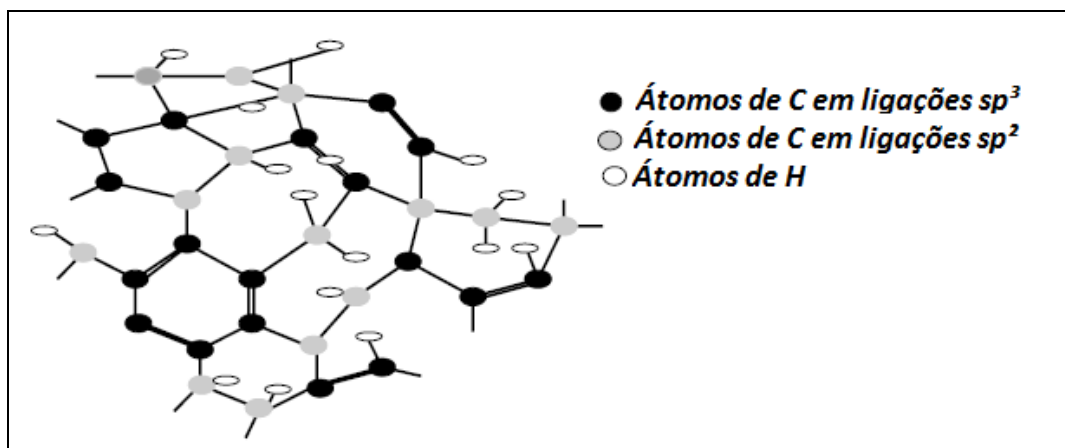
2.5 Revestimento de Carbono tipo Diamante

O carbono pode apresentar várias formas de estruturas cristalinas e morfológicas com propriedades muito diferentes entre si. Algumas de suas formas mais conhecidas são o diamante, a grafite, o nanotubo, o fulereno e também algumas formas amorfas, como o DLC. Os revestimentos de DLC são de grande interesse devido à sua única combinação de propriedades como alta dureza, baixo coeficiente de fricção, boa resistência ao desgaste e a corrosão. O interesse comercial pelos revestimentos é considerável para aplicações que se estendem a áreas como tribologia, óptica, eletrônica e biomédica (CHOWDHURY *et al.*, 2004).

O DLC é utilizado para recobrir ferramentas de corte de diversos substratos, como ligas não ferrosa de alumínio, cobre, magnésio e chumbo, e também em não metais, como polímeros reforçados com fibras, cerâmicas, silicone, borracha dura e outros. Apesar da deposição em diversos materiais, os revestimentos de diamante não são recomendados para cortes de metais ferrosos, devido à solubilidade química elevada do carbono nesses materiais, a temperatura elevada, tornando o diamante inadequado para usinagem de aços, ferros fundidos e superligas (HOLMBERG; MATTHEWS, 1994).

As diferentes formas do carbono como grafite, diamante e o carbono amorfo têm propriedades diferentes devido às ligações dos átomos de carbono que compõem a sua estrutura cristalina. O DLC possui uma estrutura amorfa composta por ligações sp^2 e sp^3 que ligam os átomos de carbono. Em geral, o carbono amorfo é formado por uma mistura dessas ligações com a rara presença de hidrogênio, como mostra o desenho esquemático do arranjo químico na figura 8.

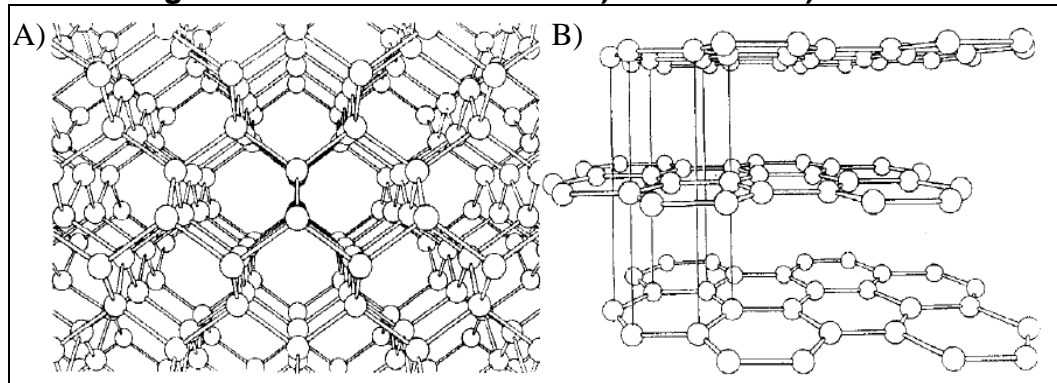
Figura 8 Estrutura cristalina do carbono amorfo.



Fonte adaptada: Chowdhury, Laugier e Rahman (2004).

O diamante é uma fase metaestável do carbono, em temperatura e pressão ambiente. Possui a estrutura cristalina cúbica, sendo dominada por ligações sp^3 , conforme a figura 9-A. O grafite tem a estrutura hexagonal dominada por ligações sp^2 , assim como na Figura 9-B. As propriedades do filme de DLC têm sido caracterizadas pela fração volumétrica de ligações sp^3 , dos quais podem ser controladas nos processos de deposição. Sendo interessante a investigação das variações dos parâmetros de deposição (CHOWDHURY *et al.*, 2004; FERRARI, 2008).

Figura 9 Estrutura cristalina. A) Diamante. B) Grafite.

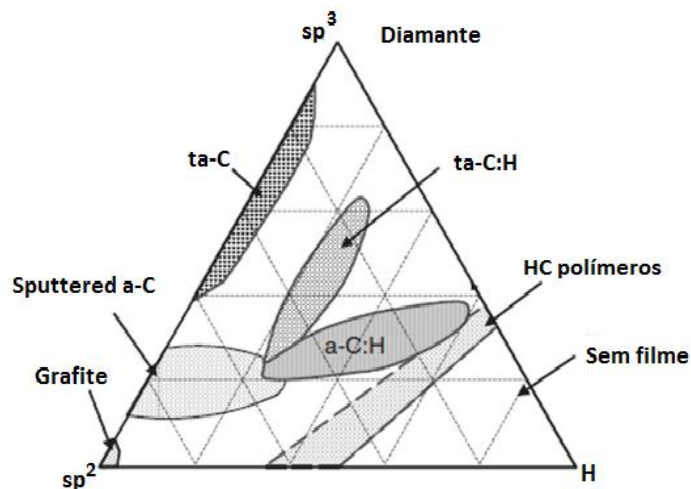


Fonte: Holmberg e Matthews (1994).

A grande versatilidade dos revestimentos de carbono está fortemente relacionada às suas propriedades físicas em razão das ligações sp^2 e sp^3 . Neste sentido, as propriedades dos DLC's resultam da combinação das características do diamante e da grafite (FERRARI, 2008). O diagrama de fase ternário, mostrado na figura 10, mostra as possíveis composições dos filmes formados por diferentes razões de ligações sp^2/sp^3 , com ou sem a presença do elemento hidrogênio (em alguns casos de nitrogênio também). As três quinas do diagrama representam o diamante, o grafite e o hidrocarboneto.

Analisando o diagrama de fase ternário percebe-se a formação de quatro diferentes estruturas de carbono amorfo: tetragonal (ta-C), tetragonal hidrogenado (ta-C:H), carbono amorfo (a-C) e o carbono amorfo hidrogenado (a-C:H). Sendo que essas estruturas podem variar a porcentagem de suas composições (LEMOINE *et al.*, 2008; SUTTON *et al.*, 2013).

Figura 10 Diagrama de fase ternário do carbono amorfo.



Fonte adaptada: Ferrari (2008).

A grafitação do DLC é uma das explicações para a propriedade de baixo coeficiente de fricção. O grafite é um material auto lubrificante e durante a fricção o DLC é transformado ou decomposto gerando finas camadas de grafite que deslizam na superfície do próprio revestimento. Alguns estudos tem mostrado que o DLC hidrogenado possui coeficiente de fricção extremamente baixo em ambiente de vácuo ultra-alto e nitrogênio seco. O hidrogênio se desprende durante a fricção formando uma camada de transferência agindo como um material lubrificante. Já a dureza, que também é afetada pelo hidrogênio, sofre influência do estado das ligações, quanto maior a razão sp^3/sp^2 no DLC, mais alto será a dureza e transparência do recobrimento (FERRARI, 2008).

Revestimentos de DLC têm sido produzidos por diferentes métodos PVD e CVD, com espessuras de 0,5 a 5 μm , dos quais tem apresentado boas resistência ao desgaste e baixo coeficiente de fricção entre 0,01 e 0,25 (HOLMBERG; MATTHEWS, 1994). As propriedades mecânicas das diferentes composições do carbono estão na Tabela 2.2.

Tabela 2.2 Propriedades de diferentes estruturas do 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 soft	60	40-60	10 – 30	100 – 300
a-C:H hard	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 adaptada: Lemoine *et al.* (2008) e Sutton *et al.* (2013).

2.6 Caracterização das Ferramentas e Revestimentos

Atualmente, os trabalhos de avaliação de revestimentos finos são baseados em 3 técnicas de caracterização: adesão, dureza e resistência ao desgaste. Sendo

também empregadas outras técnicas complementares de caracterização química, mecânica e tribológica dos revestimentos.

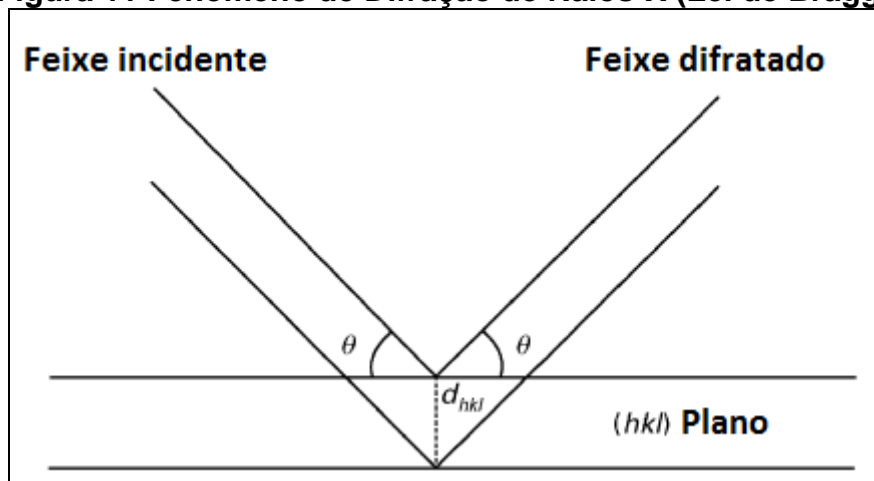
2.6.1 Caracterização das ferramentas: Difração de Raios-X

A difratometria de raios X é um método de análise não destrutivo, sendo uma das principais técnicas de caracterização microestrutural de materiais cristalinos. A difração de raios X é o resultado da combinação dos fenômenos de espalhamento do feixe incidente de raios X por cada átomo do cristal e da interferência entre as ondas espalhadas pelos diferentes átomos. Esta interferência é possível porque as ondas espalhadas são coerentes com a onda incidente. Isto permite a medida precisa dos espaçamentos entre planos cristalinos através dos ângulos entre os feixes incidentes e difratados pelos planos, satisfazendo assim a Lei de Bragg, dada pela Equação 1 (KVICK, 1999).

$$\lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \theta_{hkl} \quad (1)$$

Onde λ é o comprimento de onda do raio incidente, d_{hkl} é a distância interplanar [hkl] e θ é o ângulo do plano de difração, onde ocorre a interferência construtiva, figura 11.

Figura 11 Fenômeno de Difração de Raios-X (Lei de Bragg).



Fonte adaptada: KVICK (1999).

A estrutura cristalina dos materiais possuem diferentes densidades de átomos ou elétrons, fazendo com que as intensidades difratadas sejam distintas para os diversos planos cristalinos, permitindo sua distinção e caracterização. A intensidade do feixe difratado varia de acordo com o comprimento de onda do feixe incidente;

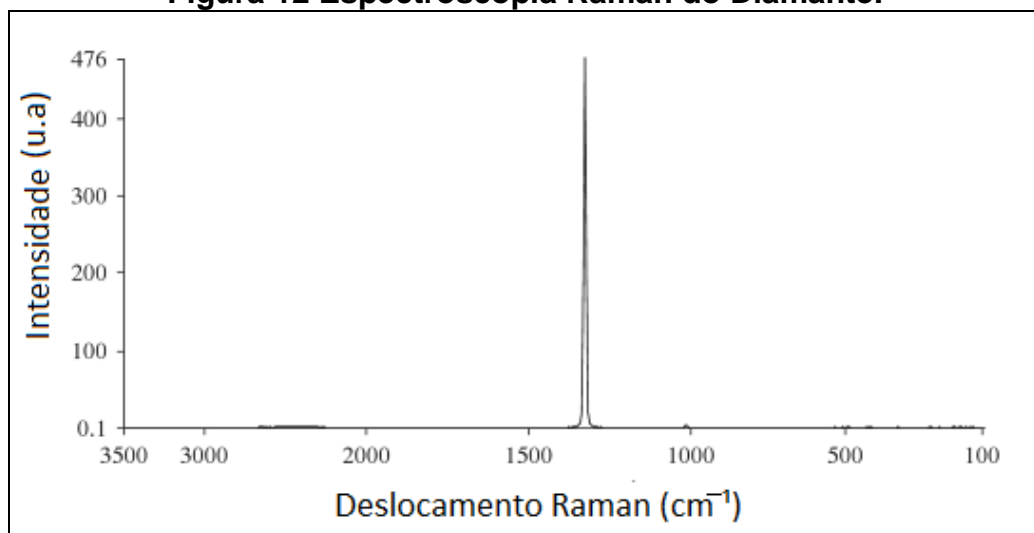
volume dos cristais que difratam; ângulo de difração; absorção dos raios X pelos cristais e do arranjo experimental utilizado (KVICK, 1999).

2.6.2 Identificação de Revestimentos a Base de Carbono por Espectroscopia Raman

A espectroscopia *Raman* é uma técnica analítica amplamente usada devido à sua simplicidade, ser não destrutiva e fornecer informação qualitativa sobre o material estudado. É empregada para medir uma variedade de propriedades com estrutura interfacial, composição química e tensões entre materiais cristalinos e amorfos. A espectroscopia Raman em sólidos baseia-se no espalhamento inelástico da luz de um laser (fótons) causado pela vibração da rede (fônons) do material analisado. A técnica *Raman* estuda as frequências vibracionais e rotacionais (JAWAHIR *et al.*, 2011; FERRARI, 2008).

Utiliza-se a técnica no estudo de elementos de carbono que são identificados de acordo com a forma e a posição das bandas no espectro. No carbono amorfo a cristalinidade é menor e segue aumentando até alcançar o diamante puro, que é perfeitamente identificada pela banda de 1365 cm^{-1} , como mostra o espectro da figura 12. Contudo, para encontrar esse pico é preciso utilizar um determinado comprimento de onda de 1064 nm que excita o elemento na vibração precisa. Os espectros de todos os materiais carbonosos exibem picos na região entre 1000 e 1800 cm^{-1} para energia de excitação no visível e infravermelho (SMITH; DENT, 2005).

Figura 12 Espectroscopia Raman do Diamante.

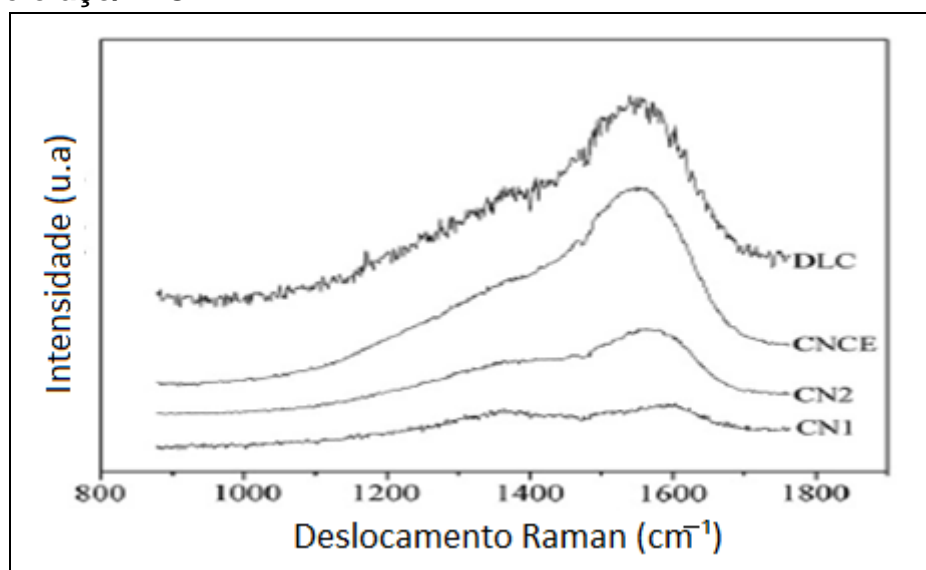


Fonte: Smith e Dent (2005).

Os espectros Raman no estudo de filmes de DLC têm tipicamente dois picos principais, o pico D em torno de 1350 cm^{-1} e do pico G volta de 1580 cm^{-1} . Os parâmetros dos espectros Raman, tais como as posições, as larguras e as intensidades dos picos “D” e “G” estão estreitamente relacionadas com a densidade, o tamanho e estrutura dos aglomerados sp^2 . Por sua vez, estes aglomerados sp^2 estão intimamente relacionadas com o teor de sp^3 do DLC, o que nos permite determinar o teor de sp^3 a partir dos parâmetros de espectros de Raman. A introdução de hidrogênio no sistema DLC separa ligações sp^3 em C-C e C-H sp^3 , o que altera a relação entre o conteúdo sp^3 e configurações de conjuntos sp^2 . Assim, as correlações entre sp^3 e parâmetros Raman podem apresentar diferenças significativas para DLC's com diferentes conteúdos de hidrogênio (CUI *et al.*, 2010; ROBERTSON, 2002).

Um exemplo da aplicação da técnica Raman em filmes de DLC é mostrado no trabalho de Silva, Trava-Airoldi e Chung (2011), que usaram a espectroscopia Raman para mostrar que a superfície do aço 6150 modificada imediatamente antes da deposição do DLC que exibe características locais de ligação de carbono semelhante ao DLC, ver figura 13. Este fato pode justificar a boa aderência do filme.

Figura 13 Espectroscopia Raman: CN1 – aço; CN2 aço/carbonitretado; CNCE-equilibrado e o aço/DLC.

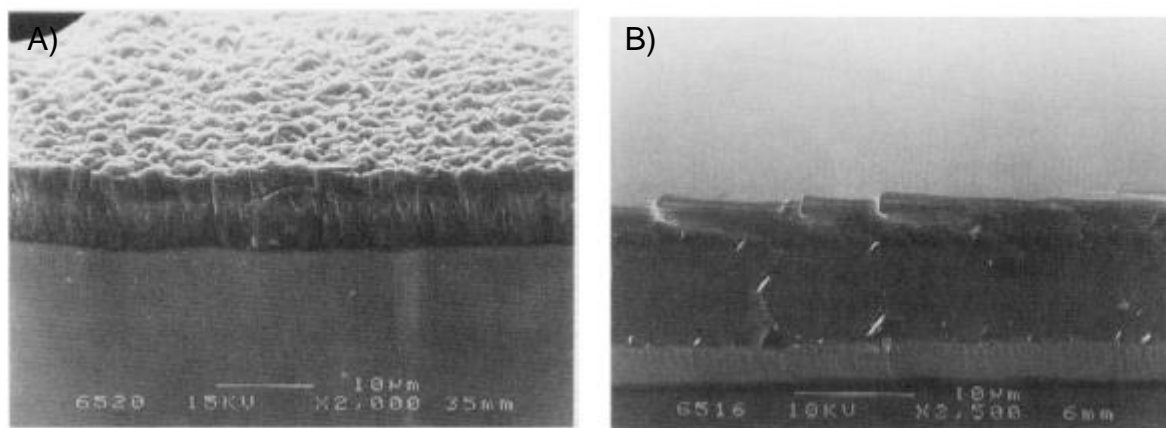


Fonte: Silva, Trava-Airoldi e Chung (2011).

2.6.3 Espessura e Camadas de Interface

Através do uso de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) é possível medir a espessura do revestimento de DLC presente nas brocas, produzindo imagens de alta resolução e magnificação. Neste equipamento, é gerado um feixe de elétrons com cerca de 20 KeV, condensados por um conjunto de lentes eletromagnéticas. Em geral, a sua resolução aproxima-se de alguns centésimos de micrometros podem chegar a ampliações ajustáveis de 10x a 300.000x. Além de fornecer informações topográficas, também pode fornecer informação sobre a composição química da superfície, recorrendo à técnica de espectroscopia de dispersão eletrônica (EDS). Um exemplo de aplicação do MEV pode ser observado no detalhamento da topografia de diamante e filmes de diamante, em que a superfície do diamante contém microrugosidades denteadas, como visualizadas na figura 14-A. Enquanto a superfície do revestimento de DLC possui aparência lisa, figura 14-B (HOLMBERG; MATTHEWS, 1994).

Figura 14 Topografia feita por MEV. A) Diamante; B) DLC hidrogenado.



Fonte: Holmberg e Matthews (1994).

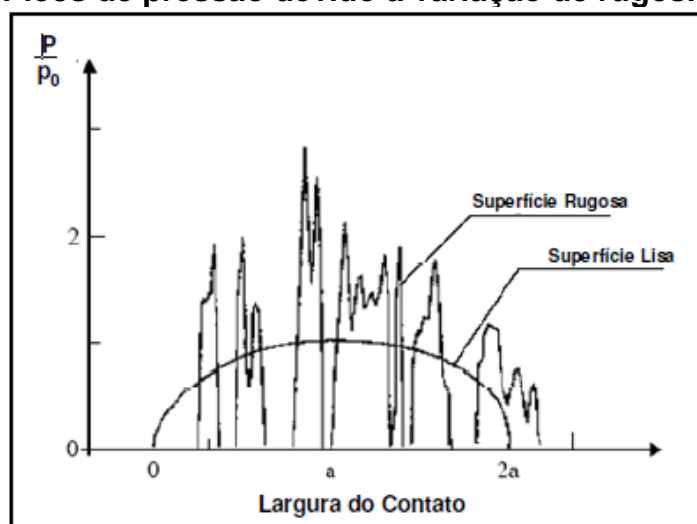
Outra técnica também muito utilizada para caracterizações topográficas é o a microscopia de força atômica (“Atomic Force Microscope – AFM”). Este microscópio varre a superfície da amostra utilizando um micro-sensor (ponta) que gera um sinal em 3-D da superfície analisada. A amostra é deslocada no plano (x,y) com coordenadas pré-determinadas. A interação da ponta com a superfície da amostra é medida através da deflexão de uma haste, a qual é realizada usando um feixe de laser e um fotodetector, através de um sistema piezo-elétrico. Esta deflexão fornece

a distância entre o sensor e a superfície da amostra permitindo o traçado topográfico desta (WANG; CHU, 2013a).

2.6.4 Rugosidade

A rugosidade do substrato é um dos pontos chaves para o comportamento tribológico em filme finos. Pois, após a deposição o filme manterá a mesma topografia do substrato, ou seja, a rugosidade final permanecerá praticamente inalterada. Portanto, superfícies rugosas e extremamente duras certamente terão alto coeficiente de atrito. Quando um contra-corpo com alta rugosidade e dureza desliza sobre um filme rugoso, a falta de deformações plásticas ou elásticas levará à diminuição da área real de contato, por consequência aparecerão picos de elevada pressão local, como mostra a figura 15. A presença dos picos de pressão ocasionará o aumento do atrito e conseqüentemente do desgaste, com sua quebra nos primeiros momentos do deslizamento (VICENTE, 2005).

Figura 15 Picos de pressão devido à variação de rugosidade.

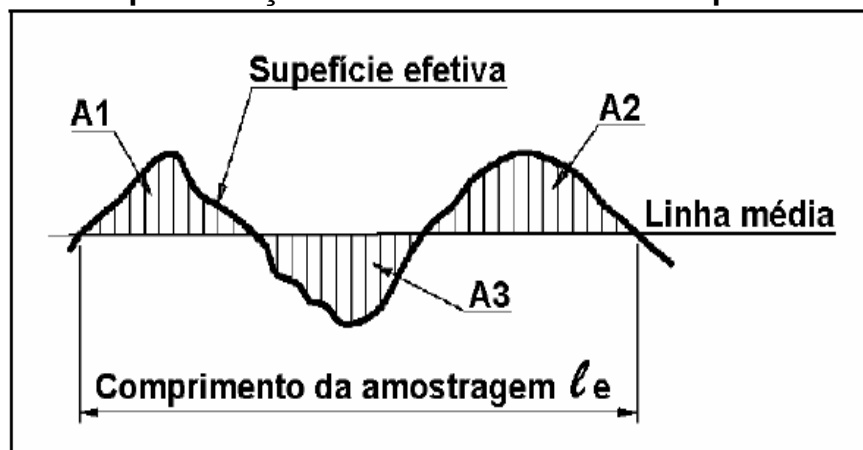


Fonte adaptada: Vicente (2005).

A rugosidade superficial é formada por defeitos microscópicos deixados pela usinagem, que são imperceptíveis ao olho humano. Esta rugosidade ou acabamento superficial está diretamente ligado à afiação e tipo de ferramenta utilizada. Por este motivo, melhores resultados são obtidos com ferramentas de corte adequadas e afiadas, com precisão para cada tipo de material trabalhado. Sendo a superfície real uma herança do método empregado na usinagem (COSTA; GOMES, 2010a).

Para medir a rugosidade superficial o sistema básico de medida mais adotado é o da linha média M, que pode ser visualizado pela figura 16, do qual a linha média é a linha paralela à direção geral do perfil, no comprimento da amostragem, de tal modo que a soma das áreas superiores, compreendidas entre ela e o perfil efetivo, seja igual à soma das áreas inferiores, no comprimento da amostragem (l_e). Sendo A_1 e A_2 (áreas acima da linha média) = A_3 (área abaixo da linha média).

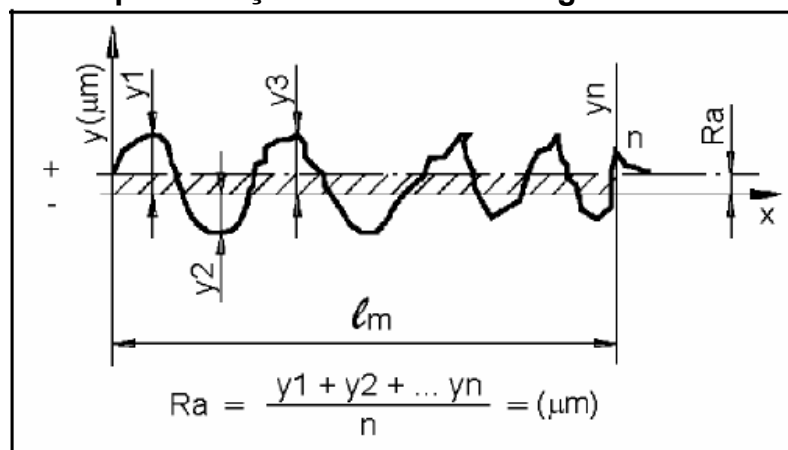
Figura 16 Representação da linha média calculada pelo método M.



Fonte: Costa e Gomes (2010a).

A partir da linha média é possível avaliar as irregularidades superficiais das peças, sendo necessário determinar um nível de acabamento adequado às superfícies. O parâmetro que possibilita essa avaliação é a rugosidade média, denominado por “ R_a ”. A representação da rugosidade média pode ser visualizada pela figura 17.

Figura 17 Representação do calculo da rugosidade média “ R_a ”.



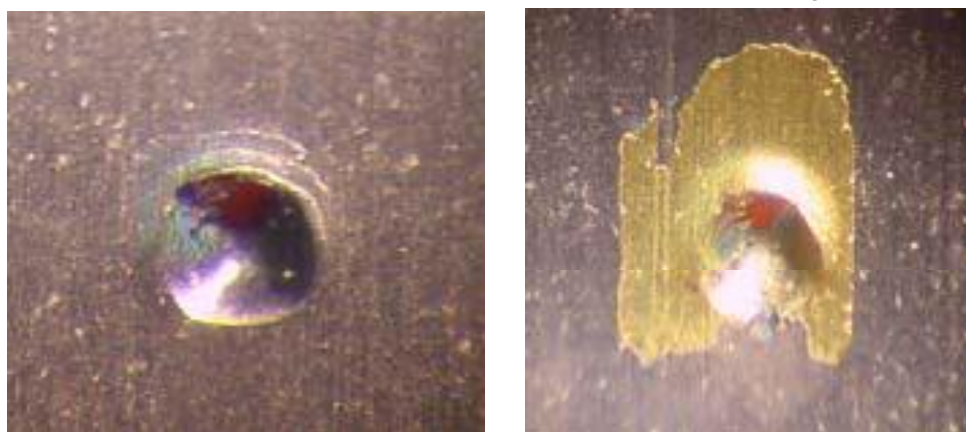
Fonte adaptada: Costa e Gomes (2010a).

A rugosidade média é a média aritmética dos valores absolutos das ordenadas de afastamento (y_i), dos pontos do perfil de rugosidade em relação à linha média, dentro do percurso de medição (l_m). Essa grandeza pode corresponder à altura de um retângulo, cuja área é igual à soma absoluta das áreas delimitadas pelo perfil de rugosidade e pela linha média, tendo por comprimento o percurso de medição (l_m) (COSTA; GOMES, 2010a).

2.6.5 Adesão

Para estudar o comportamento adesivo de revestimentos são realizados testes, que avaliam o comportamento mecânico de revestidas, como o DLC. O teste de indentação Rockwel prescrito pela norma VDI 3198-1991, é bastante utilizado na avaliação qualitativa de adesão de revestimento (VIDAKIS *et al.*, 2003). No ensaio são efetuadas penetrações sobre a superfície revestida, em posições aleatórias, com um penetrador Rockwell-C. Após o ensaio é realizado uma análise optica da zona de deformação da indentação, com o auxílio de um microscópio eletrônico. Os padrões pré-estabelecidos para avaliação da adesão são classificados de HF1 a HF6. Sendo a qualidade da adesão considerada boa até o índice HF4 e ruim em HF5 e HF6. Viana e Machado (2005) utilizaram de método similar para avaliar qualitativamente a adesividade de revestimentos de titânio sobre substrato de brocas de aço rápido, figura 18.

Figura 18 Teste *Mercedes* sobre a haste cilíndrica da broca de HSS revestida com TiN/TiAlN. Desplacamento acentuado na segunda indentação.



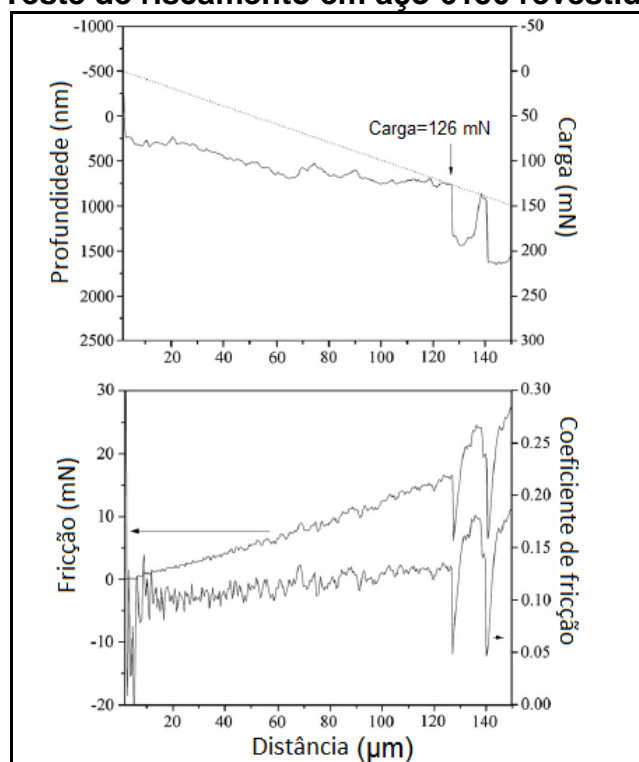
Fonte: Viana e Machado (2005).

As indentações foram realizadas sobre a superfície da haste cilíndrica, do qual os revestimentos de TiN/TiCN e TiAlN mantiveram a mesma característica nas

impressões deixadas, ao passo que nos revestimentos TiN/TiAlN e TiN/TiAlN/WCC houve diferenciação no modo de fratura na mesma peça levando a concluir que possivelmente poderia não haver homogeneidade no processo de deposição das camadas de revestimentos sobre o substrato da ferramenta. Entre as brocas revestidas analisadas o melhor desempenho foi do revestimento de TiN/TiCN, correlacionando com o melhor resultado no número de furos durante usinagem de uma liga de Al-Si.

Choi *et al.* (2012) também usou o mesmo ensaio de indentação para comparar a adesão de filmes de DLC depositados em substrato de aço rápido, com e sem processo de nitretação. Seus resultados mostraram uma melhora da adesão com o pré-tratamento superficial. Resultados coerentes com Silva *et al.* (2011) que avaliaram a influencia de pré-tratamentos de carbonitretação e cementação em substrato de aço SAE 6150 para deposição de DLC. O trabalho avaliou a adesão pelo método de riscamento que gera gráficos de carga em função da profundidade, como mostra a figura 19. O material pré-tratado mostrou aumento da carga crítica de delaminação. A profundidade e a força de indentação variam pouco antes da delaminação que ocorre na carga crítica de 126 mN, consistentes com as medidas de comprimento do risco.

Figura 19 Teste de riscamento em aço 6150 revestido com DLC.

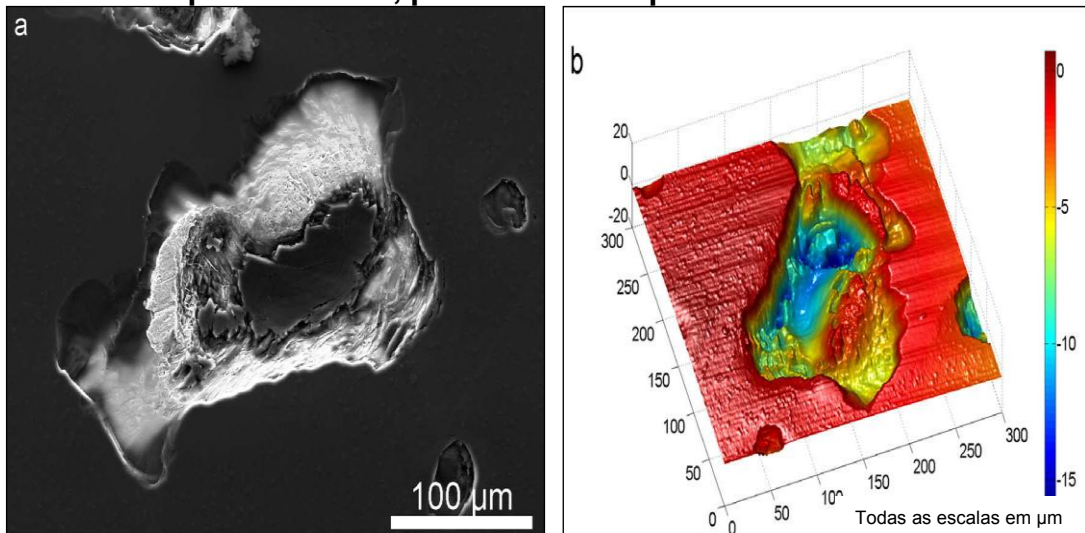


Fonte: Silva, Trava-Airoldi e Chung (2011).

A adesão de revestimentos de diamante em substrato cerâmico foi estudada por Xie *et al.* (2000) que mostraram um aumento de adesão com o acréscimo da temperatura do processo de deposição e por outro lado uma diminuição da adesão com o aumento do tempo de deposição ou da espessura do revestimento. Os revestimentos de DLC tem uma aderência muito variável em substratos. A aderência esta relacionada às tensões internas residuais, tendo uma influência dominante sobre as propriedades de desgaste.

Espera-se que a aderência de um filme depositado seja muito boa, pois o seu descolamento pode acarretar um comportamento falho do dispositivo. Em algumas aplicações do DLC, como na biomedicina, este comportamento é inaceitável, como mostra o trabalho de Thorwarth *et al.* (2010), que revestiu articulações metálicas para implantes. Apesar de o revestimento ter aumentado a resistência ao desgaste, do conjunto, em teste de simulação de movimento foram observados alguns defeitos de delaminação (20 - A), que pontualmente geram grandes desgastes na superfície. A delaminação do filme, de 4 μm de espessura, expôs a superfície metálica a uma profundidade de 15 μm , como mostra a figura 20- B.

Figura 20 Delaminação do filme de DLC em substrato metálico de implantes de aplicação biomédica. a) Imagem por micrografia. b) Imagem tridimensional com leituras de profundidade, pela técnica de perfilometria.



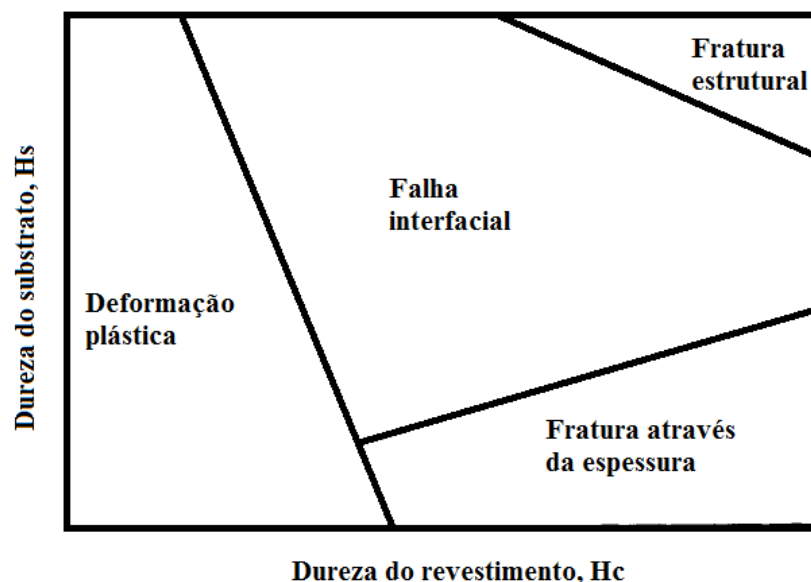
Fonte: Thorwarth *et al.* (2010).

A aderência depende bastante dos procedimentos de limpeza e da rugosidade do substrato. A rugosidade pode aumentar a aderência com uma maior área de contato. No entanto, uma rugosidade excessiva pode gerar defeitos de

cobertura prejudicando a adesão. A determinação da adesão e a resistência ao risco são essenciais para a caracterização mecânica de filmes finos e duros, tanto para pesquisa quanto para a indústria (SANDER *et al.*, 2011).

As falhas mais comuns em revestimentos incluem deslocamento do filme, rachaduras, quebra da espessura, deformações plásticas ou fissuras no revestimento ou substrato. Sendo muito comuns diferentes tipos de falha na mesma peça (DIN EN1071-3, 2005; WOLFF, 2007). Os modos de falha em revestimentos dependem de muitos fatores, um deles pode ser identificado em termos das diferenças de dureza entre substrato e revestimento, figura 21 que mostra a relação entre as variações de durezas do revestimento e substrato. No caso de um típico penetrador de diamante Rockwell "C", para revestimentos macios e substratos macios o ensaio é dominado pela deformação plástica e formação de sulco e pouco ou nenhum craqueamento é observado, exceto em cargas muito elevadas. Para revestimentos duros e substratos macios a deformação do substrato é predominantemente plástica, enquanto que o revestimento pode deformar plasticamente ou fraturar, uma vez que é dobrado para dentro da calha criada pela deformação plástica do substrato. Os revestimentos macios em substratos mais duros tendem a deformar-se por deformação plástica. Para revestimentos duros em substratos rígidos a deformação plástica é mínima e a fratura domina a resposta do riscamento (BULL; BERASETEGUI, 2006).

Figura 21 Diagrama de modos de falha relacionados a diferenças de dureza.



Fonte adaptada: Bull e Berasetegui (2006); SANDER *et al.* (2008).

É importante destacar que o contato mecânico entre o substrato e a superfície é localizado em um ponto de microescala que forma a área real de contato. Para estimar essa área é muito comum dividir a carga normal sobre a dureza da superfície mais macia. Com isso, não é surpresa que o dano pode ocorrer mesmo com uma carga muito suave no contato tribológico. Um exemplo é a ocorrência de falhas em cerâmicas sobre deslizamento apesar da pressão de contato nominal ser cem mil vezes menores que a sua dureza. Revestimentos tribológicos podem falhar prematuramente devido a descolamento, delaminação, rachaduras e/ou fragmentação do material revestido. Mecanismos de danos similares não ocorrem em materiais homogêneos (HOGMARK *et al.*, 2000).

2.6.6 Dureza e módulo de elasticidade

Medidas de dureza e módulo de elasticidade são algumas das propriedades mais importantes para aplicações tribológicas. A maioria das leis de desgaste é baseada na dureza da superfície de contato, sendo, portanto a nanoindentação a técnica mais popular para determinar as propriedades mecânicas, superficiais de filmes finos (GUILLONNEAU *et al.*, 2014).

Desde o último século, experimentos com indentação tem sido desenvolvidos e aprimorados no intuito de medir as propriedades mecânicas dos materiais, principalmente para obter a dureza (CHENG; CHENG, 2000; QIAN *et al.*, 2005). Dureza é uma propriedade do material que exprime sua capacidade de resistir à ação de um penetrador, dependendo de três variáveis: o material testado, a geometria do penetrador e a força aplicada. Podendo ser expressa pela relação entre a força do penetrador e a área de contato final do penetrador com o material (N/m^2). Os ensaios de dureza podem ser classificados em dureza por riscamento, por choque ou por penetração, que pode ser esférica, piramidal ou cônica (PINTAÚDE, 2002).

A dureza Mohs, classificada como riscamento, foi um dos primeiros métodos a serem desenvolvidos, sendo definida pela capacidade de corte de um material sobre o outro em uma escala de 1 a 10, sendo o talco o número 1 e o diamante o número 10. A dureza Mohs situa-se entre o mineral que deixa de riscar e a do mineral que risca.

Existem diversos tipos de dureza por penetração que dependem da geometria do penetrador (esférico, piramidal e cônica) e das condições de aplicação da força.

As principais são a Vickers, Brinell e Rockwell, sendo muito utilizadas. O ensaio de penetração consiste em pressionar um indentador sobre a superfície do material e quantificar a área ou profundidade durante e após aplicação da carga. De uma forma geral, os indentadores são rígidos de material homogêneo e tridimensionais (LEMOINE *et al.*, 2008).

No caso das durezas Vickers, o penetrador, talhado em diamante, tem a forma de uma pirâmide quadrangular, sendo o ângulo entre as faces opostas de 136° . Essa dureza permite a caracterização de microconstituintes, pois utiliza uma escala microscópica da qual se aplica uma força entre 0,098 e 9,8 N, tendo a vantagem de ser aplicada praticamente em todas as classes de materiais. As baixas cargas do penetrador permite que ele incida sobre regiões muito pequenas, como: precipitados, grãos de uma dada fase, películas de revestimentos. Sendo esta a razão pela qual, este tipo de dureza é designado por microdureza ou nanodureza.

No ensaio, a dureza Vickers (VHN) é dada pela Equação 2, onde 1,854 é a constante relacionada à geometria do indentador, l é o comprimento médio das duas diagonais e P é a carga aplicada (COOPER *et al.*, 1994).

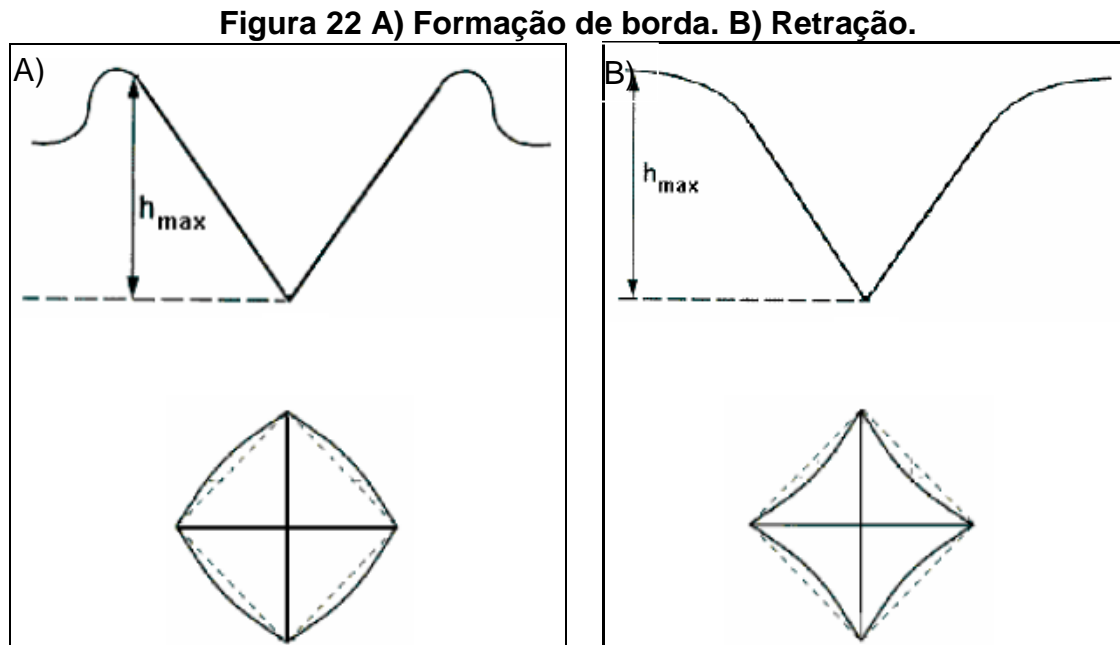
$$VHN = \frac{1,854 P}{l^2} \quad (2)$$

Todos os métodos obedecem ao mesmo princípio, segundo o qual é aplicado uma carga a um penetrador indeformável, sobre a superfície do material a testar e as dimensões da marca de penetração no material são então medidas. Obviamente, quanto menor for a impressão, maior será a dureza do material.

É possível correlacionar dureza com outras propriedades mecânicas, como tensão de ruptura e tensão de escoamento. O teste de dureza é muito usado, pois é um ensaio não destrutivo e simples. No ensaio por penetração pode ocorrer os fenômenos chamados “piling-up” ou “sinking-up”, que são traduzidos para o português como formação de bordas e retração, figura 22-A e 22-B. Piling-up ou sinking-in é um fenômeno que deve ser levado em conta, na relação com o comportamento do material, pois ainda não há um método geral que o considere (PINTAÚDE, 2002; GUILLONNEAU *et al.*, 2014).

As técnicas convencionais utilizam cargas suficientemente altas que deixem impressões cujas dimensões possam ser determinadas por um microscópio óptico comum. Para medir as propriedades mecânicas em revestimentos finos, com

espessuras inferior a 3,0 μm , os testes convencionais não podem ser aplicados, pois as cargas utilizadas devem ser baixas, de forma que a profundidade da indentação não ultrapasse 10% do valor da espessura total. Assim, os valores encontrados não sofrem influência do substrato (COOPER *et al.*, 1994).



Fonte: Pintaúde (2002).

A nanoescala é difícil de ser medida por microscópio óptico tradicional, devido à resolução demasiadamente baixa. Por isso, geralmente a nano-indentação utiliza a técnica de detecção por profundidade, que evita a necessidade de formação de imagens da indentação residual. No teste de dureza por profundidade de detecção, a ponta de diamante é pressionada contra a amostra, sendo controlada simultaneamente, a carga, a profundidade de penetração e o tempo, até uma profundidade máxima dada ou de carga e, em seguida é removida. As medidas de interesse no ensaio são a força (F), a profundidade de contato (h_c) ou a área projetada (A_c), figura 23-A. A área projetada é a vista superior da impressão de uma indentação, e a de contato corresponde à área interna da impressão deixada. A dureza é avaliada pela divisão da força sobre a área.

A curva de carga x profundidade, que pode ser visualizada na Figura 23-B, pode ser analisada para obter a dureza e módulo de Young utilizando o método de Oliver e Pharr (COOPER *et al.*, 1994). O método começa a partir do ajuste da curva de descarga pela relação com a carga:

$$P = C(h - h_F)^m \quad (3)$$

Onde P é a carga [mN], C e m são parâmetros de ajuste, h é a profundidade e h_f é a profundidade residual [nm]. Já a rigidez no descarregamento é dada por:

$$S = mC(h_{max} - h_F)^{m-1} \quad (4)$$

E a profundidade de contato entre o indentador e o material analisado é dada por:

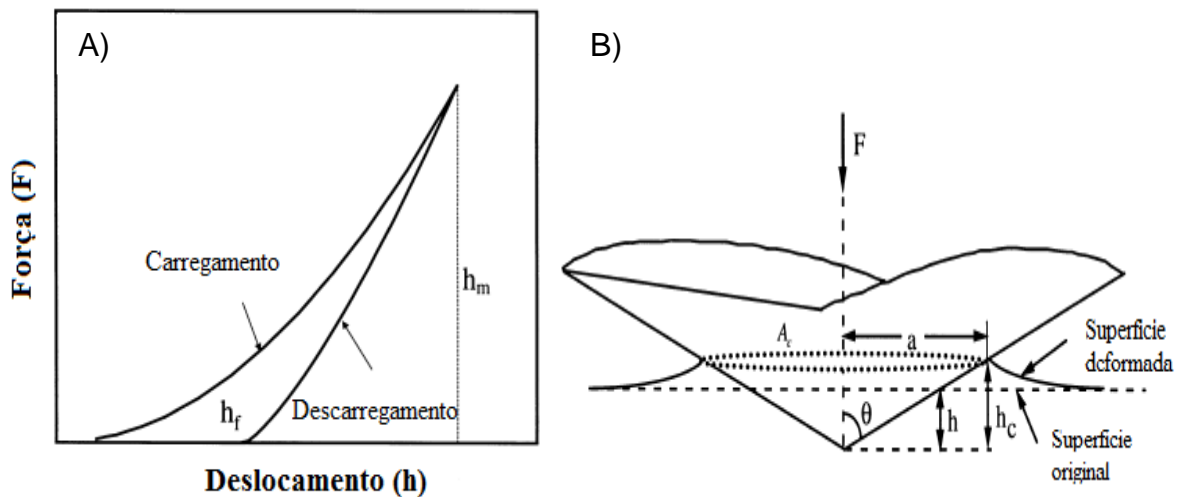
$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (5)$$

Sendo P_{max} a carga máxima [mN] e ε a constante relacionada ao indentador. Com isso, a área projetada A_c é estabelecida pela avaliação empírica da forma do indentador como uma função da profundidade de contato. A dureza de nano-indentação H_{O-P} [GPa] e o módulo de elasticidade efetivo E_{eff} [GPa] são calculados por:

$$H_{O-P} = \frac{P_{max}}{A_c} \quad (6)$$

$$E_{eff} = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (7)$$

Figura 23 A) Indentação cônica e os parâmetros do ensaio. B) Curva típica de força em função do deslocamento do ensaio instrumentado de dureza, sendo h_m = deslocamento máximo no carregamento e h_f = deslocamento permanente.



Fonte: Lemoine *et al.* (2008).

Obviamente, a vantagem deste método é que ele não necessita de uma imagem da indentação residual para a avaliação da dureza, o que facilita a medição das propriedades de materiais em pequenas dimensões.

Wang *et al.* (2013b) mediram a nanodureza de multicamadas de Al/Si₃N₄ com espessuras variadas, usando diferentes indentadores (Vickers e Brinell). O trabalho mostrou que a dureza aumenta com a diminuição da espessura das multicamadas.

2.6.7 Resistência ao Desgaste: Caloteste

Existem vários métodos para avaliação do desgaste, no entanto, a maioria esbarra na dificuldade em se trabalhar com revestimentos finos, devido à incerteza em delimitar o revestimento do substrato durante as medidas. Entre os métodos tradicionais o uso do ensaio de Caloteste se destaca devido à facilidade de execução, baixo custo e dimensões reduzidas para amostras testadas. Essa técnica originalmente permite medidas de espessura de revestimento e coeficiente de desgaste de amostras com e sem recobrimento, sendo principalmente usada em substratos metálicos (CHEN *et al.*, 2005). Gee *et al.* (2000) mostraram que o ensaio microabrasivo também pode ser usado, com devidas modificações, para obtenção de coeficiente de atrito. Outra diversificação da técnica é a possibilidade de se trabalhar com superfícies não planas.

O ensaio microabrasivo no equipamento Caloteste ocorre a três corpos, em que o desgaste é gerado por partículas abrasivas contidas na solução colocada entre a superfície da amostra e a esfera, como destaca a figura esquemática 24. A esfera permanece em rotação contínua contra superfície durante todo o ensaio fazendo com que as partículas rolem através da mesma, desgastando o material. Os três corpos são representados pela amostra, esfera e a partícula abrasiva. Ao final do ensaio é gerada uma depressão na superfície chamada de calota (GEE *et al.*, 2003).

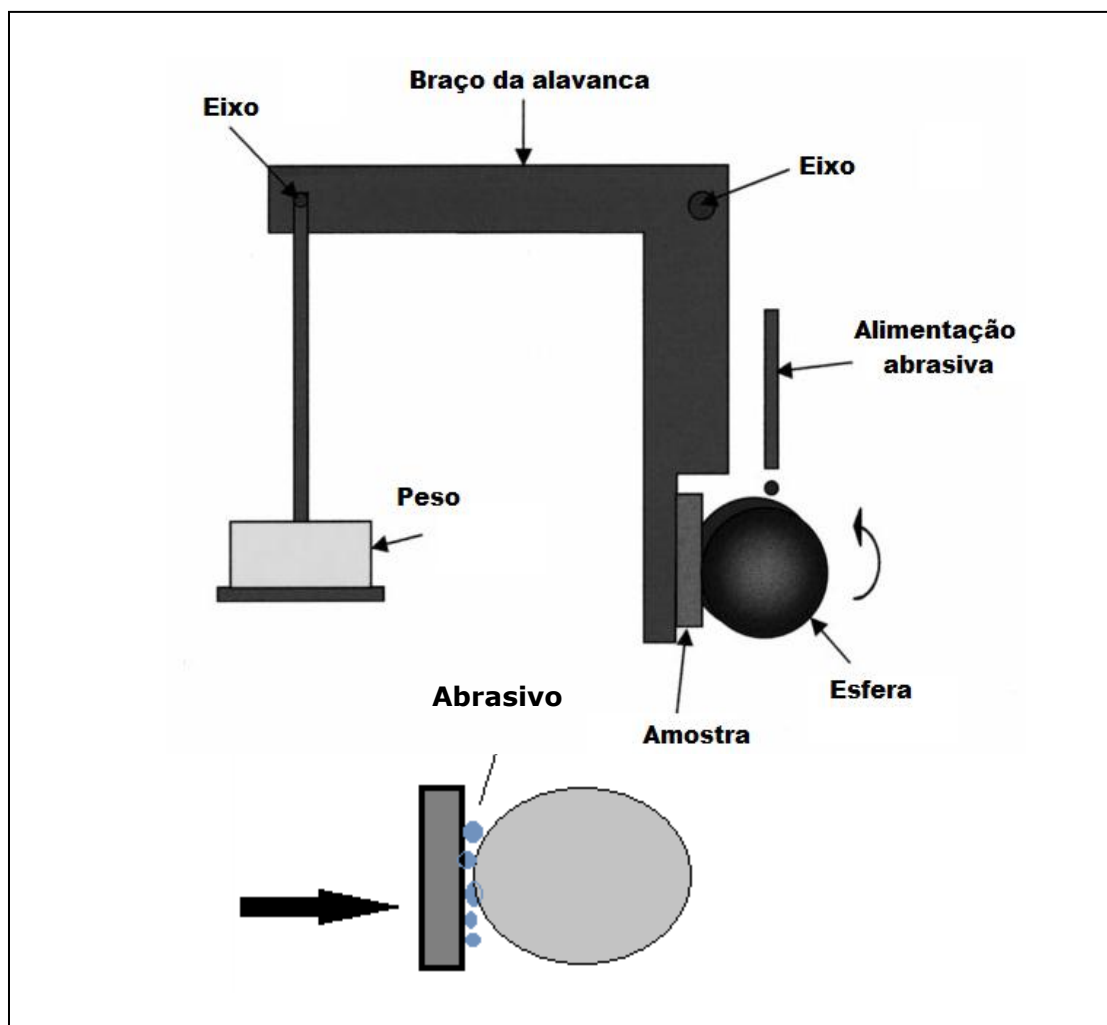
Rutherford e Hutchings (1996) propuseram que o volume de desgastado (V) fosse diretamente proporcional a distância percorrida (D_p) e a carga aplicada (P). Sendo o coeficiente de desgaste (k) a constante de proporcionalidade, como mostra a Equação 8. A técnica também permite calcular separadamente o coeficiente de desgaste do substrato (k_s) e do revestimento (k_c) utilizando de progressão linear.

$$V = K \cdot D_p \cdot P \quad (8)$$

Para calcular o coeficiente de desgaste (k) basta dimensionar o volume desgastado (V), uma vez que a distância percorrida (D_p) e o peso (P) são parâmetros pré-definidos ao ensaio. Em superfícies planas o formato da cratera desgastada é uma semi-esfera, como mostra a figura 25. Neste caso o volume pode ser estimado através da relação matemática que envolve o diâmetro da cratera (b) e o raio da esfera (R), Equação 9.

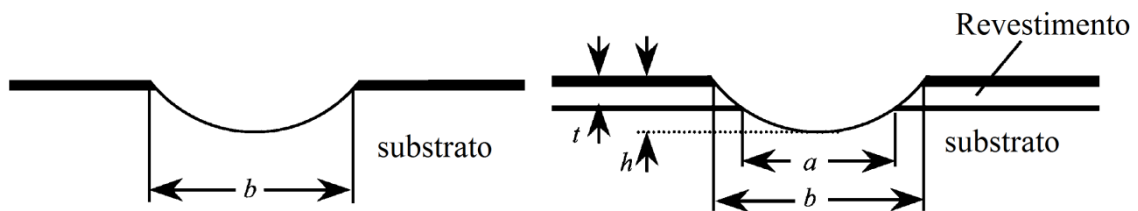
$$V = \frac{\pi b^4}{64 R} \quad (9)$$

Figura 24 Princípio do teste, e detalhe da partícula abrasiva rolando entre a esfera e a amostra.



Fonte: elaborado pela autora.

Figura 25 Geometria das calotas sem e com revestimento seus respectivos parâmetros, sendo b = diâmetro externo; a =diâmetro interno; h =profundidade e t =espessura do revestimento.



Fonte: Adaptado de Kusano *et al.* (2004).

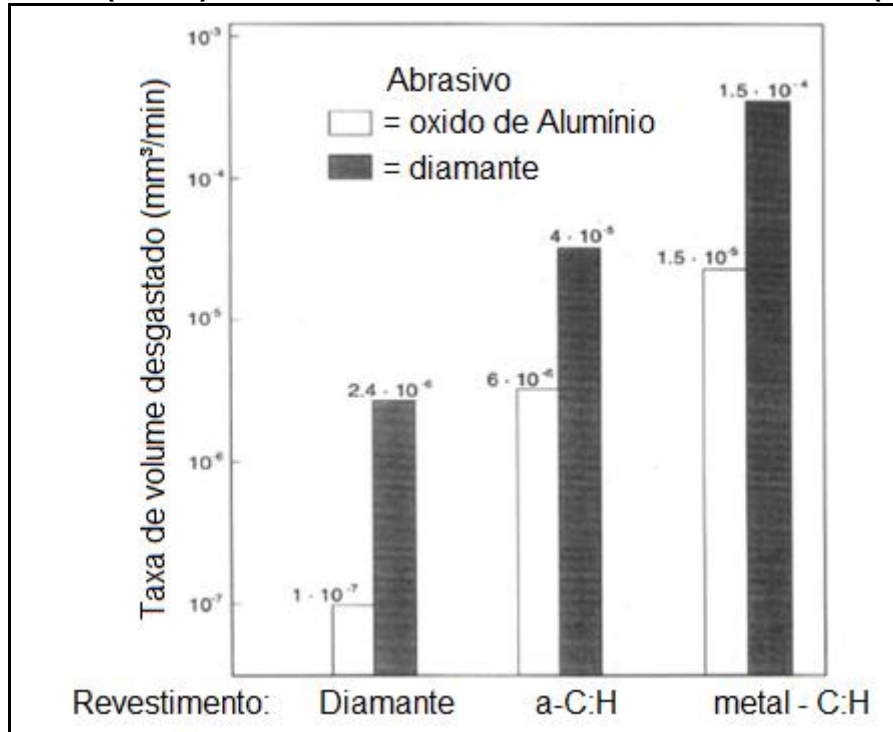
Os métodos mais usados para medir as dimensões da cratera são por análises de imagens e perfil bidimensional ou tridimensional, através da microscopia óptica e perfilometria, usando técnicas de apalpador mecânico ou laser óptico. Gee *et al.* (2005a) também sugeriu o uso de PC scanner para análise das dimensões das crateras apresentando resultados até melhores que a técnica convencional. A confiabilidade do Caloteste está relacionada à precisão da medição dos parâmetros, do ensaio. A microscopia óptica usada para medição do diâmetro das calotas deve corresponder a condição de que cratera seja efetivamente esférica, com o raio de curvatura idêntico ao raio da esfera usado no ensaio, para que o volume estimado esteja próximo ao real (LEROY *et al.*, 2005; GEE *et al.*, 2005b). Trabalhos recentes usam a microscopia óptica como principal método de medição da calota, e utilizam a perfilometria como método auxiliar no intuito de avaliar a forma da calota. A perfilometria, apesar de ser uma técnica mais apurada, é pouco utilizada na medição desses parâmetros, pois se acredita que a rugosidade superficial interfira na incerteza das medidas (SABATINI *et al.*, 2010).

Segundo Rutherford e Hutchings (1996) o erro na análise da incerteza do ensaio depende da natureza e da resistência ao desgaste dos materiais. Eles mostraram que o cálculo das incertezas, do coeficiente de desgaste, diminuía com o aumento da espessura do revestimento. A precisão da medida de espessura do revestimento é fortemente influenciada pela rugosidade superficial de ambos o substrato e o revestimento, principalmente em revestimentos muito finos.

A resistência ao desgaste de materiais geralmente se eleva com o aumento da dureza, por isso não é surpresa que revestimentos de diamante exibem excelente resistência ao desgaste abrasivo. Revestimentos de diamante depositados por CVD

tem melhor resistência do que filmes de carbono amorfo (a-C:H) e metais recobertos com filmes de carbono (me-C:H), como mostra o trabalho de Holmberg e Mathews (1994) no gráfico da figura 26.

Figura 26 Taxas de desgaste abrasivo de filmes de diamante CVD, filmes de carbono amorfo (a-C:H) e metais recobertos com filme de carbono (me-C:H).

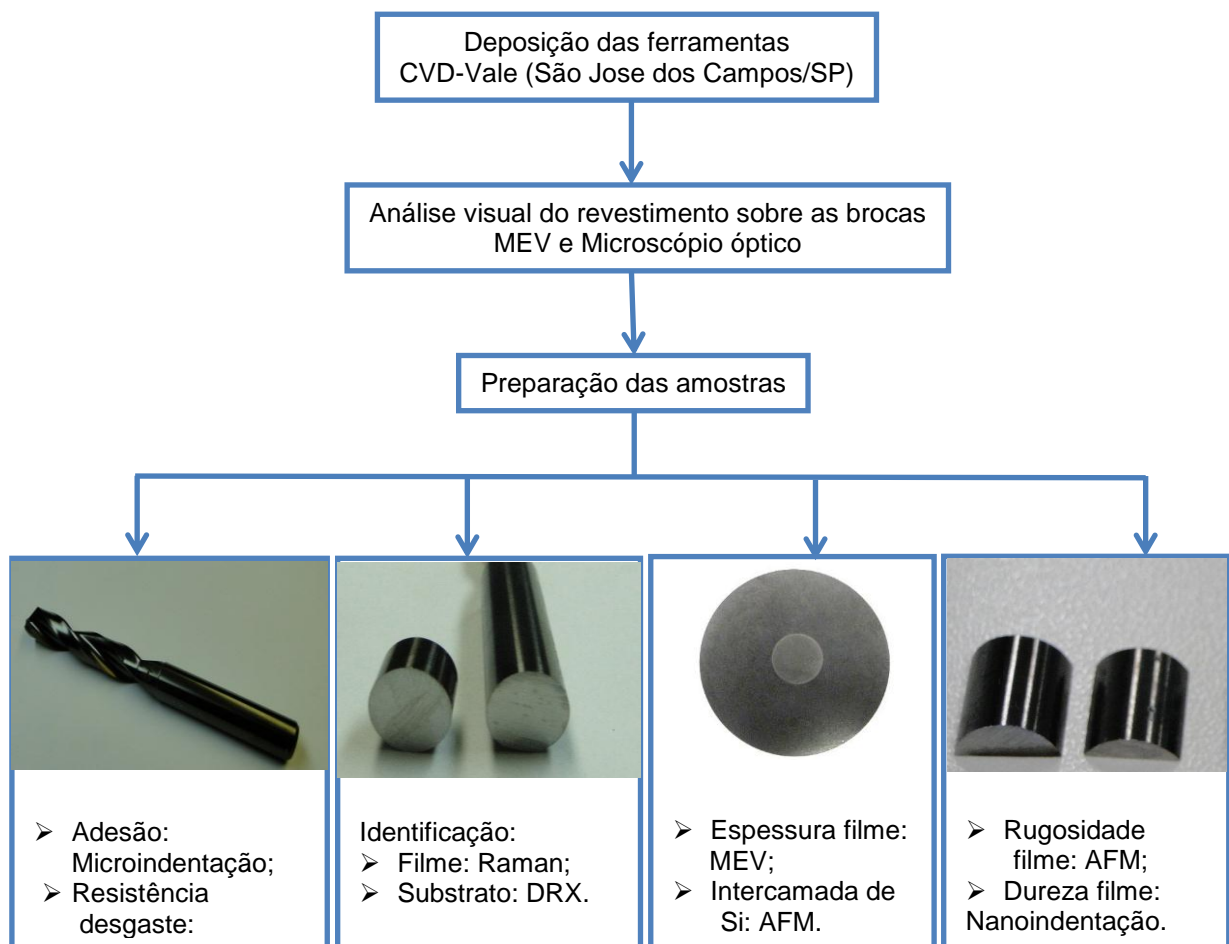


Fonte adaptada: Holmberg e Mathews (1994).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

A maioria dos trabalhos relacionados à caracterização de revestimentos é realizada em amostras planas especialmente preparadas. As amostras analisadas neste trabalho foram retiradas das próprias brocas de furação com revestimentos de DLC. Este capítulo descreve o procedimento experimental para o desenvolvimento do trabalho conforme resume o fluxograma na figura 27 abaixo.

Figura 27 Fluxograma do desenvolvimento da metodologia do trabalho.



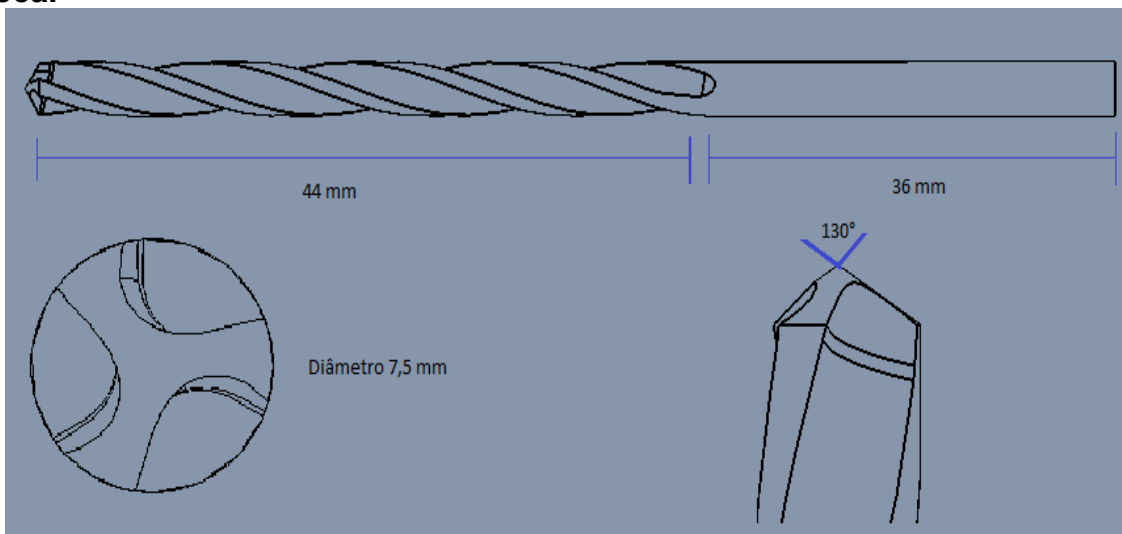
Fonte: elaborado pela autora.

3.1 Obtenção das Amostras

Dois conjuntos de ferramentas de materiais diferentes, sendo um de aço rápido e o outro de metal duro, foram enviados para a empresa CVD Vale localizada na cidade de São José dos Campos/SP, onde foram revestidas com DLC pelo

processo DC-Descarga Contínua pulsada PECVD. Os demais dados sobre o processo não foram informados. De posse das ferramentas revestidas, foram retiradas as amostras para as caracterizações nos equipamentos de microscopia eletrônica de varredura, microscopia de força atômica e dureza/módulo de elasticidade do filme em durômetro apropriado para uso em revestimentos. A seguir, são apresentadas as figuras esquemáticas que mostram as ferramentas, figura 28, com as características geométricas das brocas. Na figura 29 têm-se as fotos de duas ferramentas de metal duro, onde a foto (A) se refere à ferramenta sem o revestimento e a foto (B) a ferramenta com revestimento de DLC.

Figura 28 Desenho técnico da ferramenta de furação com as dimensões da broca.



Fonte: Elaborado pela autora.

É possível notar que a ferramenta revestida de DLC é mais escura devido à espessura do filme. As ferramentas feitas em aço rápido possuem os mesmos aspectos que os apresentados na figura 28, devido à semelhança entre as fotos elas não foram apresentadas. O revestimento sobre as ferramentas aparenta ter uma uniformidade de deposição, porém pequenas falhas de deposição são observadas nas arestas de corte. Diante dessa observação, serão apresentadas algumas imagens de MEV no capítulo seguinte para uma explicação dos efeitos que podem ter gerado este defeito de deposição. Na sequência têm-se as formas das amostras retiradas das ferramentas.

Figura 29 Brocas de metal duro. A) Sem revestimento. B) Revestida DLC.

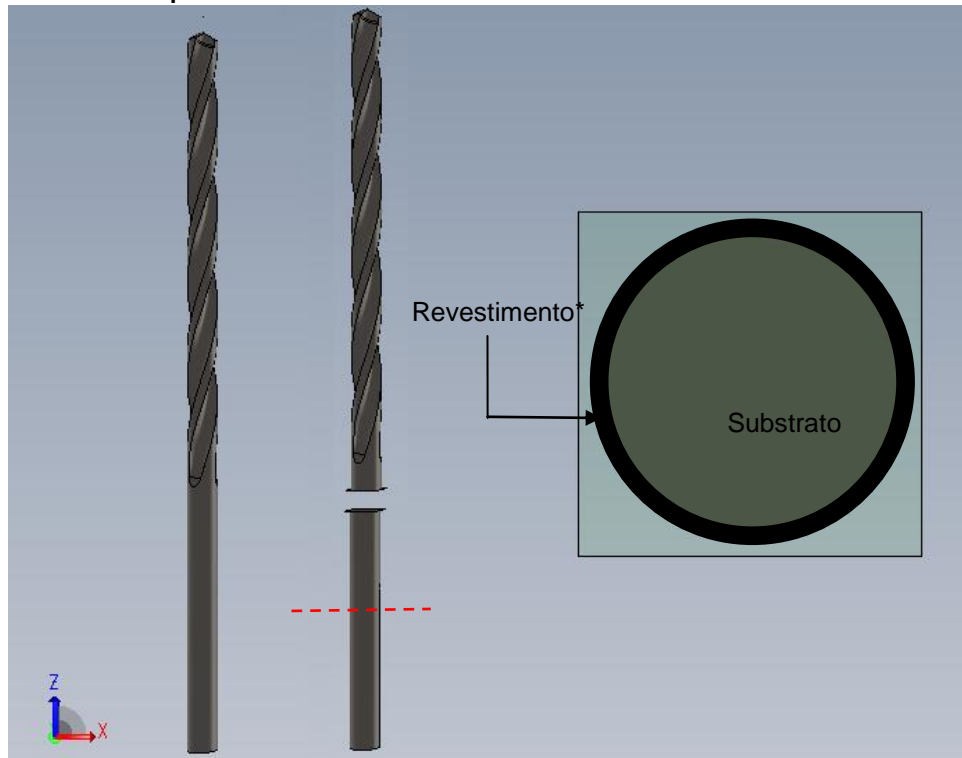


Fonte: Elaborado pela autora.

3.2 Preparação das amostras

Para os ensaios espectroscopia de espalhamento Raman, Microindentação e Caloteste não são necessárias preparações específicas das amostras, podendo estes testes serem realizados nas próprias ferramentas. Porém, para as amostras utilizadas no MEV e AFM, com intuito de obter a imagem da espessura do revestimento de DLC e a camada de interface de silício, optou-se pelo procedimento descrito pela figura 30, que ilustra um desenho esquemático da região escolhida para corte.

Figura 30 Corte em seção transversal para análise da interface substrato/DLC no MEV e AFM. * Espessura do revestimento fora de escala.



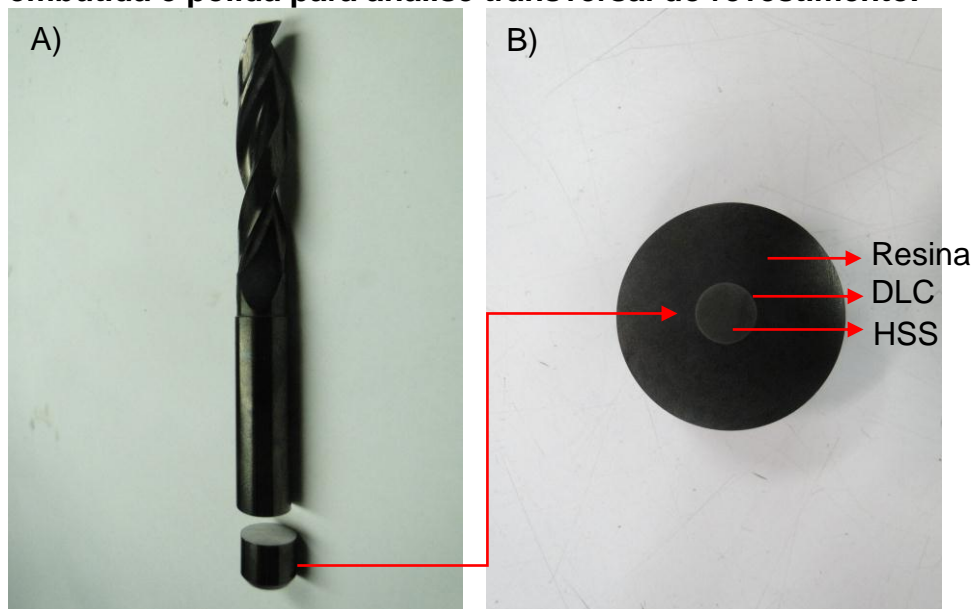
Fonte: Elaborado pela autora.

É importante ressaltar que esta etapa requer um cuidadoso preparo das amostras para a utilização das avançadas técnicas de microscopia de força atômica, visto que as aproximações nestes equipamentos exigem baixas rugosidades de superfície. Para as amostras de aço rápido não houveram dificuldades no corte das mesmas, em contrapartida, para o material de metal duro, houveram problemas de corte da amostra devido à elevada dureza do material em relação aos instrumentos de corte. Além das dificuldades nos lixamentos e polimentos.

A realização do corte das amostras exigiu um procedimento especial de maneira que o mesmo não prejudicasse as propriedades do filme, ocasionando deslocamento ou queima da borda do revestimento. O corte da amostra em metal duro, que exigiu maiores cuidados, foi realizado em equipamento de corte a disco com um disco especial encrustado com diamantes, o procedimento foi realizado pelo Centro de Microscopia da UFMG. Já a amostra em aço rápido foi preparada pelo Laboratório de Materiais da Fiat Automóveis, sendo usado um disco para cortes com dureza acima de 50 HRC. O embutimento foi realizado a quente com resina durafast, passando por uma sequência de processos de lixamento e polimento mecânico. O lixamento foi realizado com lixas 100#, 220#, 320#, 400#, 600#, 800# e

1200# e o polimento mecânico com pasta de diamante de 6, 1 e 0,25 μ m. Após um longo processo de preparação foram obtidas amostras que pudessem atender às exigências do equipamento. A figura 31 mostra o resultado final após procedimento de corte. O resultado para ambas as amostras, de aço rápido e metal duro, foram semelhantes.

Figura 31 A) Broca cortado transversalmente na região inferior do mandril. B) Amostra embutida e polida para análise transversal do revestimento.



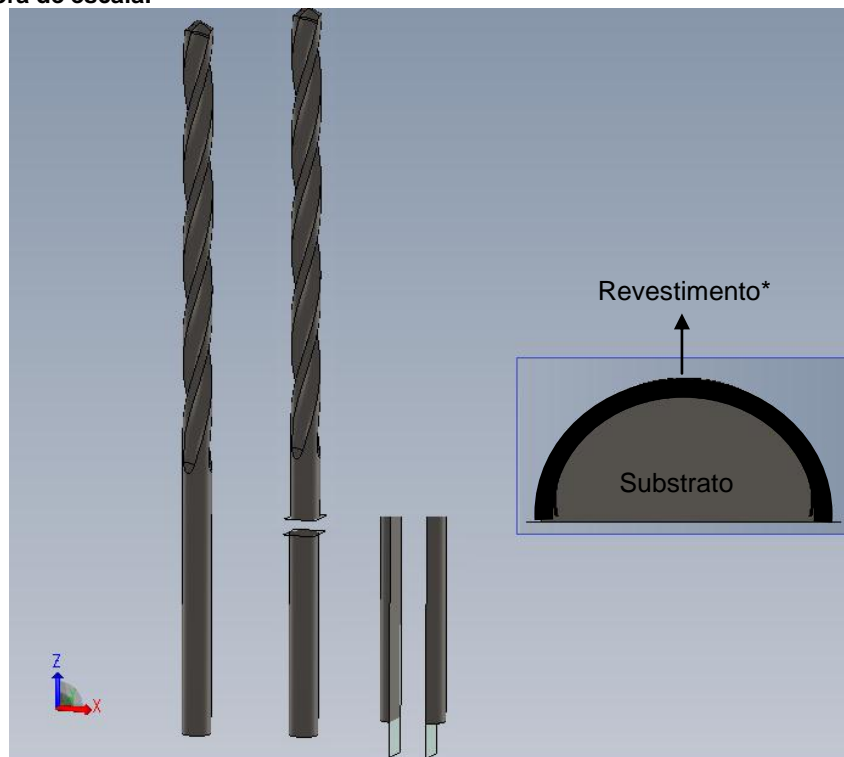
Fonte: Elaborado pela autora.

A preparação de amostras para a realização dos ensaios de nanoindetação e rugosidade, com o intuito de realizar as medidas de dureza, módulo de elasticidade e rugosidade superficial do revestimento, necessitaram de uma sequência de cortes que permitisse medidas diretas sobre o revestimento e mantendo uma base plana de apoio. A região de corte escolhida está ilustrada no desenho esquemático na figura 32.

Os mesmos cuidados adquiridos no primeiro procedimento de corte foram tomados, de maneira a evitar que as propriedades do material fossem alteradas durante procedimento. A base de apoio da amostra é de extrema importância para a execução dos ensaios, pois objetiva-se posicionar o indentador no topo da amostra percorrendo a região de maior planicidade da superfície analisada. Uma vez que, as técnicas utilizadas são muito sensíveis e projetadas para trabalhar em superfícies planas preparadas especialmente para os ensaios. No entanto, como as áreas

analisadas, tanto na nanoindentação como na rugosidade, são de escalas micrométricas, a região de topo visada contempla as especificações do ensaio.

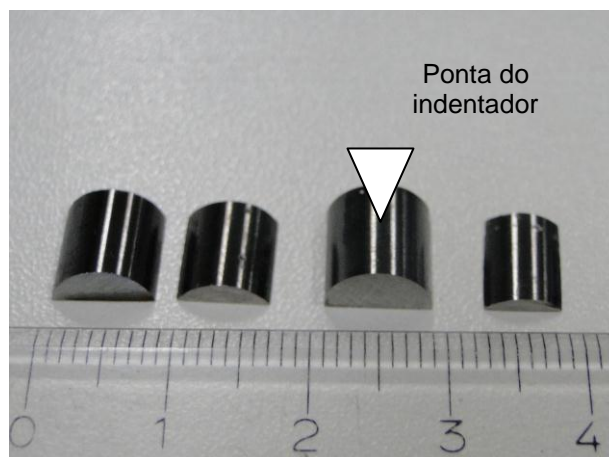
Figura 32 Geometria da amostra para análise no AFM e durômetro. * Espessura do revestimento fora de escala.



Fonte: Elaborado pela autora.

A figura 33 mostra as amostras após procedimento de corte e evidencia a região de interesse nos ensaios com ilustração da ponta do indentador.

Figura 33 Amostras após preparação com corte longitudinal e indicação do posicionamento do indentador.



Fonte: Elaborado pela autora.

3.3 Obtenção da Espessura do Revestimento e da Camada de Interface

Com a amostra da ferramenta cortada em sessão transversal e preparada por lixamento e polimento foi possível obter a imagem do revestimento da ferramenta de aço rápido, por meio do microscópio eletrônico de varredura (MEV) equipamento MEV XL30 PHILIPS do Laboratório de Materiais da Fiat Automóveis. O procedimento não foi repetido na amostra de metal duro, pois ambas possuem os mesmos parâmetros de deposição. Pelas imagens foi possível medir a espessura total do revestimento. Entretanto, de acordo com o fabricante que recobriu as peças, foi necessária a criação de uma camada de interface de um material intermetálico, mais especificamente de silício, para a obtenção de uma adesão adequada do filme ao substrato. Esta camada não é diferenciada nas imagens do MEV.

Com o objetivo de medir a interface de silício entre substrato/DLC foi utilizado a técnica de AFM pelo Centro de Microscopia da UFMG, no equipamento ASYLUM RESEARCH modelo MFP-3D-SA com capacidade de deslocamento (x, y) em até 90 μm , do qual foi varrido uma região na mesma localização da sessão transversal da amostra utilizada no MEV. Do qual, foi gerada a topografia tridimensional da região, distinguindo a interface de silício. Essas medidas são essenciais para o ensaio de nanodureza, pois deve-se saber o valor máximo da profundidade da indentação permitida para que as propriedades do substrato não influenciem as medidas do revestimento. Na literatura indica-se que a profundidade da indentação não ultrapasse 10% do valor da espessura do revestimento (SILVA *et al.*, 2011).

3.4 Técnicas de Caracterização Mecânica

Para o desenvolvimento e produção de revestimentos duros e resistentes ao desgaste são necessários eficientes métodos de caracterização. Para definir aspectos práticos dos revestimentos são utilizadas algumas técnicas fundamentais que possibilitam o controle da adesão, medidas de espessura e resistência ao desgaste.

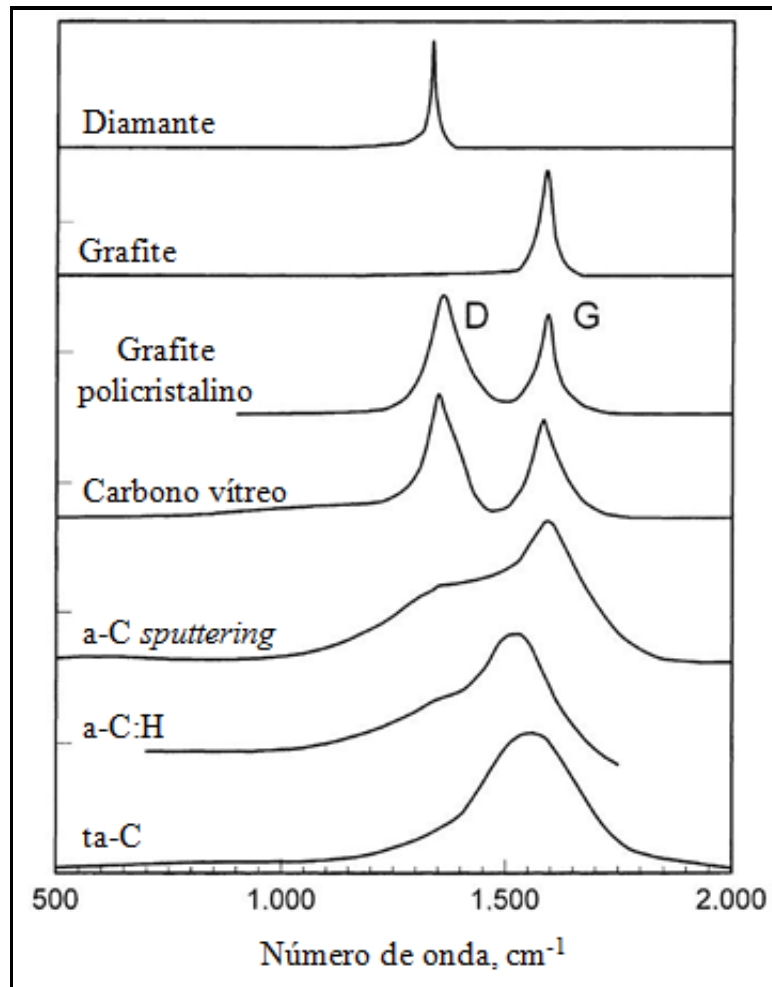
3.4.1 Estrutura Molecular: Espectroscopia Raman

A microscopia de retroespalhamento Raman é o método mais indicado para a identificação do tipo de materiais à base de carbono, tendo a vantagem de ser um

ensaio não destrutivo. Neste trabalho, os ensaios foram realizados pelo Departamento de Engenharia Mecânica da UFMG no equipamento Senterra/Bruker®, onde foram realizados 5 ensaios em cada amostra de aço rápido e metal duro revestida, sendo 15 varreduras de 15 segundos com laser de 10 mW de potência e comprimento de onda de 633 nm.

Os espectros Raman no estudo de filmes de DLC têm tipicamente dois picos principais, o pico D em torno de 1350 cm^{-1} e do pico G volta de 1580 cm^{-1} . A figura 34 mostra os diferentes espectros Raman característicos de materiais a base de carbono, do qual o revestimento analisado neste trabalho possui o formato referente ao material a-C:H como demonstra o espectro na figura abaixo.

Figura 34 Picos característicos de materiais a base de carbono.



Fonte adaptada: Robertson (2002).

3.4.2 Análise Superficial: Rugosidade

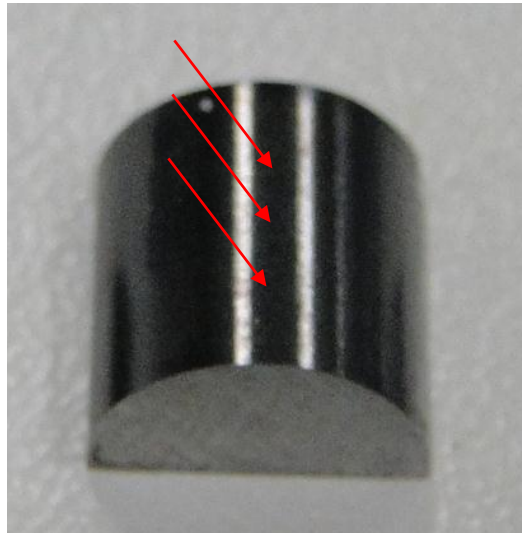
As medidas de rugosidade foram realizadas sobre a superfície das ferramentas revestidas, após processo de preparação com corte longitudinal da amostra e plano de apoio, visando a área plana do topo para posicionamento da ponta de medição, conforme mostrado na figura 33. O equipamento utilizado é o mesmo da técnica de AFM do Centro de Microscopia da UFMG. Não foram medidas as rugosidades das amostras sem revestimento, pois após o processo de deposição o filme segue a mesma topografia do substrato e conseqüentemente a rugosidade não sofre muitas alterações, vista a espessura do revestimento. Como a superfície real do substrato é uma herança do método empregado na usinagem, deve-se considerar que o valor da rugosidade medida é referente ao mandril da broca e que a região helicoidal, onde a ferramenta exerce o corte, deve possuir um valor de rugosidade diferente, pois a usinagem das hélices no processo de fabricação da broca passa etapas específicas de afiação. A região em questão possui a geometria muito complexa, não permitindo a medição da rugosidade. Lembrando que as medidas de rugosidade realizadas foram em superfície cilíndrica, sendo um avanço para a técnica.

3.4.3 Nanoindetação

As medidas de nanoindetação foram realizadas no centro de microscopia da UFMG pelo equipamento NanomechPro™ Toolkit. O equipamento é constituído por uma plataforma motorizada XYZ, um indentador de diamante de forma piramidal (tipo Berkovich) e um computador para controle e aquisição de dados. Os parâmetros de controle do teste são carga (8 e 12 mN), taxa de variação da carga (0,8 e 1,2 mN/s), tempo de repouso com carga total (10s) e finalmente, número de indetações sucessivas 36, sendo uma matriz 6x6. O ensaio foi realizado sobre o topo da superfície cilíndrica cortada longitudinalmente, vide figura 35, do qual o plano longitudinal possibilitou o apoio da amostra para que a ponta do indentador percorre-se o topo do semi-circulo, diminuindo a influencia do formato cilíndrico da amostra. Uma vez que, a indicação de realização deste ensaio e sobre a superfície plana. Os ensaios foram realizados tanto na amostra de aço rápido quanto de metal duro. Com os resultados de espessura do revestimento já pré-definidos, foi possível

estabelecer os valores máximos de profundidade de indentação em torno de 280 nm. Os valores de carga inicialmente foram baseados no trabalho de Cooper *et al.* (1994).

Figura 35 Topo do semicírculo. Região onde foi posicionada a ponta do indentador.



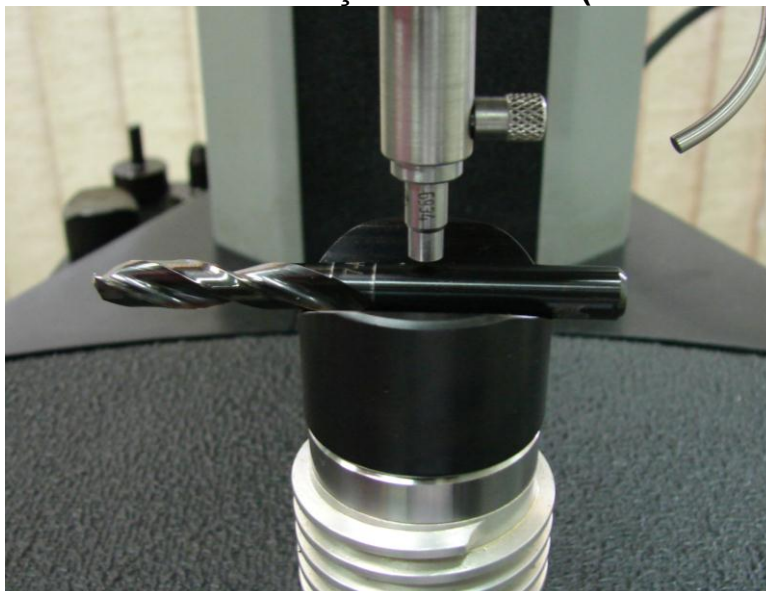
Elaborado pela autora.

3.4.4 Aderência: Avaliação Qualitativa por Indentação

Para avaliar a adesão do revestimento de DLC, com a intercamada de silício, sobre substrato metálico do aço rápido e do metal duro foi considerado o método conhecido como *Mercedes* (VIDAKIS *et al.*, 2003). O ensaio foi realizado com um microdurômetro convencional (Wilson® Rockwell® Series 2000) ajustado para realizar as medidas de dureza Rockwell C, com 150 kgf sobre a superfície da ferramenta revestida, do qual foram realizados 3 ensaios em cada amostra, como mostra a figura 36.

Para avaliar a adesão do filme de DLC foi realizada uma avaliação visual das indentações formadas após os ensaios. Do qual, com o auxílio de um microscópio óptico as imagens são registradas e avaliadas pelos padrões de falhas estabelecidos pela norma. Do qual são considerados 6 padrões, que podem conter de microtrincas a delaminação total do filme.

Figura 36 Ensaio de micro indentação Rockwell C (*Ensaio Mercedes*).



Fonte: elaborado pela autora.

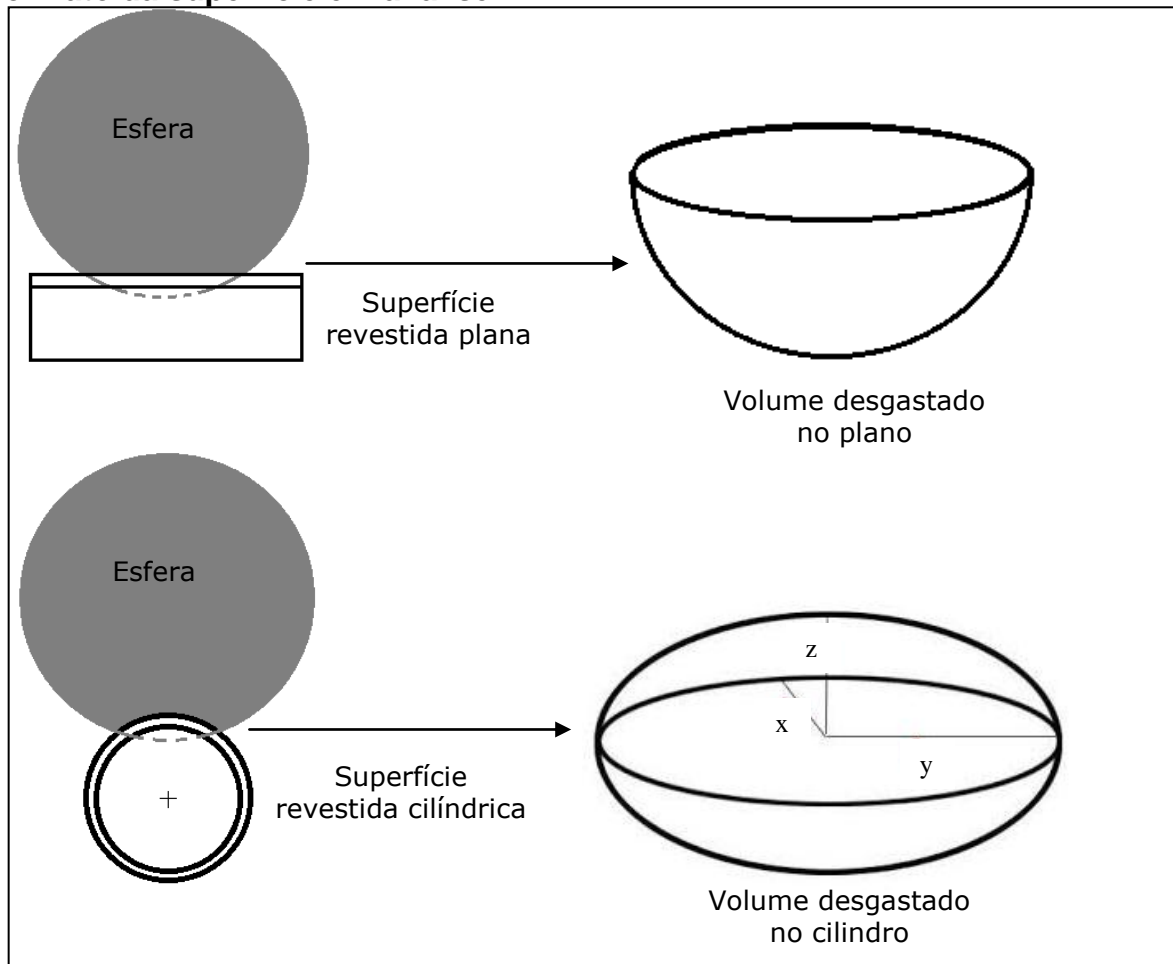
3.4.5 Ensaio de Desgaste Microabrasivo pela Técnica de Caloteste

O comportamento ao desgaste dos revestimentos e substrato foi analisado através de testes de Caloteste, uma vez que este proporcionou a realização do ensaio sobre a superfície cilíndrica da broca. O contra corpo foi uma esfera de aço com 25 mm de diâmetro e o abrasivo foi uma solução de carbetto de silício em etileno glicol. As brocas foram limpas previamente em ultrassom, sendo uma de metal duro e outra de aço rápido, do qual foram realizados seis ensaios em cada amostra, variando o número de giros entre 50 e 500 em cada ensaio. A carga aplicada foi de 0,4 N e a velocidade de rotação da esfera foi de 80 RPM . Antes de cada ensaio o equipamento foi devidamente calibrado, para garantir que a amostra se encontrava nivelada e que a carga aplicada continha apenas direção horizontal.

O ensaio de Caloteste é tradicionalmente realizado sobre uma superfície plana, do qual ao final do ensaio o volume desgastado é representado por uma semiesfera. Como a superfície em questão era cilíndrica, o volume desgastado tem a forma de um parabolóide, como ilustra a figura 37.

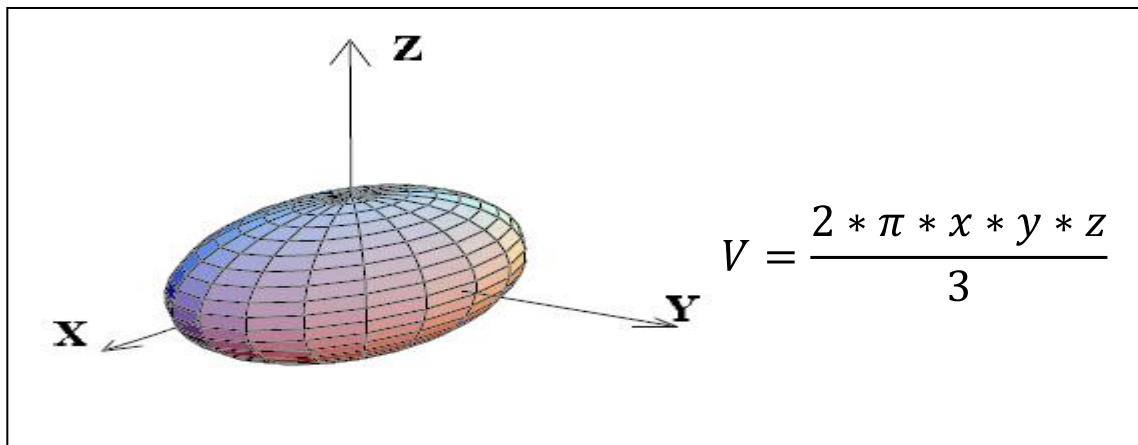
Com base nos cálculos realizados, para o ensaio em superfícies planas, o coeficiente de desgaste também foi calculado para a superfície cilíndrica, substituindo a semiesfera pelo parabolóide, para calcular o volume desgastado durante o ensaio. O volume do parabolóide pode ser estimado a partir dos seus três eixos principais, ou seja, x, y e z, como mostra a figura 38.

Figura 37 Formato geométrico dos volumes desgastados decorrentes do formato da superfície em análise.



Fonte: elaborado pela autora.

Figura 38 Formato tridimensional e volume do parabolóide.

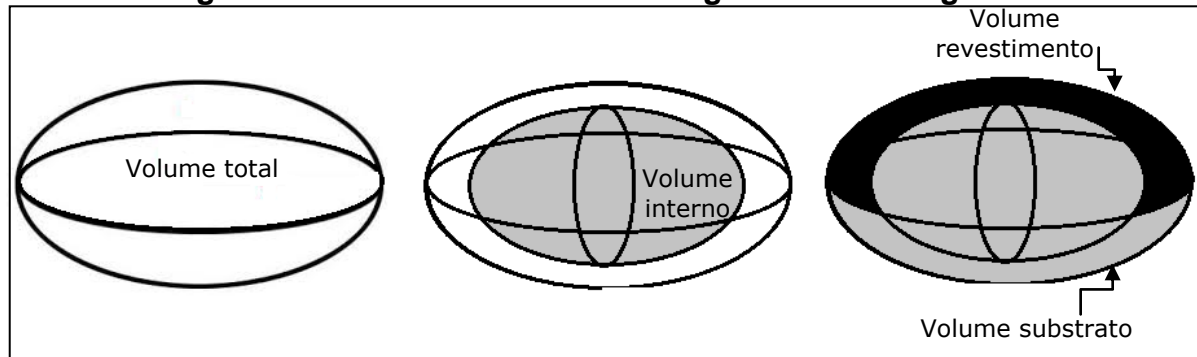


Fonte: elaborado pela autora.

Como as amostras ensaiadas eram revestidas, o volume total do parabolóide se subdivide entre o volume do substrato e o volume do revestimento. Para calcular

o valor de cada volume vamos considerar que existam dois parabolóides, um interno ao outro. E que o parabolóide interno seja composto apenas com o material do substrato, e o parabolóide externo possua uma camada igualmente dividida entre o material do substrato e do revestimento, como mostra a figura 39.

Figura 39 Subdivisão dos volumes gerados no desgaste.



Fonte: Elaborado pela autora.

Considerando que o V_t seja o volume total (Equação 10), V_r o volume do revestimento (Equação 11), V_s o volume do substrato (Equação 12) e V_i o volume interno (Equação 13), podemos calcular os volumes da seguinte maneira:

$$V_t = \frac{2 * \pi * X * Y * Z}{3} \quad (10)$$

$$V_i = \frac{2 * \pi * x * y * z}{3} \quad (11)$$

$$V_s = \frac{V_t + V_i}{2} \quad (12)$$

$$V_r = \frac{V_t - V_i}{2} \quad (13)$$

Os parâmetros X , Y e Z , referentes ao volume total, foram medidos através da perfilometria bidimensional, que traçou o perfil transversal e longitudinal da região desgastado obtendo assim os valores dos diâmetros e da profundidade. Já os parâmetros x , y e z , referentes ao parabolóide interno, foram medidos pela imagem

feita com microscópio ótico, do qual é possível distinguir superficialmente a região de desgaste do substrato e do revestimento obtendo assim as medidas dos diâmetros interno e para a profundidade foram usados os valores obtidos pela perfilometria diminuídos da espessura do revestimento, ou seja, 2,8 μm .

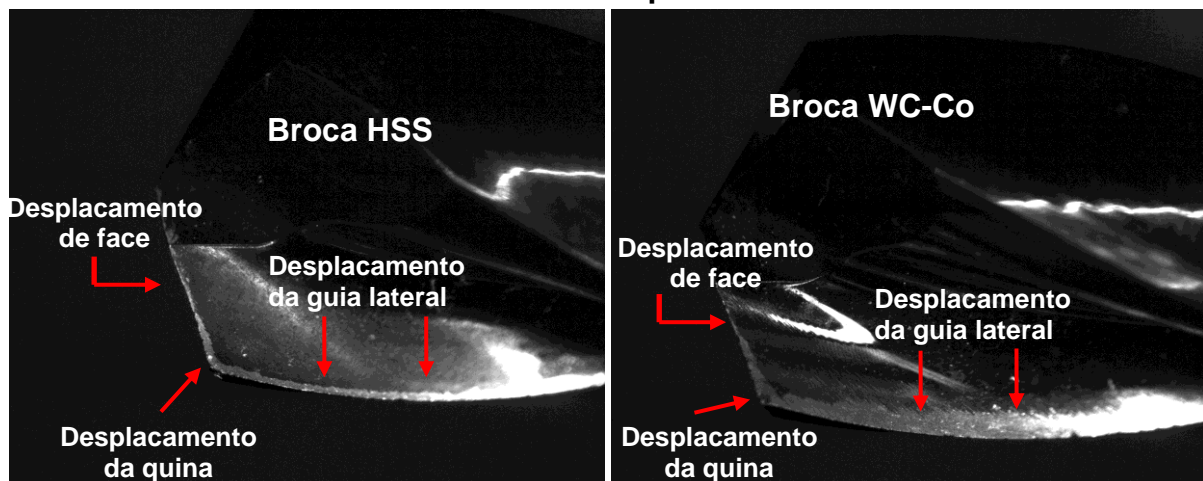
4 ANÁLISE E DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Neste capítulo, serão apresentados os resultados referentes às etapas experimentais, seguindo a metodologia apresentada no capítulo anterior.

4.1 Análise Visual do Revestimento Após Processo de Deposição

O trabalho experimental teve início com a análise visual para avaliação da adesão do revestimento nas ferramentas novas. A figura 40 indica as regiões da ferramenta onde o deslocamento do filme já ocorre, mesmo antes do uso da mesma. As falhas coincidem com algumas das regiões de desgaste que as peças normalmente sofrem durante a operação de furação, sendo elas: o desgaste da quina, o desgaste da face e o desgaste da guia lateral, sendo este último a região de menor adesão visualizada na peça. Também ocorre os chamados desgaste de flanco e de gume, no entanto, estas regiões não demonstraram deslocamento do filme, como mostra a figura 41.

Figura 40 Brocas de HSS e metal duro revestida com DLC. Destaque para as arestas cortantes e canal interno com deslocamento adesivo do revestimento.

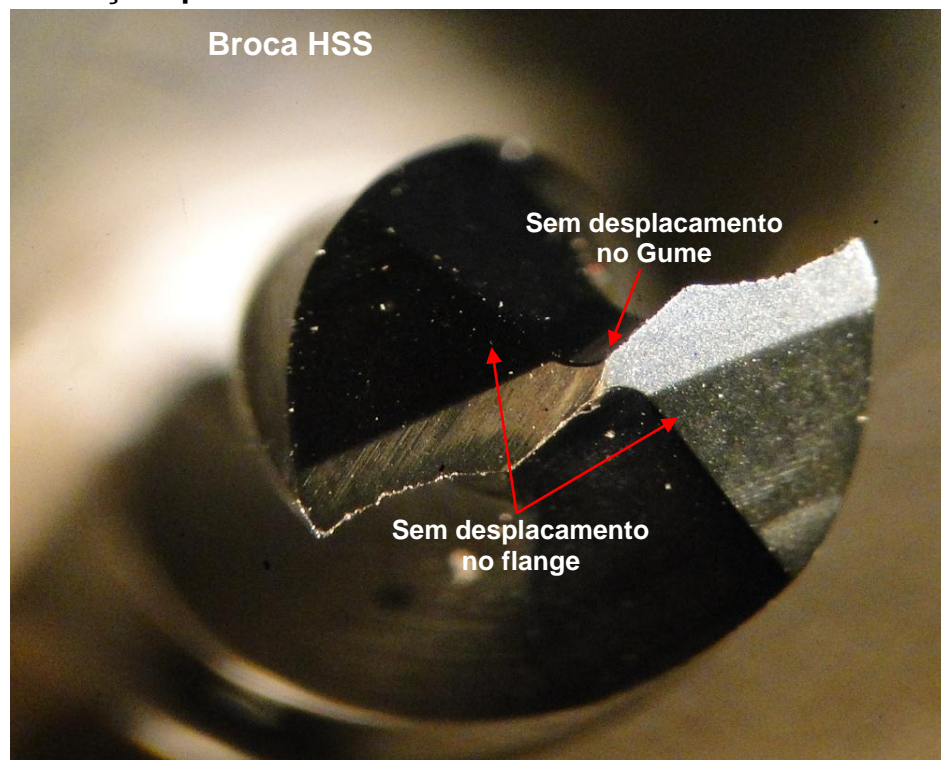


Fonte: elaborado pela autora.

Falhas prematuras na ponta da broca afetam a qualidade do furo usinado. Durante o processo de corte as regiões em destaque nas figuras acima atingem temperaturas elevadas e seu material amolece a ponto de escoar, devido aos esforços de usinagem. A eficiência do recobrimento de DLC nessa região ajudaria a

evitar este tipo de deformação, devido à propriedade do filme de resistência a altas temperaturas, criando uma barreira física protetora, mostrando a importância em melhorar a adesão nessa região. Entretanto, ao pensar no desenvolvimento do processo de deposição dessas ferramentas ainda nessa década, do qual não se conseguia manter o filme aderido em grande parte da ferramenta, vemos que o processo está evoluindo.

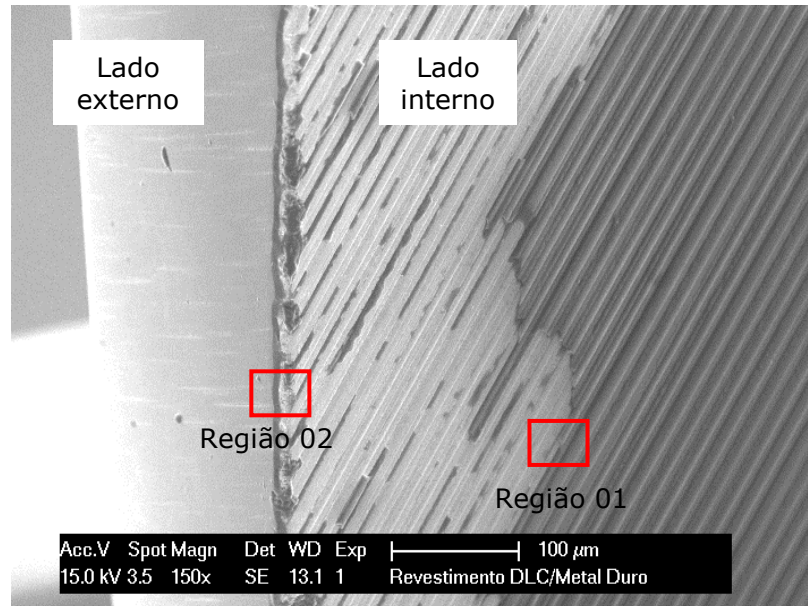
Figura 41 Regiões do gume e do flanco sem indícios de deslocamento em broca nova de aço rápido.



Fonte: elaborado pela autora.

A figura 42 é uma imagem feita por MEV na região de face da ferramenta (lado interno e externo). Ao comparar os perfis de rugosidade vemos que o lado interno possui marcas remanescentes do processo de usinagem da ferramenta e o lado externo mantém um aspecto liso e homogêneo. O deslocamento do filme é evidente do lado onde a rugosidade é visualmente maior, dando indicações de que os processos de fabricação da ferramenta também devem ser considerados, de modo a manter um menor perfil de rugosidade para melhorar a adesão do filme. Nota-se que o filme chegou a aderir ao substrato, pois ficaram pedaços do filme nas áreas de deslocamento.

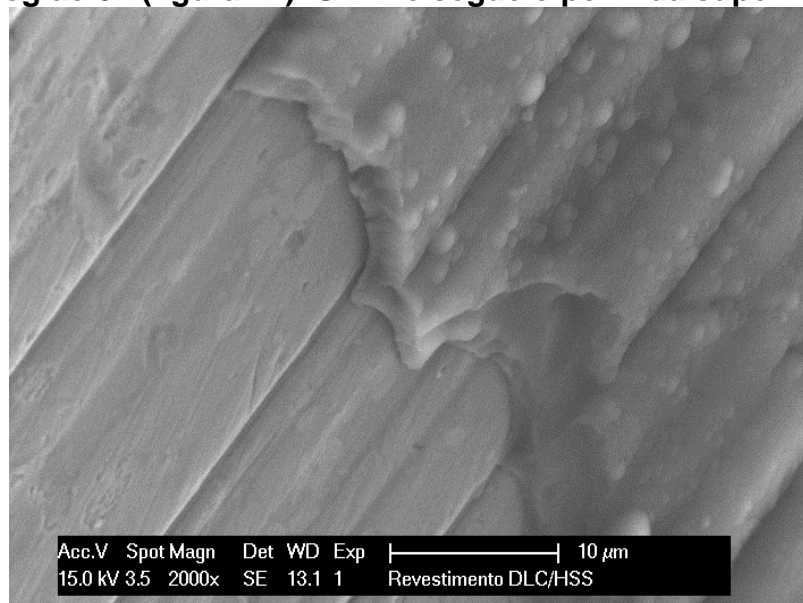
Figura 42 Imagem por MEV região entre a guia e o canal da broca de metal duro.



Fonte: elaborado pela autora.

A figura 43 mostra a ampliação da região 01, em destaque na imagem anterior. O filme sobrepõe os riscos e degraus gerados durante o processo de usinagem da ferramenta seguindo a tendência de morfologia da superfície do substrato.

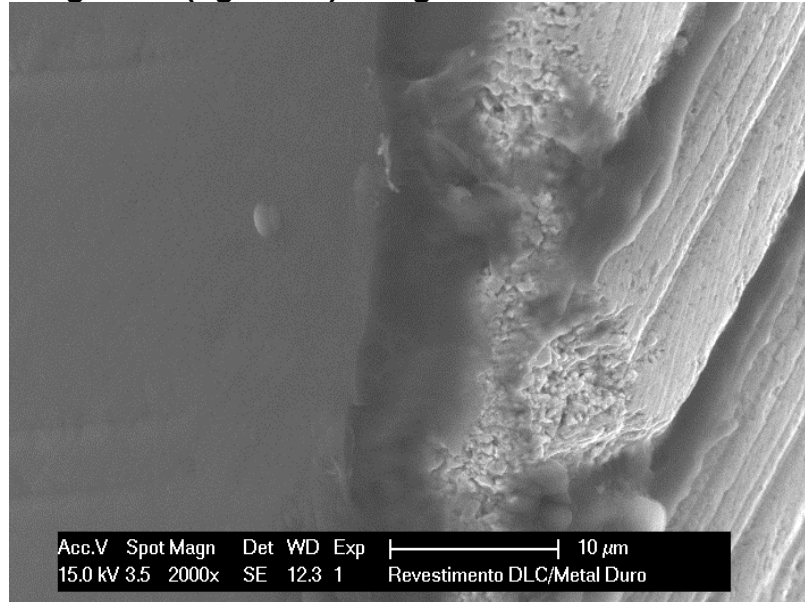
Figura 43 Região 01 (figura 42). O filme segue o perfil da superfície da broca.



Fonte: elaborado pela autora.

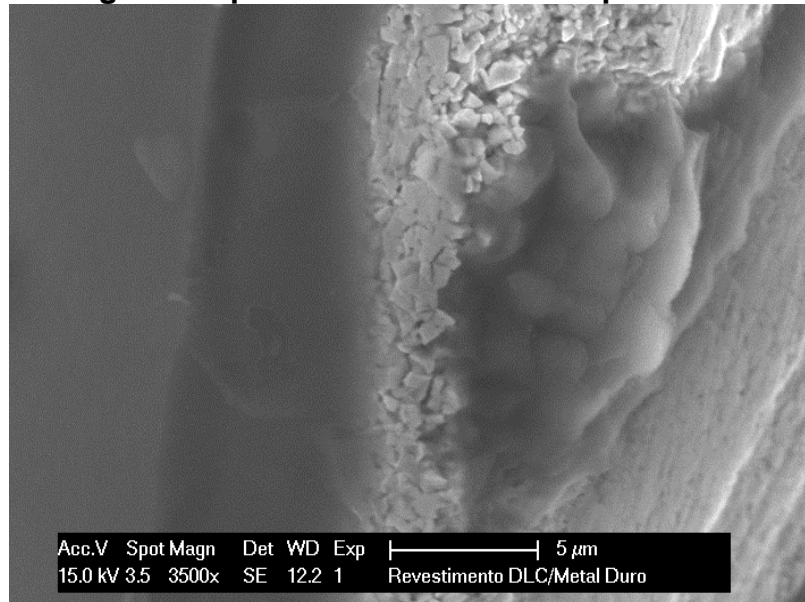
A figura 44 mostra a ampliação da região 2 onde ocorre o encontro das faces. Nota-se que o processo de deposição não é eficiente do lado interno, do qual houve falha por deslocamento evidente na região de maior rugosidade. A ineficiência do processo de deposição também é percebida sobre a quina da ferramenta, do qual não houve adesão, como vista na figura 45 com ampliação dessa região.

Figura 44 Região 02 (figura 42). Imagem referente ao encontro de faces.



Fonte: elaborado pela autora.

Figura 45 Região de quina da ferramenta. Deslocamento do filme.

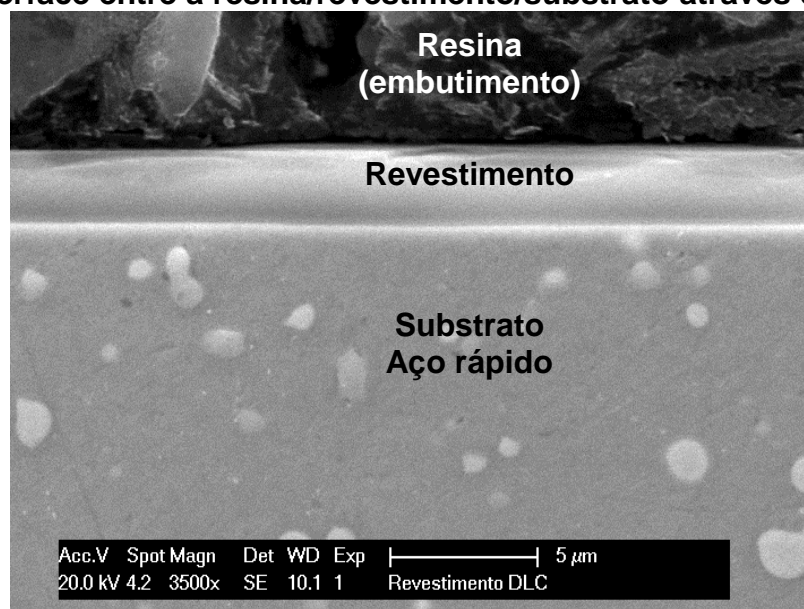


Fonte: elaborado pela autora.

4.2 Medidas de Espessura do Revestimento e Análise Morfológica por AFM

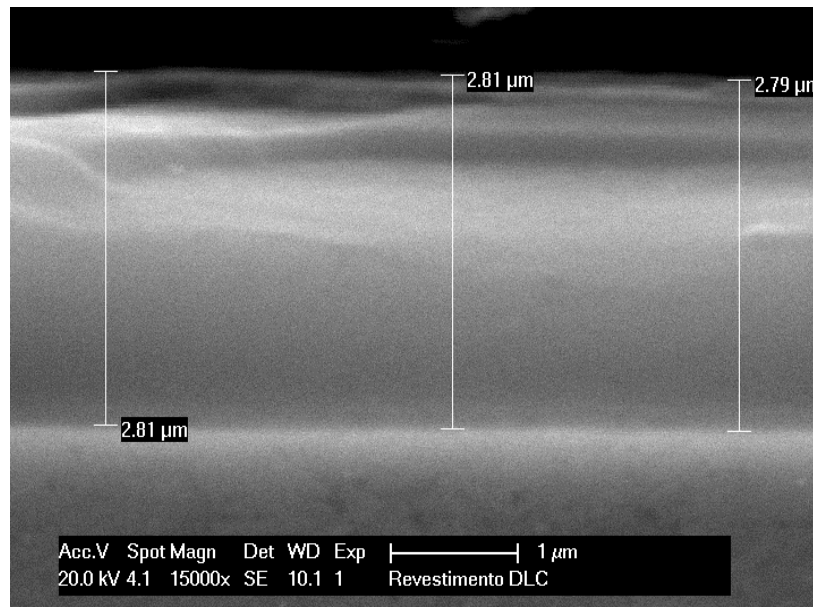
As imagens da espessura do revestimento foram obtidas pelo MEV, através das amostras preparadas em corte transversal. Na figura 46 vemos a interface resina/revestimento/substrato, do qual com um aumento na região de interface revestimento/substrato foi medida a espessura total do revestimento em 2,81 μm , figura 47. O valor da espessura total encontrado corresponde a expectativa do fabricante do revestimento que esperava uma espessura do DLC de aproximadamente 2,0 μm e do silício de 1,0 μm . Estes valores são um avanço para o processo de deposição, pois espessuras maiores que 0,5 μm geram maiores tensões residuais na região de interface com conseqüente deslocamento do filme. Apesar de o deslocamento ter sido evidenciado em determinadas regiões da ferramenta, em maioria, o filme se manteve aderido com essa espessura. Cooper *et al.* (1994) investigou a relação entre aderência e espessura de filmes de DLC, do qual observou que espessuras maiores levam a dificuldades de adesão. Em seus estudos, amostras com 2,0 μm apresentaram áreas isoladas de deslocamento, enquanto amostras com 0,5 μm não mostraram tendência de deslocamento espontâneo para o mesmo substrato, ou seja, para espessuras maiores as tensões residuais compressivas aumentam ao ponto de causar deformações a fratura no filme de DLC.

Figura 46 Interface entre a resina/revestimento/substrato através do MEV.



Fonte: elaborado pela autora.

Figura 47 Medidas da espessura do revestimento com um aumento de 15000X.

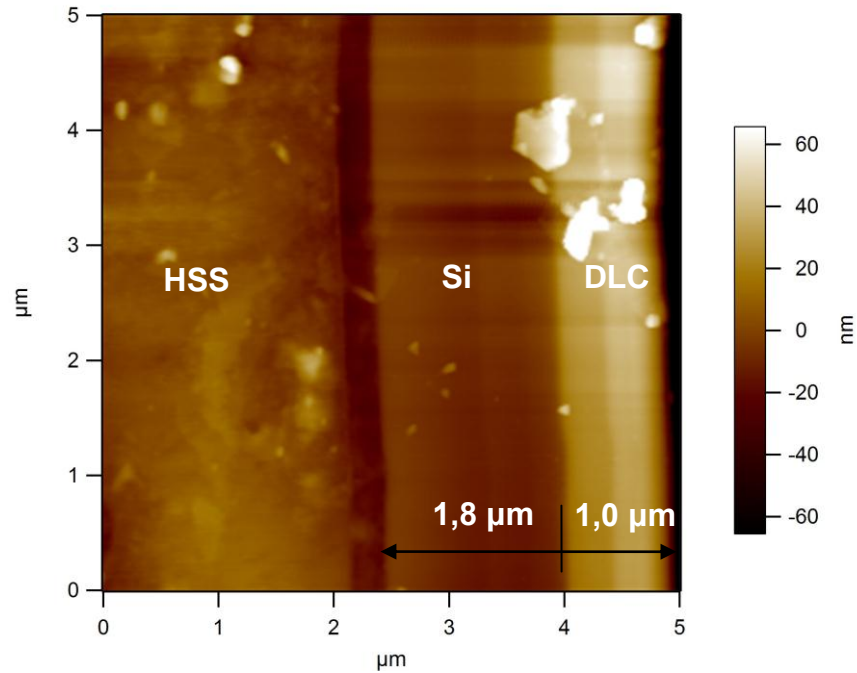


Fonte: elaborado pela autora.

Para a identificação da intercâmara de silício, que permite uma melhora na adesão do aço com o DLC, foi utilizado o AFM que montou a imagem topográfica da interface distinguindo a camada de silício no revestimento. A figura 48 corresponde à interface no aço rápido e a figura 49 ao metal duro, do qual é possível observar material incrustado na interface com a resina do lado direito, possivelmente proveniente do polimento da amostra. As imagens de AFM confirmam os valores da espessura total do revestimento medidos pelo MEV de 2,8 μm . A topografia em ambas as amostras permitem diferenciar a camada de silício no revestimento. No entanto, o melhor acabamento da amostra de aço rápido deixa a topografia com uma resolução mais nítida, principalmente na interface com a resina. O valor da espessura da camada de silício é de aproximadamente 1,8 μm em ambas as amostras. Esta informação indica que a camada de DLC, na verdade possui a espessura de 1,0 μm contradizendo a informação do fabricante.

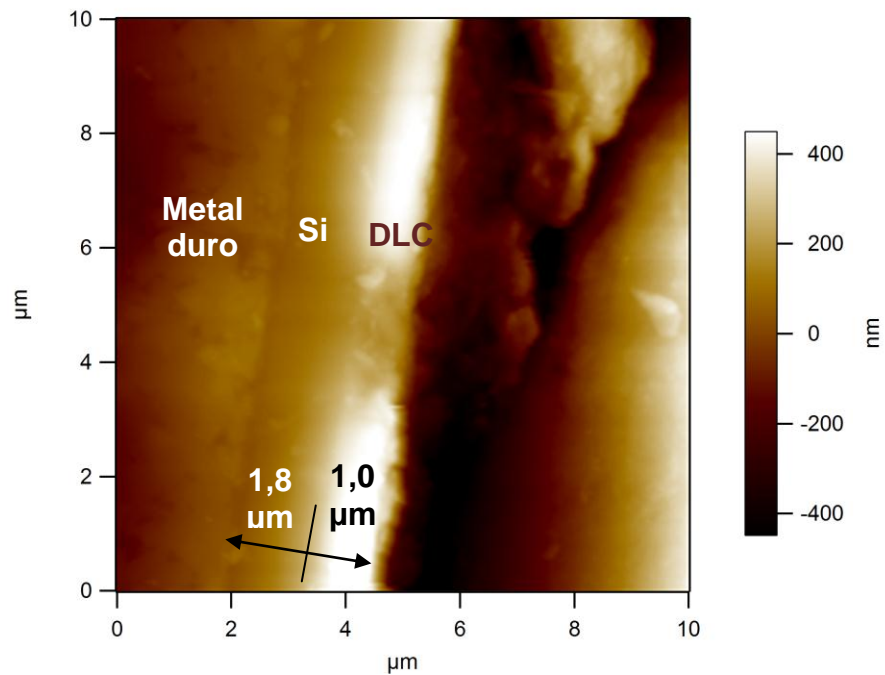
A camada de silício tem um papel fundamental na adesão entre o filme e o substrato. Em geral, a interface tem um papel de “ancoramento”, ou seja, devido às suas propriedades físicas intermediárias entre o metal (substrato) e o ametal (DLC).

Figura 48 Topografia da interface HSS/Si/DLC. Valores aproximados de espessuras de camadas de Si (1,8 μm) e DLC (1,0 μm).



Fonte: elaborado pela autora.

Figura 49 Topografia da região de interface entre metal duro/Si/DLC. Valores aproximados de espessuras de camadas de Si (1,8 μm) e DLC (1,0 μm).



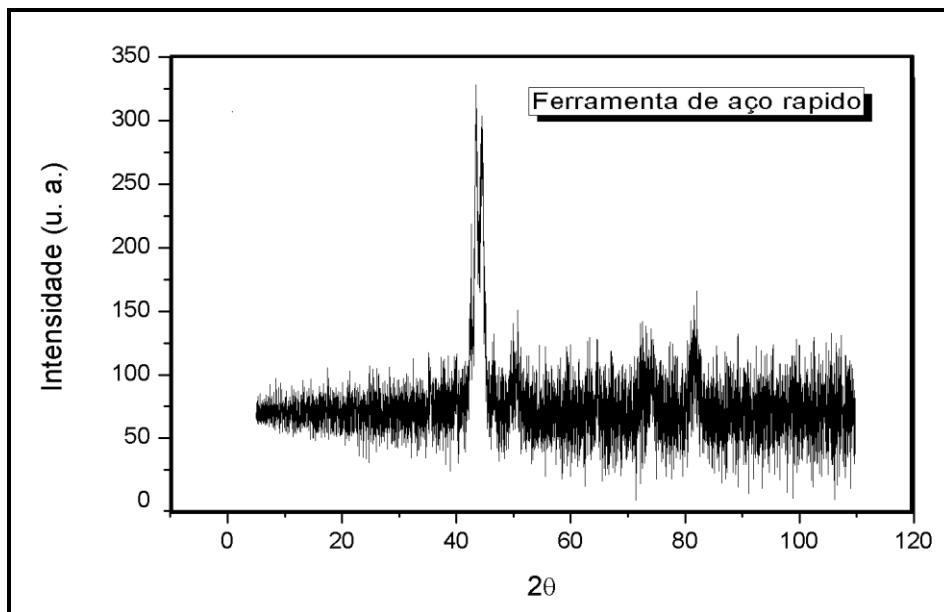
Fonte: elaborado pela autora.

O silício está posicionado na tabela periódica na região dos semi-metais, possui número atômico 14, massa atômica 28 g/ mol e é considerado um semicondutor. Com estas características a determinação da espessura da interface ajuda a entender de que forma ocorreu a aderência do filme baseado nos parâmetros de deposição com a taxa de deposição do mesmo. Em contrapartida, ainda não está bem esclarecido as causas do deslocamento do filme nas arestas de cortes da ferramenta. Um indício desse efeito pode ser devido à necessidade de um estudo aprofundado sobre a espessura apropriada da interface. É conhecido que o resfriamento do par substrato e filme após o processo de deposição deve ocorrer lentamente a uma taxa de 1°C/ min. Pois, caso contrário, devido às diferenças entre os coeficientes de contração de cada material, possam ocorrer os efeitos de trincas, deslocamentos e soltura completa do filme. Outro aspecto a ser considerado, está relacionado com a energia de superfície nas arestas de corte (ou quinas da amostra). Neste ponto é notável nas imagens que o filme não suportou as tensões nessas áreas, ocasionando assim a delaminação. Sendo assim, verifica-se que a estratégia utilizada para as melhorias de adesão, por parte do fabricante do filme, é eficiente nas regiões planas do substrato, e ineficientes nas arestas de corte.

4.3 Difração de Raios-X

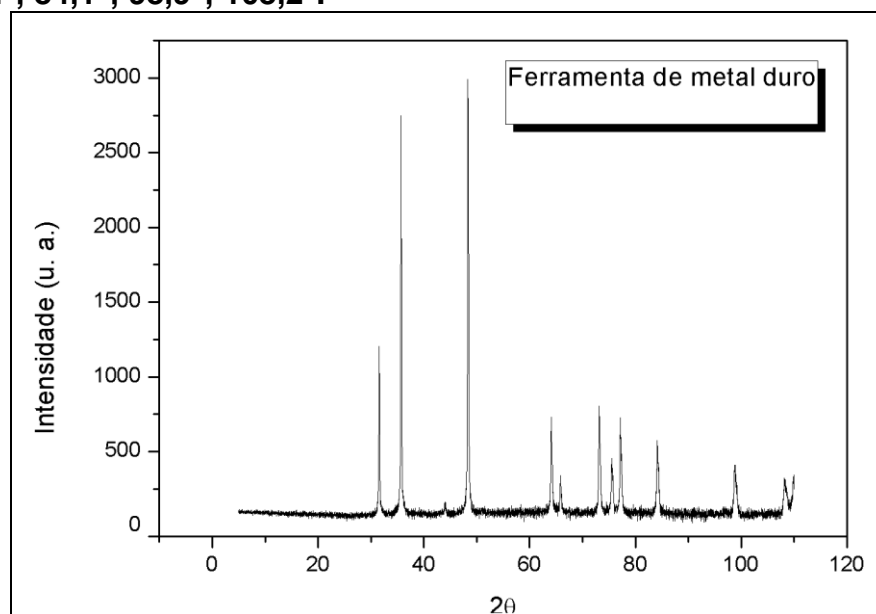
Nas figuras 50 e 51, são apresentados, os difratogramas de raios-X das amostras de aço rápido e metal duro, nele foram identificados seus picos característicos de maiores intensidades no difratograma. Nos resultados da amostra de aço rápido foi observada a presença de ruído, já a amostra de metal duro obteve os picos bem definidos, mostrando o seu alto grau de cristalinidade.

Figura 50 Difratoograma da ferramenta de aço rápido. Picos de maior intensidade do espectro localizados em 43,4°; 44,3°; 50,8°; e 82,3°.



Fonte: elaborado pela autora.

Figura 51 Difratoograma da ferramenta de metal duro. Picos de maior intensidade do espectro localizados em 31,6°; 35,7°; 48,4°; 64,1°; 65,8°; 73,2°; 75,6°; 77,2°; 84,1°; 98,9°; 108,2°.



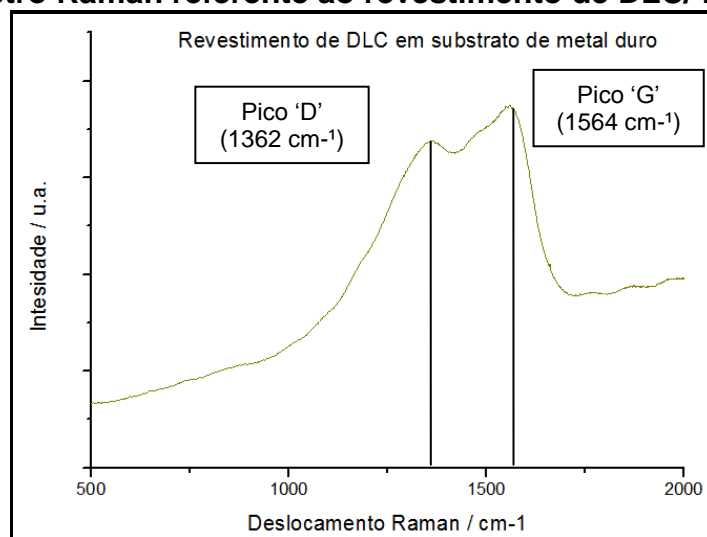
Fonte: elaborado pela autora.

4.4 Raman

Os espectros gerados tanto da amostra revestida sobre o metal duro quanto no aço rápido, figuras 52 e 53, apresentaram dois picos, sendo o pico “D” em torno

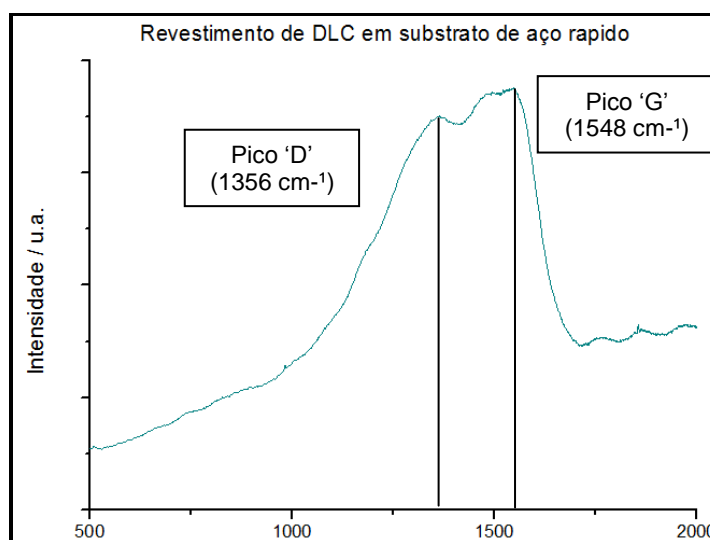
de 1350 cm^{-1} , que caracteriza os tipos de ligações moleculares sp^3 presentes na estrutura do diamante e do pico "G" em torno de 1580 cm^{-1} , que por sua vez caracteriza as ligações sp^2 correspondentes ao grafite monocristalino. A aparição do pico D revela que há desordem na estrutura gráfica, portanto, se trata de um filme amorfo e a presença de ambos os picos caracterizam o filme com um material policristalino a base de carbono, ou seja, um DLC. Pelo formato do espectro também podemos classificar o filme de DLC como sendo de carbono amorfo hidrogenado (a-C:H), de acordo com a denominação apresentada por Robertson (2002), vista na figura 34.

Figura 52 Espectro Raman referente ao revestimento de DLC/ metal duro.



Fonte: elaborado pela autora.

Figura 53 Espectro Raman referente ao revestimento de DLC/aço rápido.



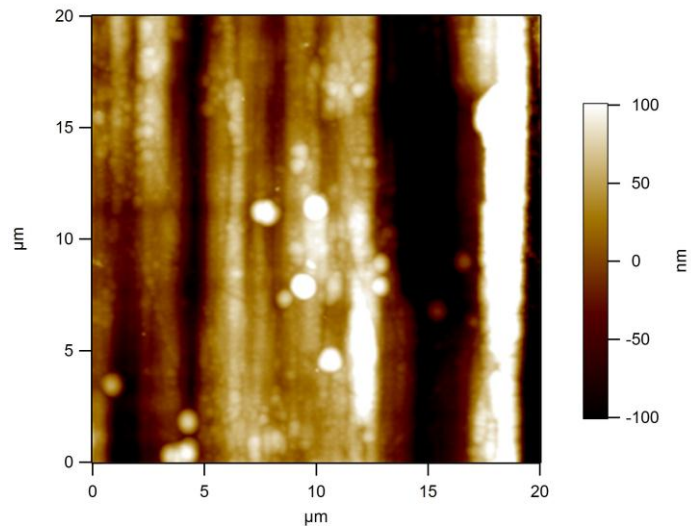
Fonte: elaborado pela autora.

4.5 Rugosidade

A topografia realizada sobre a superfície dos filmes nos substratos de aço rápido e metal duro estão mostradas nas figuras 54 e 55. Do qual, foram realizadas varreduras de 20 e 40 μm para a medição da rugosidade. A topografia da amostra de metal duro possui a superfície mais homogênea.

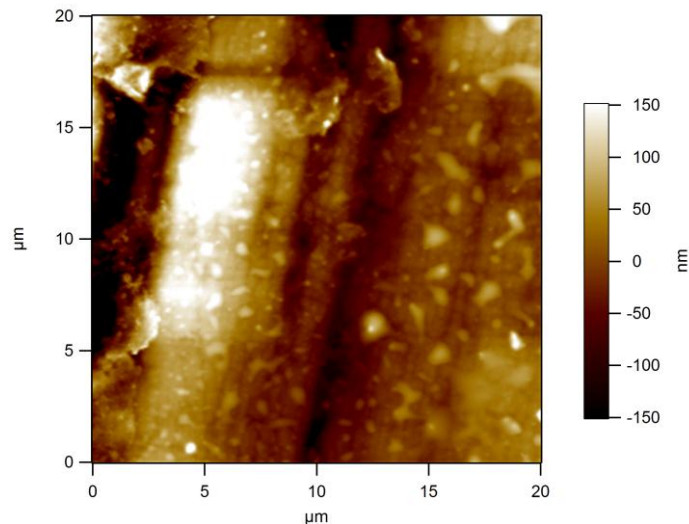
A figura 56 mostra o perfil tridimensional da topografia, do qual é possível visualizar a morfologia da superfície. Os picos apresentam aspectos arredondados e a deposição do filme segue o perfil do substrato, ou seja, a rugosidade do substrato influencia nos resultados de rugosidade do recobrimento, como esperado.

Figura 54 Perfil de rugosidade da amostra da HSS revestida.



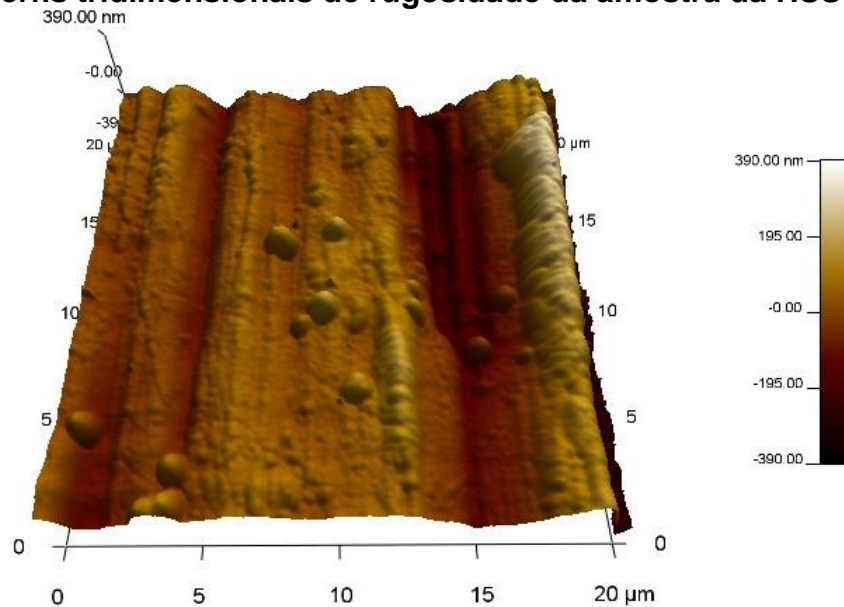
Fonte: elaborado pela autora.

Figura 55 Perfil de rugosidade da amostra de metal duro revestida.



Fonte: elaborado pela autora.

Figura 56 Perfis tridimensionais de rugosidade da amostra da HSS revestida.



Fonte: elaborado pela autora.

Os valores de rugosidade estão relacionados na Tabela 4.1 e concordam com os valores de rugosidade do revestimento sugeridos por Cooper *et al.* (1994) estando entre 50 e 100 nm. A rugosidade da superfície revestida da amostra de metal duro foi menor comparada a de aço rápido. É preciso ressaltar que as medidas foram realizadas sobre superfícies de ferramentas e não em amostras especialmente preparadas para a caracterização desse material. Portanto, os valores de rugosidade estão coerentes, apesar de a literatura sugerir valores abaixo de 20 nm para melhoria da adesão.

Tabela 4.1 Valores de rugosidade médios das amostras de HSS e Metal duro.

Amostras	Rugosidade média (Ra)	
	20 μm	40 μm
HSS	62,3 nm	80,5 nm
Metal duro	54,9 nm	73,9 nm

Fonte: elaborado pela autora.

4.6 Nanoindentação

A técnica de nanoindentação foi escolhida, pois possibilita a realização de medidas de dureza superficial na escala de nanômetros com profundidade de penetração de alguns décimos de microns, uma vez que o revestimento em estudo é muito fino com 2,8 μm de espessura total, sendo 1,8 μm do silício e 1,0 μm de DLC, demonstrados no ensaio de AFM. Como a intenção é analisar as características do revestimento, a profundidade de indentação máxima aconselhável é de 280 nm, estando teoricamente livre da influência do substrato. Os resultados da nanoindentação para a determinação da dureza e módulo de elasticidade são demonstrados na Tabela 4.2, do qual a método usado para calcular os valores foi baseada no método de Oliver e Pharr (COOPER *et al.*, 1994).

As curvas de carga e descarga versus profundidade de penetração foram geradas durante o ensaio de nanoindentação, para cargas máximas de 8 e 12 mN, para as amostras em aço rápido e metal duro e estão mostradas nas figuras 57 e 58. Dos quais apresentaram um formato da curva perfeito, mesmo em condições atípicas de realização do ensaio em superfície não planas. Cada uma das curvas geradas nos gráficos representa uma indentação na superfície do revestimento, relacionando a variação da força pela variação da profundidade da indentação.

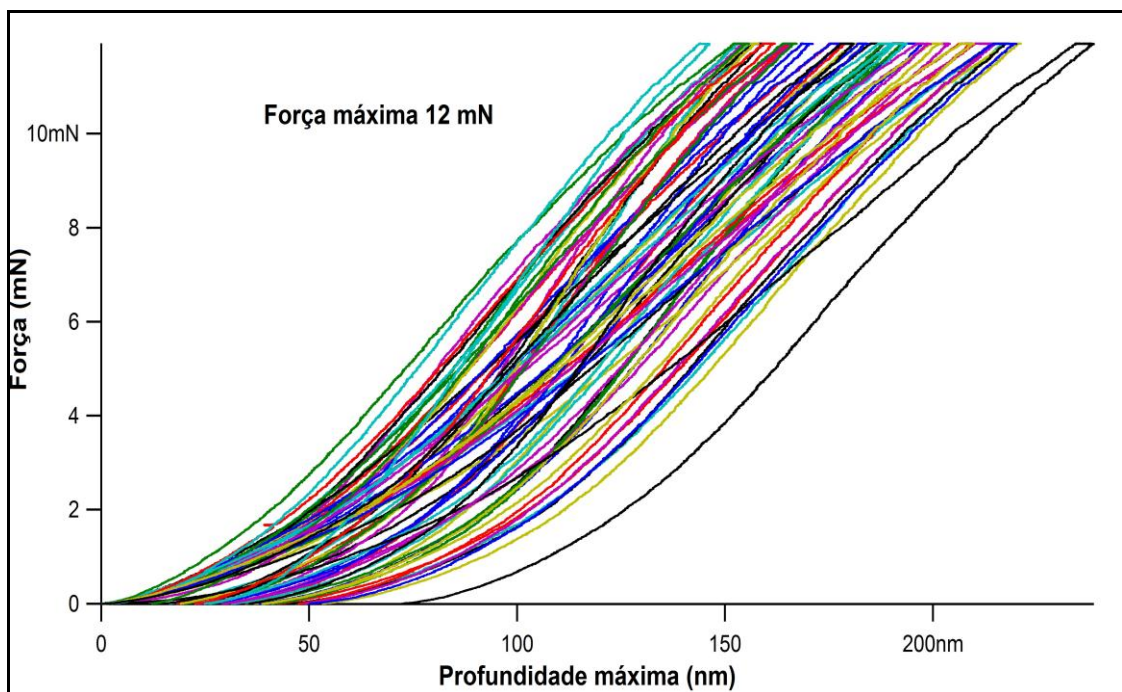
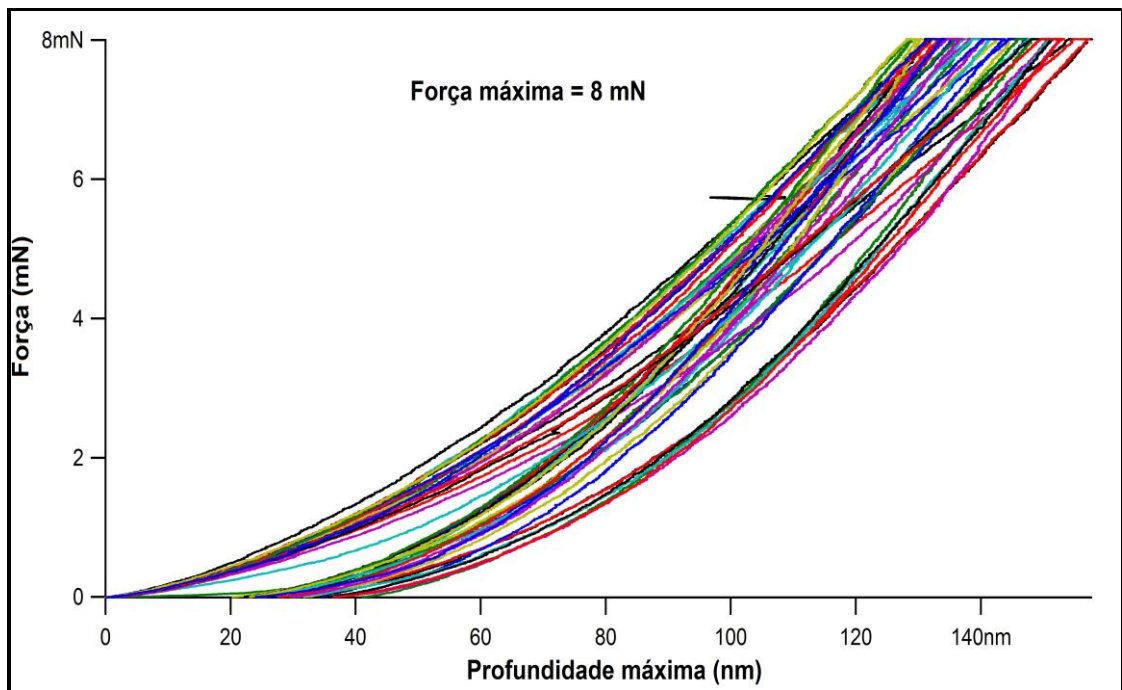
Tabela 4.2 Resultados dos ensaios de nanoindentação.

Amostra	Carga Máxima/mN	Profundidade Máxima/nm	Dureza/GPa	Módulo de Young/GPa
DLC/HSS	8	144 \pm 11	42 \pm 9	266 \pm 43
	12	187 \pm 21	36 \pm 10	236 \pm 65
DLC/Metal duro	8	158 \pm 9	26 \pm 4	239 \pm 30
	12	192 \pm 7	27 \pm 3	234 \pm 23

Fonte: elaborado pela autora.

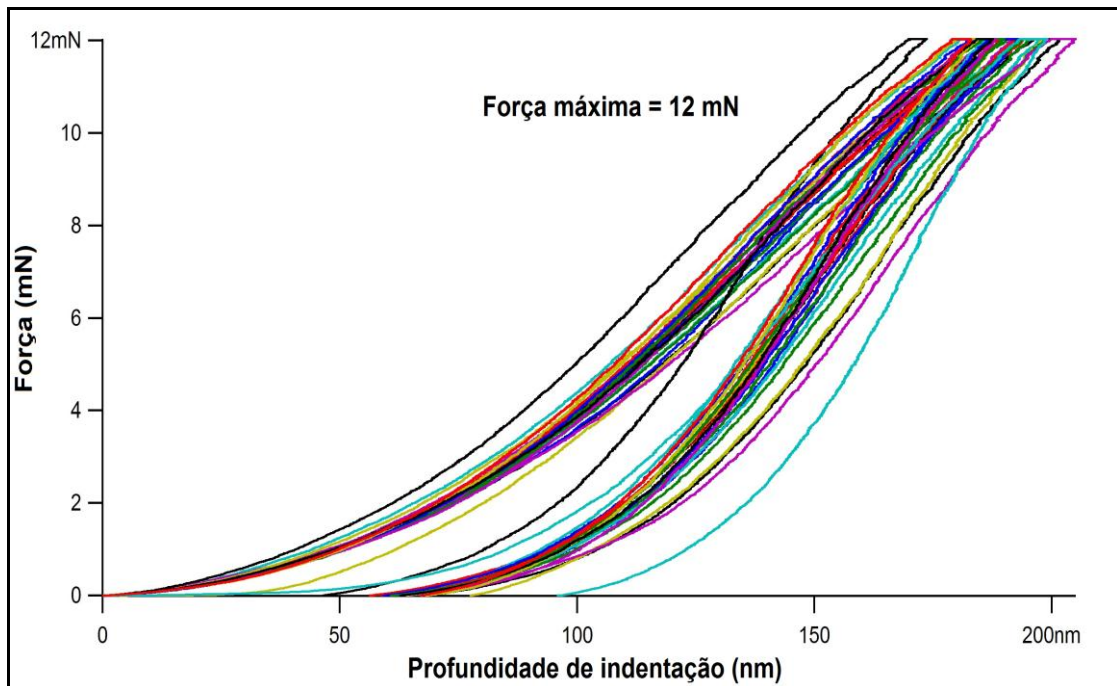
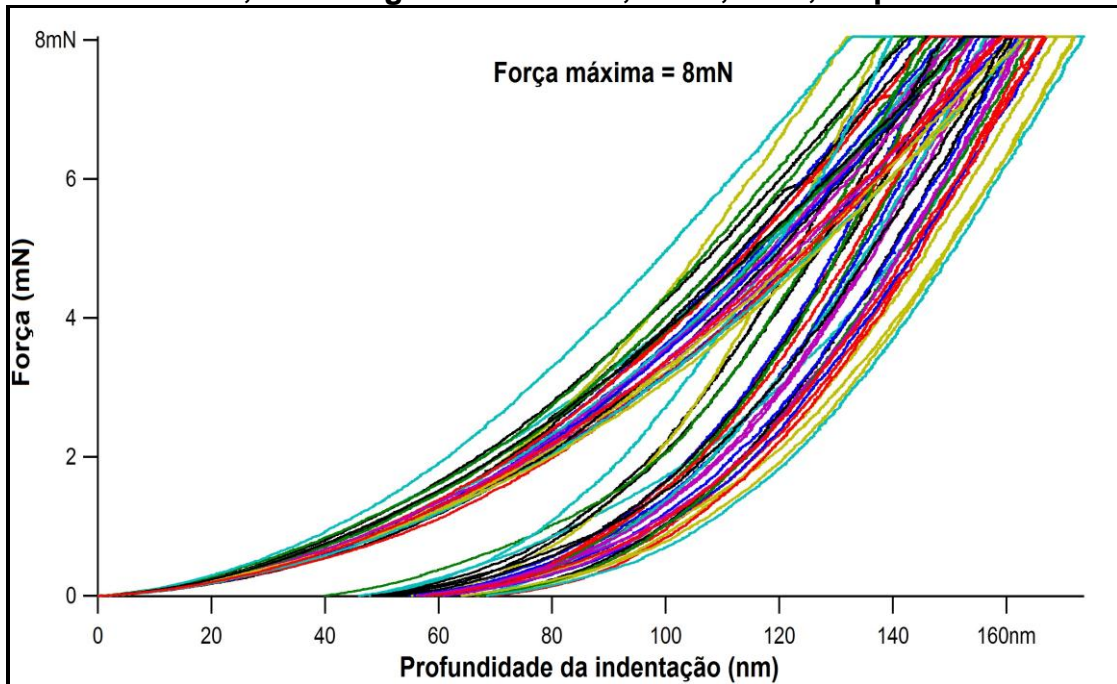
A dispersão associada aos resultados para amostra de metal duro foi menor do que para os substratos em aço, estando seus valores tanto de dureza como de módulo de elasticidade coerentes com Lemoine *et al.* (2008), que sugerem os intervalos de 10-30 GPa de dureza e 100-300 GPa de módulo de elasticidade para o carbono amorfo hidrogenado (a-C:H), conforme Tabela 2.2.

Figura 57 Curvas de nanoindentação realizados sobre a superfície da amostra de DLC/HSS, com carga máxima de 8,0 e 12,0 mN, respectivamente.



Fonte: elaborado pela autora.

Figura 58 Curvas de nanoindentação realizadas sobre a superfície da amostra de DLC/Metal duro, com carga máxima de 8,0 e 12,0 mN, respectivamente.



Fonte: elaborado pela autora.

Cooper *et al.* (1994) enfatizam a importância de limitar os valores da rugosidade, em revestimentos a base de carbono, menores que 20 nm, a fim de reduzir a dispersão nas medidas de recuo para cargas ultrabaixas. No entanto,

ambas as amostras apresentaram valores muito acima do sugerido, sendo a rugosidade do metal duro relativamente menor, mostrando reflexos nos resultados da indentação que é uma técnica muito sensível a variações topográficas. Os valores obtidos para amostra de HSS demonstraram menor dispersão justamente para a carga mais baixa e com valores de rugosidade bem acima do recomendado. Guillonneau *et al.* (2014) também relaciona a rugosidade superficial como uma incerteza nas medidas de nanoindentação, uma vez que o contato do indentador pode ocorrer no pico ou vale, a determinação das propriedades mecânicas podem variar muito de acordo com a localização da profundidade da penetração. Para evitar este problema é aconselhado que a profundidade da indentação seja a maior possível, para evitar a influência da rugosidade. De acordo com os resultados, a profundidade máxima equivalente a 10% da espessura do revestimento é obedecida, se considerarmos a espessura total (DLC+Si). Entretanto, se considerarmos apenas a espessura do DLC (1,0 μm), as cargas utilizadas ultrapassam o limite aconselhável.

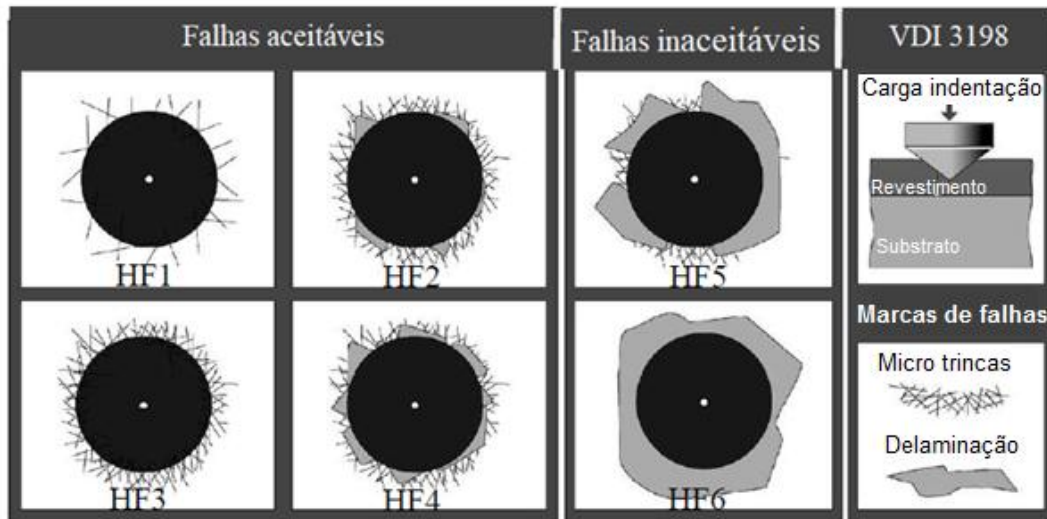
Os valores tanto de dureza quanto de módulo de elasticidade, para ambas as amostras, estão elevados. Isto tem influência direta na tenacidade do material, que fica menos resistente a impactos, ou seja, possivelmente não irão resistir à tensão residual imposta na interface e sucedendo ao deslocamento do mesmo.

4.7 Adesão

Para o estudo do comportamento adesivo dos revestimentos foi utilizado o teste de avaliação do comportamento mecânico de amostras revestidas, conhecido como teste *Mercedes*, muito utilizado industrialmente devido a sua praticidade. Este teste baseia-se em uma avaliação visual da indentação formada na superfície da amostra, através de uma classificação padrão apresentada pela norma VDI 3198, figura 59.

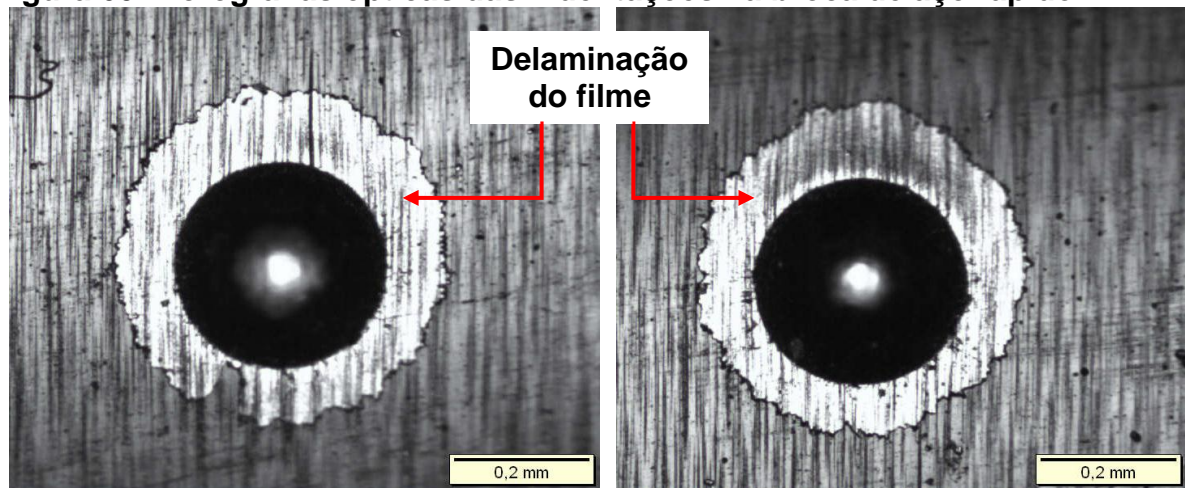
As indentações geradas nos ensaios para as brocas de aço rápido e metal duro revestidas com DLC podem ser vistas respectivamente nas figuras 60 e 61, do qual ambos são classificados no padrão HF6, apresentando completa delaminação do filme. Ou seja, a adesão se mostra baixa mesmo com a presença da camada de silício depositado na interface do substrato e revestimento.

Figura 59 Padrões de avaliação do ensaio de indentação



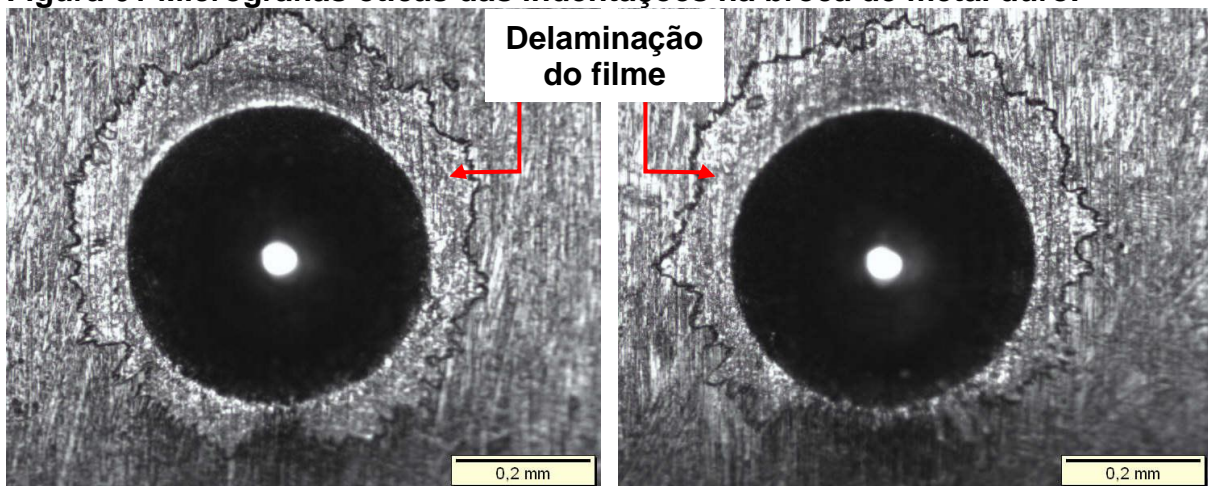
Fonte: Vidakis *et al.* (2003).

Figura 60 Micrografias ópticas das indentações na broca de aço rápido.



Fonte: elaborado pela autora.

Figura 61 Micrografias ópticas das indentações na broca de metal duro.



Fonte: elaborado pela autora.

Através das microindentações realizadas foram levantados os valores da dureza do substrato. Sendo realizadas duas medidas distintas: uma sobre o substrato e outra sobre o substrato revestido. Os valores encontrados estão listados na Tabela 4.3. Os valores de dureza medidos diretamente no substrato e sobre o revestimento não apresentaram diferença significativa, pois como o revestimento tem a espessura muito fina, a indentação de topo é indiferente a presença do filme.

Tabela 4.3 Dureza do substrato

Amostra	Aço rápido		Metal duro	
Tipo de amostra	Substrato	Substrato revestido	Substrato	Substrato revestido
Dureza HRC	64,3	63,4	78,2	77,7
	64,9	62,5	79,0	77,7
	64,8	62,9	78,9	77,6
	64,8	63,2	78,8	78,8
Média	64,7	63,0	78,7	77,9

Fonte: elaborado pela autora.

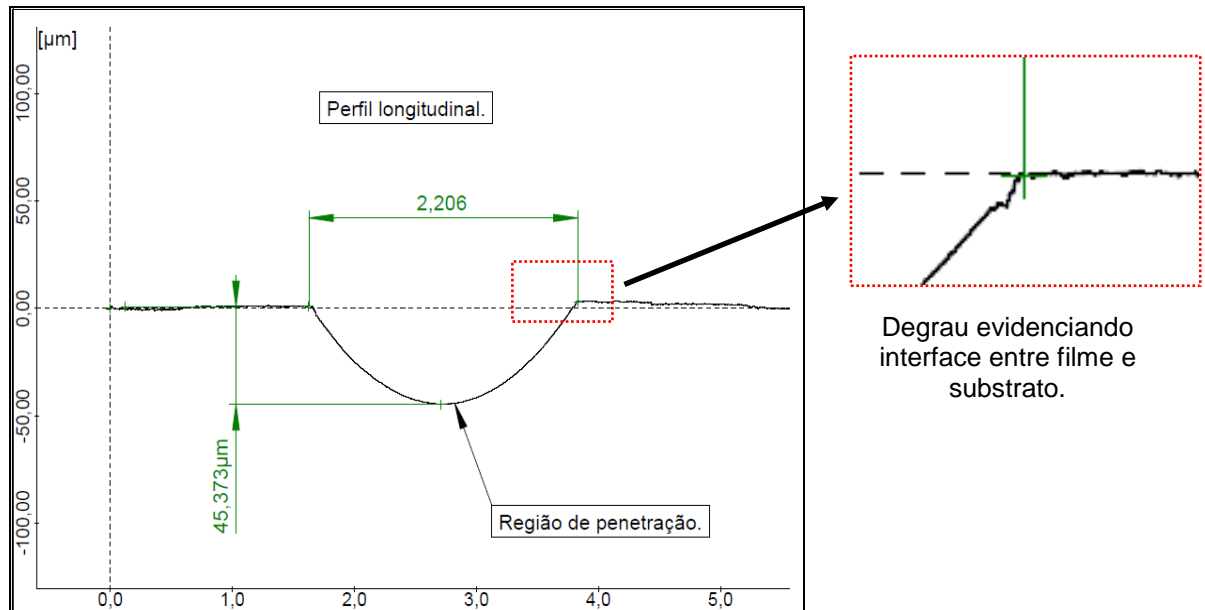
Com base em tabelas de conversão foi possível estimar a diferença de dureza entre o substrato e o revestimento. Os valores de dureza do revestimento, encontrados na nanoindentação, comparados ao substrato correspondem a aproximadamente 5 vezes à dureza do aço rápido (~7,6 GPa) e 2 vezes a dureza do metal duro (~13,4 GPa).

4.8 Caloteste

Após o ensaio de desgaste abrasivo pela técnica de Caloteste os parâmetros para o cálculo dos volumes desgastados, como diâmetros internos, diâmetro externo e profundidade do desgaste foram medidos por perfilometria bidimensional e por análise visual por microscopia óptica. A figura 62 mostra o perfil gerado pelo desgaste na ferramenta, do qual o filme foi arrancado deixando o substrato exposto ao desgaste. Em destaque na figura é possível perceber a região de interface entre o filme e o substrato, e como este último é mais severamente agredido pelo ensaio.

Pelo perfil foi possível medir o diâmetro externo e a profundidade do parabolóide.

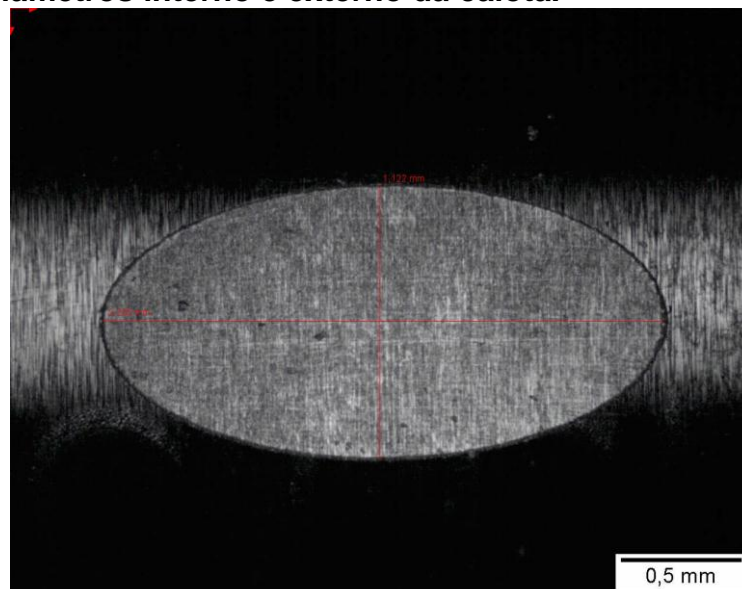
Figura 62 Perfil bidimensional da calota desgastado após ensaio de Caloteste sobre a broca em aço rápido/DLC. Medidas do diâmetro e profundidade.



Fonte: elaborado pela autora.

Para as medidas de diâmetro interno, que se diferenciam pela ordem de alguns microns devido à fina espessura do revestimento de DLC, foram utilizadas imagens por microscopia óptica, do qual o aumento visual da região permitiu a distinção da região.

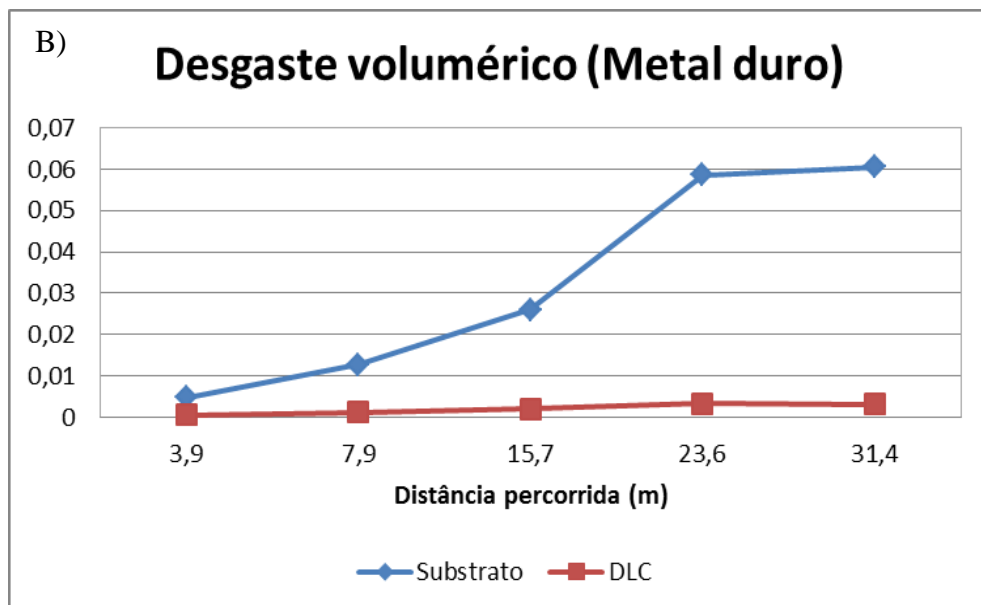
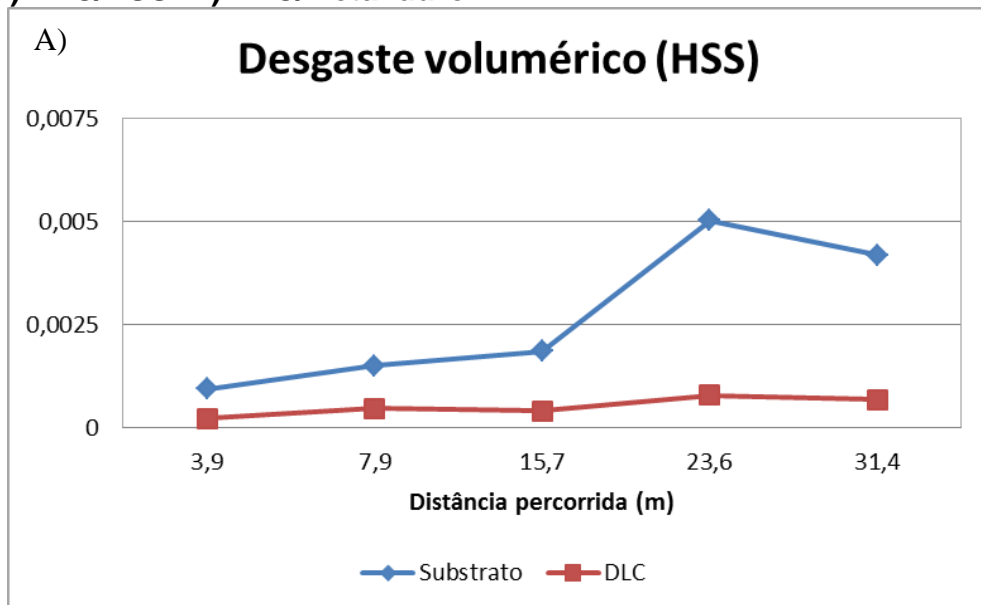
Figura 63 Imagem gerada por microscópio óptico, da calota desgastada para medidas dos diâmetros interno e externo da calota.



Fonte: elaborado pela autora.

Com os valores dos parâmetros foi possível calcular os volumes desgastados no formato de parabolóides conforme demonstrado no item 3.4.5. A variação do volume desgastado com o aumento da distância percorrida pode ser visualizada nas figuras 64 - A e B, do qual se confirmou que o volume do substrato é mais severamente desgastado comparado ao revestimento, conforme indicativas do perfil bidimensional.

Figura 64 Evolução do volume desgastado com o aumento do número de giros. A) DLC/HSS. B) DLC/Metal duro.



Fonte: elaborado pela autora.

Com o aumento da distância percorrida e maior tempo de exposição ao desgaste, o revestimento de DLC em ambas as amostras não sofreu maiores alterações de desgaste. Contudo, apesar de ser o mesmo filme em ambas as amostras, o revestimento aderido ao aço rápido resistiu melhor ao desgaste comparado ao metal duro, do qual os valores se distinguem por uma ordem de grandeza. Pelos gráficos também se percebe uma variação na taxa de desgaste após o terceiro ponto, do qual ocorre um acréscimo dessa taxa. Este provavelmente é o momento onde as tensões de contato no ensaio provocam o maior deslocamento do filme. O ensaio é seguido por uma estabilização do desgaste no caso do metal duro, e de uma pequena redução do desgaste no aço rápido. Essa redução, apesar de contraditória é respondida pelo fato de cada ponto do ensaio ser realizado em uma região próxima, mas distinta na amostra, podendo estar sujeitas a características singulares, como rugosidade e dureza, por exemplo. Na Tabela 4.4 vemos os valores médios do volume desgastado e do coeficiente de desgaste do substrato e revestimento.

Tabela 4.4 Médias dos valores de volume e coeficiente de desgaste medidos.

Broca	Metal duro/DLC	Aço rápido/DLC
Volume Desgastado Revestimento (V_r)	2,04E-3 [mm ³]	5,57E-4 [mm ³]
Coeficiente de desgaste substrato (K_s)	4,45E-3 [mm ³ /m.N]	4,49E-4 [mm ³ /m.N]
Coeficiente de desgaste revestimento (K_r)	2,94E-4 [mm ³ /m.N]	9,22E-5 [mm ³ /m.N]

Fonte: elaborado pela autora.

Os resultados mostram que a apesar das brocas possuírem o mesmo revestimento, este teve uma resposta melhor ao desgaste com o substrato em aço rápido, apresentando um menor desgaste também no substrato. No entanto, quando correlacionamos desgaste com a dureza dos materiais, a princípio os resultados parecem arbitrários, pois o metal duro possui dureza mais elevada que o aço rápido. O que explica estes resultados é a atuação do revestimento, que respondeu a solicitação de desgaste no aço rápido mantendo o filme sobre o

substrato, resistindo melhor ao deslocamento devido a menor diferença de dureza entre filme e substrato, ou seja, menores tensões residuais. Neste caso, a maior rugosidade da superfície do aço rápido foi favorável a resistência ao desgaste, pois os picos sobressalente diminuem a área de contato, exigindo um aumento da pressão necessária para a quebra/desgaste do revestimento/substrato.

5 CONCLUSÃO

As propriedades mecânicas dos revestimentos de DLC sobre as ferramentas de furação foram medidas. Para as ferramentas de aço rápido, obteve-se a dureza de $39,0 \pm 9,5$ GPa e módulo de elasticidade de 251 ± 54 GPa. Enquanto que para as ferramentas de metal duro, ocorreram decréscimos nestes valores, sendo de $26,5 \pm 6,0$ GPa, para a dureza e $236,5 \pm 26,5$ GPa para o módulo de elasticidade. A menor dispersão nos resultados do metal duro pode estar vinculada a menor rugosidade, uma vez que a técnica de nanoindentação é bastante sensível a variações topográficas. Os valores de dureza do revestimento, pela nanoindentação, comparados ao substrato correspondem a aproximadamente 5 vezes à dureza do aço rápido ($\sim 7,6$ GPa) e 2 vezes à dureza do metal duro ($\sim 13,4$ GPa), mostrando o potencial do revestimento de DLC para aumentar a dureza de materiais com preços mais acessíveis ao mercado, como o aço rápido chegando a valores até superiores a dureza do metal duro.

A metodologia desenvolvida no trabalho mostrou que é possível realizar a caracterização do filme na própria ferramenta, mesmo em condições não planas. Os resultados refletem a influencia das condições verdadeiras a que ficam expostos os filmes em substrato não planos, de rugosidade e dureza elevada proveniente dos processos de fabricação das ferramentas. A preparação das amostras para os ensaios de microscopia de força atômica permitiram a identificação do filme de DLC e a interface de silício, apresentando $1,0 \mu\text{m}$ e $1,8 \mu\text{m}$ de espessura, respectivamente. O silício foi essencial para manter a adesão nos substratos metálicos, no entanto a espessura encontrada foi maior do que o próprio fabricante do revestimento esperava.

Percebe-se que os defeitos de deslocamento do filme nas arestas de corte ocorreram devido à falta de capacidade do revestimento de acompanhar a geometria da aresta de corte da ferramenta no processo de deposição. Os ensaios de desgaste de superfície indicaram que os diferentes materiais dos substratos proporcionaram comportamentos de desgastes também diferentes do revestimento. Este demonstrou um comportamento adesivo, em solicitação de desgaste, melhor para o substrato de aço rápido e com isso uma maior resistência ao desgaste da ferramenta. Apesar do fabricante do revestimento ter utilizado os mesmos

parâmetros de deposição para ambos e dos resultados de microindentação não terem demonstrado boa adesividade.

6 TRABALHOS FUTUROS

Este trabalho foi uma iniciativa de se verificar a possibilidade de levantamento de algumas propriedades mecânicas sobre substratos com geometria complexa em virtude das dificuldades encontradas sugeriu-se que os seguintes estudos sejam feitos *a posteriori*:

- 1- Investigar a espessura adequada da camada de interface de modo a melhorar a adesão entre filme e substrato;
- 2- Realizar deposições de filmes de DLC em ferramentas de furação com diferentes concentrações de gases precursores e verificar as respectivas propriedades mecânicas;
- 3- Realizar a deposição de revestimentos com menores durezas, nas mesmas ferramentas utilizadas neste trabalho e verificar se ocorre o efeito de delaminação nas arestas de corte;
- 4- Verificar a possibilidade de um outro tipo de material para a interface;
- 5- Avaliar como ocorrem as interações cinético-químicas presentes no sistema de deposição PECVD e os seus efeitos na adesão entre o silício presente na interface e o carbono presente no filme (simulação computacional de modelos de deposição de revestimentos).

7 REFERÊNCIAS

- BHOWMICK, S.; ALPAS, A.T. Minimum quantity lubrication drilling of aluminium–silicon alloys in water using diamond-like carbon coated drills. **International Journal of Machine Tools & Manufacture**. 2008, v. 48, p.1429 – 1443.
- BULL, S.J. and BERASETEGUI, E.G. An overview of the potential of quantitative coating adhesion measurement by scratch testing. In: BULL, S.J. and BERASETEGUI, E.G. **Tribology International**. 2006, v.39, Cap. 7, p.137.
- CAPOTE, G.; BONETTI, L.F.; SANTOS, L.V.; TRAVA-AIROLDI, V.J.; CAROT, E.J. Adherent amorphous hydrogenated carbon films on metals deposited by plasma enhanced chemical vapor deposition. **Thin Solid Films**. 2008, v.516, p. 4011-4017.
- CHEN, H.; XU, C.; ZHOU, Q.; HUTCHINGS, I.M.; SHIPWAY, P.H.; LIU, J. Micro-scale abrasive wear behaviour of HVOF sprayed and laser-remelted conventional and nanostructured WC–Co coatings. **Wear**. 2005, n.258, p.333-338.
- CHEN, W.-C.; TSAO, C.-C. Cutting performance of different coated twist drills. **Journal of Materials Processing Technology**. 1999, n. 88, p. 203-207.
- CHENG, Y.T.; CHENG, C.M. What is indentation hardness? **Surface and Coating Technology**. 2000, v.133-134, p. 417–424.
- CHIAVERINI, Vicente. **Aços e Ferros Fundidos**. ABM, 7º ed. São Paulo, 2005.
- CHOWDHURY, S.; LAUGIER, M.T.; RAHMAN, I.Z. Characterization of DLC coatings deposited by rf magnetron sputtering. **Journal of Materials Processing Technology**. 2004, n. 153–154, p. 804–810.
- CHOI, J.; SOEJIMA, K.; KATO, T.; KAWAGUCHI, M.; LEE, W. Nitriding of high speed steel by bipolar PBII for improvement in adhesion strength of DLC films. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B**. 2012, n.272, p. 357–360.
- COOPER, C.V.; HOLIDAY, P.; MATTHEWS, A. The effect of TiN interlayers on the indentation behavior of diamond like carbon films on alloy and compound substrates. **Surface and Coatings Technology**. 1994, v.63, p.129-134.
- COSTA, J. D. D.; GOMES, J. O. Análise de rugosidade em superfícies usinadas de forma complexa. **Anais do XVI Encontro de Iniciação Científica e Pós-Graduação do ITA – XVI ENCITA**. São José dos Campos, 2010a.
- COSTA, Romina Paula de Castro. **Estudo de lubrificação híbrida usando filmes de DLC com lubrificantes nas áreas espacial, automotiva e médica**. 2010b. 180 f. Tese (Doutorado) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos.
- CUI, W.G.; LAI, Q.B. ; ZHANG, L.; WANG, F.M. Quantitative measurements of sp³

content in DLC films with Raman spectroscopy. **Surface & Coatings Technology**. 2010, v.205, p.1995–1999.

DASCH, J.M.; ANG, C.C.; WONG, C. A.; CHENG, Y.T.; WEINER, A.M.; LEV, L.C.; KONCA, E. A comparison of five categories of carbon-based tool coatings for dry drilling of aluminum. **Surface & Coatings Technology**. 2006, v. 200, p. 2970 – 2977.

DELPLANQUE, J.-P.; JOHNSON, S.; ZHOU, Y.; SHAW, L. Spray Deposition and Coating Processes. In: GROZA, J. R.; JAMES, F. S. **Materials Processing Handbook**. Taylor & Francis Group, 2007. Cap.2.

DIN EN1071-3 (2005). Advanced technical ceramics - Methods of test for ceramic coatings - Part 3: Determination of adhesion and other mechanical failure modes by a scratch test.

DINIZ, A. E. ; MARCONDES, F. C.; COPPINI, N. L. **Tecnologia da Usinagem dos Materiais**. Artliber, 6º ed. São Paulo, 2006.

FERRARESI, Dino. **Fundamentos da Usinagem dos Metais**. Edgard Blucher LTDA, 10º ed. São Paulo, 2000.

FERRARI, A. Non-destructive characterization of carbon films. In: DONNET, C. and ERDEMIR, A. **Tribology of Diamond-Like Carbon Films: Fundamentals and Applications**. Springer, 2008. Cap. 2, p. 25-82.

GEE, M.G.; WICKS, M.J. Ball crater testing for the measurement of the unlubricated sliding wear of wear-resistant coatings. **Surface and Coatings Technology**. 2000, n.133-134, p.376-382.

GEE, M.G.; GANT, A.; HUTCHINGS, I.; BETHKE, R.; SCHIFFMAN, K.; ACKER, K. V.; POULAT, S.; GACHON, Y.; STEBUT, J.V. Progress towards standardisation of ball cratering. **Wear**. 2003, n. 255, p. 1-13.

GEE, M.G. The use of PC scanners in micro-abrasion wear testing. **Wear**. 2005a, n. 259, p.1448–1452.

GEE, M.G.; GANT, A.J.; HUTCHINGS, I.; KUSANO, Y.; SCHIFFMAN, K.; ACKER, K. V.; POULAT, S.; GACHON, Y.; STEBUT, J.V.; HATTO, P.; PLINT, G. Results from an interlaboratory exercise to validate the micro-scale abrasion test. **Wear**. 2005b, n. 259, p.27-35.

GUILLONEAU, G.; KERMOUCHE, G.; BEC, S.; LOUBET, J., L. A simple method to minimize displacement measurement uncertainties using dynamic nanoindentation testing. **Tribology International**. 2014, n.70, p.190–198.

HOGMARK, S., JACOBSON, S., LARSSON, M. Design and evaluation of tribological coatings. **Wear**. 2000, n. 246, p. 20–33.

HOLMBERG, K. and MATTHEWS, A. Tribological properties of coatings. In:

HOLMBERG, K. and MATTHEWS, A. **Coatings Tribology Properties, Techniques and Applications in Surface Engineering**. Elsevier Ltd, 1994. Cap. 4, p. 125-256.

JAWAHIR, I.S.; BRINKSMIEIER, E.; M'SAOUBI, R.; ASPINWALL, D.K. ; OUTEIRO, J.C. ; MEYER, D. ; UMBRELLO, D. ; JAYAL, A.D. Surface integrity in material removal processes: Recent advances. **CIRP Annals - Manufacturing Technology**. 2011, n.60, p. 603–626.

KAKIUCHI, T.; UEMATSU, Y.; TERATANI, T.; HARADA, Y. Effect of Film Elastic Modulus on Fatigue Behaviour of DLC Coated Wrought Magnesium Alloy AZ61. **Procedia Engineering**. 2010, n.10, p.1087–1090.

KVICK, A. Materials Science Applications of X-Ray Diffraction. In: REEDDIFK, J. **Reference Module in Chemistry, Molecular Sciences and Chemical Engineering**. Elsevier Ltd, 1999, p. 1248-1257.

KUSANO, Y.; ACKER, K.V.; HUTCHINGS, I.M. Methods of data analysis for the micro-scale abrasion test on coated substrates. **Surface and Coatings Technology**. 2004, n.183,p.312–327.

LEMOINE, P., QUINN, J., MAGUIRE, P., MCLAUGHLIN, J. Mechanical Characterization and Proprieties of DLC Films, In: DONNET, C. and ERDEMIR, A. **Tribology of Diamond-Like Carbon Films: Fundamentals and Applications**. Springer, 2008, p. 83-101.

LEROY, C.; SCHIFFMAN, K.I.; ACKER, K.V.; STEBUT, J.V. Ball Cratering an efficient tool for 3 body microabrasion of coated systems. **Surface & Coatings Technology**. 2005, n. 200, p. 153-156.

LETTINGTON, A.H. **Application of Diamond-Like Carbon Thin Films**. Pergamon, 1998, v.36, p. 555-560.

LIFSHITZ, Y. Diamond-like carbon—present status. **Diamond and Related Materials**. 1999, n. 8, p.1659–1676.

LIMA, Carlos Camello Lima and TREVISAN, Roseana. **Aspersão Térmica: Fundamentos e Aplicações**. Artliber, 2002. São Paulo, p.13.

MARMENTINI, Marcos Mozart. **Análise da furação do ferro fundido nodular utilizando brocas helicoidais de M2 nitretadas**. 2009. 128 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica e de Materiais) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba.

MELLO, Carina Barros. **Deposição de filmes finos baseada em implantação iônica por imersão em plasma com descarga luminescente e magnetron sputtering**. 2011. 145f. Tese (Doutorado) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos.

NAKAHIGASHI, T.; TANAKA, Y.; MIYAKE, K.; OOHARA, H. Properties of flexible DLC film deposited by amplitude-modulated RF P-CVD. **Tribology International**.

2004, n.37, p. 907–912.

NOBILI, L.; MAGAGNIN, L. DLC coatings for hydraulic applications. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**. 2009, n.19, p.810-813.

NOUARI, M. G.; LIST, M.G.; GIROT, F.; GE'HIN, D. Effect of machining parameters and coating on wear mechanisms in dry drilling of aluminium alloys. **International Journal of Machine Tools & Manufacture**. 2005, n. 45, p.1436–1442.

PINTAÚDE, Giuseppe. **Análise dos regimes moderados e severos de desgaste abrasivo utilizando ensaios instrumentados de dureza**. 2002. 230f. Tese (Doutorado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo.

QIAN, L.; LI, M.; ZHOU, Z.; YANG, H.; SHI, X. Comparison of nano-indentation hardness to microhardness. **Surface & Coatings Technology**. 2005, v.195, p. 264–271.

ROBERTSON, J. Diamond-like Amorphous Carbon. **Materials Science and Engineering**. 2002, n.37, p.129-281.

RUTHERFORD, K.L.; HUTCHINGS, I.M. A micro-abrasive wear test, with particular application to coated systems. **Surface and Coatings Technology**. 1996, n. 79, p. 231-239.

SABATINI, G.; CESCHINI, L.; MARTINI, C.; WILLIAMS, J.A.; HUTCHINGS, I.M. Improving sliding and abrasive wear behaviour of cast A356 and wrought AA7075 aluminium alloys by plasma electrolytic oxidation. **Materials and Design**. 2010, n. 31, p.816–828.

SANDER, T.; TREMMEL, S.; WARTZACK, S. A modified scratch test for the mechanical characterization of scratch resistance and adhesion of thin hard coatings on soft substrates. **Surface & Coatings Technology**. 2011, n.206, p.1873–1878.

SANTOS, G.R.; COSTA, D. ; AMORIM, F.L.; TORRES, R.D. Characterization of DLC thin film and evaluation of machining forces using coated inserts in turning of Al–Si alloys. **Surface & Coatings Technology**. 2007, n. 202, p.1029–1033.

SILVA, W.M.; TRAVA-AIROLDI, V.J.; CHUNG, Y.W. Surface modification of 6150 steel substrates for the deposition of thick and adherent diamond-like carbon coatings. **Surface & Coatings Technology**. 2011, n. 205, p. 3703–3707.

SMITH, E.; DENT, G. **Modern Raman Spectroscopy– A Practical Approach**, John Wiley & Sons, 2005.

SUTTON, D.C.; LIMBERT, G.; STEWART, D.; WOOD, R. J. K. The friction of diamond-like carbon coatings in a water environment. **Friction**. 2013, p. 210–221.

SUZUKI, Y.; WATANABE, M.; TODA, T.; FUJII, T. Development of electrically conductive DLC coated stainless steel separators for polymer electrolyte membrane fuel cell. **Journal of Physics: Conference Series**. 2013, n. 441.

TAKENO, T.; SUGAWARA, T.; MIKI, H.; TAKAGI, T. Deposition of DLC film with adhesive W-DLC layer on stainless steel and its tribological properties. **Diamond & Related Materials**. 2009, n.18, p.1023–1027.

THORWARTH, G., FALUB, C.V., MULLER, U., WEISSE, B., VOISARD, C., TOBLER, M., HAUERT, R. Tribological behavior of DLC-coated articulating joint implants. **Acta Biomaterialia**. 2010, n. 6, p.2335–2341.

TUCK, J.R.; KORSUNSKY, A.M.; BHAT, D.G.; BULL, S.J. Indentation hardness evaluation of cathodic arc deposited thin hard coatings. **Surface and Coatings Technology**. 2001, n.139, p. 63-74.

VEVERKOVA, J., HAINSWORTH, S.V. Effect of temperature and counterface on the tribological performance of W-DLC on a steel substrate. **Wear**. 2008, n. 264, p. 518–525.

VIANA, R. and MACHADO, A. Furação de uma liga Al-Si com brocas de aço-rápido revestidas. In: 15º SIMPÓSIO DO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA, Uberlândia: FEMEC/UFU, 2005.

VICENTE, Geraldo Candido Maia. **Caracterização de filmes DLC com potencial utilização em motores de combustão interna**. 2005. 96 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Paraná, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Curitiba.

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**. 2003, n. 143-144, p. 481-485.

XIE, Z.; Zhu, J.; Guo, W. The scraping test and adhesion measurements of diamond and nickel electroless coatings. **Materials Characterization**. 2000, n.44, p. 347-352.

WANG, H. and CHU, P.K. Surface Characterization of Biomaterials. In: BANDYOPADHYAY, A. and BOSE, S. **Characterization of Biomaterials**. Academic Press, 2013a. Cap.4, p. 145-147.

WANG, M., WANG, D., HOPFELD, M., GRIESELER, R., ROSSBERG, D., SCHAAF, P. Nanoindentation of nano-Al/Si₃N₄ multilayers with Vickers and Brinell indenters. **Journal of the European Ceramic Society**. 2013b, n. 33, p. 2355–2358.

WOLFF, Jairo Muller. **Influência do substrato na aderência de filmes finos DLC**. 2007. 102f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Paraná, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, Curitiba.