

Universidade Federal de Santa Catarina
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

**EFEITO DE CONDIÇÕES DE NITRETAÇÃO A PLASMA NA
TOPOGRAFIA DE SUPERFÍCIE E NA ADESIVIDADE DE
REVESTIMENTO DLC EM AÇO CARBONO**

Dissertação apresentada ao
Programa de Pós-Gradua-
ção em Ciência e Engenha-
ria de Materiais da Univer-
sidade Federal de Santa Ca-
tarina para obtenção do títu-
lo de Mestre em Ciência e
Engenharia de Materiais.

Pedro Henrique Teshima Shioga

Florianópolis
2013

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

Shioga, Pedro Henrique Teshima

Efeito de condições de nitretação a plasma na topografia de superfície e na adesividade de revestimento DLC em aço carbono / Pedro Henrique Teshima Shioga ; orientador, José Daniel Biasoli de Mello ; co-orientador, Cristiano Binder. - Florianópolis, SC, 2013.

88 p.

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

Inclui referências

1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2. DLC. 3. Topografia. 4. Adesividade. 5. Plasma. I. de Mello, José Daniel Biasoli. II. Binder, Cristiano. III. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. IV. Título.

Pedro Henrique Teshima Shioga

**EFEITO DE CONDIÇÕES DE NITRETAÇÃO A PLASMA NA
TOPOGRAFIA DE SUPERFÍCIE E NA ADESIVIDADE DE
REVESTIMENTO DLC EM AÇO CARBONO**

Esta dissertação foi julgada adequada para a obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais, Área de Concentração Metais, e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

Prof. José Daniel Biasoli
de Mello, Doc.-Ing.
Orientador (EMC/UFSC)

Cristiano Binder, Dr.Eng.
Coorientador (EMC/UFSC)

Prof. Dr. Sc. Antonio Pedro Novaes de Oliveira
Coordenador – PGMAT/UFSC

Banca examinadora:

Prof. Ana Maria Maliska, Dr.Eng.
(UFSC)

Prof. Lourival Boehs, Dr.Eng.
(UFSC)

Roberto Martins de Souza, Ph. D.
(USP)

Florianópolis, 2013

AGRADECIMENTOS

Ao professor Aloisio Nelmo Klein pela oportunidade de trabalhar em um laboratório com infraestrutura exemplar para outros centros de pesquisa e desenvolvimento deste país e pela liberdade de desenvolver metodologias e ferramentas de trabalho com a equipe do Labmat (Laboratório de Materiais – UFSC).

Ao professor José Daniel Biasoli de Mello, referência internacional em tribologia, pela orientação neste trabalho, mostrando o caminho sempre que as dúvidas surgiram. E pelas conversas que ajudaram a decidir meu futuro profissional.

Ao Cristiano Binder pelo apoio no crescimento pessoal e profissional ao longo dos últimos anos. Por acreditar e dar liberdade nas propostas de planejamento e organização das atividades do laboratório.

Aos colegas de mestrado e doutorado, pelo apoio e discussões do dia a dia.

À equipe de projeto pela dedicação nas atividades diárias e por participarem em meu desenvolvimento interpessoal e de gestão.

Ao PGMAT, à UFSC e ao Governo Brasileiro pela infraestrutura institucional que permitiram este estudo e o desenvolvimento de tecnologia neste laboratório.

À Whirlpool-Embraco e ao BNDES pelo financiamento e manutenção do centro de pesquisa e por viabilizar todo o recurso financeiro deste trabalho, assim como o de outros colegas, contribuindo diretamente para o crescimento do país.

À minha família que me incentivou e propiciou o ambiente necessário para que eu me desenvolvesse até hoje.

E a Deus por me abençoar e iluminar meu caminho sempre.

Minha sincera gratidão.

RESUMO

A demanda por desenvolvimento de tecnologia para redução do atrito e do aumento da resistência ao desgaste de mancais mecânicos está diretamente relacionada às exigências do consumo energético mundial. Uma vez que ao invés de encontrar novas fontes de energia, é possível prolongar as reservas atuais consumindo-a de forma mais eficiente. Uma solução para atrito e desgaste são os tratamentos superficiais como os revestimentos multicamadas, em que se desenvolvem as propriedades superficiais dos componentes sem a alteração do núcleo. Filmes a base de carbono e hidrogênio chamados DLC são capazes de trabalhar nos dois sentidos. Para isto diversos fatores devem ser considerados para proporcionar o desempenho mecânico esperado, como eficiência, vida útil e confiabilidade. Dentre estes fatores estão os tipos de intercadas, a dureza superficial, a rugosidade e a afinidade química entre outros. Neste trabalho foi estudado, com função de suporte mecânico e adesão, o efeito de diferentes camadas nitretadas por plasma em aço carbono no desempenho tribológico do revestimento DLC. Foram avaliadas as características superficiais com ênfase na topografia, adesão e tribologia. Ao longo da caracterização topográfica foi necessário realizar um pré-estudo para determinar o método de análise e os parâmetros de avaliação. A evolução da topografia a cada etapa de processamento foi registrada e apresentada através destes parâmetros. Foi também proposta uma metodologia de caracterização de adesão baseada na norma alemã VDI3198. Por fim, todas as características avaliadas foram relacionadas com o comportamento tribológico.

ABSTRACT

The demand for technology development to reduce friction and improve wear resistance in mechanical bearings is closely related to world energy consumption. Once instead of finding new sources of energy, it is possible to extend current resources consuming in a more efficient way. One solution for friction and wear are surface treatments like multilayer coatings, which develop surface properties without core modifications. Coatings made of carbon and hydrogen called DLC are capable of handling the both sides. To do that many factors must be considered to allow the desired mechanical performance like efficiency, life cycle and reliability. Within these factors are types of interlayers, case hardness, roughness, chemical bonding and others. In this work, with mechanical support and adhesion purposes, the effect of different plasma nitride layers over steel substrate on the tribological performance of a DLC coating has been studied. Superficial characteristics were studied with emphasis on topography, adhesion and tribology. During the characterization of the surface topography it was necessary to perform a pre-study to determine assessment method and parameters. Topography evolution along each process stage was registered and presented through these parameters. It was also proposed an adhesion characterization methodology based on the German standard VDI3198. Finally all evaluated characteristics were correlated to the tribological behavior.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1: Diagrama ternário de classificação de DLC's	2
Figura 2: Perfil de dureza de camadas nitretadas	3
Figura 3: Diagrama Ferro Nitrogênio	4
Figura 4: Morfologia de camada nitretada.....	5
Figura 5: Mecanismo de formação de camada nitretada via plasma	6
Figura 6: Norma VDI3198	8
Figura 7: Indentação de amostra polida e revestida.....	9
Figura 8: Indentação de amostra não polida e revestida	9
Figura 9: Superfície retificada	10
Figura 10: Superfície manipulada.....	10
Figura 11: Espectro de frequências de uma superfície hipotética	11
Figura 12: Aumento de rugosidade através da nitretação a plasma	12
Figura 13: Influência da qualidade superficial na espessura de camada nitretada.....	12
Figura 14: Influência da mistura gasosa da nitretação a plasma no perfil de microdureza da camada nitretada.....	13
Figura 15: Diagrama de processamento e caracterização de amostras.....	15
Figura 16: Configuração de processamento em reator a plasma	16
Figura 17: Sinal da fonte de plasma	17
Figura 18: Definição de cume pelo método dos oito pontos vizinhos	19
Figura 19: Curva de Abbott-Firestone	21
Figura 20: Curva de Abbott-Firestone para uma superfície real... 21	
Figura 21: Análise de deslocamento	23
Figura 22: Evolução da amostra ao longo do processamento.....	25
Figura 23: DRX das camadas nitretadas.....	26
Figura 24: Seção transversal da camada de compostos com predominância de fase ϵ e revestimento DLC	27
Figura 25: Seção transversal da camada de compostos com predominância de fase γ' e revestimento DLC.....	27
Figura 26: Seção transversal da camada de difusão e revestimento DLC.....	28
Figura 27: Espessuras médias das camadas de compostos e de DLC.....	28

Figura 28: Perfil de microdureza das camadas nitretadas formadas	29
Figura 29: Projeções axonométricas da superfície analisada com diferentes aumentos	31
Figura 30: S_q para diferentes aumentos	32
Figura 31: S_d para diferentes aumentos	32
Figura 32: S_dq para diferentes aumentos	32
Figura 33: Projeção axonométrica da superfície polida não nitretada	34
Figura 34: Superfície polida não nitretada	34
Figura 35: Projeções axonométricas das camadas nitretadas	35
Figura 36: Projeções axonométricas das camadas revestidas	36
Figura 37: Camadas nitretadas	38
Figura 38: Camadas revestidas	39
Figura 39: Evolução de S_q para cada camada ao longo do processo	40
Figura 40: Camada γ'	41
Figura 41: Evolução de S_d para cada camada ao longo do processo	41
Figura 42: Evolução de S_dq para cada camada ao longo do processo	43
Figura 43: Evolução de S_k para cada camada ao longo do processo	43
Figura 44: Evolução de S_{pk} para cada camada ao longo do processo	44
Figura 45: Evolução de S_{vk} para cada camada ao longo do processo	44
Figura 46: Comportamento da área deslocada em função do tempo	45
Figura 47: Distribuição normal de áreas deslocadas	46
Figura 48: Ensaio de adesão: área deslocada	47
Figura 49: Indentação da camada ϵ revestida	48
Figura 50: Indentação da camada γ' revestida	49
Figura 51: Indentação da camada de difusão revestida	50
Figura 52: Ensaio de durabilidade da camada ϵ	52
Figura 53: Ensaio de durabilidade da camada γ'	52
Figura 54: Ensaio de durabilidade da camada de difusão	52
Figura 55: Durabilidade das camadas	53
Figura 56: Durabilidade x Área deslocada	54
Figura 57: Pistas de desgaste	55
Figura 58: Pista de desgaste da camada de difusão revestida	56

Figura 59: Resistência de interface para conjunto DLC/CrN	57
Figura 60: Evolução de S_q ao longo do ensaio de durabilidade .	58
Figura 61: Evolução de S_{pk} ao longo do ensaio de durabilidade	58
Figura 62: Pista de desgaste do ensaio de durabilidade interrompido em dois momentos.....	59

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Influência da mistura gasosa da nitretação a plasma na camada nitretada	13
Tabela 2: Parâmetros de nitretação para as camadas nitretadas.....	16
Tabela 3: Parâmetros topográficos utilizados no trabalho	18
Tabela 4: Aumento ótico, área amostral e resolução lateral para diferentes configurações do interferômetro.	30

LISTA DE SÍMBOLOS

M	Quantidade de pontos na coordenada x
N	Quantidade de pontos na coordenada y
Sa	Média aritmética das alturas da superfície
Sq	Desvio padrão das alturas da superfície
Sds	Densidade de cumes da superfície
Sdq	Média quadrática da inclinação da superfície
Sk	Profundidade do núcleo
Spk	Altura reduzida de pico
Svk	Altura reduzida de vale
$Sr1$	Coordenadas do limites entre Sk e Spk
$Sr2$	Coordenadas do limites entre Sk e Svk
t	Tempo
t_{on}	Tempo de pulso ligado
t_{off}	Tempo de pulso desligado
$U(V)$	tensão de plasma
Δx	Resolução lateral na direção x
Δy	Resolução lateral na direção y
$\eta(x,y)$	Altura na coordenada (x,y)

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	1
2.	PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	15
2.1.	PROCESSAMENTO DE AMOSTRAS	16
2.2.	CARACTERIZAÇÃO	17
2.2.1.	Análise de fases.....	17
2.2.2.	Seção transversal da camada.....	18
2.2.3.	Topografia.....	18
2.2.4.	Adesão.....	22
2.2.5.	Durabilidade.....	23
3.	RESULTADOS E DISCUSSÕES	25
3.1.	EVOLUÇÃO DO PROCESSAMENTO	25
3.2.	DRX.....	26
3.3.	SEÇÃO TRANSVERSAL DA CAMADA	27
3.4.	TOPOGRAFIA	30
3.4.1.	Pré-análise de superfícies nitretadas	30
3.4.2.	Análise das superfícies nitretadas ϵ , γ' e difusão	33
3.5.	ADESÃO	45
3.5.1.	Metodologia	45
3.5.2.	Resultados	47
3.6.	DURABILIDADE	51
4.	CONCLUSÕES	61
5.	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	63
6.	REFERÊNCIAS.....	65

1. INTRODUÇÃO

Engenharia de superfícies é a área da engenharia que estuda e desenvolve tratamentos superficiais que possibilita os materiais desempenharem funções distintas daquelas que são exigidas do núcleo. É uma área multidisciplinar que envolve engenharia mecânica, de materiais, química, física, biologia e diversas outras^[1].

As técnicas de modificação superficial podem ser divididas em três grandes categorias^[1]:

- Técnicas de preparação da superfície para tratamentos subsequentes: limpeza, descalcificação etc.;
- Técnicas de revestimento da superfície com materiais de composição diferente do volume: pintura, filmes, tratamentos físico-químicos etc.;
- Técnicas que modificam a topografia de superfície, a composição química ou a microestrutura: polimento, brunimento, implantação de íons etc.

Os avanços nesta área são utilizados por diferentes setores: automotivo, aeroespacial, biomédico, químico, construção civil, energia, entre muitas outras.

Na indústria mecânica e particularmente na tribologia, a modificação superficial tem impacto significativo em desgaste e atrito^[2].

Em carros de passeio, por exemplo, um terço da energia do combustível é utilizado para vencer o atrito do motor, transmissão, pneus e freios, que totalizaram 208.000 milhões de litros de combustível desperdiçados no mundo todo no ano de 2009. Estimativas dizem que em curto prazo (5-10 anos) é possível reduzir este desperdício em 18%, chegando a 61% em 25 anos^[3]. O que resulta em um impacto expressivo na matriz energética mundial e na preservação do meio ambiente, uma vez que a economia pode continuar crescendo sem a descoberta de novas formas de energia, mas reduzindo o consumo.

Dentro da tribologia, reduzir o atrito não é a única forma de diminuir as perdas dos sistemas mecânicos, é possível ainda reduzir outra parcela de desperdício representada pelo desgaste. Componentes que desgastam menos implicam em paradas para manutenção menos frequentes e conseqüentemente em grande redução de custo de vida do produto^[4].

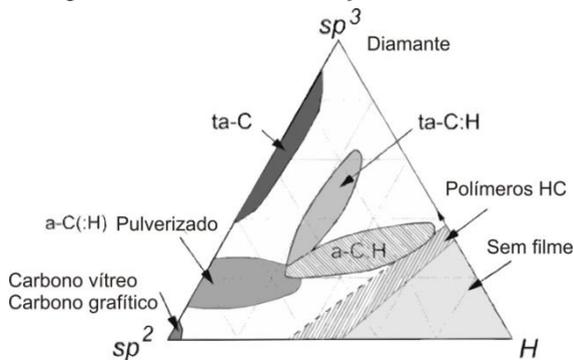
Uma forma de reduzir atrito e desgaste de componentes mecânicos ao mesmo tempo, é o revestimento da superfície dos materiais.

Um tipo de revestimento muito conhecido para este tipo de aplicação é o DLC – do inglês, *Diamond Like Carbon*, “carbono tipo diamante” – um filme composto de carbono amorfo que apresenta ligações carbono-carbono do tipo sp^2 e sp^3 e ligações carbono-hidrogênio, que resultam em características semelhantes às do diamante, como dureza e inércia química^[5]. Este revestimento possui diversas famílias, dependendo da quantidade de hidrogênio e da razão entre ligações sp^2 e sp^3 , que podem ser classificadas de acordo com um diagrama ternário, inicialmente utilizado por Jacob e Moller^[6], Figura 1.

É comum, com o uso de DLC's a redução do coeficiente de atrito (em aplicações comuns metal-DLC) para valores inferiores a 0,2, chegando a valores de 0,01^[7; 8; 9] e redução da taxa de desgaste para níveis de 10^{-9} – 10^{-10} mm^3/Nm .^[9; 10]

Entretanto, para que o revestimento DLC permaneça aderido em superfícies metálicas comuns, é necessário atuar em dois aspectos. Um deles é a afinidade química entre os átomos dos materiais. O outro é diminuir a diferença de módulo de elasticidade entre DLC e substrato metálico. Caso não haja uma região intermediária, o DLC sobre o metal pode ser comparado a uma fina lâmina de vidro sobre um colchão macio, basta uma mínima sollicitação normal para a lâmina se partir em vários pedaços e se soltar da superfície. Para isto, comumente utilizam-se sistemas de multicamadas intermediárias, em que cada camada exerce uma função específica^[11; 12]. Geralmente em DLC's, utilizam-se duas camadas, uma de suporte mecânico e outra rica em silício para adesão química^[11].

Figura 1: Diagrama ternário de classificação de DLC's



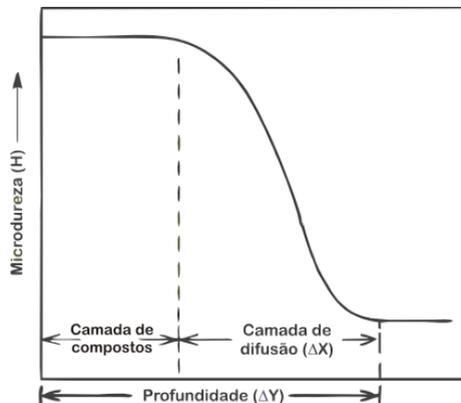
Fonte: Adaptado de Robertson^[5]

Uma opção de suporte mecânico, para diminuir a diferença de elasticidade entre os materiais, é a nitretação a plasma da superfície metálica, que promove o aumento gradual de dureza superficial^[13; 14; 15], Figura 2. A curva representa a dureza do material em função da profundidade medida da superfície. A dureza tem seu valor máximo na camada externa, em uma região chamada de camada de compostos e vai decrescendo gradualmente em direção ao centro do material em outra região chamada de camada de difusão.

A nitretação a plasma é um tratamento termoquímico difusivo de endurecimento superficial em aços e ligas metálicas. Este processo leva à alteração das propriedades mecânicas na superfície, sem grandes alterações do núcleo. Os ganhos resumem-se basicamente em aumento de dureza, resistência ao desgaste, à fadiga e à corrosão^[1; 14; 16].

Diferentemente de outros processos de tratamento superficial, a nitretação, na maioria dos casos, não provoca mudança de fase da matriz durante todo o processo, assim como não necessita de transformação através de resfriamento rápido, isto significa redução de distorções dimensionais nos componentes tratados. As distorções que ocorrem são geralmente causadas pelo alívio de tensões na peça, caso elas estejam presentes anteriormente ao processo, devido ao processo normalmente utilizar temperaturas entre 300 e 600°C^[15].

Figura 2: Perfil de dureza de camadas nitretadas

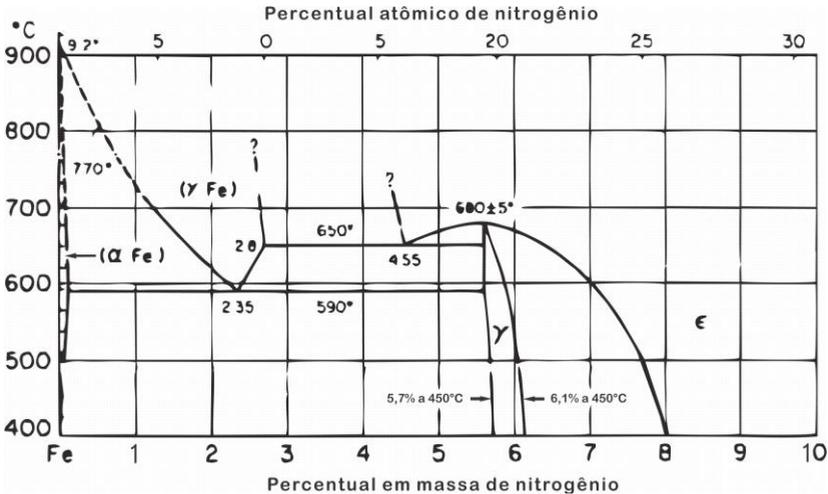


Fonte: Adaptado de ASM International^[14]

O endurecimento é causado basicamente por solução sólida e precipitação. Átomos de nitrogênio são inseridos na rede cristalina do ferro e constituem solução sólida dependendo da concentração e temperatura a qual o material é submetido, o que pode ser verificado no diagrama de fases Fe-N^[17], Figura 3. A partir da concentração máxima de nitrogênio na dada condição, ocorre precipitação, geralmente de nitretos ou carbonitretos de ferro em forma de placas ou agulhas. O principal efeito é a formação de uma dura camada de difusão com distorção da rede cristalina^[18].

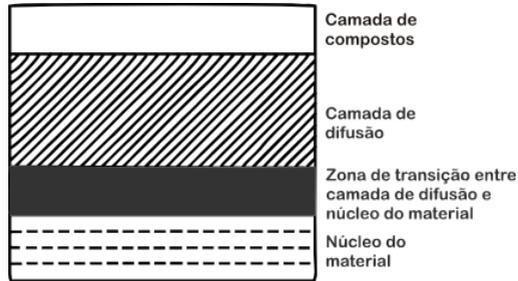
Sobre a camada de difusão forma-se ou não, dependendo das circunstâncias de processamento, uma camada de compostos de nitretos. Esta camada pode ser formada por uma mistura das fases ϵ ($\text{Fe}_{2,3}\text{N}$) e γ' (Fe_4N) ou apenas por alguma delas, Figura 4. A formação destas fases depende do tempo de tratamento, da temperatura, do potencial de nitrogênio entre outros fatores. A camada com duas fases geralmente é evitada por apresentar suscetibilidade à fratura, devido à fraca ligação entre as fases e diferentes coeficientes de expansão térmica^[14].

Figura 3: Diagrama Ferro Nitrogênio



Fonte: Adaptado de ASM International^[17]

Figura 4: Morfologia de camada nitretada



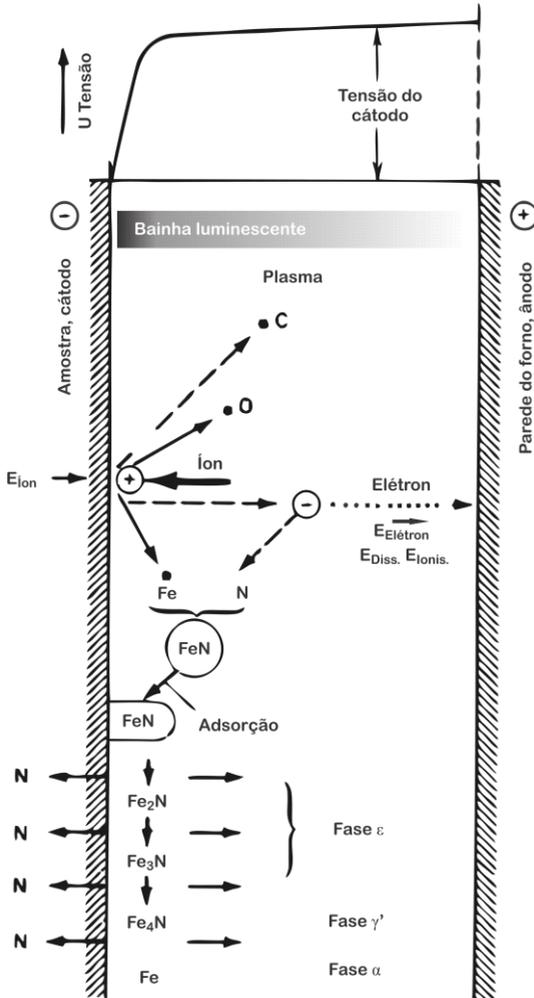
Fonte: Adaptado de ASM International^[15]

Na nitretação via plasma, utiliza-se descarga elétrica luminescente em regime anormal (plasma) para difundir os átomos de nitrogênio na matriz metálica. Há mais de um modelo que explica o mecanismo de formação da camada nitretada via plasma, um deles é o de Kolbel, Figura 5.

Dentro da região ionizada pelo plasma, íons positivos são bombardeados contra a superfície das peças que está carregada negativamente. Estes íons promovem a pulverização dos átomos de ferro superficiais que reagem com átomos de nitrogênio reativos presentes no plasma formando compostos FeN. Este nitreto é retroespalhado pela superfície das peças, condensa e decompõe-se em nitretos com menor teor de nitrogênio: Fe₂N, Fe₃N etc. Uma parcela deste nitrogênio liberado é absorvido pela superfície onde sua concentração localizada aumenta. O gradiente de concentração promove difusão no sentido do núcleo e a profundidade atingida depende do fluxo de nitrogênio, da temperatura e do tempo de processo.^[14] Controlando os parâmetros da nitretação a plasma é possível produzir diferentes camadas nitretadas.^[19; 20; 21]

O processo não é novo, foi registrado pela primeira vez em 1932 pelo físico Dr. Wehneldt. Apesar da tecnologia ter sido utilizada pela Alemanha na Segunda Grande Guerra, ela não foi utilizada em larga escala, pois foi considerada cara, inconsistente e difícil de estabelecer repetibilidade. A técnica ganhou força dentro da indústria, apenas a partir da década de 70, particularmente na Europa^[15], devido à evolução da área eletrônica, principalmente a de fontes de plasma.

Figura 5: Mecanismo de formação de camada nitretada via plasma



Modelo de Kolbel

Fonte: Adaptado de ASM International^[14]

No Brasil, a técnica está presente principalmente em centros de pesquisa como na UFRGS (RS), UFSCar (SP), UFSC (SC), USP – São Carlos (SP), USP (SP) entre outras instituições. Fora das universidades, a tecnologia é geralmente importada, mas nos últimos anos surgiram várias empresas no setor.

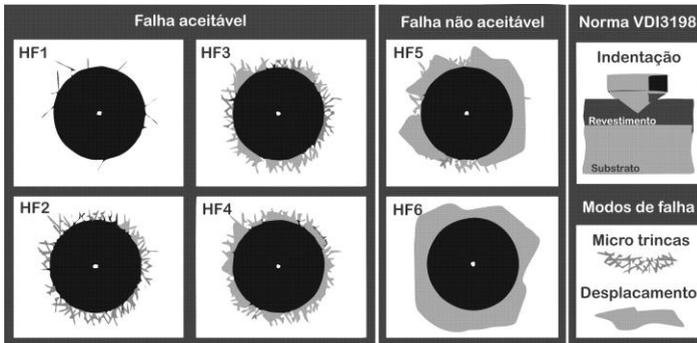
Apesar de apresentar alto investimento inicial, devido ao custo dos equipamentos e sistemas necessários para estabelecer o processo, a nitretação via plasma apresenta muitas vantagens em relação a outros processos de nitretação^[13; 15; 21]. Entre elas destacam-se:

- Baixo nível de resíduos poluentes: em uma sociedade onde há forte pressão por redução de emissões, o processamento via plasma é interessante por liberar uma quantidade muito pequena de resíduos, que basicamente se resume aos gases utilizados: N_2 , H_2 e CH_4 , além de se ter um ambiente de trabalho limpo e não insalubre;
- Menor consumo de insumos e tempo. Devido à velocidade de processamento e baixo consumo de energia e gás, o custo variável para a empresa é baixo;
- Facilidade de controle das variáveis de processo, devido às condições e equipamentos utilizados. Consequentemente possibilita a automação do processo;
- Menor risco de alteração dimensional da peça. Com temperaturas de processo mais baixas que a nitretação gasosa ou líquida, o controle dimensional é mais simples e evita-se trabalhar com mudança de fase e em faixas de temperatura onde geralmente são realizados revenimento ou alívio de tensões.

Outra característica deste processo de formação da camada endurecida é a alteração das características topográficas da superfície^[15], em que o aumento da rugosidade chega à ordem de um micrometro^[19; 22] e pode influenciar diretamente no ancoramento mecânico do revestimento DLC medido através de ensaios de adesão.

Um teste de adesão muito comum é o definido pela norma alemã VDI3198^[23; 24], que padroniza um ensaio utilizando indentação Rockwell-C. A superfície da amostra é indentada com penetrador e carga padrão, provocando a falha do revestimento. O modo de falha é caracterizado em seis padrões qualitativos denominados HF1 a HF6, como apresentado na Figura 6.

Figura 6: Norma VDI3198



Caracterização de adesão de filmes finos

Fonte: Vidakis^[23]

Utilizando este método de caracterização, foram identificados quatro aspectos importantes na forma com que a análise é realizada:

- Existe forte dependência da interpretação qualitativa da falha, o que acaba comprometendo a caracterização quando as formas de deslocamento são semelhantes ou quando são classificadas por pessoas diferentes;
- Como existem apenas seis padrões de falha, a norma acaba classificando igualmente formas e intensidades de deslocamentos diferentes;
- Uma vez que existe uma classificação máxima HF6, qualquer indentação com área de deslocamento maior é classificada no mesmo nível;
- O deslocamento do revestimento varia em função do tempo decorrido depois da indentação, entretanto a norma não define em que momento a análise deve ser realizada.

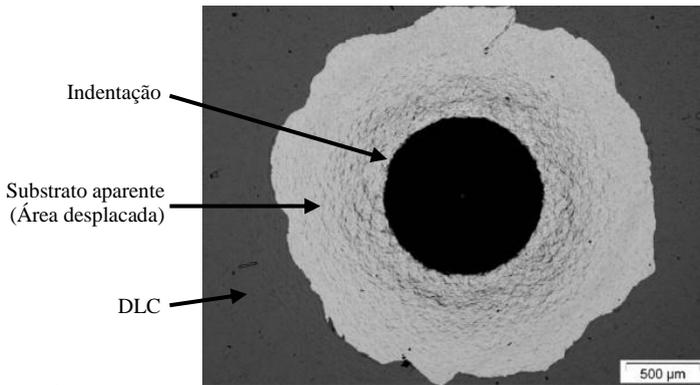
Com o objetivo de caracterizar a adesão de forma mais refinada, foi desenvolvido um método que utiliza uma rotina de análise de imagens para poder quantificar a área de revestimento deslocado e assim comparar diretamente os revestimentos produzidos. Esta metodologia será apresentada detalhadamente nos procedimentos experimentais.

Ensaio preliminares de adesão utilizando esta metodologia mostraram que o revestimento DLC sobre superfícies nitretadas polidas, Figura 7, deslocou mais do que sobre superfícies nitretadas não poli-

das, Figura 8. Este comportamento interessante foi um dos principais fatores que levou a este estudo do ancoramento mecânico em função de diferentes camadas de nitreto e rugosidades resultantes.

Para investigar a influência da rugosidade no ancoramento mecânico, é necessário avaliar a topografia das diferentes camadas nitretadas formadas. A análise topográfica que fornece mais informações, representatividade e maior critério estatístico é a abordagem 3D – mapas tridimensionais de superfície – ao invés da 2D – perfilometria^[25].

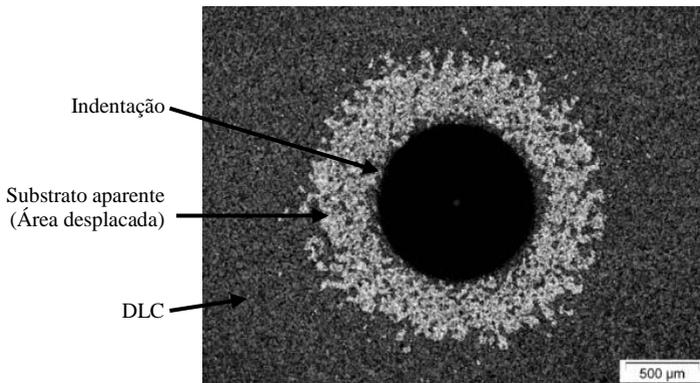
Figura 7: Indentação de amostra polida e revestida.



Área deslocada: 4mm^2

Fonte: *Autoria própria*

Figura 8: Indentação de amostra não polida e revestida.

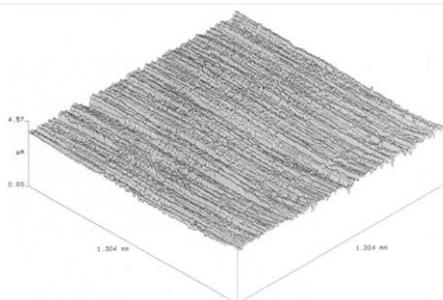


Área deslocada: 1mm^2

Fonte: *Autoria própria*

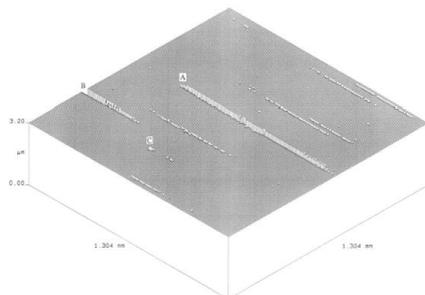
Por meio desta caracterização é possível traduzir as superfícies em números através de parâmetros de amplitude, espaçamento e híbridos. Entretanto o estudo das superfícies não é realizado apenas por parâmetros numéricos, mas também pela interpretação de curvas, distribuições estatísticas, projeções axonométricas e manipulação de dados.^[26] Em um estudo de Dong^[27] foram verificadas questões de anisotropia e características funcionais das superfícies que não seriam representadas apenas por números. A Figura 9 mostra uma superfície retificada e truncando as alturas, é possível evidenciar características obtidas por este processo de fabricação, como pode ser visto na Figura 10. Neste estudo, foi mostrado que os vales profundos provocariam grande variação dos parâmetros de rugosidade se fossem utilizados perfis 2D e provavelmente nos parâmetros 3D caso a área amostral não contivesse estas características ou se a área não fosse grande o suficiente para evidenciá-las.

Figura 9: Superfície retificada



Fonte: Adaptado de Dong^[27]

Figura 10: Superfície manipulada



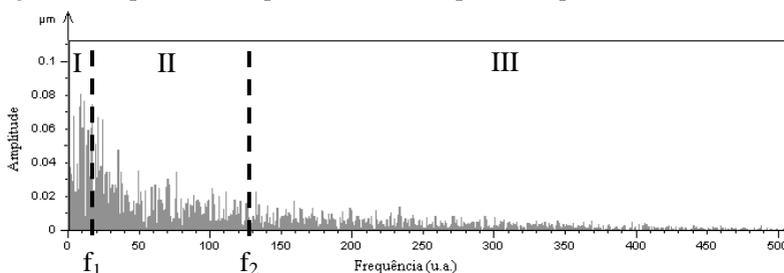
Fonte: Adaptado de Dong^[27]

Para analisar as superfícies também é necessário decompô-las em três componentes: forma; ondulação e rugosidade^[26], o que é realizado por ferramentas matemáticas no campo das frequências, através de *cutoff's* e filtros. A Figura 11 mostra um espectro de um perfil 2D onde a amplitude é traçada em função das frequências. Este espectro está dividido em três faixas: baixa, média e alta frequência que são a interpretação de forma, ondulação e rugosidade, respectivamente. Estes intervalos são determinados pelas frequências de *cutoff* – definidas por norma ou a critério do pesquisador – e a separação dos intervalos é realizada utilizando filtros. Para aplicações tribológicas, por exemplo, geralmente se está interessado em isolar a rugosidade.

Entretanto, de acordo com Sout^[25], na abordagem 3D a questão de filtros é bastante controversa. A definição de forma, ondulação e rugosidade dependem de cada superfície e estão muito correlacionadas com sua função e portanto não existem normas para os filtros assim como na análise 2D. Desta forma as análises 3D devem conter especificados os parâmetros de filtro utilizados, e em caso de incertezas em relação aos filtros, eles não devem ser utilizados^[25].

Percebe-se que a análise topográfica 3D envolve muitos aspectos além dos parâmetros de amplitude R_a e R_q encontrados frequentemente na literatura. Porém, apenas utilizando estes parâmetros, estudos já apontam forte correlação entre a nitreção e topografia.

Figura 11: Espectro de frequências de uma superfície hipotética



f_1 : Frequência de *cutoff* 1

f_2 : Frequência de *cutoff* 2

I: Intervalo de baixa frequência: forma

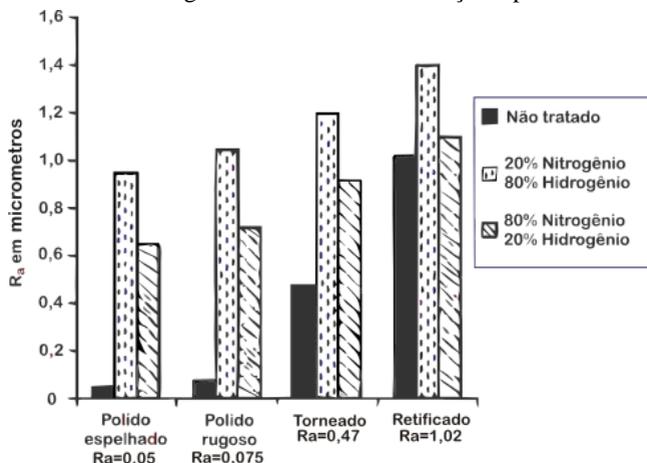
II: Intervalo de média frequência: ondulação

III: Intervalo de alta frequência: rugosidade

Fonte: Autoria própria

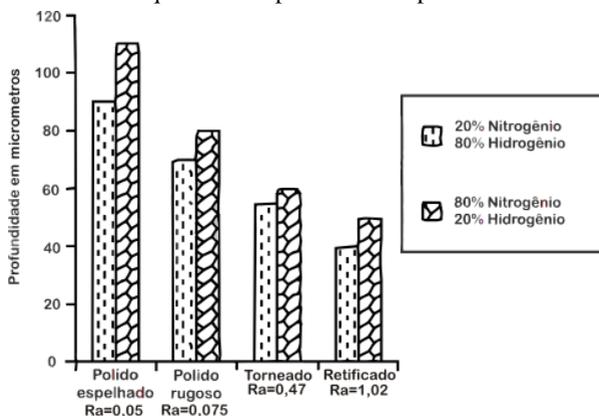
Singh^[22] mostrou que o incremento em rugosidade após a nitretação é maior para amostras polidas, do que aquelas com superfície bruta, Figura 12, e o melhor acabamento também produz espessuras de camada nitretada maiores, mantidas as mesmas condições de processamento, Figura 13.

Figura 12: Aumento de rugosidade através da nitretação a plasma



Fonte: Adaptado de Singh^[22]

Figura 13: Influência da qualidade superficial na espessura de camada nitretada



Fonte: Adaptado de Singh^[22]

Fonte: Adaptado de Karakan^[20]

Existe, portanto, relação entre a nitretação a plasma e rugosidade. A qualidade superficial afeta a formação da camada nitretada, assim como a nitretação afeta a superfície resultante.

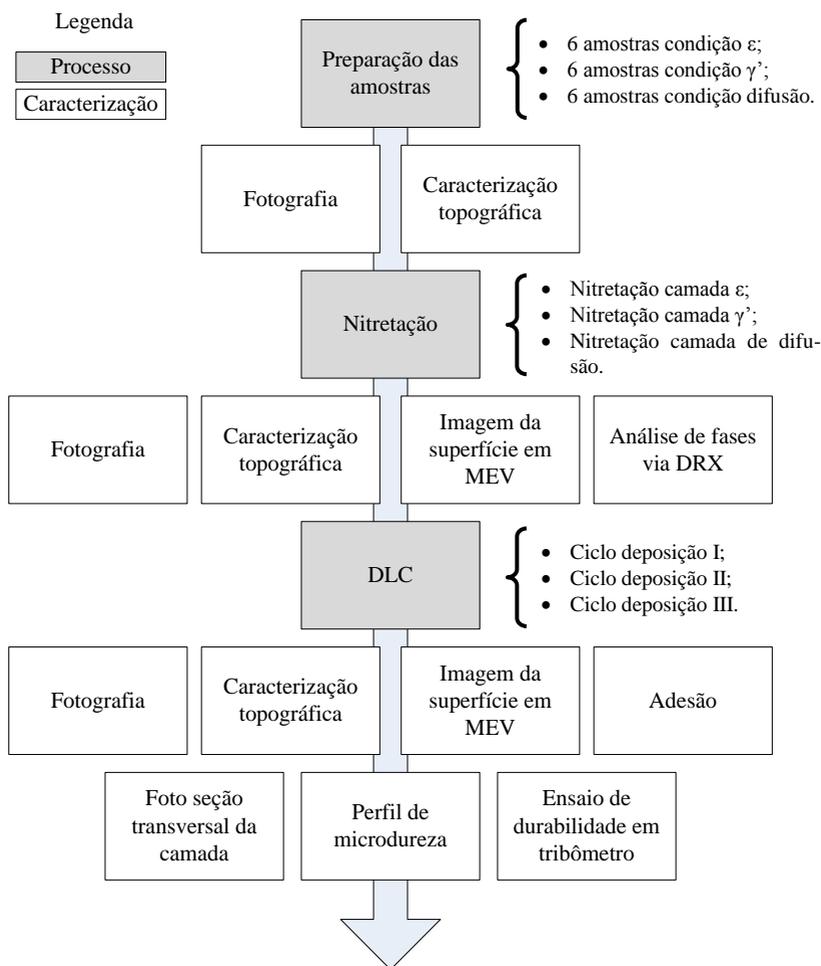
Com base nestes fatos, os objetivos deste trabalho são:

- Produzir três tipos de camadas nitretadas diferentes: ϵ , γ' e de difusão em amostras de aço SAE1040;
- Revestir as superfícies com filme de DLC padrão;
- Caracterizar a evolução da topografia através da abordagem 3D;
- Caracterizar a adesão e o desempenho tribológico do revestimento DLC nas três condições;
- Correlacionar a adesão e o desempenho tribológico de filme DLC com as diferentes superfícies nitretadas e sugerir a melhor configuração para este tipo de revestimento multicamadas.

2. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Para realizar este estudo foram preparadas seis amostras para cada tipo de condição definida. A rota de processamento e caracterização das amostras é apresentada na Figura 15. A cada etapa de processamento, as amostras foram caracterizadas para avaliar a evolução do processo e as características intermediárias.

Figura 15: Diagrama de processamento e caracterização de amostras



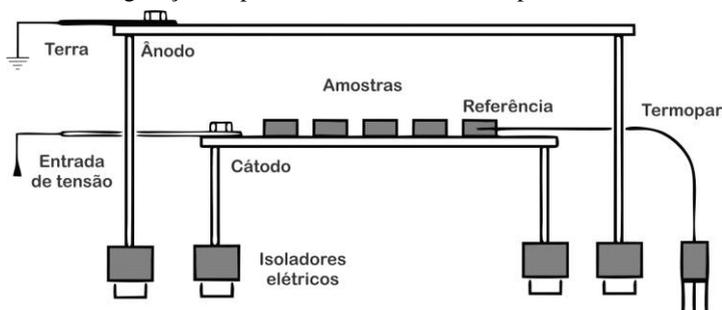
Fonte: Autoria própria

2.1. PROCESSAMENTO DE AMOSTRAS

As camadas nitretadas foram obtidas em amostras de aço carbono SAE1040, por ser de uma classe de material muito comum na indústria. De uma barra maciça de 20mm de diâmetro, as amostras foram cortadas transversalmente com espessura de 5mm e uma das faces planas foi lixada e polida até a qualidade superficial espelhada, com valor de Sq menor que $0,05\mu\text{m}$.

A superfície polida das amostras foi nitretada em reator a plasma de configuração apresentada na Figura 16. As fases de nitreto esperadas: ϵ , γ' e de difusão foram obtidas em três ciclos de nitretação de acordo com os parâmetros da Tabela 2, baseados no estudo de Binder^[29]. A tensão negativa aplicada ao cátodo do reator é um sinal pulsado quadrado com período total de $250\mu\text{s}$ (frequência de 4kHz). t_{on} na tabela refere-se ao tempo de pulso da fonte de plasma ligado, a Figura 17 ilustra o sinal fornecido pela fonte. A temperatura, a pressão e a proporção dos gases são controladas por sistemas automáticos integrados ao reator. O tempo em horas contabiliza o período de patamar de processo, excluindo-se as etapas de aquecimento e resfriamento do sistema.

Figura 16: Configuração de processamento em reator a plasma

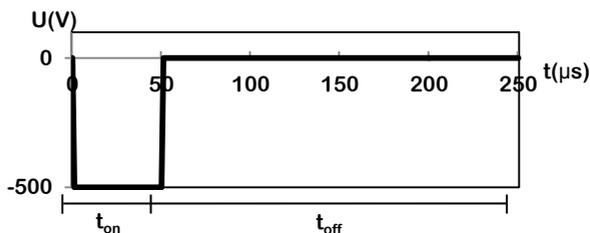


Fonte: Autoria própria

Tabela 2: Parâmetros de nitretação para as camadas nitretadas^[29]

Temperatura (°C)	Pressão (Torr)	Tempo (h)	Mistura gasosa (%)	t_{on} (μs)	Tensão (V)	Fase esperada
550	2	1,5	90N ₂ -9H ₂ -1CH ₄	150	500	ϵ
570	2	4	20 N ₂ -80 H ₂	150	500	γ'
480	2	1,5	5 N ₂ -95 H ₂	150	500	Difusão

Figura 17: Sinal da fonte de plasma



Fonte: Autoria própria

As mesmas condições de deposição de DLC foram aplicadas, através de deposição assistida por plasma (PECVD: *Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition*), a todas as superfícies nitretadas e o processo é composto por duas etapas, uma com alto teor de silício e outra apenas com precursor de carbono e hidrogênio.

Devido à capacidade de produção do reator, foram necessários três ciclos de deposição para produzir todas as amostras necessárias. Para evitar que a variabilidade entre estes ciclos influenciasse nos resultados de caracterização, as amostras foram tratadas por pareamento de amostras, método de projeto e análise de experimentos^[30]. Neste estudo, o método foi utilizado da seguinte forma: foram formados conjuntos de amostras com as três diferentes condições de nitretação e cada conjunto foi revestido com DLC em um mesmo ciclo. Em seguida para caracterizar uma determinada característica, só podiam ser comparadas amostras do mesmo conjunto ou ciclo, amostras de conjuntos diferentes não poderiam ser comparadas diretamente, justamente devido à possibilidade da variabilidade entre ciclos de DLC gerar incertezas sobre a tendência nos resultados.

2.2. CARACTERIZAÇÃO

2.2.1. Análise de fases

Os tipos de fase de nitreto formados foram caracterizados em difratômetro de raios-X Philips X'Pert MPD com anodo de cobre e radiação k_{α} ($\lambda=1,5418\text{\AA}$). Utilizou-se a seguinte configuração: geometria Bragg-Bretano; potência de 40kV e 30mA; no caminho óptico: fendas Soller e Divergente de 1° $1/4^{\circ}$ respectivamente; rotacionador de amostras de 60rpm; colimador e monocromador com monocristal plano de grafite; intervalo de medida 2Θ de 3° a 118° e resolução de $0,02^{\circ}$; com tempo total de varredura de 3 horas.

2.2.2. Seção transversal da camada

A fim de analisar a morfologia das camadas formadas, a seção transversal da camada foi obtida por preparação metalográfica e micrografia em microscópio óptico Olympus BX60M. O perfil de microdureza foi determinado através de microindentações Vickers com carga de 50g e incrementos de distância de 25 μ m da superfície em direção ao núcleo do material em microdurômetro Leco LM100AT.

2.2.3. Topografia

A evolução topográfica da superfície foi acompanhada etapa a etapa em interferômetro óptico de luz branca Zygo Newview7300. Utilizou-se para análise a área amostral de 640x480 pontos, com resolução lateral de 0,28 μ m/ponto e resolução vertical de 0,1nm. As análises dos dados obtidos no interferômetro foram realizadas no software de análise Mountaismap 3. Da superfície digitalizada foram subtraídas a forma e a ondulação. Da rugosidade resultante foram obtidos os parâmetros de caracterização topográficos.

.Parâmetros topográficos

Para este estudo foram escolhidos parâmetros do projeto Surfstand^[31], desenvolvido pela União Europeia que depois continuou a ser utilizado pela Organização Internacional para Padronização (ISO). Existe na literatura uma grande variedade de parâmetros, mas para descrever uma superfície, são necessários basicamente ao menos três tipos: parâmetros de amplitude, de espaçamento e híbridos ou funcionais. Os parâmetros escolhidos estão apresentados na Tabela 3.

Tabela 3: Parâmetros topográficos utilizados no trabalho

Tipo	Parâmetro	Descrição
Amplitude	Sq (μ m)	Desvio padrão das alturas da superfície
Espaçamento	Sds (cumes/mm ²)	Densidade de cumes da superfície
Híbrido	Sdq (μ m/ μ m)	Média quadrática da inclinação da superfície
Funcional Sk	Sk (μ m)	Profundidade do núcleo
Funcional Sk	Spk (μ m)	Altura reduzida de pico
Funcional Sk	Svk (μ m)	Altura reduzida de vale

.Sq

Pode-se notar que o parâmetro Sa não foi incluído na lista anterior apesar de ser muito comum na literatura e um valor de referência para muitos processos na indústria. Ele representa a média aritmética do desvio das alturas da superfície em relação ao plano médio. Todavia, o parâmetro Sq tem basicamente o mesmo conceito, mas é mais sensível que o Sa e é estatisticamente mais representativo, pois é o desvio padrão das alturas em relação ao plano médio^[25; 32]. Portanto optou-se por utilizar apenas o Sq para mostrar o quanto os picos e vales se afastam do plano médio e será uma referência de amplitude da superfície. Os cálculos de Sa e Sq são apresentados nas equações 1 e 2^[31].

$$S_a = \frac{1}{MN} \sum_{j=1}^N \sum_{i=1}^M |\eta(x_i, y_i)| \quad (1)$$

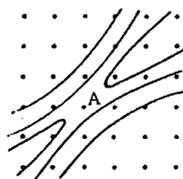
$$S_q = \sqrt{\frac{1}{MN} \sum_{j=1}^N \sum_{i=1}^M |\eta^2(x_i, y_i)|} \quad (2)$$

Onde M e N são a quantidade de pontos nas direções x e y e $\eta(x,y)$ é a altura correspondente a cada coordenada.

.Sds

Sds é um parâmetro de espaçamento que mede a quantidade de cumes por milímetro quadrado, ou seja, o quanto os cumes estão próximos uns dos outros. A definição de cume na análise 3D é relativa e depende do método utilizado para defini-los. Neste caso o método utilizado foi o de oito pontos vizinhos, que define um cume sempre que um ponto central em uma matriz 3x3 de alturas for o mais alto dentre os demais, como pode ser observado na Figura 18, o ponto A é um cume e as linhas representam curvas de nível.

Figura 18: Definição de cume pelo método dos oito pontos vizinhos



Fonte: Stout^[25]

A densidade de cumes por milímetro quadrado é calculada pela equação 3.^[31]

$$S_{ds} = \frac{\text{Número de cumes}}{(M-1)(N-1) \cdot \Delta x \cdot \Delta y} \quad (3)$$

Onde M e N são a quantidade de pontos nas direções x e y e Δx e Δy são as resoluções laterais nas direções x e y.

.Sdq ou SAd

Sdq é um parâmetro híbrido que avalia a amplitude e o espaçamento ao mesmo tempo. Este parâmetro é uma medida de variação de amplitude ao longo da superfície, que caracteriza se uma superfície é mais aguda ou suave.

A média quadrática da inclinação da superfície é calculada pelas equações 4 e 5^[31].

$$S_{dq} = \sqrt{\frac{1}{(M-6)(N-6)} \sum_{j=4}^{N-3} \sum_{i=4}^{M-3} \rho_{i,j}^2} \quad (4)$$

$$\rho_{i,j} = \left(\left\{ \frac{1}{60\Delta x} [-\eta(x_{i-3}, y_j) + 9\eta(x_{i-2}, y_j) - 45\eta(x_{i-1}, y_j) + 45\eta(x_{i+1}, y_j) - 9(x_{i+2}, y_j) + \eta(x_{i+3}, y_j)] \right\}^2 + \left\{ \frac{1}{60\Delta x} [-\eta(x_i, y_{j-3}) + 9\eta(x_i, y_{j-2}) - 45\eta(x_i, y_{j-1}) + 45\eta(x_i, y_{j+1}) - 9(x_i, y_{j+2}) + \eta(x_i, y_{j+3})] \right\}^2 \right)^{1/2} \quad (5)$$

Onde M e N são a quantidade de pontos nas direções x e y, $\eta(x,y)$ é a altura correspondente a cada coordenada e Δx é a resolução lateral na direção x.

.Parâmetros Sk: Sk, Svk, Spk

Os parâmetros Sk estão relacionados diretamente à curva de Abbott-Firestone, Figura 19, que mostra a proporção entre material por espaço vazio em função da altura. A esquerda está uma superfície hipotética e a direita sua respectiva curva de Abbott-Firestone. À medida que se avança do ponto mais extremo da superfície em direção ao núcleo, a proporção de material por espaço vazio vai aumentando, partindo de zero para 100%. A curva pode ser dividida em três partes: Spk, Sk e Svk e esta divisão é definida nas duas inflexões que a curva apresenta. Sua interpretação funcional pode ser entendida como: Sk é a altura do núcleo da superfície do material; Spk, a altura dos picos sobre o núcleo que serão removidos nos instantes iniciais de operação da superfície; Svk, a altura dos vales sob o núcleo que servirão de reservatório de lubrificante e detritos durante a operação.^[26] A Figura 20 mostra um exemplo de curva de Abbott-Firestone para uma superfície real.

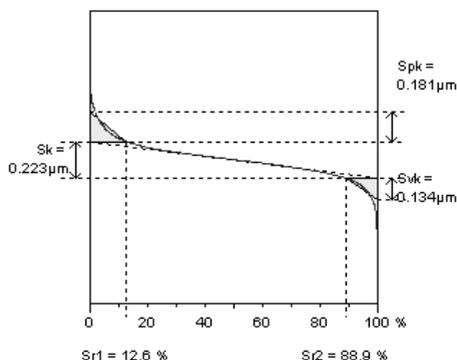
Figura 19: Curva de Abbott-Firestone



MR_p : Razão de material em percentagem

Fonte: Whitehouse^[26]

Figura 20: Curva de Abbott-Firestone para uma superfície real



Sr1 e Sr2 são as coordenadas dos limites de Sk, Spk e Svk.

Fonte: Autorial própria

.Testes estatísticos

O estudo da evolução e da comparação das diferentes camadas através dos parâmetros topográficos foi realizado por meio de análise de variância, teste-t de duas amostras e teste de Tukey quando necessário, sempre com 5% de nível de confiança^[30]. Desta forma, foi possível determinar com critério estatístico se os valores das médias obtidas podem ser consideradas iguais ou diferentes baseado na dispersão dos resultados.

.Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para complementar a análise topográfica, imagens das superfícies foram adquiridas em MEV em modo SE (Elétrons Secundários) e BSE (Elétrons Retroespalhados) em microscópio Philips XL30X.

2.2.4. Adesão

Como citado na introdução, a adesão do revestimento DLC sobre as camadas nitretadas foi caracterizada utilizando uma rotina de análise de imagens baseada no método da norma alemã VDI3198, com o objetivo de quantificar a área de deslocamento provocada pela indentação Rockwell-C.

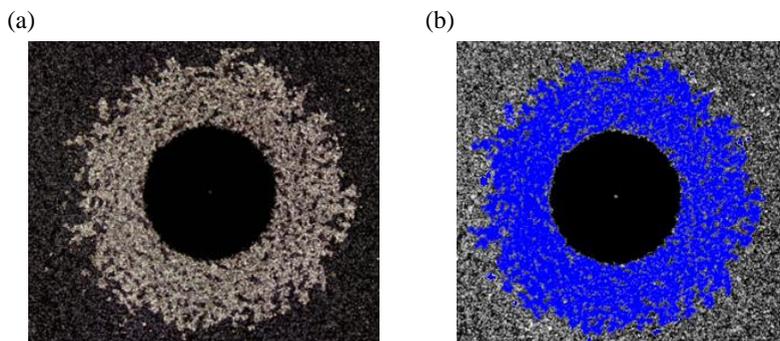
Para isto foi necessário desenvolver a rotina de análise de imagens e realizar a análise crítica das respostas deste método, assim como avaliar a variação da área deslocada ao longo do tempo e definir quanto tempo depois da indentação o deslocamento pode ser medido.

Para indentar as amostras foi utilizado durômetro EMCOTEST M4C/R G3, com penetrador Rockwell C (cone de diamante, 120°, raio da ponta de 0,2mm) com força de 1474N.

A avaliação do deslocamento foi realizada no software de análise de imagens Analysis Auto 5.1. Utilizando uma ferramenta de contraste, foi possível identificar a diferença de cor entre o revestimento e o substrato aparente na região onde o filme deslocou, Figura 21. Com isto, foi calculada a área de deslocamento em mm², subtraindo-se a região da indentação.

Para verificar como o deslocamento varia em função do tempo, uma mesma indentação foi analisada em diferentes momentos. Em seguida, para validar o método, foram medidas diversas amostras de conjuntos diferentes já conhecidos.

Figura 21: Análise de deslocamento



(a) Amostra indentada; (b) Área deslocada medida

Fonte: Autoria própria

2.2.5. Durabilidade

Para prever o desempenho de mancais de deslizamento, é possível simular os mecanismos de desgaste e o comportamento do atrito através de ensaios em tribômetro. Desta forma pode-se ter uma aproximação do coeficiente de atrito do sistema real, da taxa de desgaste, da durabilidade relativa de um revestimento, da evolução do contato formado dentre outras características.

O desempenho tribológico do sistema DLC-camada nitretada foi avaliado em ensaio de durabilidade utilizando a metodologia apresentada por de Mello^[33], em que o revestimento é submetido a movimento alternativo sob carga escalonada até seu rompimento e consequente aumento de coeficiente de atrito.

Foi utilizado tribômetro CETR UMT; movimento alternativo com frequência de 10Hz; carga inicial de 7N e incrementos de 7N; contracampo: esfera de 3mm de diâmetro de Si_3N_4 e atmosfera: ar ambiente (25°C e 60% de umidade relativa). Estas condições foram definidas a partir do artigo em que a metodologia foi apresentada. A única diferença é em relação ao contracampo utilizado, que no artigo utilizou-se esfera de aço rolamento AISI52100 de 10mm de diâmetro. Como o revestimento DLC sobre as camadas nitretadas apresentou alta resistência ao desgaste, foi necessário diminuir o diâmetro da esfera para aumentar a pressão de contato e intensificar o ensaio. Também não foi possível utilizar metal como contracampo, pois mesmo aços duros como o aço ferramenta apresentaram desgaste muito maior que o DLC, de forma que ao longo do teste a esfera se desgastou, a pressão de contato diminuiu e o ensaio

praticamente não teve fim, não sendo possível determinar a durabilidade do revestimento.

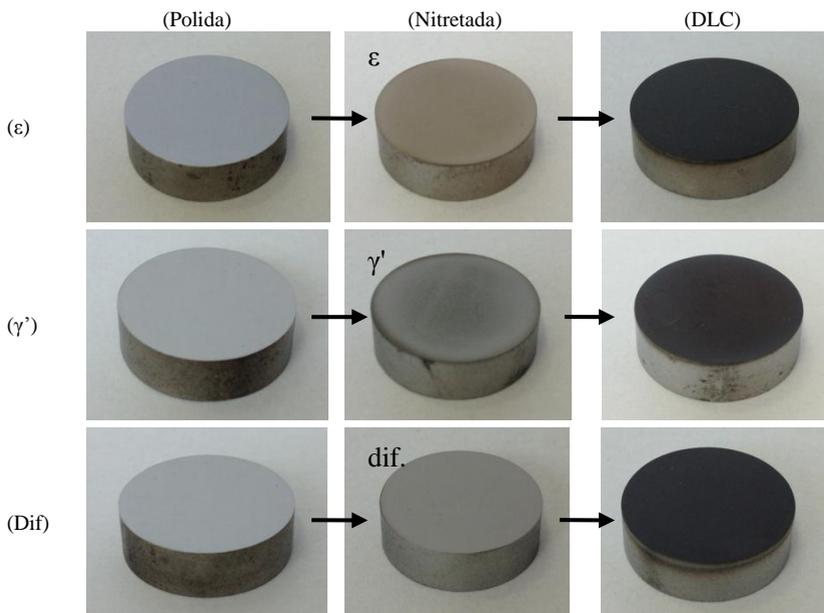
3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados obtidos neste estudo serão discutidos à medida que forem apresentados e no capítulo conclusões será apresentada uma síntese geral.

3.1. EVOLUÇÃO DO PROCESSAMENTO

As amostras foram fotografadas logo após cada etapa de processamento para registrar a evolução do tratamento superficial. A Figura 22 mostra a condição inicial polida de todas as amostras, depois os aspectos visuais de cada tipo de nitretação e então como todas as amostras ficam após a aplicação do revestimento DLC.

Figura 22: Evolução da amostra ao longo do processamento



Fonte: Autoria própria

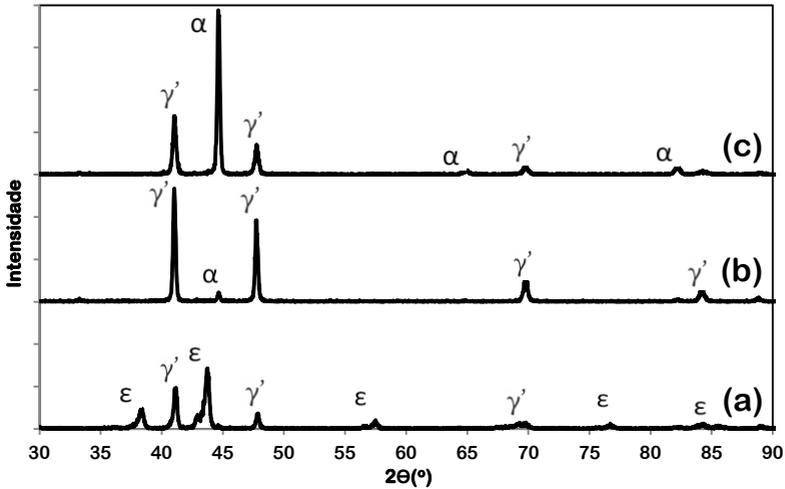
3.2. DRX

A variação dos parâmetros de processamento, segundo a Tabela 2, produziram camadas nitretadas com predominância de diferentes fases de nitreto, como pode ser observado nos difratogramas da Figura 23.

A camada (a) da figura apresentou uma combinação de fases ϵ e γ' , mas com predominância da primeira. A camada (b) é basicamente formada apenas pela fase γ' . E a camada (c) apresenta picos de ferro- α e picos de γ' , devido à presença de pequenas formações não contínuas de nitretos γ' na superfície.

Como desejado, foram obtidos os três diferentes tipos de camada nitretada: camada ϵ , camada γ' e camada de difusão. Portanto, ao longo do texto as amostras serão identificadas de acordo com as respectivas fases de nitreto formadas.

Figura 23: DRX das camadas nitretadas



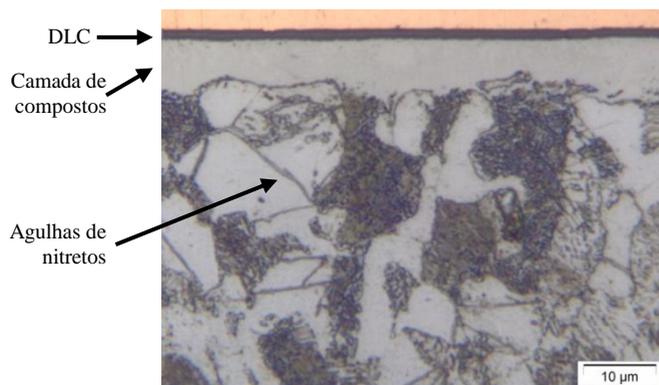
(a) camada ϵ ; (b) γ' e (c) de difusão.

Fonte: Autoria própria

3.3. SEÇÃO TRANSVERSAL DA CAMADA

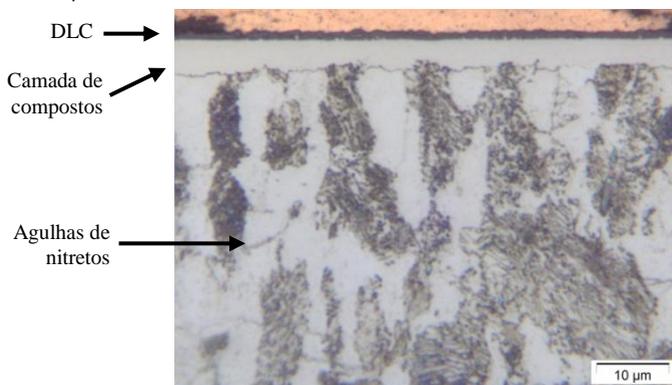
As seções transversais de cada camada nitretada obtidas por preparação metalográfica são apresentadas nas Figura 24, Figura 25 e Figura 26. Na Figura 27, estão sintetizadas as médias das espessuras das camadas de compostos e de DLC.

Figura 24: Seção transversal da camada de compostos com predominância de fase ϵ e revestimento DLC.



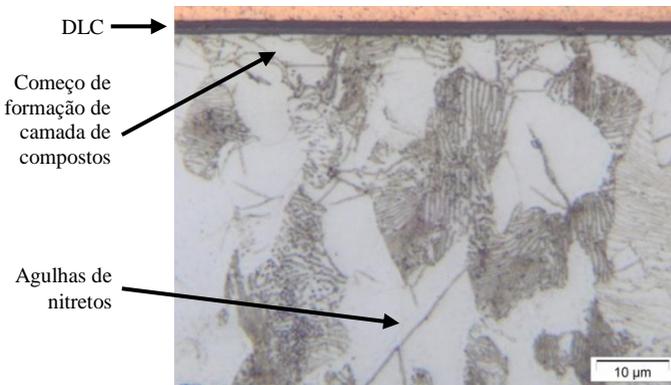
Fonte: Autoria própria

Figura 25: Seção transversal da camada de compostos com predominância de fase γ' e revestimento DLC



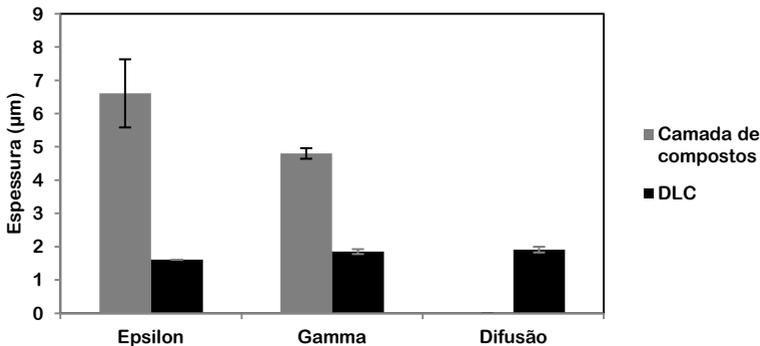
Fonte: Autoria própria

Figura 26: Seção transversal da camada de difusão e revestimento DLC



Fonte: Autoria própria

Figura 27: Espessuras médias das camadas de compostos e de DLC



Fonte: Autoria própria

Para as duas primeiras condições, ϵ e γ' , houve formação de camada de compostos relativamente homogênea. A espessura da camada nitretada ϵ obtida é de aproximadamente $6,5\mu\text{m}$, enquanto a camada γ' apresentou espessura de $4,5\mu\text{m}$. Percebe-se que a taxa de crescimento da camada ϵ é maior e mesmo aumentando o tempo de tratamento da camada γ' em mais de 2,5 vezes, ainda assim a camada formada continua 30% menor. Na camada de difusão, houve o começo de uma formação heterogênea de camada de compostos em algumas regiões da superfície. É possível verificar, nas fotos de todas as condições, as agulhas de nitreto na região de difusão logo abaixo da camada de compostos.

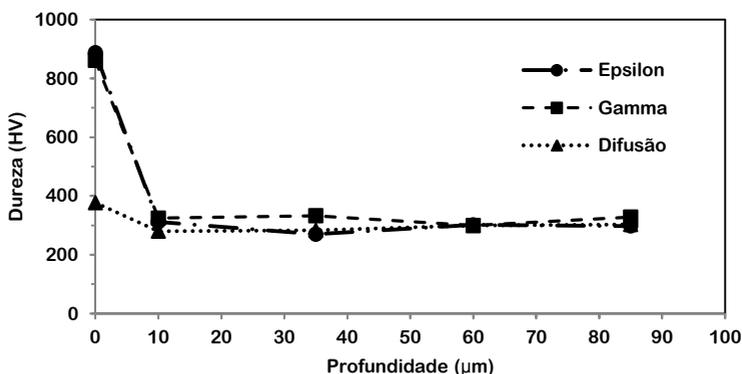
As camadas de DLC formadas também foram medidas e são praticamente iguais em torno de $1,8\mu\text{m}$ de espessura.

Considerou-se neste estudo que a pequena diferença de espessura das camadas ϵ e γ' formadas pouco influenciarão no comportamento tribológico e adesão do filme.

O endurecimento superficial causado pelas camadas de nitretação pode ser avaliado através das médias de perfis de microdureza que são apresentadas na Figura 28. As camadas ϵ e γ' possuem as maiores durezas superficiais da ordem de 880HV, que decaem rapidamente em menos de $20\mu\text{m}$ igualando-se à dureza do núcleo de 300HV. A camada de difusão apresenta dureza superficial de aproximadamente 380HV diminuindo também em menos de $20\mu\text{m}$.

Assim como verificado nas seções transversais reveladas por metalografia, os perfis de microdureza mostram que a modificação induzida pela nitretação ocorreu em uma estreita faixa superficial. No estudo de Binder^[29], foram utilizadas as mesmas condições de processamento e obtiveram-se, para amostras de ferro puro sinterizadas, camadas de compostos e de difusão de 10 e $400\mu\text{m}$ de profundidade, respectivamente, com suave decréscimo de dureza em direção ao centro da amostra. Isto mostra que a presença de carbono na composição diminui a taxa difusão de nitrogênio na matriz.

Figura 28: Perfil de microdureza das camadas nitretadas formadas



Fonte: Autoria própria

3.4. TOPOGRAFIA

3.4.1. Pré-análise de superfícies nitretadas

Para avaliar a topografia das superfícies nitretadas através do interferômetro óptico, antes foi necessário um pré-estudo deste tipo de superfície formada e da própria técnica de interferometria de luz branca.

Área amostral

O primeiro passo foi definir a área amostral e a resolução lateral do mapa 3D a ser analisado. Assim como em um microscópio óptico, é possível configurar as lentes do interferômetro e aumentar a resolução lateral, mas sempre em detrimento do tamanho da área amostral e vice-versa. Isto significa que quanto maior o nível de detalhe da superfície, menor é a região estudada. Portanto, deve haver um comprometimento entre resolução e tamanho de área amostral de forma que as características estudadas não sejam omitidas, sendo elas relativamente grandes ou pequenas.

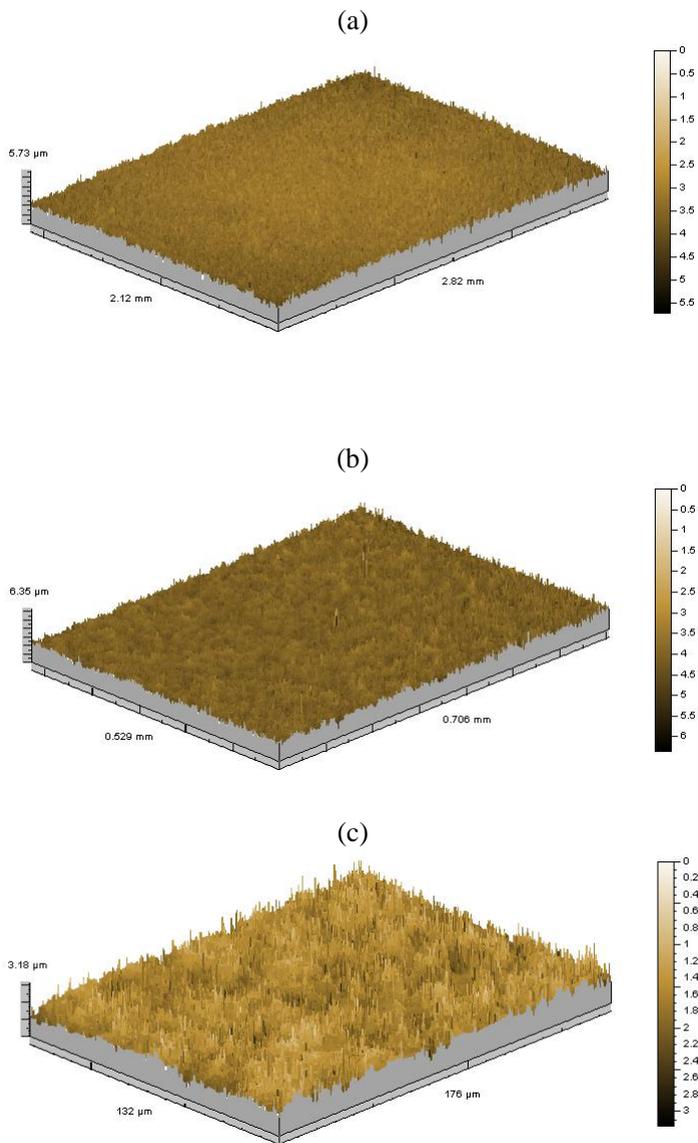
De acordo com o teorema de Nyquist^[25]: “para um sinal periódico, o menor intervalo de medida deve ser menor que a metade do comprimento de onda deste sinal”. Para avaliar o sinal, neste caso as superfícies, foram adquiridos três mapas 3D de uma mesma superfície nitretada com ampliações diferentes. As ampliações estão apresentadas na Tabela 4, juntamente com as respectivas áreas amostrais e resoluções laterais resultantes. Para esta análise inicial, foi subtraída a forma, mas não foram aplicados filtros subsequentes.

Para verificar se não estão sendo excluídos motivos importantes da superfície, o primeiro passo é analisar visualmente as projeções axonométricas dos mapas 3D. A Figura 29 mostra a superfície nos três aumentos. Além da texturização aleatória que a nitretação produz é possível notar, apenas no menor aumento, uma suave curvatura que provavelmente é função do processo de preparação da amostra e não afeta a análise, principalmente depois de aplicado um filtro.

Tabela 4: Aumento óptico, área amostral e resolução lateral para diferentes configurações do interferômetro.

Aumento total	Área amostral (mm ²)	Resolução lateral (μm)
2,5X	5,85	4,82
10X	0,37	1,11
40X	0,02	0,28

Figura 29: Projeções axonométricas da superfície analisada com diferentes aumentos

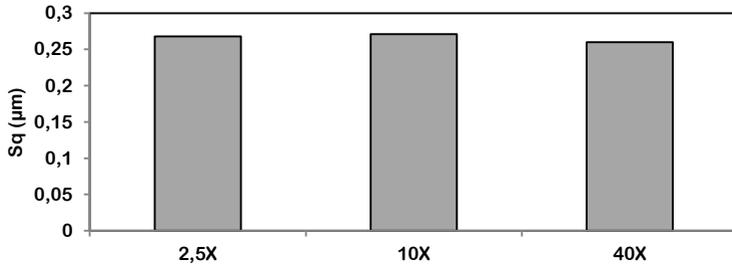


(a) 2,5X; (b) 10X; (c) 40X.

Fonte: Autoria própria

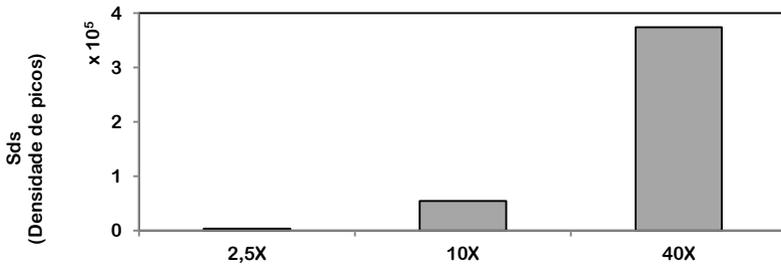
Para verificar a influência do aumento nos parâmetros topográficos, foram analisados S_q , S_{ds} e S_{dq} em função das três áreas amostrais, Figura 30, Figura 31 e Figura 32, respectivamente.

Figura 30: S_q para diferentes aumentos



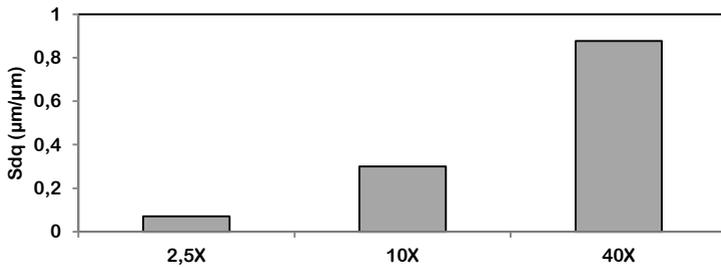
Fonte: Autoria própria

Figura 31: S_{ds} para diferentes aumentos



Fonte: Autoria própria

Figura 32: S_{dq} para diferentes aumentos



Fonte: Autoria própria

O parâmetro S_q não é influenciado pelas ampliações, o que não acontece com os parâmetros de espaçamento e híbrido. Observando o comportamento de S_{ds} , a densidade de cumes aumenta com a ampliação, o que pode ser explicado pelo aumento da resolução, uma vez que os menores e mais numerosos detalhes da superfície vão sendo revelados. Por ser um parâmetro híbrido, S_{dq} acompanha o comportamento de S_{ds} , como o intervalo de medição diminui, as inclinações aparentes da mesma superfície também aumentam.

Neste estudo, deseja-se avaliar a superfície sem perder a representatividade, ou seja, sem ocultar motivos, mas ao mesmo tempo, analisar as menores características superficiais que estão fortemente ligadas à adesão mecânica do filme com o substrato. Portanto, esta pré-análise mostra que a melhor forma de fazer isto é utilizando a ampliação máxima de 40X.

Isto também evidencia, e é importante destacar, que a própria definição de área amostral e resolução lateral já atuam como filtro.

.Filtro

Uma vez definida a área amostral, decidiu-se aplicar um filtro gaussiano para separar a ondulação da rugosidade. Para remover apenas os grandes comprimentos de onda, foi utilizado $25\mu\text{m}$ de *cutoff*, maior valor disponível no software de análise. Da rugosidade apenas, foram obtidos os parâmetros numéricos de caracterização superficial.

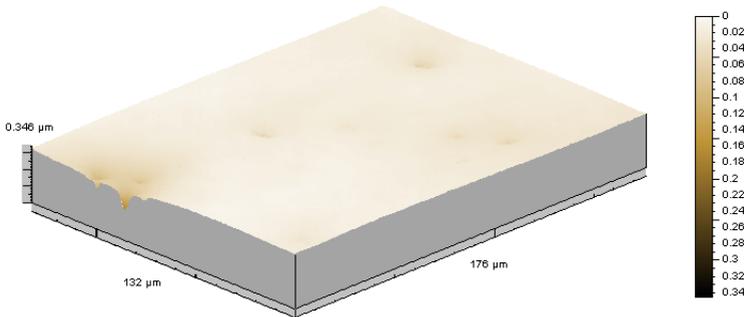
3.4.2. Análise das superfícies nitretadas ϵ , γ' e difusão

Definido o método de medição e de tratamento das superfícies digitalizadas, os parâmetros de rugosidade puderam ser calculados e as superfícies caracterizadas.

.Projeções axonométricas

A projeção da superfície polida inicial pode ser observada na Figura 33. A superfície apresenta-se bastante suave de baixíssima amplitude na ordem dos nanômetros e em uma altura predominante (platô).

Figura 33: Projeção axonométrica da superfície polida não nitretada

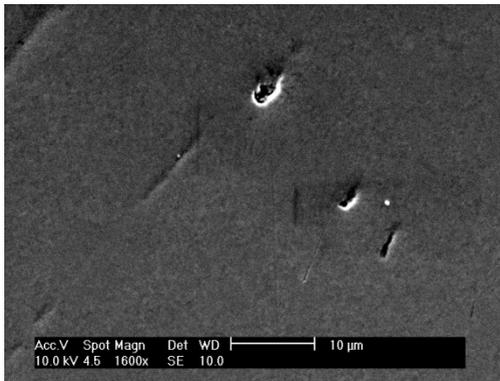


Fonte: Autoria própria

É possível observar pequenas imperfeições na superfície pela presença de cavidades, devido à natureza do material. Como as amostras foram obtidas a partir de uma barra de aço carbono extrudada, pode-se dizer que estas cavidades são causadas por inclusões que foram arrancadas nas fases de lixamento e polimento. A Figura 34 obtida em MEV mostra a cavidade em detalhe e confirma a hipótese. Na mesma imagem também podem ser observados pequenos riscos do processo de preparação.

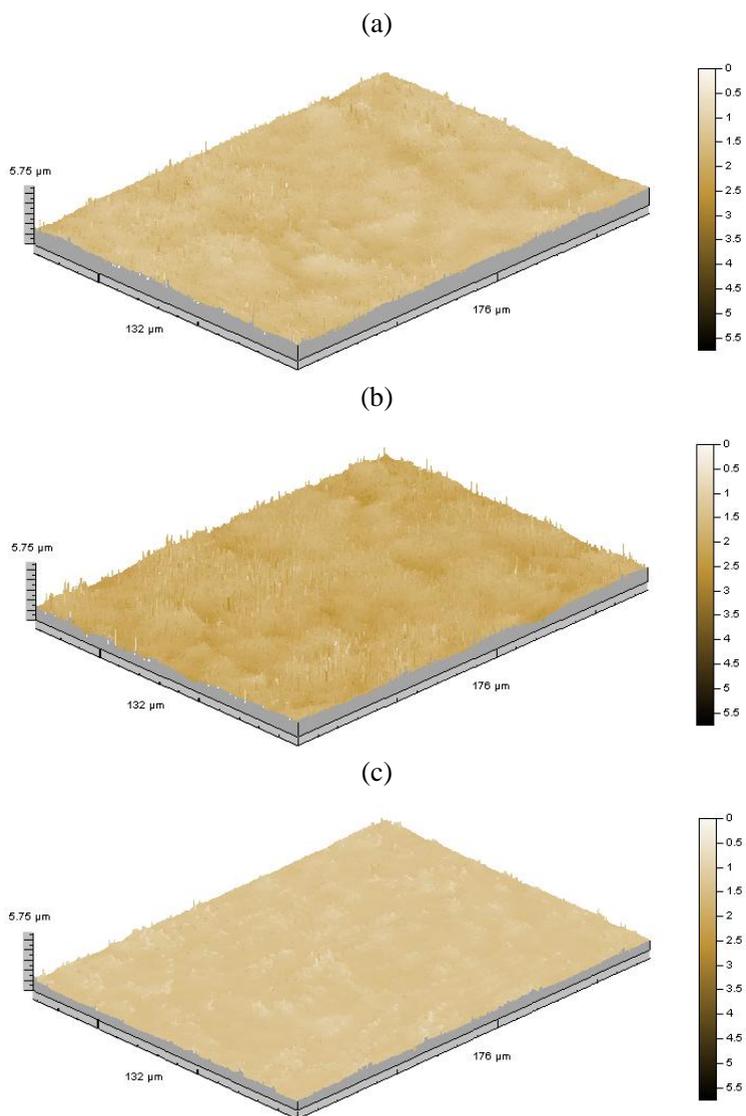
As superfícies metálicas polidas foram então nitretadas e revestidas seguindo o procedimento experimental e as projeções axonométricas resultantes podem ser verificadas nas Figura 35 e Figura 36.

Figura 34: Superfície polida não nitretada



Fonte: Autoria própria

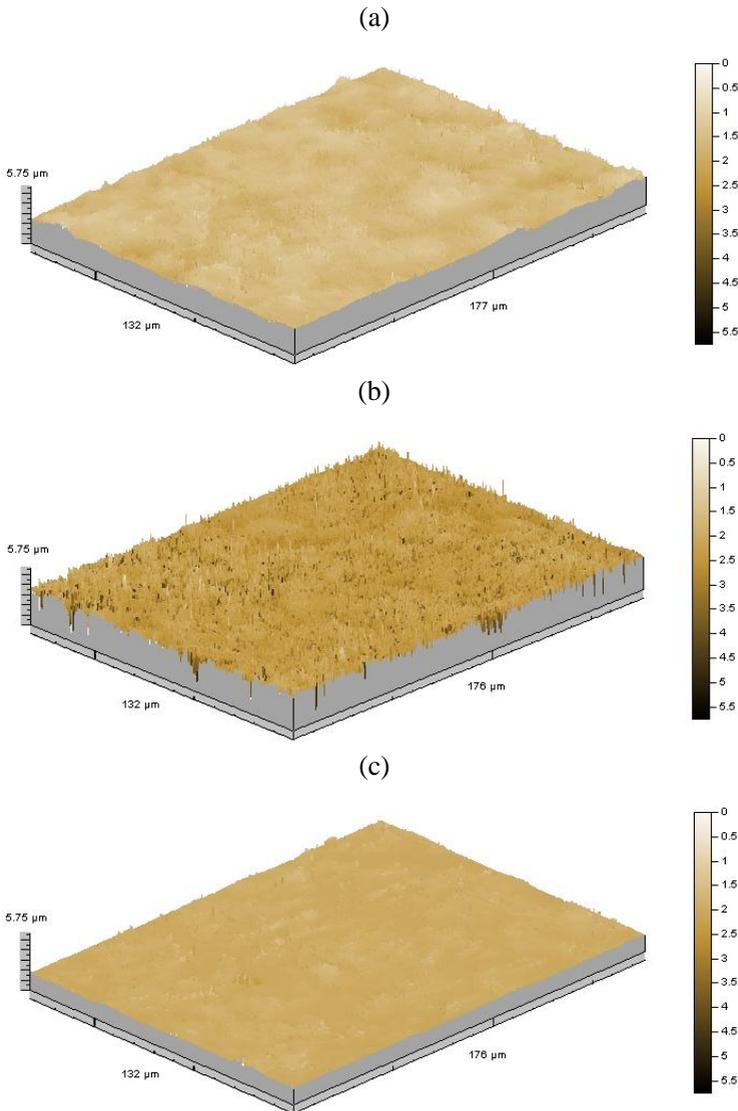
Figura 35: Projeções axonométricas das camadas nitretadas



(a) ε ; (b) γ' ; (c) difusão

Fonte: Autoria própria

Figura 36: Projeções axonométricas das camadas revestidas



(a) ε ; (b) γ' ; (c) difusão

Fonte: Autoria própria

Percebe-se, a princípio, que as condições de nitretação que promovem a maior alteração superficial são as camadas ϵ e γ' , principalmente a camada γ' . Na camada de difusão verifica-se um platô, sobre o qual se pode ver a formação de picos. Comparando as superfícies nitretadas antes e depois de revestidas, o DLC aparenta copiar o relevo da superfície nitretada nas camadas ϵ e de difusão, entretanto na camada γ' , a rugosidade parece ter aumentado, principalmente na forma de vales.

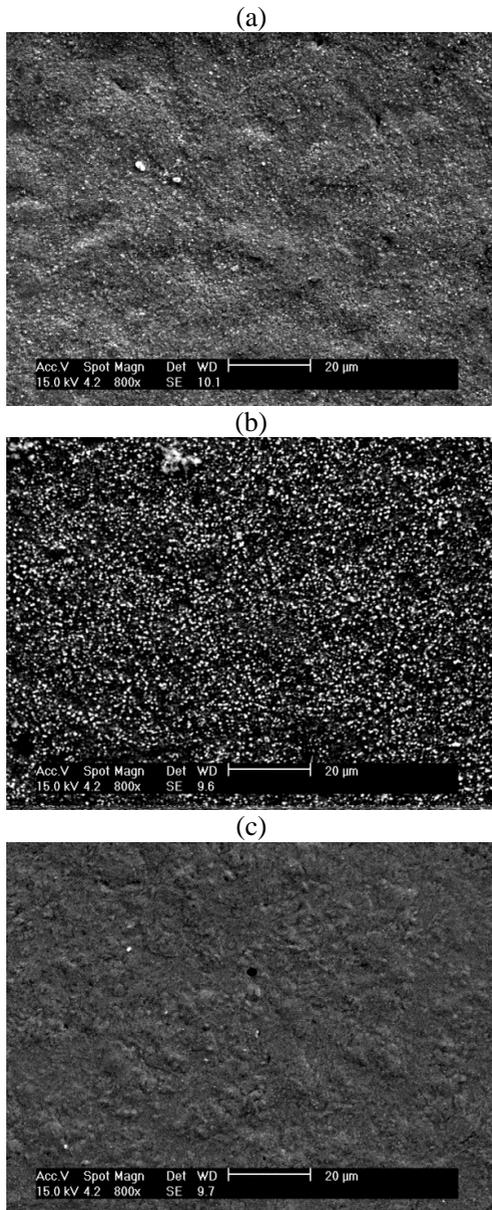
Para complementar a análise topográfica via interferômetro, foram obtidas fotos de microscopia eletrônica a cada etapa do processo. A Figura 37 apresenta os três tipos de superfícies nitretadas e a Figura 38 apresenta as respectivas superfícies revestidas.

As figuras de MEV comprovam as alterações topográficas causadas pela nitretação e observadas nas projeções dos mapas 3D do interferômetro. Fica claro nas imagens que a mistura gasosa e principalmente o tempo de tratamento influenciam diretamente na qualidade das superfícies resultantes.

A camada de difusão é a que menos promove alteração, seguida da camada ϵ e depois a γ' , em que é possível ver diversos pontos de carregamento eletrônico, ao contrário das outras duas camadas. Isto pode ser explicado principalmente pelo maior tempo de tratamento, de acordo com Mason^[34], 90% dos átomos pulverizados retornam ao cátodo sendo retrodifundidos e acabam criando as estruturas que são evidenciadas na imagem de MEV.

Analisando as imagens das superfícies revestidas em relação às nitretadas, nota-se que o DLC copiou a topografia nas camadas ϵ e de difusão. Na imagem da camada γ' é possível constatar a alteração superficial detectada nas imagens do interferômetro. A imagem de MEV mostra que houve formação heterogênea do revestimento, aparentemente há regiões de adensamento do filme e regiões de má formação de camada de DLC onde se pode ver a topografia anterior. Pode-se dizer que a topografia e a composição da camada γ' alteraram significativamente as condições de deposição do DLC.

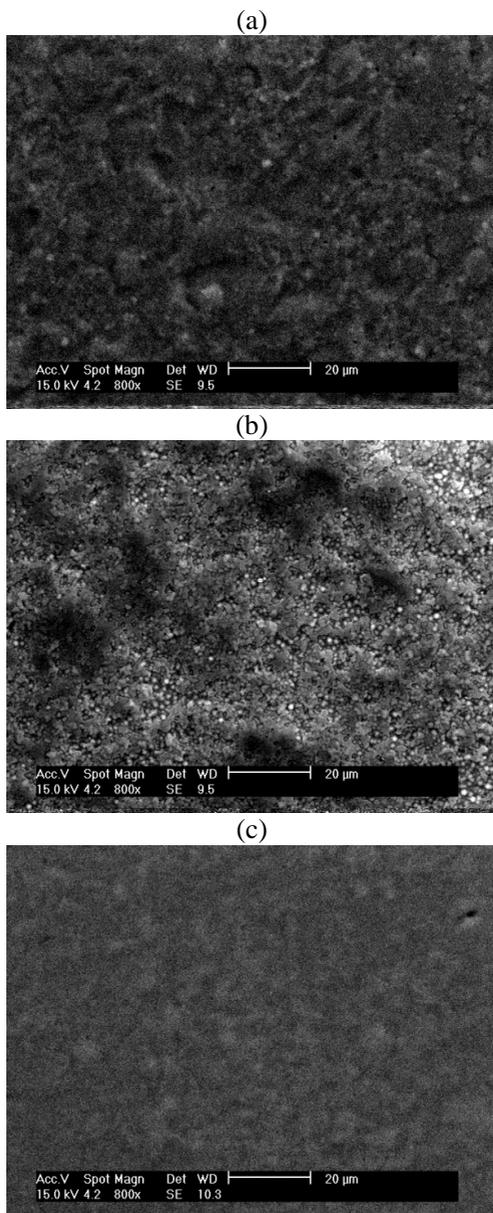
Figura 37: Camadas nitretadas



(a) ϵ ; (b) γ' e (c) difusão

Fonte: Autoria própria

Figura 38: Camadas revestidas



(a) ϵ ; (b) γ' e (c) difusão, depois de revestidas

Fonte: Autoria própria

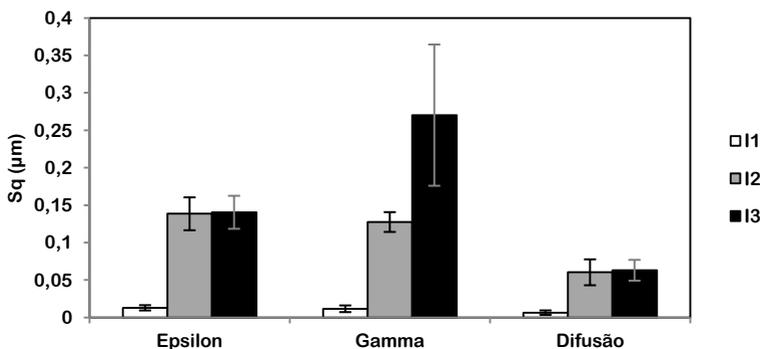
.Parâmetros topográficos

Através dos parâmetros topográficos, foi possível caracterizar numericamente a evolução das superfícies apresentadas nas projeções dos mapas 3D e imagens de MEV.

.Sq

O acompanhamento do parâmetro Sq evidenciou o aumento de rugosidade ao longo do processo que pode ser verificado na Figura 39, onde estão demonstradas as médias das medidas na forma de colunas e as barras de erro de um desvio padrão. Os dados estão organizados por tipos de camadas e por etapas de análise no interferômetro: I1 - superfície polida, I2 - superfície nitretada e I3 - superfície revestida. Esta forma de apresentação será utilizada nos demais parâmetros.

Figura 39: Evolução de Sq para cada camada ao longo do processo



I1: Superfície polida; I2: Superfície nitretada; I3: Superfície revestida

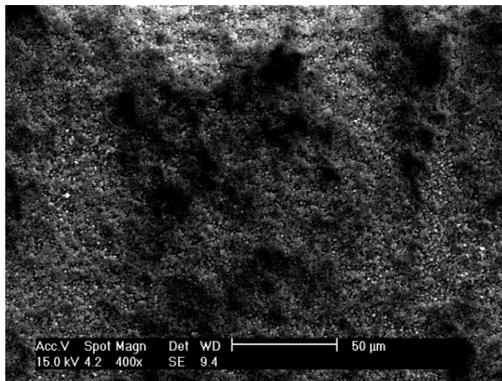
Fonte: Autoria própria

Nota-se que a nitretação promoveu aumento de rugosidade - de no mínimo uma ordem de grandeza - em todas as condições de nitretação. Assim como foi visto anteriormente, as camadas ϵ e γ' promoveram o maior aumento da rugosidade, mas segundo Sq suas médias são estatisticamente iguais e diferentes da camada de difusão.

Depois do revestimento DLC, não se pode dizer estatisticamente que as camadas ϵ e de difusão tiveram a rugosidade alterada. Já na camada γ' , o efeito percebido anteriormente nas imagens de MEV e projeções dos mapas 3D é capturado por este parâmetro. Houve aumento considerável da média acompanhada pela dispersão, resultado da forma-

ção heterogênea do revestimento. O aumento na dispersão dos resultados está correlacionado com o tamanho das regiões de má formação do filme que tem ordem de grandeza similar à área amostral. Aumentando-se a área de análise, a amostra passa a ser mais representativa, como mostrado na Figura 40 que tem metade do aumento da região analisada anteriormente.

Figura 40: Camada γ'

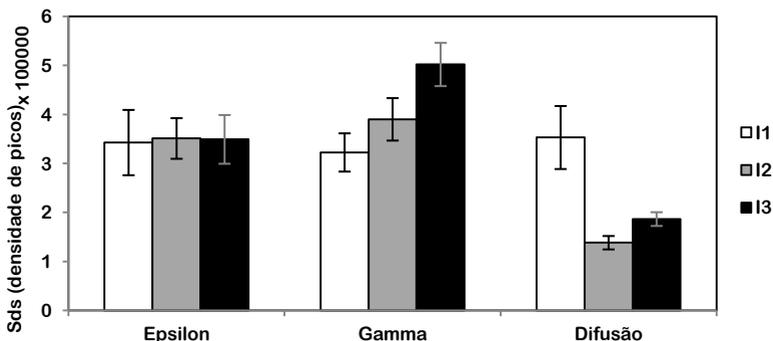


Fonte: Autoria própria

.Sds

Devido ao fato da definição de cume ser extremamente dependente do método e da função matemática utilizada para defini-lo, a interpretação deste parâmetro deve levar isto em conta. A evolução do parâmetro pode ser verificada na Figura 41.

Figura 41: Evolução de Sds para cada camada ao longo do processo



Fonte: Autoria própria

Em relação ao parâmetro Sds, percebem-se três comportamentos distintos para cada tipo de camada.

Na camada ϵ , apesar de ter havido modificação superficial, o valor de Sds não mudou, ou seja, superfícies diferentes foram caracterizadas igualmente.

Para a camada γ' , este parâmetro indica que houve uma aglomeração dos cumes, ou seja, que eles ficaram mais próximos uns dos outros, à medida que se evoluiu no processo. Isto pode estar correlacionado com o maior tempo de bombardeamento durante a nitretação e a formação heterogênea do DLC.

Na camada de difusão, o valor de Sds diminuiu depois da nitretação e aumentou depois do DLC. Este comportamento mostra a influência da definição de cumes. Quando a superfície está polida, as pequenas variações de amplitude da superfície geram um determinado número de cumes por milímetro quadrado. Quando a superfície é submetida à nitretação para obtenção de camada de difusão, começam a surgir modificações sobre a superfície, neste momento o parâmetro Sds começa a considerar estas novas características como cumes e o valor decresce. Logo depois, o revestimento parece induzir aglomeração de cumes assim como a camada γ' .

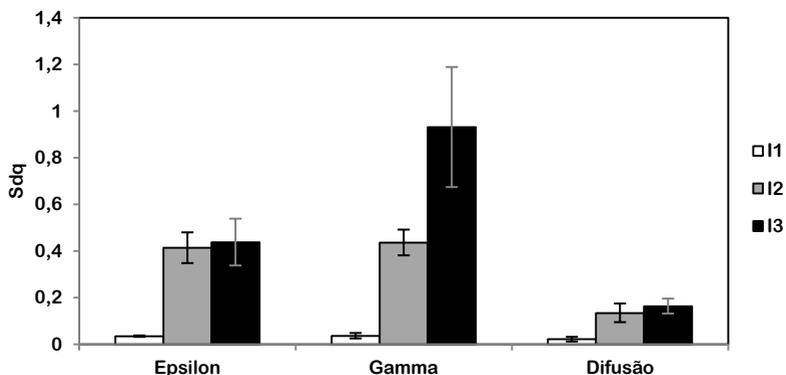
Devido a estes aspectos, pode-se dizer que Sds não é uma forma interessante de caracterizar a evolução deste tipo de processo, apesar de mostrar que as superfícies são diferentes.

.Sdq ou SAd

A evolução de Sdq é apresentada na Figura 42. A análise mostra que a nitretação resulta em uma superfície com maiores inclinações em todas as condições, principalmente nas camadas ϵ e γ' . Depois de revestidas, não se pode dizer através de Sdq que as superfícies foram alteradas nas condições das camadas ϵ e de difusão. Entretanto, na camada γ' percebe-se aumento considerável na média das medidas e grande dispersão dos resultados.

O comportamento de Sdq é bastante similar ao observado no parâmetro Sq e a razão destas modificações são as mesmas. Nota-se portanto que as respostas destes parâmetros são equivalentes para o estudo deste tipo de superfície e apenas Sq seria suficiente.

Figura 42: Evolução de S_{dq} para cada camada ao longo do processo

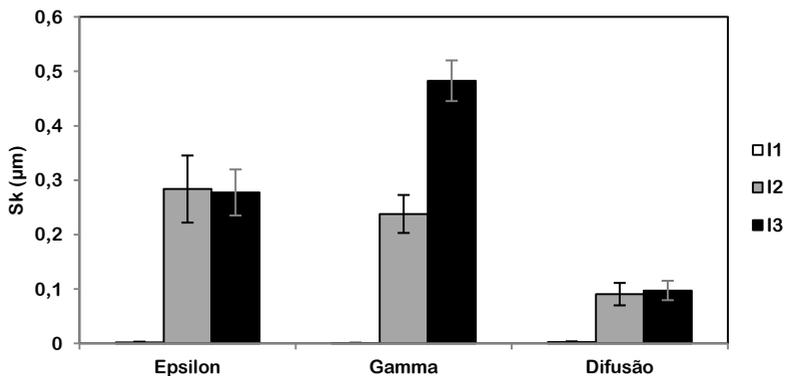


Fonte: Autoria própria

.Parâmetros S_k : S_k , S_{vk} , S_{pk}

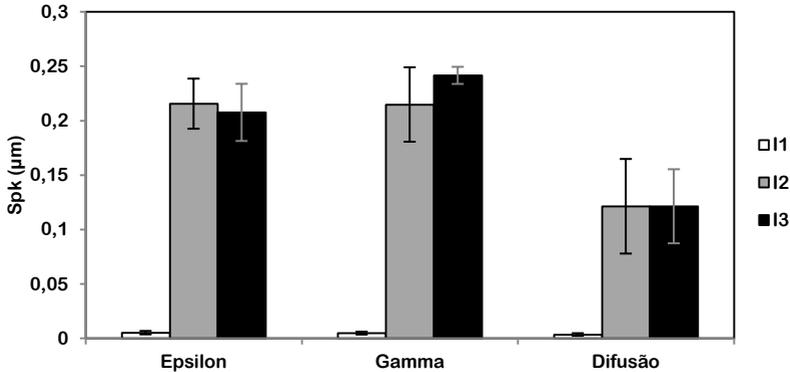
As Figura 43, Figura 44 e Figura 45 mostram a evolução dos parâmetros S_k , S_{pk} e S_{vk} respectivamente.

Figura 43: Evolução de S_k para cada camada ao longo do processo



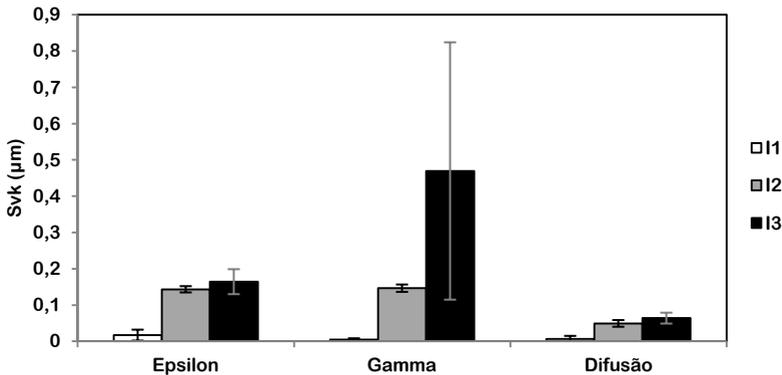
Fonte: Autoria própria

Figura 44: Evolução de Spk para cada camada ao longo do processo



Fonte: Autoria própria

Figura 45: Evolução de SvK para cada camada ao longo do processo



Fonte: Autoria própria

As superfícies iniciais polidas apresentam, como esperado, baixos níveis de rugosidade.

Depois de nitretadas, todos os parâmetros tiveram aumento, com destaque para a camada de difusão que teve as menores modificações.

Depois de revestidas, as camadas ϵ e de difusão não apresentaram mudanças estatísticas em nenhum dos parâmetros, entretanto a camada γ' apresentou comportamento distinto aumentando consideravelmente em Sk e valores dispersando em SvK.

Isto significa que em todas as condições de nitretação as superfícies foram modificadas desenvolvendo picos e vales e resultando no

aumento de rugosidade como mostrado em Sq. Nas camadas ϵ e de difusão o revestimento copiou a superfície, resultando praticamente na mesma topografia. Já a camada γ' se desenvolveu de uma forma totalmente diferente, como mostrado nas imagens de MEV. Nesta condição a camada de DLC desenvolveu profundidades maiores de núcleo e vale o que está relacionado com as regiões de má formação do filme.

O conjunto de parâmetros Sk se mostrou interessante por caracterizar diferentes as diferentes alturas da topografia: pico, núcleo e vale, correlacionadas com as características de cada camada.

.Síntese

Depois de analisada a topografia das superfícies formadas, pode-se dizer que houve aumento de rugosidade para todas as condições de nitretação – em menor intensidade na camada de difusão – e que o revestimento DLC copia a topografia das camadas ϵ e de difusão, mas na camada γ' o mecanismo de difusão e a morfologia resultante são completamente diferentes.

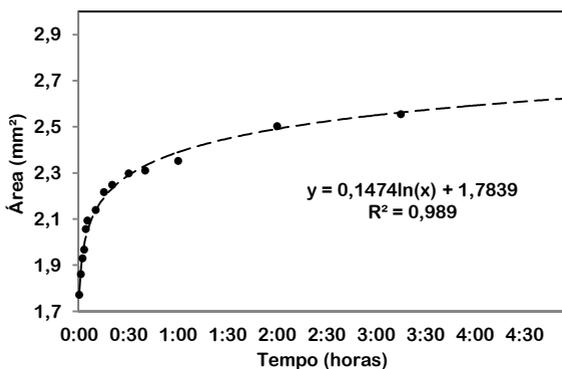
3.5. ADESÃO

3.5.1. Metodologia

Antes de avaliar a adesão das amostras utilizando o método proposto, foi necessário verificar a variação do deslocamento em função do tempo e a variabilidade das medidas em amostras conhecidas.

A evolução da área deslocada, medida desde o momento da indentação, é mostrada na Figura 46.

Figura 46: Comportamento da área deslocada em função do tempo



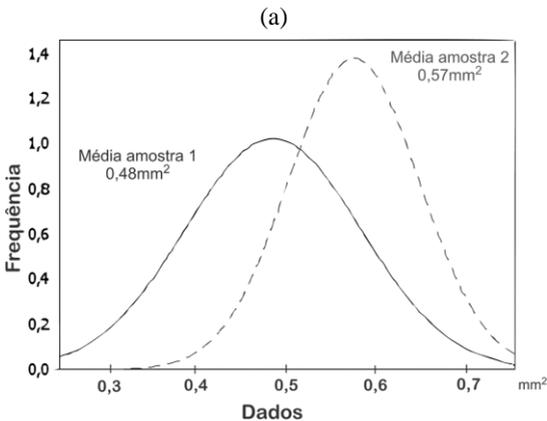
Fonte: Autoria própria

É possível ver que a área deslocada varia muito na primeira hora depois da indentação, aumentando muito pouco nas horas seguintes. A análise de regressão resultou na curva tracejada cuja função é mostrada na própria figura. Através desta função, foi definido o período de 24 horas depois da indentação para o deslocamento estabilizar e então registrar a imagem. Após este período, a variação da área é menor que 1%, valor consideravelmente menor que variações de 10% observadas em alguns resultados.

Definidos os parâmetros do ensaio, foi verificada a influência da variabilidade de cinco medidas na confiabilidade do método proposto. Amostras foram processadas com dois tipos de revestimento diferentes, que já se sabia terem comportamentos de adesão distintos. As áreas deslocadas foram medidas e o teste estatístico (teste-t com 5% de nível de confiança) revelou que não havia diferença de adesão entre amostras do mesmo lote, Figura 47(a), ao contrário das amostras de lotes diferentes, Figura 47(b). Nestas figuras estão representadas as curvas de distribuição normal equivalentes em que se podem analisar as médias, as dispersões e sobreposição das medidas obtidas.

Concluiu-se com estes resultados que a rotina é adequada para este estudo da adesão e sugere-se sua utilização para demais estudos que se baseiam na norma VDI3198 de forma a refinar a análise.

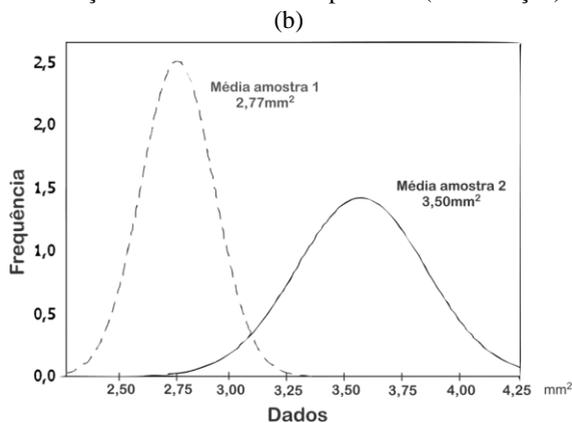
Figura 47: Distribuição normal de áreas deslocadas



(a) Amostras do mesmo lote

Fonte: Autoria própria

Figura 47: Distribuição normal de áreas deslocadas (continuação)



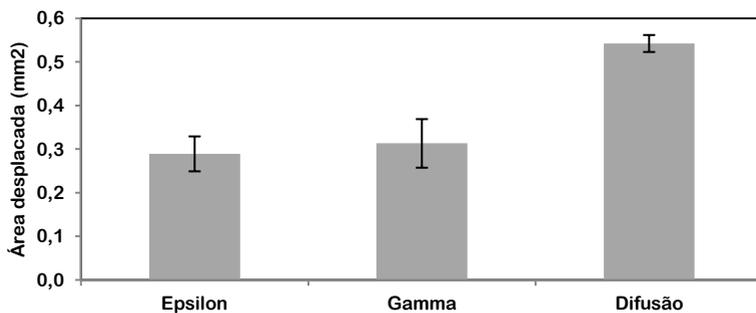
(b) Amostras de lotes diferentes.

Fonte: Autoria própria

3.5.2. Resultados

A Figura 48 apresenta os resultados de adesão dos três tipos de camada revestida. As camadas de DLC depositadas sobre as camadas de compostos do tipo ϵ e γ' tiveram o menor deslocamento e possuem médias iguais. O deslocamento associado àquelas depositadas sobre a camada de difusão foi quase o dobro das demais. Todas apresentaram pequena dispersão de resultados.

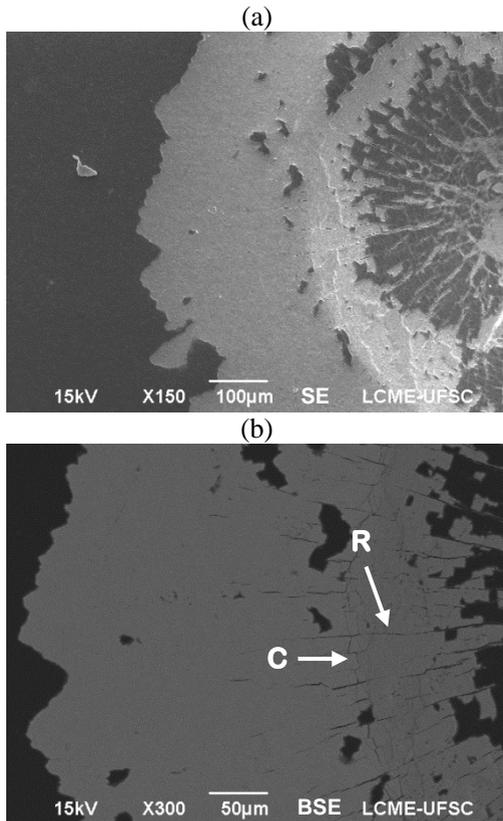
Figura 48: Ensaio de adesão: área deslocada



Fonte: Autoria própria

Para verificar o comportamento do deslocamento induzido pela indentação, foram registradas imagens de MEV de cada condição. A Figura 49 mostra o deslocamento da camada ϵ em diferentes aumentos. É possível ver que a maior parte do deslocamento ocorre no perímetro da indentação, onde as tensões são maiores^[35]. Nesta região observam-se trincas circunferenciais e radiais na camada de compostos, setas na imagem de maior aumento (b), que tendem a aparecer no carregamento e descarregamento, respectivamente^[36].

Figura 49: Indentação da camada ϵ revestida

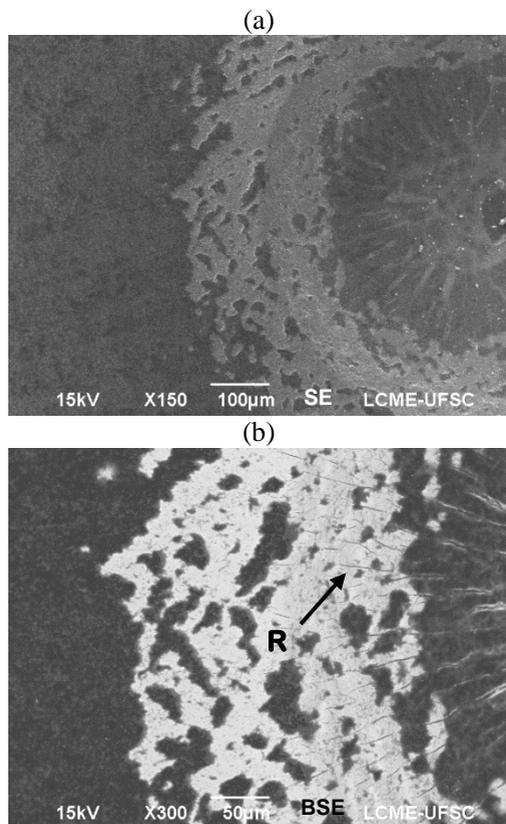


R: Trinca Radial; C: Trinca Circunferencial

Fonte: Autoria própria

A Figura 50 mostra a indentação na camada γ' revestida. Assim como a camada ϵ , o deslocamento ocorre no perímetro da indentação e parte do revestimento permanece dentro dela. Observa-se a formação de trincas da camada de compostos, seta na imagem de maior aumento, entretanto quase não se vê trincas circunferenciais. Nesta condição a indentação deixa pequenas porções de filme aderido cercadas por área sem revestimento, isto mostra uma forma de propagação do deslocamento distinta. Portanto, apesar das áreas deslocadas nas condições ϵ e γ' serem estatisticamente iguais, os comportamentos são diferentes.

Figura 50: Indentação da camada γ' revestida

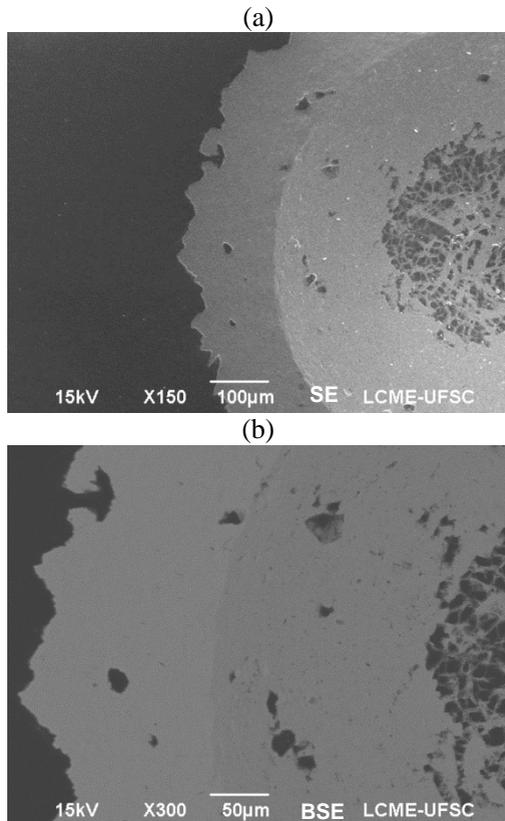


R: Trinca Radial

Fonte: Autoria própria

A indentação na camada de difusão revestida é apresentada na Figura 51. O perímetro da indentação foi quase totalmente deslocado assim como a maior parte do filme dentro da indentação. Não se encontram trincas e a borda da indentação é bem definida, o que pode ser explicado pelas maiores deformações na borda.

Figura 51: Indentação da camada de difusão revestida



Fonte: Autoria própria

Analisando estes resultados, pode-se dizer que a adesão está fortemente correlacionada com as características superficiais e os fatores que mais influenciam são:

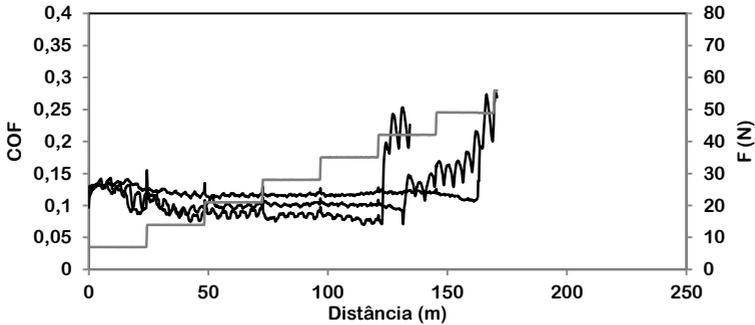
- Rugosidade: Nas superfícies com rugosidade elevada, existe uma grande quantidade de picos e vales. Nestas variações de amplitude há concentrações de tensões mais elevadas onde o filme tende a falhar primeiro^[37];
- Morfologia da camada: Características das camadas formadas como espessura, módulo de elasticidade, tensão de escoamento e ruptura influenciam no campo de tensões durante e depois da indentação. Assim, podem aparecer diferentes tipos de trincas e regiões deformadas que causam comportamentos de deslocamentos distintos;
- Homogeneidade do revestimento: A qualidade do DLC formado está correlacionada com a topografia da superfície nitretada. Dependendo das características pode-se formar homogênea ou heterogeneamente, o que também gera modos de falha diferentes.

A combinação destas três características leva a formas de deslocamento e propagação distintas. Superfícies com maior rugosidade e formação heterogênea do revestimento aparentam bloquear a propagação do deslocamento. Para explicar este fenômeno, um estudo detalhado dos campos de tensão e deformação deste sistema de camadas é necessário.

3.6. DURABILIDADE

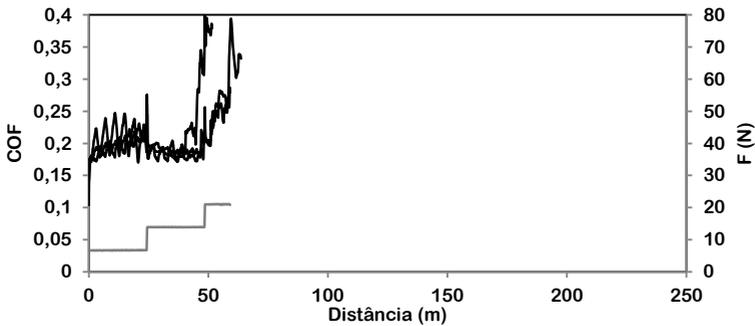
O comportamento das camadas revestidas em ensaio de durabilidade pode ser observado nas Figura 52, Figura 53 e Figura 54, que mostram a evolução do coeficiente de atrito de três ensaios, em cada condição, até a ruptura do revestimento quando há grande aumento do valor medido. Nelas, o coeficiente de atrito (COF) é traçado em linha escura e a força escalonada em linha clara, ambos em função da distância percorrida no ensaio. A Figura 55 apresenta o valor médio dos resultados.

Figura 52: Ensaio de durabilidade do DLC sobre a camada ϵ



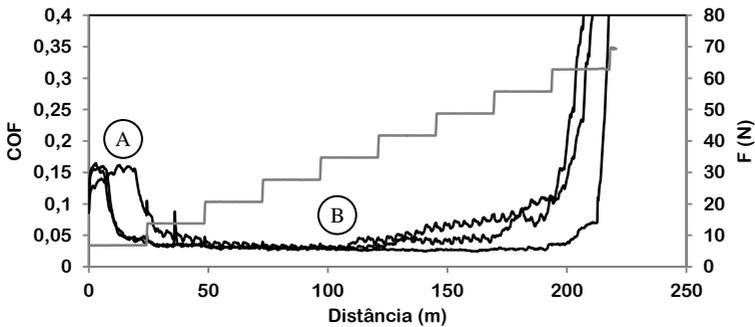
Fonte: Autoria própria

Figura 53: Ensaio de durabilidade do DLC sobre a camada γ'



Fonte: Autoria própria

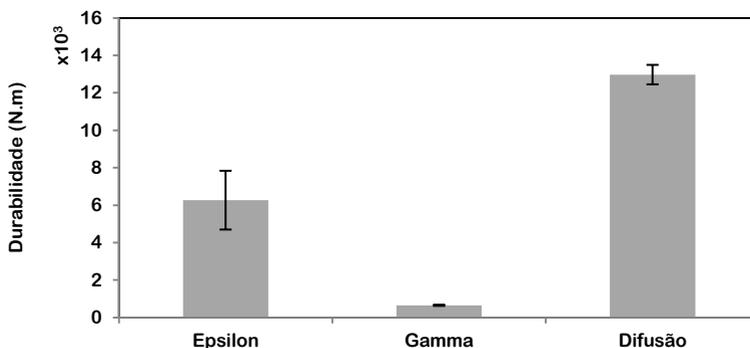
Figura 54: Ensaio de durabilidade do DLC sobre a camada de difusão



Região A: alto atrito; Região B: baixo atrito.

Fonte: Autoria própria

Figura 55: Durabilidade das camadas



Fonte: Autoria própria

A evolução do coeficiente de atrito nos gráficos mostra claramente que as camadas apresentaram comportamentos distintos, assim como a durabilidade.

O melhor desempenho no tribômetro foi alcançado pelo filme DLC sobre a camada de difusão com durabilidade de 13.000N.m – resistindo até a nona carga – e o menor coeficiente de atrito, na faixa de 0,05.

Em seguida veio, a camada ϵ revestida, que apresentou aproximadamente 6.000N.m de durabilidade – rompendo na sexta carga – e coeficiente de atrito inicial da ordem de 0,125 decrescendo suavemente até o valor de 0,1.

Por último, o pior desempenho foi a da camada γ' que falhou logo no começo do ensaio, na segunda carga, apresentando aproximadamente 600N.m de durabilidade. Das três condições, também foi aquela que teve o maior coeficiente de atrito da ordem de 0,2.

Observando os resultados da durabilidade e relacionando-os com as respostas do ensaio de adesão, encontrou-se um comportamento antagônico, como está mostrado na Figura 56, onde as duas variáveis são traçadas no mesmo gráfico. Para facilitar o entendimento, a adesão está expressa pelo inverso da área deslocada, desta forma a melhor resposta para ambos os ensaios seria o limite superior da área do gráfico, ou seja, deseja-se que a durabilidade seja máxima e a área deslocada seja mínima.

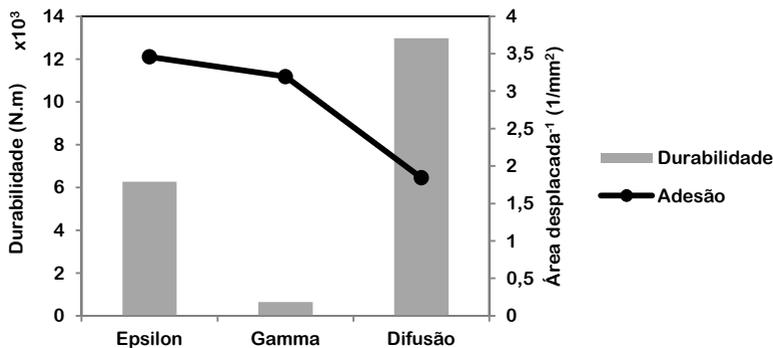
Entretanto, não é o que se vê na figura. Apesar da camada de difusão ter apresentado a pior adesão no ensaio de indentação, ela teve a maior durabilidade, além disto o menor coeficiente de atrito. Já o DLC sobre a camada γ' teve o pior comportamento tribológico, mas não teve

deslocamento acentuado, assim como a camada ϵ revestida que teve desempenho mediano entre as outras duas.

Para compreender estes resultados, foram analisadas as pistas de desgaste ao final do ensaio, as imagens de MEV são apresentadas na Figura 57.

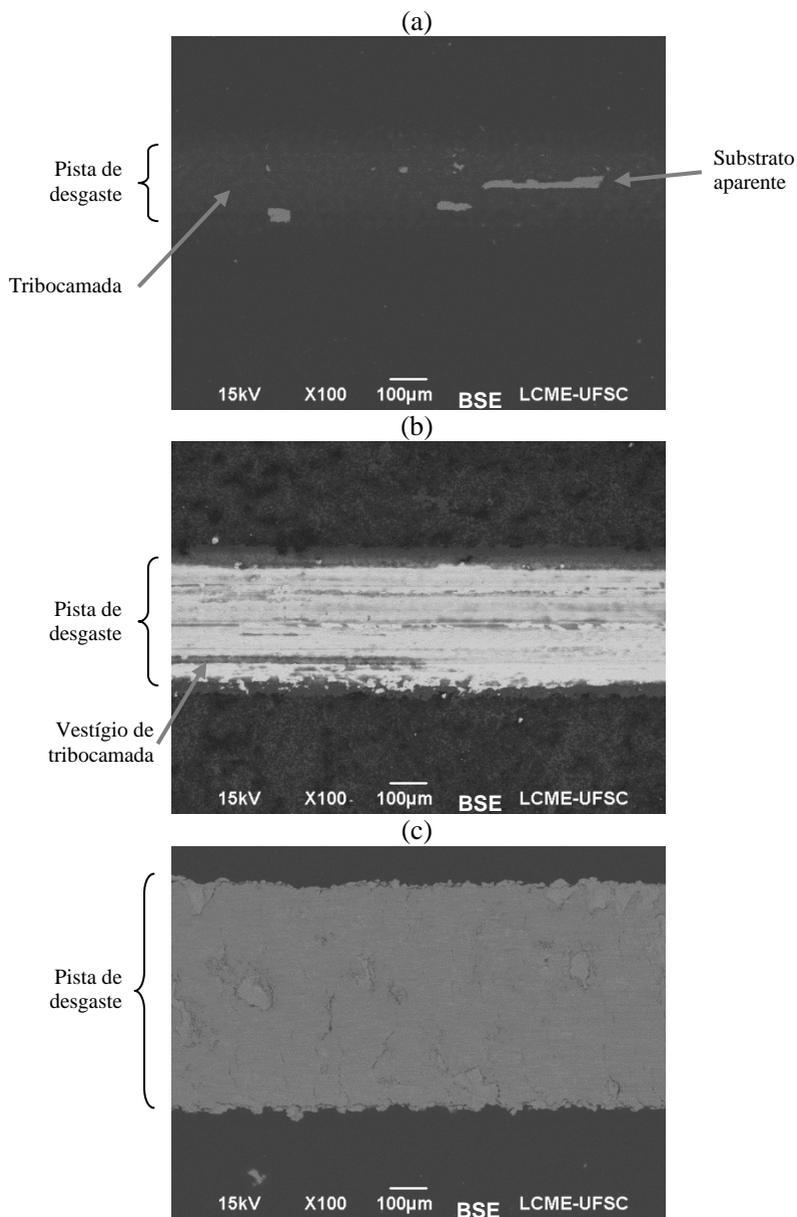
Assim como visto na evolução do coeficiente de atrito, as pistas de desgaste são bastante diferentes. No final do ensaio, quando o coeficiente de atrito aumenta rapidamente, sobre a camada ϵ ainda há uma tribocamada com pequenas regiões de substrato aparente. Na condição γ , pode-se dizer que uma tribocamada se desenvolveu e depois foi removida até o substrato ser revelado, pois são visíveis faixas desta camada ainda presentes no final do ensaio. Na condição da camada de difusão, que atingiu a maior distância de deslizamento, o revestimento foi totalmente removido e a interface entre pista e revestimento é bem definida. Pequenas porções da camada sob o DLC também foram arrancadas devido às maiores solicitações, como pode ser visto na Figura 58. Também devido a esta maior força normal, a largura da pista de desgaste é praticamente o dobro das anteriores.

Figura 56: Durabilidade x Área deslocada



Fonte: Autoria própria

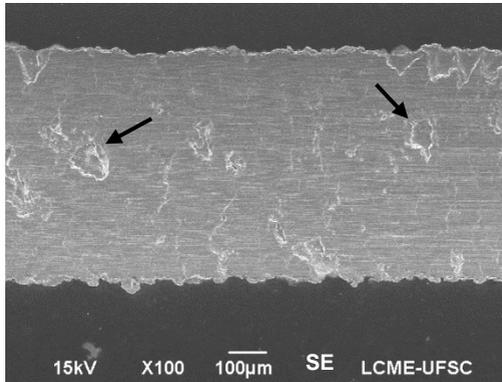
Figura 57: Pistas de desgaste



DLC sobre (a): camada ϵ ; (b) camada γ' e (c) camada de difusão.

Fonte: Autoria própria

Figura 58: Pista de desgaste da camada de difusão revestida



Setas: partículas de substrato removidas

Fonte: Autoria própria

Analisando estas imagens e utilizando os resultados obtidos até então, alguns comportamentos podem ser explicados.

Durante a indentação, a formação heterogênea do revestimento DLC sobre a camada γ' provoca rapidamente seu deslocamento, em contrapartida ela também é responsável por influenciar sua propagação. Porém a indentação é restrita a um único ponto, o que não acontece no ensaio de durabilidade onde também existe movimento lateral. À medida que o contracampo desliza pela pista de desgaste, a região de deformação se move e vai quebrando todo o revestimento, forma-se uma tribocamada que é logo removida e a condição de baixo atrito se esgota. Outro detalhe, que mostra como o mecanismo de deslocamento é o mesmo, está na borda da pista de desgaste, Figura 57(b), que é similar ao perímetro deslocado da indentação da Figura 50.

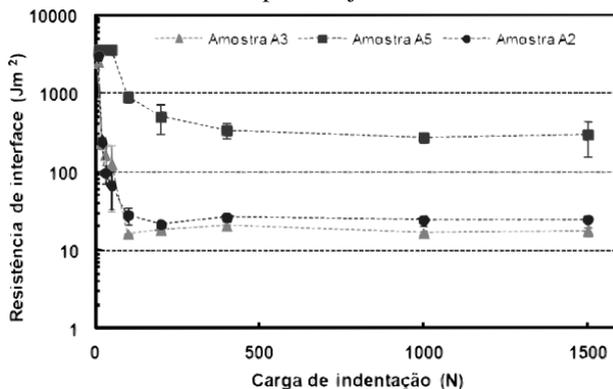
Já na camada ϵ revestida que também tem rugosidade elevada, mas com formação homogênea do DLC, a durabilidade é maior e ao final do ensaio, a tribocamada ainda está presente, apesar de alguns pedaços terem sido removidos. Isto mostra que mesmo tendo áreas deslocadas praticamente iguais, as camadas ϵ e γ' produzem respostas diferentes, em que a ϵ é mais favorável.

Contudo, é a camada de difusão revestida que tem o comportamento mais intrigante. Foi a condição que mais deslocou no ensaio de adesão, mas teve a maior durabilidade. Observando os resultados juntamente com os parâmetros dos ensaios, percebe-se que as cargas utilizadas são muito diferentes, e provavelmente os campos de tensões tam-

bém. Enquanto o teste de adesão utiliza força de 1474N, a força normal nos ensaios de durabilidade não ultrapassou 70N. Isto significa que foram obtidos resultados de regimes diferentes. O estudo de Lara^[38] mostra isto, utilizando um modelo matemático de diferentes amostras foi mostrado que a resistência de interface de um filme DLC sobre um substrato de CrN decresce em função da força da indentação, diminuindo acentuadamente até 300N, como pode ser observado na Figura 59.

Portanto, fica claro que a correlação direta do ensaio de adesão, através de indentação, com o ensaio de durabilidade só pode ser realizada, se os campos de tensão e deformação criados forem similares. Caso contrário os comportamentos são diferentes, como por exemplo, o aparecimento de trincas nas camadas ϵ e γ' e o efeito antagônico na camada de difusão.

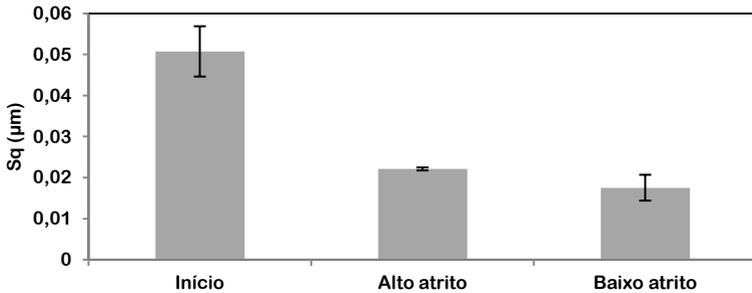
Figura 59: Resistência de interface para conjunto DLC/CrN



Fonte: Lara^[38]

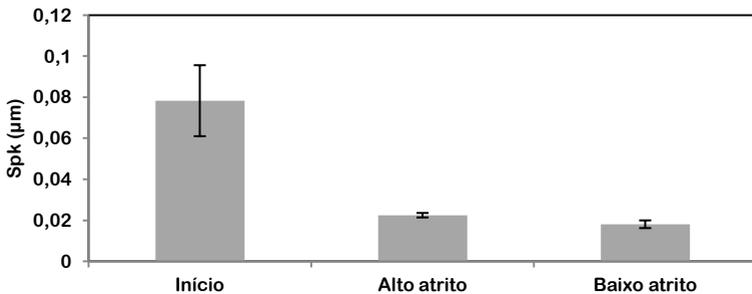
Além da relação entre os ensaios de adesão e durabilidade, outro detalhe importante verificado nestes ensaios no tribômetro, é a redução do coeficiente de atrito, exceto na camada γ' revestida que falha logo no início. Para verificar este efeito, foram produzidas mais duas pistas de desgaste na camada de difusão revestida, uma interrompendo o ensaio no instante A da Figura 54, quando o atrito ainda estava alto e outra no instante B, quando o atrito estabilizou em um valor menor. Assim os três momentos puderam ser analisados: superfície intacta, regime de alto atrito e regime de baixo atrito. Amostras de $56 \times 56 \mu\text{m}$ de área foram obtidas fora e dentro das pistas de desgaste através do interferômetro e os mapas 3D foram analisados no software. Removendo-se a forma, foram calculados os parâmetros Sq e Spk que melhor representaram a evolução da superfície. As médias são apresentadas na Figura 60 e Figura 61.

Figura 60: Evolução de Sq ao longo do ensaio de durabilidade



Fonte: Autoria própria

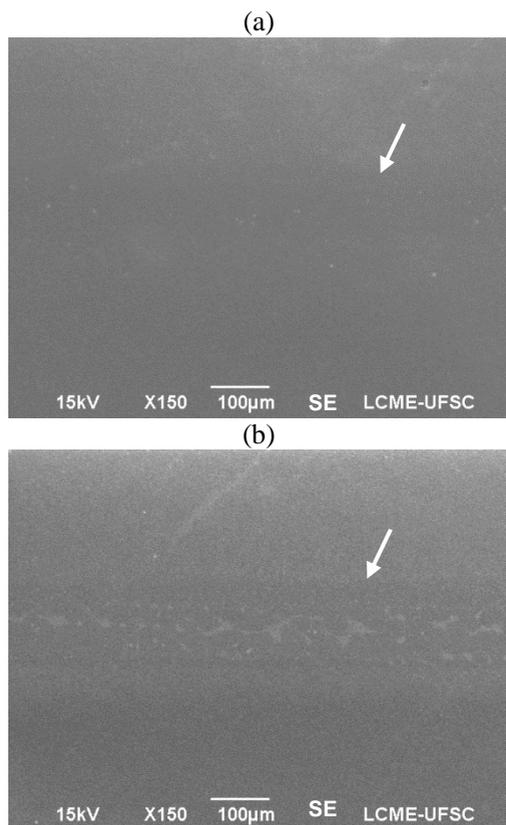
Figura 61: Evolução de Spk ao longo do ensaio de durabilidade



Fonte: Autoria própria

Estes parâmetros dizem que houve redução da rugosidade principalmente logo após o início do ensaio, através da remoção dos picos da superfície. Imagens de MEV foram obtidas nos dois momentos e são apresentadas na Figura 62. As pistas de desgaste são apontadas pelas setas nas duas imagens.

Figura 62: Pista de desgaste do ensaio de durabilidade interrompido em dois momentos



Região A: alto atrito; Região B: baixo atrito

Fonte: Autoria própria

Nestas imagens é possível ver que até o ensaio ser interrompido na região de alto atrito, ocorreu apenas o alisamento dos picos como mostrado pelos parâmetros topográficos. Porém, quando o ensaio foi parado pela segunda vez na região de baixo atrito, é possível ver a formação de uma tribocamada. Apesar de pouco alterar os parâmetros de rugosidade, é o principal motivo da redução do coeficiente de atrito. Isto mostra que o revestimento DLC produzido sobre estas camadas nitretadas exige um período inicial de “amacramento” até atingir a melhor condição de operação do ponto de vista tribológico.

Os resultados mostram que a topografia e o tipo de camada nitretada formada influenciam diretamente no desempenho do DLC. Ficou comprovado que o controle topográfico é extremamente importante, principalmente por que existe uma condição ideal de rugosidade que melhora o ancoramento mecânico do filme e bloqueia a propagação do deslocamento, mas sem comprometer o desempenho tribológico do sistema.

4. CONCLUSÕES

A rugosidade está relacionada com o desempenho tribológico deste tipo de revestimento. Dependendo das condições de processamento e camadas nitretadas resultantes, pode-se aumentar a durabilidade e reduzir o coeficiente de atrito.

O melhor tipo de camada para este tipo de sistema foi o DLC sobre a camada de difusão, que depois de um período inicial de “amaciamento” apresenta o melhor desempenho tribológico.

Foi desenvolvida uma metodologia que permite quantificar a área deslocada do ensaio de adesão da norma VDI3198 e refinar os resultados da técnica.

Comparar diretamente resultados de ensaio de adesão através de indentação Rockwell-C e ensaio de durabilidade somente é possível se os níveis de tensões tiverem a mesma intensidade.

O revestimento DLC estudado copia a topografia das superfícies, mas na presença de camada de compostos γ' , a formação do filme é heterogênea.

As condições de processamento que promovem o crescimento de camada de compostos ϵ e γ' aumentam muito mais a rugosidade do que as condições para camada de difusão apenas.

5. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Caracterizar o comportamento do sistema multicamadas: camada de difusão e revestimento DLC em componentes mecânicos reais e comparar com o desempenho de soluções comerciais;
- Realizar os ensaios de durabilidade em atmosferas controladas: em vácuo e em diferentes misturas gasosas para verificar se o comportamento se mantém;
- Refazer os ensaios de adesão e de durabilidade com campos de tensões de mesmo nível e comparar os resultados;
- Analisar o mecanismo de formação do revestimento de DLC através de deposição assistida por plasma sobre camadas nitretadas;
- Estudar o efeito do polimento das camadas nitretadas no ensaio de adesão e durabilidade, uma vez que a alteração topográfica não parece ser a única causa da diminuição do ancoramento;
- A caracterização da adesão quantificando a área deslocada se mostrou importante para o estudo de filmes finos, entretanto é necessário desenvolver um método para caracterizar as trincas (radiais e circunferenciais) e sua propagação;
- Estudar a influência da rugosidade, morfologia do sistema de camadas e homogeneidade do DLC nos campos de tensão e deformação criados pelos ensaios de adesão e durabilidade e consequentemente na propagação do deslocamento.

6. REFERÊNCIAS

- 1 ASM. **ASM Handbook: Surface Engineering**. v. 5. Materials Park, OH: ASM International, 1994. ISBN 9780871703842.
- 2 HUTCHINGS, I. M. **Tribology: friction and wear of engineering materials**. CRC Press, 1992. ISBN 9780340561843.
- 3 HOLMBERG, K.; ANDERSSON, P.; ERDEMIR, A. Global energy consumption due to friction in passenger cars. **Tribology International**, v. 47, p. 221-234, 2012. Disponível em: < <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-84856302673&partnerID=40&md5=3f76851cc37f0954f6d187959558b7fd> >. Acesso em: 10 mar. 2013.
- 4 EHRENSPIEL, K. et al. **Cost-Efficient Design**. Springer, 2010. ISBN 9783642071003.
- 5 ROBERTSON, J. Diamond-like amorphous carbon. **Materials Science and Engineering: R: Reports**, v. 37, n. 4-6, 2002. Disponível em: < <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0037165927&partnerID=40&md5=70e80691a332d71c9e0a1f5ca1e520d3> >.
- 6 JACOB, W.; MOLLER, W. On the structure of thin hydrocarbon films. **Applied Physics Letters**, v. 63, n. 13, p. 1771-1773, 1993. Disponível em: < <http://dx.doi.org/10.1063/1.110683> >. Acesso em: 10 mar. 2013.
- 7 DONNET, C.; ERDEMIR, A. **Tribology of Diamond-like Carbon Films: Fundamentals and Applications**. Springer, 2007. ISBN 9780387302645.
- 8 ERDEMIR, A. et al. Effect of source gas chemistry on tribological performance of diamond-like carbon films. **Diamond and Related Materials**, v. 9, n. 3-6, p. 632-637, 2000. Disponível em: < <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0034049732&partnerID=40&md5=1170694b55b09423b77c326523ed14ea> >. Acesso em: 10 mar. 2013.

- 9 ERDEMIR, A.; ERYILMAZ, O. L.; FENSKE, G. Synthesis of diamondlike carbon films with superlow friction and wear properties. **Journal of Vacuum Science and Technology A: Vacuum, Surfaces and Films**, v. 18, n. 4 II, p. 1987-1992, 2000. Disponível em: <
<http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0034225656&partnerID=40&md5=bbe8bac5aa15abdda8f90c04f5bd1906>>. Acesso em: 10 mar. 2013.
- 10 GRILL, A. Tribology of diamondlike carbon and related materials: An updated review. **Surface and Coatings Technology**, v. 94-95, p. 507-513, 1997. Disponível em: <
<http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0031246460&partnerID=40&md5=e937ec856099a4ad6a93b7692f293ff2>>. Acesso em: 10 mar. 2013.
- 11 NAKANISHI, K. et al. Investigation of DLC-Si coatings in large-scale production using DC-PACVD equipment. **Surface and Coatings Technology**, v. 200, n. 14-15, p. 4277-4281, 2006. Disponível em: <
<http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-33644688214&partnerID=40&md5=83a8851b9e40ef16ae834eeb745470d9>>. Acesso em: 10 mar. 2013.
- 12 GAYATHRI, S. et al. Tribological properties of pulsed laser deposited DLC/TM (TM=Cr, Ag, Ti and Ni) multilayers. **Tribology International**, v. 53, n. 0, p. 87-97, 2012. ISSN 0301-679X. Disponível em: <
<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0301679X12001326>>. Acesso em: 10 mar. 2013.
- 13 PINEDO, C. E.; MONTEIRO, W. A. Surface hardening by plasma nitriding on high chromium alloy steel. **Journal of Materials Science Letters**, v. 20, n. 2, p. 147-149, 2001. ISSN 02618028 (ISSN). Disponível em: <
<http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0035862454&partnerID=40&md5=5eedefb1000d6b93366ecc2eb1e3c6a1>>. Acesso em: 10 mar. 2013.
- 14 ASM. **ASM Handbook: Heat treating**. v. 4. Materials Park, OH: ASM International, 1991. ISBN 9780871703798.

- 15 PYE, D. **Practical nitriding and ferritic nitrocarburizing**. ASM International, 2003. ISBN 9780871707918.
- 16 MICHALSKI, J. et al. Contemporary industrial application of nitriding and its modifications. **Materials and Manufacturing Processes**, v. 24, n. 7-8, p. 855-858, 2009. ISSN 10426914 (ISSN). Disponível em: <
<http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-73149089910&partnerID=40&md5=bd8fd0452a1df4146be0b812271e920c>>. Acesso em: 10 mar. 2013.
- 17 ASM. **ASM Handbook: Alloy phase diagrams**. v. 3. Materials Park, OH: ASM International, 1992. ISBN 9780871703811.
- 18 DIETER, G. E.; BACON, D. **Mechanical metallurgy**. SI metric ed. McGraw-Hill, 1988. ISBN 0071004068.
- 19 JEONG, B. Y.; KIM, M. H. Effects of pulse frequency and temperature on the nitride layer and surface characteristics of plasma nitrided stainless steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 137, n. 2-3, p. 249-254, 2001. Disponível em: <
<http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0035868341&partnerID=40&md5=4e93e22f48fdc13e812ce490a518c9a5>>. Acesso em: 10 mar. 2013.
- 20 KARAKAN, M.; ALSARAN, A.; ÇELIK, A. Effects of various gas mixtures on plasma nitriding behavior of AISI 5140 steel. **Materials Characterization**, v. 49, n. 3, p. 241-246, 2002. Disponível em: <
<http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0036823036&partnerID=40&md5=e168a33f884b0bb66f302dde6f57f809>>. Acesso em: 10 mar. 2013.
- 21 MALISKA, A. M.; SOUZA, A. R. D. **Influencia de elementos de liga e do oxigenio no processo de nitretação por plasma em aços sinterizados**. 1995. 146 Tese (Doutorado). Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Florianópolis.
- 22 SINGH, G. P. et al. Effect of surface roughness on the properties of the layer formed on AISI 304 stainless steel after plasma nitriding. **Surface and Coatings Technology**, v. 200, n. 20-21, p. 5807-5811, 2006. ISSN 02578972 (ISSN). Disponível em: <
<http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0->

33645829303&partnerID=40&md5=3290791d5ba944d10cca0d383d57b212 >. Acesso em: 10 mar. 2013.

- 23 VIDAKIS, N.; ANTONIADIS, A.; BILALIS, N. The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 143-144, n. 1, p. 481-485, 2003. ISSN 09240136 (ISSN). Disponível em: <
<http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0242692385&partnerID=40&md5=41de1e9d68ceee16ab5952e5333ac20f> >. Acesso em: 10 mar. 2013.
- 24 HEINKE, W. et al. Evaluation of PVD nitride coatings, using impact, scratch and Rockwell-C adhesion tests. **Thin Solid Films**, v. 270, n. 1-2, p. 431-438, 1995. Disponível em: <
<http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0029487828&partnerID=40&md5=82d55905f879058fb4688f749af46613> >. Acesso em: 10 mar. 2013.
- 25 STOUT, K. J. **Development of Methods for the Characterisation of Roughness in Three Dimensions**. Penton Press, 2000. ISBN 9781857180237.
- 26 WHITEHOUSE, D. J. **Surfaces And Their Measurement**. HPS, 2002. ISBN 9781903996010.
- 27 DONG, W. P.; SULLIVAN, P. J.; STOUT, K. J. Comprehensive study of parameters for characterizing three-dimensional surface topography I: Some inherent properties of parameter variation. **Wear**, v. 159, n. 2, p. 161-171, 1992. Disponível em: <
<http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0026980545&partnerID=40&md5=a014bda0f98db73569942d806a6b28fa> >. Acesso em: 10 mar. 2013.
- 28 DE SOUZA, G. B. et al. Indentation hardness of rough surfaces produced by plasma-based ion implantation processes. **Surface and Coatings Technology**, v. 204, n. 18-19, p. 3013-3017, 2010. Disponível em: <
<http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-77953359999&partnerID=40&md5=a2707451b0e7ffc1c6a7fb009029b3ac> >. Acesso em: 10 mar. 2013.

- 29 BINDER, C. **Avaliação do desempenho de componentes de ferro sinterizado nitretados por plasma em reator de escala industrial**. 2006. 78 Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Florianópolis.
- 30 MONTGOMERY, D. C. **Design and Analysis of Experiments**. 5. New York: John Wiley & Sons, Inc., 1997. 684 ISBN 9788126510481.
- 31 BLUNT, L.; JIANG, X. **Advanced Techniques for Assessment Surface Topography: Development of a Basis for 3D Surface Texture Standards "Surfstand"**. Kogan Page Science, 2003. ISBN 9781903996119.
- 32 GADELMAWLA, E. S. et al. Roughness parameters. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 123, n. 1, p. 133-145, 2002. Disponível em: < <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0037051748&partnerID=40&md5=28c064ed60c338ac1ea5a95f8c98f033> >. Acesso em: 10 mar. 2013.
- 33 DE MELLO, J. D. B.; BINDER, R. A methodology to determine surface durability in multifunctional coatings applied to soft substrates. **Tribology International**, v. 39, n. 8, p. 769-773, 2006. ISSN 0301679X (ISSN). Disponível em: < <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-33645751810&partnerID=40&md5=c9115c2bb96a26561ce83574a2b07a97> >. Acesso em: 10 mar. 2013.
- 34 MASON, R. S.; PICHILINGI, M. Sputtering in a glow discharge ion source-pressure dependence: theory and experiment. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 27, n. 11, p. 2363, 1994. ISSN 0022-3727. Disponível em: < <http://stacks.iop.org/0022-3727/27/i=11/a=017> >.
- 35 PÉREZ R, E. A.; SOUZA, R. M. Numerical and experimental analyses on the contact stresses developed during single and successive indentations of coated systems. **Surface and Coatings Technology**, v. 188-189, n. 0, p. 572-580, 2004. ISSN 0257-8972. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897204005560> >. Acesso em: 2004/12//.

- ³⁶ PACHLER, T.; SOUZA, R. M.; TSCHIPTSCHIN, A. P. Finite element analysis of peak stresses developed during indentation of ceramic coated steels. **Surface and Coatings Technology**, v. 202, n. 4-7, p. 1098-1102, 2007. ISSN 0257-8972. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897207008171> >.
- ³⁷ STRAFFORD, K. N.; SUBRAMANIAN, C.; WILKS, T. P. Properties and characteristics of advanced tribological surface coatings and the assessment of quality-for-performance for enhanced manufacturing efficiency. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 38, n. 1-2, p. 431-448, 1993. ISSN 0924-0136. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/092401369390215R> >. Acesso em: 10 mar. 2013.
- ³⁸ LARA, L. O. C. **Otimização de triborevestimentos multifuncionais: Uma abordagem experimental / computacional**. 2012. 145 Tese de doutorado, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia.