

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

SILVIU VICTOR

ESTUDO DO EFEITO DE REVESTIMENTOS DE NCRAISI, NO COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO DE AÇOS FERRAMENTA.

Florianópolis 2012

SILVIU VICTOR

ESTUDO DE REVESTIMENTOS DE NCRAISI, NO COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO DE AÇOS FERRAMENTA.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia dos Materiais.

Orientador: prof. DSc. Carlos Augusto Silva de Oliveira

Florianópolis 2012 Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Victor, Silviu

Estudo do efeito de revestimentos de NCrAlSi, no comportamento tribológico de aços ferramenta [dissertação] / Silviu Victor ; orientador, Carlos Augusto Silva de Oliveira - Florianópolis, SC, 2012. 91 p. ; 21cm

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. Revestimento PVD de NCrAlSi adesividade e resistência ao desgaste.. 3. Comportamento tribológico. 4. Adesividade e resitência o desgaste. 5. Conformação a frio. I. Oliveira, Carlos Augusto Silva de. II. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. III. Título.

SILVIU VICTOR

ESTUDO DE REVESTIMENTOS DE NCRAISI, NO COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO DE AÇOS FERRAMENTA.

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do Título de "Mestre", e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

Florianópolis, 10 de abril de 2012.

Prof., DSc. Carlos Augusto Silva de Oliveira Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC Orientador

Prof., DSc. Carlos Augusto Silva de Oliveira Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC Coordenador do PGMAT

Banca Examinadora:

Prof., Dr. Ing. Lirio Schaeffer Universidade Federal do Rio Grande do Sul – DEM/UFRGS

Prof. Dr. Ing. Daniel Biasoli de Mello Universidade Federal de Uberlândia – DEM/UFU

Prof. Dr. Ing. Aloísio Nelmo Klein Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC

Dedico esta dissertação:

A Deus por me conceder sabedoria para o discernimento na escolha dos caminhos e força para superar os obstáculos e ainda aprender com estes.

A meus Pais, que sempre acreditaram que eu seria capaz, me contagiando com sua fé, perseverança e dedicação.

À minha esposa que sempre me deu apoio e compreensão para não desistir, nos meus momentos de fraquezas.

As minhas filhas que são minha fonte de motivação para acreditar no futuro e lutar para construí-lo melhor.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, Nelita Batista Victor e Onildo Victor, por me educarem com amor, me ensinando os valores de uma família da qual me orgulho.

À minha esposa Edilene Renkavieski Victor e minhas filhas Laís Gabrielle Victor e Lara Cristina Victor que souberam tolerar minha ausência pela dedicação ao estudo, mas que sempre foram fonte de motivação durante este período.

Ao Professor Carlos Augusto, meu orientador, que por muitas vezes me indicou a melhor direção.

Aos companheiros de aula Fabiano Domingos Silva e Márcio Silverio pelas longas discussões técnicas durante as viagens entre Joinville e Florianópolis.

Ao colega Cristiano Binder do Labmat da UFSC, pelas orientações e disponibilização de recursos para os ensaios.

Aos colegas João Barreiro, Geraldo e Carlos da Platit, pelas discussões técnicas e pelo revestimento das amostras.

Aos ferramenteiros, Rogerio Kiesewetter e Paulo Henrique Sohn, pela ajuda na fabricação das amostras.

A todos que direta ou indiretamente ajudaram na execução desta dissertação.

"A mente que se abre a uma nova ideia, jamais voltará ao seu tamanho original."

Albert Eisten 1879 - 1955

RESUMO

Este trabalho apresenta um estudo sobre filmes de revestimento de NCrAlSi, aplicados pelo processo de Deposição Física de Vapor (PVD), em corpos de prova fabricados em aço ferramenta.

Com estes corpos de prova pretende-se avaliar a resistência ao desgaste e adesividade dos revestimentos para aplicação em ferramentas de conformação a frio, mais especificamente no processo de estampagem de carcaças para compressores herméticos, a partir de chapas de aço SAE1006 com até 3,5mm de espessura.

Os corpos de prova foram austenitizados a 1030°C, revenidos a 530°C e submetidos a tratamento criogênico, obtendo-se assim, uma dureza entre 60 e 62 HRC.

Para avaliar o comportamento tribológico, foram preparados corpos de prova com diferentes características relativas ao acabamento superficial, à forma de deposição, à composição química e à espessura dos revestimentos.

Foram produzidos três tipos de acabamento superficial: Polido; Microjateado; Microjateado e Polido. Quanto à forma de deposição, os revestimentos foram depositados em multicamadas e em gradiente de composição química. No início das camadas manteve-se a mesma composição química para todos os revestimentos, sendo 75% Cr e 25% AlSi. Durante a deposição os percentuais de Cr diminuíram do início para o final da camada enquanto que os percentuais de AlSi aumentaram, formando alguns lotes com 50% de Cr e 50% de AlSi e outros lotes com 30% Cr e 70% AlSi na superfície dos revestimentos. A espessura nominal planejada para os revestimentos foi com lotes de 2µm e de 3µm de espessura.

Desta forma foram aplicados cinco lotes diferentes de revestimento, com três corpos de prova em cada lote, sendo um de cada acabamento superficial, totalizando quinze amostras.

A comparação do comportamento tribológico entre as amostras se deu, submetendo-as aos ensaios de: Análise topográfica da superfície do substrato e do revestimento; Análise microestrutural e composição química através de Microscopia ótica (MO); Microscopia eletrônica de varredura (MEV) com EDS; Análise das fases presentes nos revestimentos por difração de Raios-X; Dureza dos revestimentos por Microindentação e Nanoindentação; Tensões residuais nos revestimentos por difração de Raios-X; Teste de Adesividade dos revestimentos ao substrato; Análise do comportamento tribológico dos revestimentos

Pelos resultados obtidos nos experimentos, pôde-se concluir que os revestimentos depositados em gradiente de composição química, com 30% de Cr e 70% de AlSi no final da camada, com espessura de $3\mu m$ e com acabamento superficial microjateado, apresentaram melhores resultados em todos os testes a que foram submetidos.

Percebeu-se também, que a variação dos teores de Cr e AlSi, não evidenciaram correlação significativa na resistência ao desgaste e adesividade dos revestimentos.

O maior diferencial percebido entre as condições experimentais empregadas foi o microjateamento após o polimento, que proporcionou a melhor classificação de adesividade dos revestimentos.

Palavras-chave: PVD, revestimento de NCrAlSi, conformação a frio, comportamento tribológico, adesividade e resistência ao desgaste.

ABSTRACT

This paper presents a study about NCrAlSi films coating, applied by process of Physical Vapor Deposition (PVD) in test samples made of tool steel.

With these samples it's intend to evaluate the wear resistance and adhesion of coatings for using in cold forming tools, more specifically in the stamping process of carcases for hermetic compressors of SAE1006 steel sheets up to 3.5 mm thick.

The samples were austenitized at 1030° C, quenched at 530° C and subjected to cryogenic treatment, thereby obtaining hardness between 60 and 62 HRC.

To evaluate the tribological behavior, specimens were prepared with different characteristics for the coating, the coating deposition form, chemical composition and thickness of the coatings.

Three types of surface finishes were produced: Polished; Microblasted; Microblasted and Polished. Regarding the form of deposition, the coatings were deposited in multilayer and gradient chemical composition. At the beginning of the layers remained the same chemical composition for all coatings being 75% Cr and 25% AlSi. During deposition the percentages of Cr decreased from the start to the end of the layer while the percentages of AlSi increased by forming some batches with 50% Cr and 50% AlSi and other lots with 30% Cr and 70% of the surface of the AlSi coatings. The nominal thickness of the coatings was planned with lots of 2μ m and 3μ m thick.

Thus were applied five different lots of coat, with three specimens in each lot, one for each surface finish, amounting fifteen samples.

The comparison of the tribological behavior between samples occurred, subjecting them to tests: Topographic Analysis of the substrate surface and coating, chemical and microstructural analysis by optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM) with EDS, Analysis of present phases in coatings by X-ray diffraction, hardness of the coatings by Nanoindentation and microindentation; residual stresses in coatings by X-ray diffraction; Adhesion Testing of coatings to the substrate; Analysis of the tribological behavior of the coatings.

Through the results gotten from the experiments, could be concluded that the coatings deposited with chemical composition gradient, with 30% of Cr and 70% of AlSi on the end of layer, with a

thickness of $3\mu m$ and microblasted surface, showed better results in all the tests they undergone.

It was note that changes in the levels of Cr and AlSi showed no significant correlation in the wear resistance and adhesion of coatings.

After analyzing all the results could be conclued that the major difference between the experimental conditions employed was microblasting after polishing, which provide the best adhesion classification of coatings.

Key-words: PVD, Coatings of NCrAlSi, Cold forming, tribological behavior, adhesion, and Wear resistance.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2-1 – Tipos de desvios da superfície real e a ideal.	20
Figura 2-2 – Mecanismos de contato	22
Figura 2-3 - Mecanismos de falha de revestimentos:	23
Figura 2-4 – Efeito de indentação no substrato	23
Figura 2-5 – Tipos de desgaste	26
Figura 2-6 – Representação de desgaste abrasivo a 2 e 3 corpos	27
Figura 2-7 – Caracterização de superfícies danificadas por desgaste	
abrasivo	28
Figura 2-8 - Representação esquemática dos micro-mecanismos	
abrasivos	29
Figura 2-9 - Contato e transferência de partículas no desgaste pôr ades	são
	30
Figura 2-10 - Variação do coeficiente de adesão em função da dureza	e
da estrutura cristalina dos metais	31
Figura 2-11 – Representação esquemática dos tipos de interface	32
Figura 2-12 – Porosidade no revestimento TiN em aço D2 retificado.	
Ra=0.42um	34
Figura 2-13 - Efeito da rugosidade no desgaste do revestimento	35
Figura 2-14 – Comparação do consumo de lubrificante em 3 situações	:
С I , , , , , , , , , , , , , , , , , ,	37
Figura 2-15 – Desenho esquemático de deposição em multicamadas	38
Figura 2-16 – Desenho esquemático de deposição em gradiente de	
composição	38
Figura 2-17 – Dureza dos revestimentos	40
Figura 2-18 - Modos de falha de filmes sob tensão residual: a)	
desplacamento do revestimento por tração e baixa aderência;	43
Figura 3-1- Fluxograma de formação dos lotes de amostras	45
Figura 3-2 – Corpo de prova estudado	48
Figura 3-3 - Curva de revenimento do aço VF800AT da Villares	49
Figura 3-4 – Forno de revestimento Platit	50
Figura 3-5 – Representação da deposição em multicamadas	51
Figura 3-6 – Representação deposição em gradiente de composição	
química	51
Figura 3-7 – Representação esquemática da seção transversal preparad	la
para análise microestrutural	52
Figura 3-8 – Indicação da superfície analisada por difração de raios-X	
nas amostras	54
Figura 3-9 - Padrão de aprovação de adesividade	56

Figura 3-10 – Sistema de coordenadas polares definidas para medição
das tensões residuais
Figura 3-11- Esquema de funcionamento do Tribômetro58
Figura 3-12 - Representação esquemática da geometria de contato dos
ensaios tribológicos
Figura 3-13 - Imagem de uma topografia de superfície
Figura 3-14 – Parâmetros para cálculo da calota esférica
Figura 4-1 – Microestrutura do substrato após tratamento térmico com
ampliação de 200 vezes
Figura 4-2 – Espessura média e o desvio padrão de cada lote de
revestimento
Figura 4-3 – Imagem da medição da espessura do revestimento –
Amostra P1 Lote L1
Figura 4-4 - Imagem ampliada das camadas de revestimento
Figura 4-5 – Variação dos teores de Cr e AlSi em cada lote de
revestimento
Figura 4-6 – Difratograma da amostra P467
Figura 4-7 - Rugosidade das amostras com e sem revestimento 68
Figura 4-8 – Imagens 3D das superfícies das amostras sem revestimento
Figura 4-9 – Gráfico dos resultados de dureza por microindentação 70
Figura 4-10 – Gráfico dos resultados de dureza por nanoindentação em
diferentes profundidades do revestimento71
Figura 4-11 - Gráfico dos resultados de dureza por nanoindentação, na
profundidade de 1µm72
Figura 4-12 - Gráfico dos resultados de dureza por nanoindentação, na
profundidade de 0,15µm73
Figura 4-13 – Comparação das imagens das indentações das amostras
microjateadas
Figura 4-14 – Imagem da indentação na amostra MJ4 com carga de
150Kg
Figura 4-15 – Imagem da indentação na amostra MJ3 com carga de
150Kg
Figura 4-16 – Exemplo de um dos gráficos do coeficiente de atrito
gerado no ensaio do tribometro
Figura 4-1/ - Comparação do Coefficiente de atrito $[\mu]$ entre os lotes e
acadamentos superniciais
rigura 4-10 – imagens 5D das pistas formadas nos ensalos de desgaste
COIII 50 IIIIIIIIIIOS
rigura 4-19 – 1 axa de desgaste carculada no contra-corpo

Figura 4-20 – Imagens 3D das pistas de desgaste, com 60 minutos de
duração
Figura 4-21 – Comparação do coeficiente de atrito nos ensaios de 30 e
60 minutos
Figura 4-22 – Comparação da Taxa de desgaste calculado no
contracorpo nos ensaios de 30 e 60 minutos
Figura 4-23 – Tribocamada formada dentro da pista de desgaste na
amostra MJP2 84
Figura 4-24 - Espectro EDS dentro da pista de desgaste de um ensaio de
60 minutos
Figura 4-25 - Ampliação dos droplets cisalhados na pista de desgaste da
amostra MJP2 85

LISTA DE TABELAS

Tabela 2-1 - Classificações dos mecanismos de desgaste	25
Tabela 2-2 - Dureza por microindentação disponível na literatura par	a
alguns revestimentos	40
Tabela 2-3 – Tensão residual característica encontrada nos	
revestimentos	44
Tabela 3-1 - Descrição dos códigos das amostras de cada lote de	
revestimento	46
Tabela 3-2 – Composição química do aço VF800AT da Villares	48
Tabela 3-3 – Identificação das amostras utilizadas na análise	
microestrutural	53
Tabela 3-4 – Lotes e amostras utilizadas na análise de espessura dos	
revestimentos	53
Tabela 3-5 – Lotes e amostras utilizadas na análise do MEV	54
Tabela 3-6 – Lotes e amostras utilizadas na análise DRX	54
Tabela 3-7 – Lotes e amostras utilizadas na análise de dureza por	
microindentação	55
Tabela 3-8 - Lotes e amostras utilizadas na análise de desgaste	59
Tabela 4-1 - Dureza das amostras antes e após o revestimento	62
Tabela 4-2 - Fases presentes nos lotes de revestimentos e suas estruti	uras
cristalinas	67
Tabela 4-3 – Resultados da medição de Rugosidades [Sa] antes e apo	ós o
revestimento das amostras	68
Tabela 4-4 - Resultados de tensão residual por lote de revestimento a	no
sentido longitudinal e transversal.	74
Tabela 4-5 - Resultados da classificação das indentações conforme	
padrão de adesividade de revestimentos	75
Tabela 4-6 – Dados do cálculo do volume desgastado e taxa de desg	aste
da Esfera	80
Tabela 4-7 - Quadro resumo dos resultados de cada lote de revestime	ento.
-	85

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

PVD - Phisical Vapor Deposition (Deposição física de fase vapor).

MEV – Microscopio Eletrônico de Varredura

MO – Microscópio Óptico.

EDS – Energy Dispersive Spectroscopy (Espectroscopia de energia dispersiva).

 $\boldsymbol{\mu}$ - Coeficiente de atrito.

Kgf – Kilogramaforça.

µm - Micrometro

WC/Co – Metal Duro.

GPa – GigaPascal.

L1, L2, L3, L4 e L5 – Identificação dos lotes de revestimento.

P-Acabamento superficial polido

MJ - Acabamento superficial micro jateado

MJP - Acabamento superficial micro jateado e polido.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	19
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
2.1	CONTATO TRIBOLÓGICO DE SUPERFÍCIES	
REVES	TIDAS	20
2.2	MECANISMOS DE DESGASTE	24
2.2.1	Desgaste abrasivo	26
2.2.2	Desgaste adesivo	29
2.3	ADERÊNCIA DO REVESTIMENTO AO SUBSTRATO	31
2.4	EFEITO DA RUGOSIDADE DO SUBSTRATO NOS	
REVES	TIMENTOS	34
2.5	CARACTERÍSTICAS DOS REVESTIMENTOS	36
2.5.1	Revestimentos em multicamadas	37
2.5.2	Revestimentos em gradiente de composição	38
2.6	DUREZA DOS REVESTIMENTOS	39
2.6.1	Microindentação	39
2.6.2	Nanoindentação	41
2.7	TENSÃO RESIDUAL	41
3	METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS	
3 EXPEF	METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS RIMENTAIS	45
3 EXPER 3.1	METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS RIMENTAIS CORPOS DE PROVA	 45 47
3 EXPER 3.1 3.2	METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS RIMENTAIS CORPOS DE PROVA REVESTIMENTOS	 45 47 50
3 EXPER 3.1 3.2 3.2.1	METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS RIMENTAIS CORPOS DE PROVA REVESTIMENTOS Revestimentos multicamadas	 45 47 50 50
3 EXPER 3.1 3.2 3.2.1 3.2.2	METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS RIMENTAIS CORPOS DE PROVA REVESTIMENTOS Revestimentos multicamadas Revestimentos com gradiente de composição	 45 47 50 50 51
3 EXPER 3.1 3.2 3.2.1 3.2.2 3.3	METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS RIMENTAIS	 45 47 50 50 51 52
3 EXPER 3.1 3.2 3.2.1 3.2.2 3.3 3.3.1	METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS RIMENTAIS	45 47 50 50 51 52 53
3 EXPER 3.1 3.2 3.2.1 3.2.2 3.3 3.3.1 3.3.2	METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS RIMENTAIS CORPOS DE PROVA REVESTIMENTOS Revestimentos multicamadas Revestimentos com gradiente de composição ANÁLISE MICROESTRUTURAL Análise por Microscopia Óptica (MO) Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	45 47 50 50 51 52 53 53
3 EXPER 3.1 3.2 3.2.1 3.2.2 3.3 3.3.1 3.3.2 3.3.3	METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS RIMENTAIS	45 47 50 51 52 53 53 54
3 EXPER 3.1 3.2 3.2.1 3.2.2 3.3 3.3.1 3.3.2 3.3.3 3.4	METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS IMENTAIS	45 47 50 51 52 53 53 54 55
3 EXPER 3.1 3.2 3.2.1 3.2.2 3.3 3.3.1 3.3.2 3.3.3 3.4 3.5	METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS RIMENTAIS	45 47 50 51 52 53 53 54 55 55
3 EXPER 3.1 3.2 3.2.1 3.2.2 3.3 3.3.1 3.3.2 3.3.3 3.4 3.5 3.5.1	METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS RIMENTAIS	45 47 50 51 52 53 53 54 55 55
3 EXPER 3.1 3.2 3.2.1 3.2.2 3.3 3.3.1 3.3.2 3.3.3 3.4 3.5 3.5.1 3.5.2	METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS RIMENTAIS	45 47 50 51 52 53 53 55 55 55
3 EXPER 3.1 3.2 3.2.1 3.2.2 3.3 3.3.1 3.3.2 3.3.3 3.4 3.5 3.5.1 3.5.2 3.6	METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS RIMENTAIS	45 47 50 50 50 50 50 55 55 55 56
3 EXPER 3.1 3.2 3.2.1 3.2.2 3.3 3.3.1 3.3.2 3.3.3 3.4 3.5 3.5.1 3.5.2 3.6 3.7	METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS IMENTAIS	45 47 50 51 52 53 53 55 55 55 55 56 57
3 EXPER 3.1 3.2 3.2.1 3.2.2 3.3 3.3.1 3.3.2 3.3.3 3.4 3.5 3.5.1 3.5.2 3.6 3.7 3.8	METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS RIMENTAIS	45 47 50 51 52 53 53 55 55 56 57 58
3 EXPER 3.1 3.2 3.2.1 3.2.2 3.3 3.3.1 3.3.2 3.3.3 3.4 3.5 3.5.1 3.5.2 3.6 3.7 3.8 3.8.1	METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS RIMENTAIS	45 47 50 51 52 53 55 55 55 55 57 58 60

4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	62
4.1	ANÁLISE MICROESTRUTURAL	62
4.1.1	Corpos de prova	62
4.1.2	Espessura real dos revestimentos	63
4.1.3	Caracterização da forma de deposição dos revestimentos	65
4.1.4	Composição química dos revestimentos	65
4.2	ANÁILISE DAS FASES PRESENTES	66
4.3	ANÁLISE DAS SUPERFÍCIES	67
4.4	DUREZA DOS REVESTIMENTOS	70
4.4.1	Dureza dos revestimentos por microindentação	70
4.4.2	Dureza dos revestimentos por nanoindentação	71
4.5	ANÁLISE DAS TENSÕES RESIDUAIS	73
4.6	ANÁLISE DA ADESIVIDADE DOS REVESTIMENTOS	74
4.7	ANÁLISE DE TRIBOLÓGICA	77
4.7.1	Coeficiente de atrito	77
4.7.2	Análise das Pistas de desgaste	78
4.7.3	Taxas de desgaste do contra-corpo	79
4.8	REPETIÇÃO DO ENSAIO DE DESGASTE (60 MINUTOS))81
4.8.1	Análise da tribocamada na pista de desgaste	83
4.9	RESUMO DOS RESULTADOS	85
5	CONCLUSÕES	86
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	88
7	BIBLIOGRAFIA	89

1 INTRODUÇÃO

A utilização de revestimento de ferramentas, para diminuir desgaste e conseqüentemente obter melhor desempenho destas ferramentas, tem sido amplamente aplicada nos processos de fabricação. A necessidade de reduzir os custos de fabricação é cada vez mais importante, devido à forte concorrência imposta pelo mercado em todos os setores.

O desempenho das ferramentas revestidas pode ser afetado tanto pela escolha do revestimento mais adequado ao processo, quanto pelas características de superfície do substrato e a forma de deposição do revestimento.

Os revestimentos produzidos por deposição física de vapor (PVD) têm sido utilizados por diversas áreas da engenharia, por causa de suas desejáveis propriedades, incluindo altas durezas e por serem quimicamente inertes. No entanto, um crescente número de aplicações está sendo identificado, onde as propriedades dos revestimentos de TiN, não são suficientes, há então um esforço para encontrar revestimentos mais adequados a estas aplicações (BULL e JONES, 1996).

A aplicação de revestimentos compostos por TiN, AlTiN, CrN, DLC, entre outros, em substratos duros é há muito tempo, uma alternativa comercial para evitar o desgaste prematuro de ferramentas. Normalmente a aplicação destes revestimentos leva em consideração a distribuição de tensões entre as superfícies em contato de modo a permitir o desgaste uniforme do revestimento (HOLMBERG e MATTHEWS, 2001).

Para melhorar as propriedades dos revestimentos de nitreto de cromo, pode-se acrescentar um terceiro elemento. O elemento mais promissor é o alumínio, que formaria um sistema ternário de Cr, Al e N, cujas propriedades foram caracterizadas como mais resistentes ao desgaste abrasivo e à oxidação (J.L. MO, 2008)

Existem, portanto muitas alternativas de revestimento, cada qual com propriedades particulares. Neste estudo pretendeu-se avaliar o efeito de revestimentos de NCrAlSi, aplicados por PVD em aço VF800, na resistência ao desgaste.

Os revestimentos foram aplicados em corpos de prova fabricados seguindo as mesmas características das ferramentas do processo de estampagem utilizadas na fabricação das carcaças de compressores herméticos. Assim, os resultados dos ensaios de laboratório, indicaram o revestimento mais adequado para aplicação prática.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Para facilitar o estudo do efeito dos revestimentos no comportamento tribológico, neste capítulo é apresentada uma revisão da literatura referente ao contato tribológico das superfícies, os mecanismos de desgaste, a adesividade dos revestimentos, os efeitos dos revestimentos em multicamadas e em gradiente de composição, a dureza dos revestimentos e a tensão residual nos revestimentos.

2.1 CONTATO TRIBOLÓGICO DE SUPERFÍCIES REVESTIDAS

O atrito entre dois corpos é causado por forças que agem na sua interface. Estas forças são determinadas pela carga aplicada, pelas propriedades dos materiais e pela área de contato, que é dependente da rugosidade das superfícies em contato.

A rugosidade de qualquer superfície é determinada pelo processo de acabamento usado para produzi-la. Mesmo depois de polida, ela ainda será rugosa em escala atômica. Porém é importante distinguir os erros de forma, a ondulação, a rugosidade e a micro-rugosidade quando comparados à superfície plana ideal, conforme representado na Figura 2-1.



(HANDBOOK, 1992)

O revestimento aplicado nas superfícies tende a reproduzir a topografia sobre a qual foi aplicado, portanto sua contribuição para o contato está relacionada com a utilização de materiais com propriedades mais adequadas a redução do atrito.

Segundo Holmberg, o contato tribológico entre duas superfícies é controlado por quatro parâmetros fundamentais (HOLMBERG, MATTHEWS e RONKAINEN, 1998):

- Relação de dureza entre o revestimento e o substrato;
- Espessura do revestimento;
- Rugosidade das superfícies;
- Tamanho e dureza dos resíduos de desgaste no contato, podendo ser originado de fonte externa ou da interação das superfícies em desgaste.

A relação entre estes parâmetros resultará em um número de diferentes condições que influenciam diretamente nos mecanismos de contato, conforme mostra a Figura 2-2. Na coluna da esquerda da figura são apresentados os modos de falha, quando aplicado revestimento mole sobre um substrato duro. Por exemplo, no parâmetro espessura do revestimento, pode ocorrer sulcamento (a) em revestimentos mais espessos e cisalhamento (b) em espessuras menores.

Na coluna da direita são apresentados os modos de falha quando aplicado um revestimento duro sobre um substrato mole.



Segundo (HOGMARK, JACOBSON, *et al.*, 2000), em geral os revestimentos falham de duas formas:

- ✓ Falha prematura ou
- ✓ Desgaste gradual.

Se a resistência ao desgaste do revestimento é alta, este irá desgastar de forma gradual e lenta. Entretanto, se o revestimento apresenta falha prematura devido à baixa aderência ao substrato ou trincas e estilhaçamento do mesmo, o tempo de vida deverá ser reduzido devido aos resíduos do desgaste que se infiltram nas interfaces em contato, formando o tribosistema e acelerando o processo de desgaste (HOGMARK, JACOBSON, *et al.*, 2000).

A falha prematura impossibilita a utilização de todo o potencial do revestimento, devido a um ou mais dos seguintes fatores:

- Desplacamento do revestimento;
- Deformação permanente do revestimento;
- Trincas e estilhaçamento do revestimento;
- Aderência de material do contracorpo.

A Figura 2-3 apresenta esquematicamente alguns dos principais mecanismos de falha dos revestimentos:



a) Estado inicial. b) Falha prematura devido a desplacamento do revestimentos. c) Trincas e estilhacamento do revestimento. d) Deformação do revestimento e do substrato. e) Deformação do revestimento e do substrato incluindo fratura do revestimento. f) Adesão de material do contracorpo. g) Desgaste gradual do revestimento. h) Início de desgaste gradual seguido de desplacamento do revestimento. i) Desplacamento do revestimento seguido de desgaste

acelerado do substrato. (HOGMARK, JACOBSON, et al., 2001)

Grande parte destes modos de falha pode ser evitada, se os campos elásticos do revestimento e do substrato forem similares, para que ocorra o suporte mecânico do substrato sem romper a camada de revestimento, quando aplicada uma carga. Quando o campo elástico do substrato for maior do que a camada de revestimento possa suportar, ocorre o efeito de indentação, causando sulcamento e trincas dentro da área de contato e na região fora do contato devido à deformação plástica, como apresentado na Figura 2-4



Figura 2-4 – Efeito de indentação no substrato. (HOLMBERG e MATTHEWS, 2001)

2.2 MECANISMOS DE DESGASTE

Talvez o maior desafio na solução de problemas de desgaste é antecipar o(s) tipo(s) de desgaste(s) a que os componentes estarão sujeitos. Um material só pode ser removido de uma superfície sólida de três formas: por fusão, por dissolução química ou pela separação física dos átomos da superfície. Os processos mecânicos e químicos podem ocorrer separadamente ou em conjunto, assim como a abrasão em um meio corrosivo (HANDBOOK, 1992).

Segundo (MELLO, 1994) e (STOETERAU, 2004) pode-se definir desgaste como sendo a perda progressiva e indesejável de partículas discretas, da superfície de um corpo em consequência do movimento relativo de outro corpo sobre o mesmo.

Existem diferentes termos utilizados para descrever os mesmos mecanismos de desgaste. Isto pode gerar algumas dúvidas quando se compara as definições de diferentes autores. Na Tabela 2-1 é apresentado um resumo de algumas referências bibliográficas e suas respectivas classificações dos mecanismos de desgaste, segundo (ZUM GAHR, 1987).

Fonte	Referência	Mecanismos de Desgaste
Burwell e Strang	(BURWELL; STRANG, 1952 <i>apud</i> ZUM GAHR, 1987)	Desgaste abrasivo, desgaste corrosivo, desgaste por fadiga, erosão, fricção e cavitação.
Jahanmir	(JAHANMIR, 1980 <i>apud</i> ZUM GAHR, 1987)	Adesão, delaminação, fricção, abrasão, erosão, desgaste por impacto, fadiga, desgaste por corrosão, desgaste difusivo e desgaste por contato elétrico.
Godfrey	(GODFREY, 1980 <i>apud</i> ZUM GAHR, 1987)	Desgaste adesivo baixo, desgaste adesivo severo, abrasão, erosão, corrosão, delaminação, eletrocorrosão, fricção corosiva, falha por cavitação, descarga elétrica e polimento.
Rice	(RICE, 1980 <i>apud</i> ZUM GAHR, 1987)	Adesão, abrasão, fadiga, corrosão ou oxidação.
Bhushan	(BHUSHAN; GUPTA, 1991)	Adesão, abrasão, fadiga, erosão, corrosão e desgaste por arco elétrico induzido.
DIN 50320	(DIN 50320, 1979)	Adesão, abrasão, fadiga e reação triboquímica.

Tabela 2-1 - Classificações dos mecanismos de desgaste (ZUM GAHR, 1987)

Os mecanismos de desgaste citados por (MELLO, 1994) mostrados na Figura 2-5, são classificados com o percentual que geralmente ocorrem. O desgaste abrasivo é o mecanismo mais frequente, representando 50% dos casos de desgaste, seguido pelo desgaste adesivo com 15% e pelo desgaste erosivo com 8%. Os demais mecanismos de desgaste têm baixa ocorrência em relação aos três primeiros.

A seguir serão abordados somente os mecanismos de desgastes abrasivo e adesivo, que são os mais significativos no processo de conformação a frio.



Figura 2-5 – Tipos de desgaste (MELLO, 1994)

2.2.1 Desgaste abrasivo

O mecanismo de desgaste abrasivo, além de ser o mais frequentemente encontrado, também é o mais importante, por causar maiores danos às superfícies e por ser o mecanismo mais atuante nos processos de conformação a frio.

O desgaste abrasivo ocorre quando duas superfícies em contato, com movimento relativo e uma determinada carga provocam ranhuras uma na outra. A superfície mais rugosa e dura tende a riscar a superfície mais mole. Ou ainda, partículas duras que se desprendem da superfície mole, como carbonetos ou impurezas, podem riscar as superfícies com dureza menor.

Segundo (ZUM GAHR, 1987) a origem do desgaste abrasivo está geralmente associada a uma das seguintes situações:

- Impurezas do meio no qual o tribosistema está inserido;
- Produtos de algum processo químico, como a oxidação;
- Fragmentos de desgaste de materiais de dureza elevada;

• Partículas duras presentes nos materiais, como carbonetos.

Além disso, partículas duras da própria rugosidade superficial do corpo podem agir no mecanismo de desgaste caso esta superfície seja muito mais dura do que o contra-corpo.

Uma das classificações mais utilizadas divide o desgaste abrasivo em duas categorias principais: o desgaste abrasivo a dois corpos, onde as partículas ou asperidades estão rigidamente fixadas em um corpo, possibilitando assim, riscos mais profundos no primeiro corpo; e o desgaste abrasivo a três corpos, onde as partículas abrasivas estão livres, o que permite o rolamento destas entre os corpos que, consequentemente, permanecem apenas parte do tempo atuando no riscamento da superfície (MELLO, 1994). A Figura 2-6 apresenta esquematicamente o desgaste abrasivo com dois corpos e com três corpos, por rolamento e deslizamento.



Figura 2-6 – Representação de desgaste abrasivo a 2 e 3 corpos (MELLO, 1994)

Através da análise topográfica de superfícies afetadas pelo desgaste abrasivo é possível caracterizar se o desgaste ocorreu a dois corpos, neste caso por deslizamento (Figura 2-7-a), ou a três corpos por rolamento (Figura 2-7-b), ou ainda, a três corpos por deslizamento e rolamento simultaneamente (Figura 2-7-c).





a) Deslizamento

Figura 2-7 – Caracterização de superfícies danificadas por desgaste abrasivo a) Deslizamento; b) Rolamento; c) Sistema misto com deslizamento e rolamento. (MELLO, 1994).

(ZUM GAHR, 1987), também classifica o desgaste abrasivo de acordo com o micro-mecanismo de abrasão, apresentado na Figura 2-8 e descritos a seguir:

- **Micro-sulcamento:** deformações plásticas sem perda de material, gerando um sulco com consequente formação de acúmulos frontais e laterais do material movimentado. Em algumas situações, este micro-mecanismo pode acarretar a perda de material, devido à ação simultânea ou sucessiva de muitas partículas abrasivas.
- Micro-corte: formação de micro-cavacos com pequena deformação plástica lateral.
- Micro-lascamento: formação de grandes partículas de abrasão devido à formação e interação de fissuras. Ocorre quando as tensões

impostas superam as tensões críticas para a formação e propagação de trincas, sendo um mecanismo restrito a materiais frágeis. De acordo com (BOWDEN; TABOR, 1964) *Apud* (KÖNIG, 2007), os materiais frágeis podem escoar plasticamente até que a zona de deformação exceda um determinado valor crítico, ocasionando a formação de trincas. Segundo (MELLO, 1994) a transição para o micro-lascamento, também é conhecida como transição da abrasão dúctil para abrasão frágil.



Figura 2-8 - Representação esquemática dos micro-mecanismos abrasivos (ZUM GAHR, 1987)

2.2.2 Desgaste adesivo

Este mecanismo tem origem na "micro-soldagem" ou solda fria, que ocorre em alguns pontos de contato nos picos das superfícies. Estas soldas são rompidas para permitir a continuidade do deslizamento. O desprendimento de partículas dos picos das asperezas provoca sérios danos à superfície, em geral sob forma de crateras visíveis macroscopicamente (STOETERAU, 2004).

O mecanismo de desgaste por adesão ocorre devido à área real de contato entre as superfícies ser aproximadamente 10⁻⁴ da área aparente, tornando as tensões sobre os picos que suportam o contato extremamente altas, possibilitando a deformação plástica e por consequência, a transferência de partículas de uma superfície para outra, conforme mostra a Figura 2-9. A magnitude deste desgaste depende de inúmeros fatores, tais como a carga aplicada, a velocidade de deslizamento, a temperatura no contato, a área real de contato, a limpeza

da superfície em atrito e a lubrificação do contato. (RIJEZA METALURGIA, 2011).



Figura 2-9 - Contato e transferência de partículas no desgaste pôr adesão (RIJEZA METALURGIA, 2011)

Observe-se que as mesmas partículas que são "arrancadas" podem tornar-se grãos abrasivos e ocorrer a transição para o desgaste abrasivo, neste caso precedido pelo desgaste adesivo (YOSHIDA, 2011).

As forças de adesão são função da área de contato e da resistência à deformação plástica dos materiais, portanto dependem da estrutura cristalina ou mais especificamente do número e da densidade dos sistemas de escorregamento do cristal. Segundo Sikorski (1964) *Apud* (SUSKI, 2004) a tendência a ocorrer adesão em função da estrutura cristalina cresce na seguinte ordem: hexagonal compacta (HC), cúbico de corpo centrado (CCC) e cúbico de face centrada (CFC). A Figura 2-10 mostra a variação do coeficiente de adesão em função da dureza e estrutura cristalina dos metais. O coeficiente de adesão é definido como a razão entre as forças necessárias para evitar a adesão e a força normal com o qual o material estava inicialmente comprimido. Em geral, o crescimento da dureza resulta em um decréscimo do coeficiente de adesão.



Figura 2-10 - Variação do coeficiente de adesão em função da dureza e da estrutura cristalina dos metais (SIKORSKI, 1964) apud (SUSKI, 2004).

2.3 ADERÊNCIA DO REVESTIMENTO AO SUBSTRATO

A vida do revestimento depende não somente do baixo coeficiente de atrito e resistência mecânica e ao desgaste, mas também da aderência do filme de revestimento ao substrato. Os esforços mecânicos causados pela operação tendem a arrancar ou desplacar o revestimento das ferramentas.

A aderência entre duas superfícies depende de forças de valência e de forças de entrave mecânico. Mas existe também um grande número de fatores macroscópicos que determinam a aderência, como por exemplo, a rugosidade do substrato, que promove um aumento da área de contato proporcional à rugosidade (FRANCO, 2003).

Nos processos envolvendo a deposição de filmes como PVD, por exemplo, o principal limitante é a aderência do filme ao substrato. A formação de uma interface com propriedades químicas e/ou físicas diferentes daquelas do filme e do substrato podem torná-la incapaz de absorver tensões mecânicas, resultando em uma aderência fraca ou mesmo inexistente. Os filmes são formados por camadas atômicas ordenadas (com estruturas cristalinas) ou desordenadas (com estruturas amorfas) de átomos química e/ou fisicamente diferentes daqueles componentes do substrato. Estas características resultam em diferenças nas suas propriedades, que induzem o sistema a apresentar comportamentos diferentes entre a superfície e o restante do corpo (substrato). No caso dos filmes, as interfaces são formadas pela superfície interna do filme e pela superfície externa do substrato. De acordo com as características químicas e físicas dos filmes e dos substratos e das técnicas e condições utilizadas para a sua obtenção, pode-se ter vários tipos de interfaces. Os tipos mais comuns de interface podem ser observados na Figura 2-11, e são classificadas como (FURTADO, 2008):

- a) Interface abrupta (ou definida), interface mecânica
- b) Interface abrupta com ancoramento mecânico;
- c) Interface difundida (ou diluída solução sólida);
- d) Interface composta (solução sólida + composto químico);
- e) Interface resultante de pseudo-difusão (solução sólida).



Figura 2-11 – Representação esquemática dos tipos de interface (FURTADO, 2008)

(OHRING, 1991) apud (FRANCO, 2003) explica as interfaces conforme segue:

- Inteface abrupta: Não existe uma afinidade química ou efeitos de difusão entre os átomos do revestimento e substrato. Com isso a interface fica limitada a uma região de poucas dimensões atômicas de espessura onde dominam principalmente as forças de ligação fracas do tipo Van Der Waals, o que determina uma aderência relativamente baixa.
- Interface composta: Por outro lado, se ocorrem reações químicas entre os átomos de ambos os materiais do sistema, forma-se uma interface composta. Geralmente este tipo de interface é frágil devido às tensões internas geradas prelas transformações volumétricas que acompanham as reações químicas. Neste caso somente interfaces muito finas têm um comportamento de aderência satisfatório.
- Interface de difusão: Se o efeito dominante é a difusão das espécies do revestimento no material do substrato, forma-se uma interface de difusão que se caracteriza por uma transição gradual das propriedades de ambos os materiais. As interfaces de difusão têm alta aderência e em certos casos é possível produzi-la intencionalmente através de, por exemplo, implantação iônica realizada previamente ao revestimento.
- Interface de união mecânica: Para os revestimentos duros estas forças de interface estão associadas à rugosidade superficial do substrato mais elevada. É então estabelecida uma união mecânica entre as superfícies em contato.

A aderência entre o substrato e o revestimento depende de certa rugosidade superficial do substrato, o que proporciona maior grau de entrelaçamento por unidade de superfície, ou seja, é importante que se tenha a maior superfície de contato possível entre o revestimento e o substrato. Isso sugere que um filme compacto depositado sobre um substrato com certa rugosidade apresente melhor aderência que um filme poroso sobre um substrato altamente polido.

Por outro lado, como se pode verificar na Figura 2-12, revestimentos depositados em substratos muito rugosos tendem a ser porosos. Este efeito está associado às "sombras" produzidas pelos picos altos da superfície, os quais dificultam a deposição dos átomos incidentes nos vales do substrato. Por sua vez, revestimentos porosos

têm menor superfície de contato com o substrato, diminuindo a aderência (FRANCO, 2003)



Figura 2-12 – Porosidade no revestimento TiN em aço D2 retificado. Ra=0,42um (FRANCO, 2003).

O estado ideal então é obter-se uma superfície com uma rugosidade alta o suficiente para proporcionar a união mecânica e consequentemente a aderência desejada e baixa o suficiente para não comprometer o coeficiente de atrito, aumentando a taxa de desgaste.

2.4 EFEITO DA RUGOSIDADE DO SUBSTRATO NOS REVESTIMENTOS

Os parâmetros de amplitude são importantes para caracterizar a topografia de uma superfície. Eles são usados para medir as características verticais dos desvios da superfície. A rugosidade média (Ra), também conhecida como a linha média central é o parâmetro de rugosidade universalmente mais usado para um controle geral de qualidade superficial (GADELMAWLA, KOURA, *et al.*, 2002)

Os parâmetros de rugosidade das superfícies podem ser medidos de duas maneiras, em duas dimensões (2D) ou três dimensões (3D). As medições de perfil de rugosidade em 2D são altamente utilizados a mais de meio século através de um perfil obtido normalmente por apalpamento da superfície a ser analisada. Já as medições em 3D vêm sendo utilizadas nos últimos anos em muitos estudos e apresentam maior quantidade de informações, uma vez que a superfície a ser analisada é varrida em três dimensões (GADELMAWLA, KOURA, *et al.*, 2002).

O contato entre duas superfícies ocorre no pico das asperezas, portanto o desgaste prematuro do revestimento tem intensidade proporcional aos valores de rugosidade, devido à concentração de tensões nestes picos. Em superfícies rugosas os picos das asperezas são removidos pelo contato promovido com o contra-corpo levando a remoção do revestimento deixando exposto o substrato, e eliminando o efeito autolubrificante do revestimento. Em contrapartida, quando o revestimento é aplicado em superfícies menos rugosas, ocorre um aumento da área de contato entre o revestimento e contra-corpo, reduzindo as tensões de contato e promovendo uma distribuição das cargas sem a presença de desgaste prematuro do revestimento. A Figura 2-13 apresenta um esquema do efeito da rugosidade no comportamento tribológico dos revestimentos.



Figura 2-13 - Efeito da rugosidade no desgaste do revestimento. a) Rugosidade elevada, estado inicial. b) Rugosidade elevada, desgaste prematuro. c) Rugosidade adequada, estado inicial. d) Rugosidade adequada, desgaste gradual. (SILVÉRIO, 2010)

A rugosidade do substrato afeta fortemente revestimento depositado, portanto a preparação da superfície antes da deposição do revestimento é fundamental para a resistência ao desgaste do revestimento e também na aderência do revestimento ao substrato (HUANG, ZHEN BING, *et al.*, 2011).

Estudo (HUANG, ZHEN BING, *et al.*, 2011) sobre o efeito da rugosidade do substrato na resistência ao desgaste de revestimentos de TiAlN mostrou que a rugosidade do substrato é reproduzida quase que integralmente na superfície do revestimento e que a força de aderência do revestimento ao substrato é afetada pela morfologia da superfície do substrato.

2.5 CARACTERÍSTICAS DOS REVESTIMENTOS

Uma vez que muitos dos revestimentos resistentes ao desgaste são relativamente frágeis, só podem ser aplicados com sucesso em materiais de substrato duro e rígido como o aço endurecido. Em substratos mais moles, uma camada intermediária agindo como um suporte mecânico para o revestimento é geralmente necessária. Para o aço e ligas de titânio esse suporte é de preferência obtido por nitretação. Esta combinação de nitretação e revestimentos PVD de aços são chamados de revestimento duplex (HOGMARK, JACOBSON, *et al.*, 2000).

Além da redução do desgaste, outro ganho adicional, utilizandose revestimento nas ferramentas de conformação a frio é que se torna possível diminuir a utilização de óleos lubrificantes para estampagem. A Figura 2-14 mostra um exemplo de redução de 80% do lubrificante utilizado, quando foi testada um ferramenta de repuxo em aço AISI D2, revestida com CrN, passando de 90ml para 16ml para cada 100 peças produzidas (VENKOVSKY e YUHARA, 2009).




2.5.1 Revestimentos em multicamadas

Uma forma bastante difundida para melhorar o desempenho de filmes finos é a utilização de revestimentos dispostos em multicamadas, que oferecem a possibilidade de atingir as propriedades desejadas ao projeto da superfície, aumentando a adesividade do revestimento/substrato, permitindo maiores cargas, redução das tensões de superfície e aumento da resistência à propagação de trincas. Inúmeras configurações multicamadas podem ser obtidas de acordo com as especificações e necessidades de projeto (HOLMBERG, MATTHEWS e RONKAINEN, 1998).

Revestimentos de multicamadas podem trazer benefícios no desempenho, quando comparados aos revestimentos de camada única, podendo combinar as propriedades de diferentes materiais em um único revestimento. A introdução de uma série de interfaces paralelas ao substrato pode agir para desviar trincas ou servir como barreira à movimentação de discordâncias, aumentando a tenacidade e a dureza do revestimento (BULL e JONES, 1996).

Revestimentos multicamadas se distinguem do sanduíche de camadas por sua estrutura periodicamente repetida de lamelas de dois ou mais materiais. A espessura da lamela pode variar entre alguns nanômetros até décimos de micrometro.

Revestimentos de estruturas em multicamadas têm-se revelado mais duros e significativamente mais resistentes do que os revestimentos homogêneos dos mesmos materiais, já que a estrutura lamelar obstrui o deslocamento e propagação de trincas (HOGMARK, JACOBSON, et al., 2000).

A deposição de filmes pelo processo PVD, permite que as ferramentas sejam revestidas, por camadas múltiplas, podendo-se controlar a sequência dos componentes e as espessuras das camadas, conforme esquema representado na Figura 2-15.



Figura 2-15 – Desenho esquemático de deposição em multicamadas (HOGMARK, JACOBSON, *et al.*, 2000)

2.5.2 Revestimentos em gradiente de composição

Ao contrário dos revestimentos em multicamadas, o gradiente não tem camadas separadas por composições definidas. O percentual dos elementos aumenta ou diminui ao longo da espessura da camada, conforme mostra a Figura 2-16.

A composição ou estrutura de revestimentos em gradiente melhora a capacidade de carga, oferecendo transições mais suaves nas propriedades mecânicas do revestimento duro em relação ao substrato flexível. Desta forma a carga de contato pode ser distribuída em áreas maiores, o que reduz ao máximo a fadiga de contato e de interface do substrato e revestimento (HOGMARK, JACOBSON, *et al.*, 2000).



Figura 2-16 – Desenho esquemático de deposição em gradiente de composição (HOGMARK, JACOBSON, et al., 2000)

Revestimentos em gradiente de CrCN, com aumento da concentração de carbono e diminuição de nitrogênio podem ser obtidos com sucesso pelas técnicas de deposição PVD e a maior adesividade do revestimento ao substrato ocorre se a deposição for realizada com uma camada suporte de NCr entre o substrato e o gradiente (FUENTES, 2009)

Segundo estudo das propriedades mecânicas e estruturais de revestimentos PVD em gradiente de multicomponentes realizado por (DOBRANSKI, ZUKOWSKA, *et al.*, 2008), a dureza por microindentação, aumenta de 35 a 76% quando comparada ao substrato de metal endurecido sem revestimento.

2.6 DUREZA DOS REVESTIMENTOS

2.6.1 Microindentação

A dureza é uma das principais propriedades dos materiais. Por décadas foi medida pelo método de indentação com cargas aplicadas com grandezas em torno de 100kg. Para revestimentos, que possuem altas durezas e espessuras muito finas é necessário aplicar cargas muito menores (100g), para excluir ou pelo menos diminuir a influência do substrato, na identificação da dureza do revestimento (CEKADA e PANJAN, 2001).

Um dos principais benefícios oferecidos pelos revestimentos é a sua dureza superficial elevada quando comparada com uma superfície não revestida. Esta elevada dureza contribui principalmente na redução do mecanismo de desgaste abrasivo, aumentando a vida das ferramentas (SANTOS, 2006). Porém é importante que seja avaliada a resistência mecânica do conjunto "revestimento e substrato". É preciso que o substrato tenha sustentação mecânica adequada, para que o revestimento efetive suas vantagens. A Figura 2-17 mostra alguns exemplos de dureza de diferentes revestimentos, medidos por microindentação.



Alguns fatores podem causar grande variação na medição da dureza por microindentação, como por exemplo, o método de medição. Utilizando a microindentação, por menor que seja a carga aplicada, pode-se quebrar a camada de revestimento, assim a resistência do substrato passa a influenciar no resultado da medição. A Tabela 2-2 evidencia que há variação entre as literaturas e com altos valores de desvio padrão.

Referência	Micro	odureza [HV 0	,05]
Kererencia	TiN	CrN	TiCN
(NORDIN, LARSSON e HOGMARK, 1999)	2.310 ± 380	1.950 ± 160	
(SU e YAO, 1997)	2.756	2.065	2.854
(HEINKE, LEYLAND, <i>et</i> <i>al.</i> , 1995)	2.000 ± 346	2.306 ± 224	
(BENDER e MUMME, 2005)	2.300	1.750	3.000

Tabela 2-2 - Dureza por microindentação disponível na literatura para alguns revestimentos (KÖNIG, 2007)

2.6.2 Nanoindentação

A nanoindentação é uma técnica muito versátil, pois pode ser utilizada para medir propriedades elásticas e plásticas em escala de força ou de profundidades muito pequenas. É uma ferramenta muito útil para propriedades mecânicas de materiais medir com superfícies modificadas, filmes finos ou revestimentos. A técnica consiste em fazer penetrar uma ponta de diamante no material, controlando e registrando a carga e a profundidade de penetração, a qual é feita em escala nanométrica. Os dados produzidos são colocados num diagrama forçadeslocamento, o qual descreve uma curva denominada carga-descarga. Essas curvas fornecem as informações sobre um determinado ensaio servindo para caracterizar as amostras (MICHÉL, 2005).

Como as deformações são em escala nanométrica, a vizualização da superfície deformada se torna difícil, por isso os métodos de se extrair a área projetada da impressão residual deixada na superfície a partir das curvas de indentação foram desenvolvidos por Oliver e Pharr em 1992. O método desenvolvido por Oliver e Pharr permite uma estimativa da projeção da área deformada plasticamente quando o indentador atinge a força máxima do teste. Essa área difere da área observada da impressão residual deixada após o teste de indentação, uma vez que a segunda é menor devido à recuperação elástica do material. A dureza é então calculada como razão entre a forca aplicada e a área projetada da deformação plástica do material a essa força, sendo esta extraída através da curva de indentação. Este método permite a determinação da razão força sobre área deformada tanto no regime de deformação elástico como no plástico. Essa razão quando calculada nas curvas de indentação no regime de deformação elástica é chamada de pressão média de contato; e no regime de deformação plástica é chamada de dureza (SILVA, 2009).

O penetrador mais usado é do tipo Berkovich, que possui a geometria de uma pirâmide regular de base triangular, onde cada lado faz um ângulo de $65,3^{\circ}$ com a normal a base.

2.7 TENSÃO RESIDUAL

As propriedades mecânicas dos filmes depositados e sua aderência ao substrato são fortemente afetadas pelas tensões mecânicas que geralmente permanecem após o crescimento e são chamadas de tensões mecânicas residuais. Os filmes em tração tendem à ruptura, enquanto que os filmes em compressão podem se destacar da superfície do substrato (TEIXEIRA, 2001).

Em filmes de silício policristalino, a qualidade estrutural é significativamente afetada pelas tensões mecânicas residuais. Estas tensões de tração ou compressão estão associadas à cinética do crescimento do filme, à diferença dos coeficientes de expansão térmica do filme e do substrato, à recristalização de fases amorfas, à oxidação térmica do material, à capacidade da interface de absorção total ou parcial destas tensões e à homogeneidade estrutural e morfológica. A absorção das tensões mecânicas pela interface pode promover a degradação das propriedades mecânicas e o aumento da quantidade de defeitos estruturais (pela formação de soluções sólidas, discordâncias, etc). Por esta razão, o controle das tensões no filme é importante para obter-se filmes de boa qualidade estrutural (cristalinidade, homogeneidade de tamanho e forma dos grãos) e aderência alta ao substrato (FURTADO, 2008).

Os métodos mais comuns de determinar o tipo e o valor da tensão residual em filmes são a técnica de medição do raio de curvatura do substrato, a variação das distâncias interplanares detectada por difração de raios X e a espectroscopia de espalhamento Raman.

A Figura 2-18 mostra os possíveis modos de falha para filmes sob tensão residual.



Figura 2-18 - Modos de falha de filmes sob tensão residual:
a) desplacamento do revestimento por tração e baixa aderência;
b) Revestimento com micro trincas perpendicular por tração e alta aderência;
c) Deformação e desplacamento do revestimento sob tensões de compressão. (TEIXEIRA, 2001)

Fraturas podem ocorrer sob a influência de tensão aplicada ou pré-existente, sendo esta conhecida como tensão residual interna. Elas podem ser compressivas ou trativas. A diferença entre elas está no modo de fratura. Muitas vezes as tensões são induzidas nos filmes durante o processo de deposição, as quais podem aumentar ou diminuir à resistência à fratura do mesmo.

As tensões desenvolvidas neste tipo de processo são de natureza compressiva dado que as partículas pulverizadas ao atingirem o substrato, ou o filme já em crescimento incorporam-se em pontos da rede cristalina, intersticiais ou substitucionais, originando consequentemente uma deformação na célula unitária cristalina, mais propriamente no seu volume.

Altas tensões residuais compressivas são comumente encontradas em superfícies com revestimentos duros aplicados por PVD. Os valores são geralmente encontrados entre -0,5GPa e -4GPa. A Tabela 2-3 apresenta uma lista com a tensão residual característica encontrada em alguns revestimentos depositados por PVD ou CVD, em diferentes substratos e espessuras de camada (HOLMBERG, H., *et al.*, 2009).

Devention and a	Cubatanta	Processo de	Espessura da	Tensão residual
Revestimento	Substrato	deposição	camada [µm]	característica [MPa]
TiN	Aço rápido	PVD	4 a 5	-4000
TiN	Aço carbono	PVD	0,4 a 1,2	De -4000 a -11000
TiN	Aço ínox	PVD	5 a 7	-6100
TiN	Aço carbono	PVD	3,8	-2500
TiN	Aço carbono	PVD	4,0	-4000
Tin/AISI	Aço ferramenta	PVD	2,5 a 4	De -4000 a -4500
Ti(C,N)/AISI	Aço ferramenta	PVD	3,9 a 4,2	De -6200 a -6800
TiC-C	Aço rápido	PVD	1,8 a 2,6	De -500 a 7000
CrN	Aço ferramenta	PVD	4,0	-1000
CrN	Aço carbono	PVD	4,4	-300
TiB2	Aço ínox	PVD	2,0	-10000
TiC	Aço carbono	CVD	4,0	200
DLC a-C	Silício	PVD	0,4	-12500
DLC a-C:H	Silício	PVD	0,4	De -600 a -2000
Diamond	Aço carbono	CVD	5 a 10	-2000
TiN/CrN - Multicamadas	Aço carbono	PVD	3,3	-2100
TiN/CrN - Multicamadas	Aço carbono	PVD	2,5 a 5	De -1300 a -3200
TiN/MoN - Multicamadas	Aço carbono	PVD	3,5	-6100
TiN/NbN - Multicamadas	Aço carbono	PVD	2,9	-1100
TiN/TaN - Multicamadas	Aço carbono	PVD	3,5	-3100
TiN/TiAIN/AISI - Multicamadas	Aço ferramenta	PVD	2,8 a 3,2	De -2500 a -9700

Tabela 2-3 – Tensão residual característica encontrada nos revestimentos (HOLMBERG, H., et al., 2009)

3 METODOLOGIA E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Neste capítulo serão apresentados os procedimentos para obtenção dos corpos de prova, as análises utilizadas para caracterização dos materiais e dos revestimentos e os ensaios realizados para avaliar a resistência ao desgaste e ao desplacamento de revestimentos de NCrAlSi aplicados por PVD em aço ferramenta VF800 temperado e revenido, bem como as condições experimentais empregadas.

Na avaliação do efeito do acabamento superficial do substrato e de revestimentos de NCrAlSi, aplicados por PVD, na resistência ao desgaste do aço ferramenta VF800 temperado e revenido foram utilizados três acabamentos superficiais, dois revestimentos multicamadas e dois com gradientes de composição química. Foram ainda estudadas duas espessuras de camada. A Figura 3-1 mostra esquematicamente as condições experimentais empregadas.



Figura 3-1- Fluxograma de formação dos lotes de amostras

A Tabela 3-1 resume a descrição dos códigos das amostras que compõem cada lote de revestimento.

LOTES	CÓDIGO DA AMOSTRA	DESCRIÇÃO
	P1	Amostra Polida do lote 1
L1	MJ1	Amostra Microjateada do lote 1
	MJP1	Amostra Microjateada e Polida do lote 1
	P2	Amostra Polida do lote 2
L2	MJ2	Amostra Microjateada do lote 2
	MJP2	Amostra Microjateada e Polida do lote 2
	P3	Amostra Polida do lote 3
L3	MJ3	Amostra Microjateada do lote 3
	MJP3	Amostra Microjateada e Polida do lote 3
	P4	Amostra Polida do lote 4
L4	MJ4	Amostra Microjateada do lote 4
	MJP4	Amostra Microjateada e Polida do lote 4
	P5	Amostra Polida do lote 5
L5	MJ5	Amostra Microjateada do lote 5
	MJP5	Amostra Microjateada e Polida do lote 5
	P6	Amostra Polida do lote 6
L6	MJ6	Amostra Microjateada do lote 6
	MJP6	Amostra Microjateada e Polida do lote 6

Tabela 3-1 - Descrição dos códigos das amostras de cada lote de revestimento

As condições experimentais nominais estudadas, representadas no fluxograma da Figura 3-1, são descritas a seguir:

• Acabamento superficial do substrato (aço VF800):

- o Polido;
- Microjateado;
- Microjateado e polido.

• Revestimentos depositados:

- 3 Multicamadas com composições diferentes;
- o 2 Gradientes de composição química.

• Composições nominais:

0

Tanto para a camada com gradiente de composição química como para as multicamadas foram utilizados dois padrões de variações de composição:

- Início da camada (Interface da camada e substrato):
 - ✓ 75% Cr e 25% AlSi para todos os revestimentos.
 - Final da Camada (superfície externa):
 - ✓ 50% Cr e 50% AlSi;
 - ✓ 30% Cr e 70% AlSi;

• Espessura do revestimento:

- 2μm;
- ο 3μm.

A combinação das variáveis estudadas, como mostrada na Figura 3-1, perfaz um total de dezoito condições experimentais. Estas condições experimentais foram separadas em cinco lotes de acordo com o revestimento utilizado e mais o lote 6 que não foi aplicado revestimento, para possíveis necessidades de análise do substrato sem revestimento. Cada lote é formado por três amostras, sendo uma de cada acabamento superficial. As amostras são identificadas com as letras iniciais do acabamento superficial e com o número do lote a que pertencem, conforme mostrado na Figura 3-1.

O efeito do acabamento superficial do substrato e de revestimentos de NCrAlSi, aplicados por PVD, na resistência ao desgaste do aço ferramenta VF800 temperado e revenido foi avaliado através de ensaios de desgaste por deslizamento linear de movimento recíproco com geometria de contato do tipo esfera – plano.

A caracterização dos revestimentos e dos acabamentos superficiais foi realizada através das seguintes análises:

- Análise topográfica da superfície do substrato e do revestimento;
- Análise microestrutural e composição química através de Microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) com EDS;
- Análise das fases presentes nos revestimentos por difração de Raios-X;
- Dureza dos revestimentos por Microindentação e Nanoindentação
- Tensões residuais nos revestimentos por difração de Raios-X.
- Teste de Adesividade dos revestimentos ao substrato;
- Análise do comportamento tribológico dos revestimentos.

Pela análise dos resultados dos ensaios pretende-se definir o revestimento com menor probabilidade de falha prematura por desgaste ou desplacamento por baixa adesividade.

3.1 CORPOS DE PROVA

Todos os corpos de prova foram fabricados com a mesma geometria, a qual foi estabelecida com base no dispositivo de fixação do

equipamento de teste de desgaste (tribômetro), conforme as dimensões apresentadas na Figura 3-2.



Figura 3-2 - Corpo de prova estudado

Os corpos de prova foram fabricados em aço VF800AT Villares, com composição química mostrada na Tabela 3-2. Os corpos de prova foram temperados e revenidos conforme condições mostradas a seguir:

- Austenitização a 1030°C;
- Três revenimentos entre 530 e 550°C;
- Dois tratamentos criogênicos, conforme especificação do fabricante do aço.

Tabela 3-2 – Composição química do aço VF800AT da Villares (VILLARESMETALS, 2008)

С	Si	Mn	Cr	Мо	V
0,85	0,90	0,40	8,00	2,00	0,50

A dureza de todos os corpos de prova após o tratamento térmico ficou entre 60 a 62 HRC, de acordo com a curva de revenimento apresentada na Figura 3-3.

Após o tratamento térmico os corpos de prova foram fresados para remover as possíveis deformações e polidos conforme o sentido indicado pela seta na Figura 3-2.

Todos os corpos de prova foram polidos em uma lixadeira pneumática, refinando a granulação da lixa desde o desbaste, com lixa 60, em seguida com lixa 120, evoluindo assim até o acabamento final com lixa 600 e em seguida com feltro e pasta de diamante.

A partir desta etapa, os dezoito corpos de prova foram divididos em três grupos de seis corpos de prova, cada. O primeiro grupo, denominado de polido, conforme mostrado anteriormente, não foi submetido a mais nenhuma operação de preparação superficial para a deposição dos revestimentos. O segundo grupo, após polimento foi microjateado e o terceiro foi microjateado e polido. Os acabamentos superficiais microjateado e microjateado e polido são descritos a seguir.

Seis corpos de prova foram microjateados em um microjateador da Empresa Platit do Brasil, através do microjateamento de partículas de alumina, com diâmetro aproximado de 10µm.

Outros seis corpos de prova foram polidos novamente após o microjateamento. Nesta etapa o polimento foi realizado em um equipamento da Platit do Brasil que realiza o polimento através do bombardeamento de microesferas de borracha envoltas em pasta de diamante.

As especificações de material, tratamento térmico e acabamento superficial utilizada para fabricação dos corpos de prova reproduziram as condições utilizadas no processo de estampagem de carcaças de compressores da Embraco. A Figura 3-3 mostra a curva de revenimento do aço VF800AT da Villares.



Figura 3-3 – Curva de revenimento do aço VF800AT da Villares (VILLARESMETALS, 2008).

3.2 **REVESTIMENTOS**

Foram aplicados revestimentos compostos por NCrAlSi, da Empresa Platit do Brasil, em um forno Platit, modelo $\pi 300$ P+ DLC, com temperatura de aplicação de 350°C, mostrado na Figura 3-4.

Foram variados nos revestimentos estudados, o tipo de deposição (Multicamadas ou gradiente de composição), a espessura da camada e os percentuais de Cromo, Alumínio e Silício.



Figura 3-4 – Forno de revestimento Platit

a) Vista externa; b) vista interna do forno utilizado para aplicação dos revestimentos, com a disposição dos corpos de prova.

3.2.1 Revestimentos multicamadas

Nas amostras estudadas foram obtidas duas composições diferentes de multicamadas. Em uma das composições multicamadas foram intercaladas deposições de camadas ricas em Cr com ricas em AlSi, iniciando pela camada com 75% Cr e 25% AlSi e a seguir uma camada rica em AlSi, com 75% AlSi e 25% Cr. Além das variações das camadas, os percentuais de Cr tiveram um decréscimo gradual de 75% até 70%, na direção da superfície do revestimento. Já os percentuais de AlSi cresceram na mesma proporção, saindo de 25% na base do revestimento para 30% na superfície. A Figura 3-5 mostra de forma esquemática a deposição.



Figura 3-5 - Representação da deposição em multicamadas

Na outra composição multicamadas, a deposição iniciou com a mesma composição (75% Cr e 25% AlSi), sendo intercalada da mesma forma que a primeira multicamada, porém terminando com a composição de 50% Cr e 50% AlSi, próximo a superfície do revestimento.

3.2.2 Revestimentos com gradiente de composição

Nas amostras estudadas foram obtidas duas condições diferentes nos gradientes de composição química. Na primeira a camada inicia com 75% Cr e 25% AlSi, próximo à interface com o substrato e termina com 30% de Cr e 70% de AlSi, próximo a superfície da camada.

O segundo gradiente também inicia com 75% Cr e 25% AlSi, próximo à interface com o substrato, porém termina com 50% Cr e 50% AlSi próximo a superfície da camada. Ao contrário da deposição em multicamadas a deposição em gradiente de composição não tem separação definida das camadas. A Figura 3-6 mostra esquematicamente a camada com gradiente de composição química.



Figura 3-6 - Representação deposição em gradiente de composição química

Para avaliar a influência da espessura dos revestimentos, na resistência ao desgaste e na adesão dos revestimentos, foram produzidos dois lotes com 2μ m e três lotes com 3μ m de espessura nominal. Os lotes com 2μ m de espessura nominal foram: um multicamadas (Lote 1) e outro gradiente de composição química (Lote 4). Os lotes com 3μ m de espessura nominal, foram dois multicamadas (Lotes 2 e 3) e um gradiente de composição (Lote 5) A diferença de espessura foi obtida pela variação do tempo de deposição das camadas.

3.3 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

As amostras para análise microestrutural foram cortadas conforme mostra a Figura 3-7. Em seguida foram preparadas para observação da seção transversal conforme a norma ASTM B487 (MATERIALS, 2007). Para evitar que a camada de revestimento se quebre durante a preparação, as amostras foram previamente envolvidas em uma lâmina de cobre de espessura de 0,1mm e posteriormente embutidas com resina epóxi Durofast[®] - Struers para preparação metalográfica. Em seguida as amostras foram lixadas e polidas, com lixas de carbeto de Silício com granulometria de 100 até 1000. O polimento foi realizado utilizando-se solução aquosa de diamante em suspensão Dia-Pro[®] - Struers de 3µm e 1µm. Para visualizar a microestrutura, as amostras foram atacadas com Nital 2%, durante dez segundos.



Figura 3-7 – Representação esquemática da seção transversal preparada para análise microestrutural

As amostras preparadas para observação da seção transversal foram as polidas e as microjateadas e polidas de cada lote de revestimento. A identificação das amostras analisadas é apresentada na Tabela 3-3.

Lotes	L1	L2	L3	L4	L5
A	P1	P2	P3	P4	P5
Amostras	MJP1	MJP2	MJP3	MJP4	MJP5

Tabela 3-3 - Identificação das amostras utilizadas na análise microestrutural

3.3.1 Análise por Microscopia Óptica (MO)

A análise por microscopia ótica foi realizada em um microscópio óptico ZEISS Axioskop, instalado no Laboratório de Materiais da Embraco.

Foi analisada a espessura dos revestimentos, efetuando cinco medições em cada amostra em pontos diferentes para obter a espessura média do revestimento e o desvio padrão entre as medições. Com esta análise pode-se comparar a espessura real com a espessura nominal de cada revestimento. A Tabela 3-4 lista as amostras analisadas. Neste caso, foram selecionadas somente as amostras polidas de cada lote, para isolar o possível efeito do acabamento superficial.

Lotes	L1	L2	L3	L4	L5
Espessura nominal	2µm	3µm	3µm	2µm	3µm
Amostras	P1	P2	Р3	P4	P5

Tabela 3-4 - Lotes e amostras utilizadas na análise de espessura dos revestimentos

3.3.2 Análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As análises por Microscopia Eletrônica de Varredura foram realizadas em um Microscópio Phillips XL30 do Laboratório de Materiais da Empresa Embraco e no Microscópio Jeol JSM-6390LV do Laboratório de Materiais da UFSC. O MEV foi utilizado para evidenciar os revestimentos depositados em multicamadas ou em gradientes de composição química.

Foi realizada análise química por EDS, para comparar a composição química real das camadas em relação à composição planejada. Para evidenciar a variação da composição ao longo da seção da camada, selecionaram-se pontos no início, meio e fim da camada, sendo o início a extremidade mais próxima à interface com o substrato.

A análise por EDS foi realizada em uma amostra de cada lote de

revestimento e para isolar o possível efeito do acabamento superficial, foram selecionadas somente as amostras microjateadas e polidas conforme Tabela 3-5.

Foram também analisadas por EDS o interior das pistas de desgaste resultantes do ensaio tribológico realizado, para verificar os componentes químicos presentes na formação de uma possível tribocamada.

Lotes	L1	L2	L3	L4	L5
Amostras	MJP1	MJP2	MJP3	MJP4	MJP5

Tabela 3-5 - Lotes e amostras utilizadas na análise do MEV

3.3.3 Análise das fases por difração de raios-X

A análise de difração de raios-X, para identificar as fases presentes nos revestimentos foi realizada em uma amostra de cada lote de revestimento e para isolar o possível efeito do acabamento superficial, foram selecionadas somente as amostras polidas de cada lote, conforme Tabela 3-6.

Os ensaios foram realizados no laboratório de Materiais da UFSC em um Difratômetro Philips X'Pert, com tubo de cobre e radiação CuK α , com 40KV e 30mA. A varredura em 20 foi feita a 0,02 graus por segundo. A identificação das fases cristalinas presentes foi feita com o auxílio do *software* do difratômetro. A superfície analisada é mostrada na Figura 3-8, bem como as dimensões que as amostras foram cortadas, de acordo com necessidade para o Difratômetro.

Tubble 5 6 Ebies e unostrus utilizadas na unanse DTerr									
Lotes	L1	L2	L3	L4	L5				
Amostras	P1	P2	P3	P4	P5				

Tabela 3-6 - Lotes e amostras utilizadas na análise DRX



Figura 3-8 - Indicação da superfície analisada por difração de raios-X nas amostras

3.4 TOPOGRAFIA DE SUPERFÍCIE

A análise topográfica dos corpos de prova foi realizada por interferometria de luz branca em um interferômetro WYKO – NT1100 – Weeco, instalado no Laboratório de Materiais de Empresa Embraco. Utilizou-se o software Vision[®] 4.2 que acoplado ao interferômetro, permitiu tanto a obtenção das imagens em duas e três dimensões, quanto o tratamento dos dados relacionados à rugosidade. Desta forma foi possível avaliar e comparar as diferentes superfícies obtidas. A rugosidade foi medida em Sa, que é a linha média central entre os picos e vales na superfície analisada. Esta análise foi realizada em todas as amostras de todos os lotes de revestimento, com cinco medições para cada tipo de acabamento superficial.

3.5 ANÁLISE DE DUREZA DOS REVESTIMENTOS

3.5.1 Microindentação

Foi realizada medição de microdureza dos revestimentos na escala Vickers [Hv], utilizando um microdurômetro Leco LM 100-AT, instalado no laboratório de materiais UFSC. As indentações foram realizadas com carga de 50 gramas, perpendicular a superfície do revestimento. Foram realizadas cinco medições em cada amostra. Para isolar o possível efeito do acabamento superficial, foram selecionadas somente as amostras polidas de cada lote, conforme Tabela 3-7

 Lotes	L1	L2	L3	L4	L5	
Amostras	P1	P2	P3	P4	P5	

Tabela 3-7 - Lotes e amostras utilizadas na análise de dureza por microindentação

3.5.2 Nanoindentação

A medição da dureza por nanoindentação em (GPa) foi realizada no laboratório de caracterização e ensaios de materiais da PUCPR, em Curitiba/PR. Foi utilizado um nanoindentador XP MTS, conhecido como Berkovich. Foram aplicados oito ciclos de carregamento e carga máxima de 400mN. As indentações foram realizadas sobre a superfície do revestimento com diferentes profundidades, repetindo 16 indentações em cada uma das profundidades. Os valores médios da dureza foram determinados utilizando-se o método de Oliver e Pharr (1992).

Para este ensaio foram utilizadas as amostras apresentadas na Tabela 3-7, sendo uma amostra de cada lote e que representam o acabamento superficial polido, já que no ensaio de nanoindentação, quanto maior a rugosidade, maior a dispersão das medições.

3.6 ADESIVIDADE DOS REVESTIMENTOS

A adesividade dos revestimentos foi avaliada através da penetração de um indentador cônico de diamante de 120°, com ponta arredondada de raio 0,2mm, em um durômetro convencional (Rockwell-C), aplicando-se cargas de 15, 30, 60, 100 e 150 Kgf. Estas indentações foram observadas em microscópio óptico com ampliação de 200 vezes.

As marcas das indentações são classificadas em uma escala que varia de HF1 a HF6, mostrada na Figura 3-9 (HEINKE, LEYLAND, *et al.*, 1995). As classes HF1 a HF4 são consideradas como tendo boa adesividade e as classes HF5 e HF6 como de baixa adesividade, por apresentarem excesso de trincas ou desplacamentos.

Neste ensaio, foram testadas todas as amostras revestidas, com cinco indentações em cada amostra, cada uma com a aplicação de uma carga diferente, como mostrado acima, totalizando setenta e cinco indentações.



Figura 3-9 - Padrão de aprovação de adesividade (HEINKE, LEYLAND, *et al.*, 1995)

3.7 TENSÃO RESIDUAL DOS REVESTIMENTOS

A análise de tensão residual foi realizada em um equipamento analisador de tensões *X-stress3000*, com unidade de controle e *software* específico para fornecer o valor da tensão residual no ponto medido. Este equipamento está instalado no Laboratório de Análise de Tensões – LAT, da UFF - Universidade Federal Fluminense, do Rio de Janeiro. A técnica utilizada foi a Difração de Raios-X. Foi usado um tubo de Cr, com radiação CrK α , difratando o plano {211}. Para determinar os valores de pico de difração em função do ângulo ψ , representado na Figura 3-10, foram selecionados cinco ângulos. Os ângulos selecionados foram 0°, 10°, 25°, 30° e 45°, com tempo de incidência de raios-X para cada ângulo de 10 segundos.

Foram medidas as tensões residuais transversais σ_1 e as longitudinais σ_2 , conforme representado na Figura 3-10.



Figura 3-10 – Sistema de coordenadas polares definidas para medição das tensões residuais. Onde φ é o ângulo azimutal e ψ é o ângulo polar. As componentes σ 1 e σ 2 são as tensões residuais transversal e longitudinal respectivamente e a σ 3 é zero.

Foi analisada uma amostra de cada lote, para comparar o efeito de cada revestimento na tensão residual. Neste ensaio foram analisadas somente as amostras com acabamento superficial polido. Foram utilizadas as mesmas amostras cortadas para análise de fases por difração de raios-X, apresentadas na Figura 3-8 e na Tabela 3-6.

3.8 ENSAIOS DE DESGASTE

O ensaio de desgaste foi realizado em um micro-tribômetro UMT fabricado pela CETR (*Center for Tribology Co.*), instalado no laboratório de Materiais da UFSC. O equipamento permite a realização de ensaios de desgaste por deslizamento linear de movimento recíproco em uma geometria de contato do tipo esfera-plano, conforme mostrado na Figura 3-11.



Figura 3-11- Esquema de funcionamento do Tribômetro (MELLO e BINDER, 2006)

Na parte superior do equipamento uma esfera é engastada de forma a não permitir o movimento de rolamento da mesma sobre as amostras. Tanto a frequência quanto o deslocamento linear sobre a amostra podem ser controlados durante o ensaio de modo a facilitar a realização de diferentes tipos de experimentos. Sensores de carga e vibração medem a força tangencial (Fz), e a carga nominal aplicada (Fx). O *software* do tribômetro, através da Equação 3-1, gera os gráficos relativos ao coeficiente de atrito.

$$\mu = \frac{Fx}{Fz}$$

Equação 3-1

Onde:

 μ = Coeficiente de atrito Fx = Carga nominal Fz = Força tangencial

Um esquema da geometria de contato utilizado na caracterização tribológica é apresentado na Figura 3-12.



Figura 3-12 - Representação esquemática da geometria de contato dos ensaios tribológicos. (MELLO e BINDER, 2006)

O critério utilizado para selecionar as amostras para o ensaio de desgaste foi o resultado do teste de adesão, já que os principais modos de falha do revestimento são desgaste ou desplacamento. Assim o lote 3 foi descartado deste ensaio, por apresentar resultado inaceitável no ensaio de adesividade. Dos lotes 1, 2, 4 e 5 foram testadas as amostras microjateadas e as microjateadas e polidas, por apresentarem melhor adesão que as amostras somente polidas. As amostras utilizadas e seus respectivos lotes são apresentados na Tabela 3-8.

Tabela 3-8 - Lotes e amostras utilizadas na análise de desgaste

Lotes	L1	L2	L4	L5	
Amostras	MJ1, MJP1	MJ2, MJP2	MJ4, MJP4	MJ5, MJP5	

Foram realizados vários testes preliminares no tribômetro, até que os parâmetros dos ensaios fossem definidos, variando-se o tempo de ensaio e substituindo-se material da esfera de aço rápido para metal duro. A cada ensaio a esfera foi girada, para uma posição que ainda não tivesse sofrido desgaste.

Foram realizados três ensaios em cada amostra, com os seguintes parâmetros:

- Ensaio contínuo ao ar atmosfera não controlada
- 30 minutos de duração (1800 segundos)
- Carga constante Fz = 1,2 kgf
- Deslocamento de 10mm
- Freqüência de 2 Hz
- Esfera de Metal duro (WC-Co) de 3mm de diâmetro.

Após a análise dos resultados dos ensaios com trinta minutos de duração, percebeu-se que a formação da pista de desgaste nos lotes 2, 4 e 5 não foi suficiente para realizar o cálculo do volume desgastado.

Então o ensaio foi repetido nestes lotes, com sessenta minutos de duração mantendo-se os demais parâmetros. A repetição do ensaio foi realizada somente nas amostras com acabamento superficial microjateado e polido. A seleção deste tipo de acabamento foi devido a que no lote 1 a amostra microjateada apresentou taxa de desgaste muito superior à amostra microjateada e polida.

3.8.1 Análises das pistas de desgaste

A topografia da superfície das pistas de desgaste formadas nos corpos de prova foi analisada em um interferômetro WYKO – NT1100 – Weeco com auxílio do software Vision, instalado no laboratório de materiais de Empresa Embraco. Como o interferômetro varre uma área aproximada de 2mm² da superfície da amostra desde o pico mais elevado até o vale mais profundo, uma imagem tridimensional da pista de desgaste foi gerada. Esta imagem por sua vez, através do software Vision, permite a integração do volume desgastado. A Figura 3-13 exemplifica uma imagem capturada no interferômetro (SILVÉRIO, 2010)



b) Representação gráfica da secção transversal da pista de desgaste obtida por interferometria óptica. (SILVÉRIO, 2010)

3.8.2 Taxa de desgaste do contra corpo (esfera)

Inicialmente foi calculado o volume desgastado no contra corpo (esfera), medindo-se o diâmetro da calota esférica desgastada provocada pelo contato com a superfície da amostra durante o ensaio no tribômetro. O diâmetro da calota considerado para o cálculo é a média das medidas observadas nos três ensaios. A medida do diâmetro das calotas foi obtida em microscópio ótico com ampliação de 200 vezes. Para permitir esta medição foi assumido o nivelamento da superfície desgastada da esfera.

Os cálculos para obtenção do volume da calota foram realizados seguindo a norma ASTM G99-95 - *Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus*.

O método utilizado é apresentado na Figura 3-14 e considerandose as equações: Eq. 3-2, Eq. 3-3 e Eq. 3-4.



Figura 3-14 - Parâmetros para cálculo da calota esférica

$$Vol = \left(\frac{\pi \cdot h}{6}\right) \cdot \left[\frac{3}{4}\phi^2 + h^2\right]$$
Eq. 3-2

$$h = \frac{\phi}{2} tg\left(\frac{\alpha}{2}\right)$$
 Eq. 3-3

$$\alpha = 2.a \operatorname{sen}(\phi^2 / D)$$
_{Eq. 3-4}

Após a determinação do volume desgastado no contra corpo foi possível calcular a taxa de desgaste, utilizando-se a equação proposta de Taube e Bewilogua (TAUBE e BEWILOGUA, 2001), onde a medida de desgaste do sistema pode ser determinada pela porção volumétrica do desgaste do revestimento de acordo com a equação Eq. 3-5.

$$w = \frac{V}{s \ x \ F_n} \left(\frac{mm^3}{m \ x \ N}\right)$$
Eq. 3-5

Onde:

- w = Taxa de desgaste
- V = Volume de desgaste do revestimento ou do contracorpo;
- s = Distância de escorregamento

 $F_n = Carga normal$

4 **RESULTADOS E DISCUSSÕES**

4.1 ANÁLISE MICROESTRUTURAL

4.1.1 Corpos de prova

A dureza dos corpos de prova após o revestimento foi medida para verificar o possível efeito do processo de revestimento na dureza do substrato. Conforme mostra a Tabela 4-1, não foi constatada diferença significativa nos valores de dureza após o revestimento. Como a temperatura de revenimento do aço VF800 é de 530 a 550°C e a temperatura máxima no processo de revestimento é de 350°C, não houve queda de dureza por um revenimento indesejado. É recomendável que a diferença de temperatura de revenimento e de revestimento do aço temperado e revenido seja no mínimo de 50°C (VILLARESMETALS, 2008).

Lotes		Lote 1	L		Lote 2			Lote 3	\$		Lote 4			Lote 5	5
Amostras	P1	MJ1	MJP1	P 2	MJ2	MJP2	P3	MJ3	MJP3	P 4	MJ4	MJP4	P 5	MJ5	MJP5
Dureza [HRC]Antes Revestimento	61,0	61,0	60,5	62,0	61,5	61,5	62,0	61,0	61,0	61,5	61,0	62,0	61,0	61,0	62,0
Dureza [HRC]Após Revestimento	61,0	61,0	61,0	61,5	61,0	60 ,5	62,0	61,0	61,5	61,0	61,0	62,0	61,0	61,0	61,5

Tabela 4-1 - Dureza das amostras antes e após o revestimento

A microestrutura do substrato, mostrada na Figura 4-1, constituída de martensita revenida e carbonetos, evidencia a efetividade do tratamento térmico e consequentemente a dureza real conforme planejado.



Figura 4-1 - Microestrutura do substrato após tratamento térmico com ampliação de 200 vezes.

4.1.2 Espessura real dos revestimentos

A espessura real média dos revestimentos é mostrada na Figura 4-2, bem como o intervalo de confiança de 95%. Percebe-se que existe diferença significativa entre os lotes, caracterizando os lotes L1 e L4 com espessura aproximada de 2μ m e os lotes L2, L3 e L5 com espessura aproximada de 3μ m, conforme planejado. A diferença entre a espessura nominal e a espessura real se explica no fato de que a espessura não é um parâmetro direto do processo de deposição e sim uma resultante do tempo e temperatura de deposição. Embora, para fins de comparação do efeito da espessura na resistência ao desgaste e desplacamento, a diferença obtida entre lotes atende os objetivos propostos.



Figura 4-2 - Espessura média e o desvio padrão de cada lote de revestimento

Uma das medidas obtidas na amostra P1 do lote L1 é apresentada na Figura 4-3, evidenciando com nitidez a camada de revestimento entre o substrato e a lâmina de cobre.



Figura 4-3 - Imagem da medição da espessura do revestimento - Amostra P1 Lote L1

4.1.3 Caracterização da forma de deposição dos revestimentos

As imagens obtidas no MEV possibilitaram a verificação do tipo de deposição do revestimento, em gradiente ou multicamadas.

Na Figura 4-4-a a imagem evidencia o revestimento depositado em multicamadas. As camadas claras (Cr) e escuras (AlSi) intercaladas comprovam a deposição de camadas ricas em Alumínio intercaladas com camadas ricas em Cromo. Já a Figura 4-4-b mostra a imagem de um revestimento depositado em gradiente de composição. Onde a camada mais clara próxima ao substrato é mais rica em Cromo e a extremidade mais próxima à superfície externa do revestimento, é rica em Alumínio, na coloração mais escura.



Figura 4-4 – Imagem ampliada das camadas de revestimento.
a) Revestimento em multicamadas;
b) Revestimento em gradiente de composição.

4.1.4 Composição química dos revestimentos

A caracterização química dos lotes por EDS é apresentada na Figura 4-5. A primeira, segunda e terceira barra de cada lote representa o percentual de cada elemento no início, meio e fim da camada respectivamente, sendo o início da camada a região de interface com o substrato. Percebe-se que em todos os lotes, conforme planejado, o início da camada tem maior percentual de Cr e tem um decréscimo na direção do fim da camada. O AlSi tem um aumento de percentual inversamente proporcional ao Cr. O lote L1 apresentou maior percentual de AlSi comparado aos demais lotes, o que é coerente com a composição planejada para o final da camada do Lote L1 (30% Cr e 70% AlSi). Nos demais lotes pode-se considerar composições muito similares entre os lotes.

Mesmo considerando-se a incerteza da análise química por EDS, pode-se afirmar que os resultados encontrados são coerentes com a composição nominal, evidenciando inclusive a proposta de decréscimo no percentual de Cr na direção da superfície do revestimento (fim) e acréscimo do AlSi na mesma direção.



Figura 4-5 - Variação dos teores de Cr e AlSi em cada lote de revestimento.

4.2 ANÁILISE DAS FASES PRESENTES

Os resultados da análise das fases presentes, por difração de raios-X podem ser observados na Tabela 4-2. Foi observada presença de nitreto de cromo em todos os lotes, enquanto que nitreto de silício foi observado somente nos revestimentos multicamadas (Lotes 1, 2 e 3).

As fases Cr, CrN e AlN apresentaram estrutura cristalina Cúbica. As fases Cr_2N e Si_3N_4 apresentaram estrutura cristalina Hexagonal. Enquanto que o Si e a fase AlCr₂ apresentaram estrutura cristalina tetragonal.

				LOTES		
Fases	Estrutura Cristalina	u	12	L3	L4	15
Cr	Cúbica	1	~	1	~	 Image: A second s
Cr N	Cúbica	1	\checkmark	1	\checkmark	 Image: A second s
Cr2 N	Hexagonal	\checkmark	\checkmark	\checkmark	\checkmark	
Al N	Cúbica	\checkmark	~	~	~	 Image: A second s
Al Cr2	Tetragonal	1				 Image: A second s
Al5 Cr	Desconhecida	1				
Si3 N4	Hexagonal	\checkmark	\checkmark	\checkmark		
Si	Tetragonal			\checkmark		

Tabela 4-2 - Fases presentes nos lotes de revestimentos e suas estruturas cristalinas

Um dos difratogramas obtidos na análise das fases presentes por difração de raios-X é apresentado na Figura 4-6.



Figura 4-6 – Difratograma da amostra P4

4.3 ANÁLISE DAS SUPERFÍCIES

Os resultados da medição da rugosidade em Sa, das amostras antes e após a aplicação do revestimento são apresentados na Tabela 4-3, mostrando a média das medições de cada tipo de acabamento superficial e o respectivo desvio padrão. É possível perceber um aumento da rugosidade das amostras microjateadas em relação às amostras polidas. Já as amostras microjateadas e polidas novamente, reduzem parcialmente o incremento da rugosidade causado pelo processo de microjateamento.

anosuas				
	Sem Revestimento		Com Revestimento	
Acabamento Superficial	Média	Desvio	Média	Desvio
	[Sa]	Padrão	[Sa]	Padrão
Polidas	0,128	0,022	0,164	0,038
Microjateadas	0,341	0,027	0,354	0,032
Microjateadas e polidas	0,212	0,022	0,269	0,033

Tabela 4-3 – Resultados da medição de Rugosidades [Sa] antes e após o revestimento das amostras

Percebe-se que o comportamento da rugosidade das amostras com revestimento é o mesmo observado nas amostras sem revestimento, porém o revestimento provocou um discreto incremento da rugosidade em todos os acabamentos superficiais analisados. Nas amostras polidas o incremento médio foi de 0,036µm, nas microjateadas de 0,013µm e nas microjateadas e polidas de 0,057µm, entretanto estas diferenças se encontram dentro do erro experimental. A Figura 4-7 apresenta graficamente as diferenças encontradas.



Figura 4-7 - Rugosidade das amostras com e sem revestimento

O revestimento aplicado nas superfícies tende a copiar a topografia sobre a qual foi aplicado, portanto sua contribuição para o contato está mais relacionada à utilização de materiais com propriedades mais adequadas a redução do atrito do que propriamente à rugosidade do revestimento (HANDBOOK, 1992).

As imagens obtidas no interferômetro mostram características das superfícies que possibilitam entender o efeito do microjateamento e do polimento após o microjateamento. Na Figura 4-8-a observa-se uma amostra com superfície polida, sem revestimento, com rugosidade de 0,128µm Sa, porém com formação desordenada de picos e vales, representados pelas cores: Azul (Vales) e vermelho (picos).



Figura 4-8 – Imagens 3D das superfícies das amostras sem revestimento Comparação dos 3 tipos de acabamento superficial: a) Polida; b) Microjateada; c) Microjateada e Polida.

Na Figura 4-8-b, observa-se uma amostra com uma superfície microjateada, sem revestimento, que após o microjateamento a rugosidade média aumentou para 0,341µm Sa, com predominância de picos uniformemente distribuídos, representados pela coloração avermelhada.

Na Figura 4-8-c, observa-se que o polimento realizado após o microjateamento, eliminou a predominância de picos, mantendo os vales, representados em azul, que facilitam o ancoramento mecânico do

revestimento no substrato. Nota-se que os vales gerados após o microjateamento são melhores distribuídos quando comparados a amostra somente polida. Nas amostras polidas após o microjateamento a rugosidade reduziu para 0,212µm Sa.

4.4 DUREZA DOS REVESTIMENTOS

4.4.1 Dureza dos revestimentos por microindentação

A Figura 4-9 mostra o resultado das medições de dureza por microindentação com intervalo de confiança de 95%. Apesar da dispersão existente entre as medições, é possível diferenciar a dureza entre os lotes. Percebe-se que os lotes L1 e L4, que possuem espessura de 2 μ m, apresentaram dureza em torno de 2200Hv e 2600Hv, respectivamente. Enquanto que os lotes L2, L3 e L5 que possuem espessuras de 3 μ m, apresentaram durezas próximas a 2800Hv.



Figura 4-9 - Gráfico dos resultados de dureza por microindentação

Em todos os lotes observou-se grandes dispersões nas medições, causadas provavelmente pela influência do substrato. Segundo Konig (2007), por menor que seja a carga aplicada na microindentação, podese quebrar a camada de revestimento, aumentando a variação dos resultados.

4.4.2 Dureza dos revestimentos por nanoindentação

O perfil de dureza obtido das nanoindentações realizadas em diferentes profundidades da espessura do revestimento da amostra P3 pode ser observado na Figura 4-10. Percebe-se que quanto mais próximo da superfície externa da camada maior a dureza. Este comportamento foi observado em todas as amostras analisadas.

A dureza maior encontrada nas regiões mais próximas da superfície do revestimento, se deve ao maior percentual de AlSi nestas regiões. O Si tende a formar compostos com alta dureza na fase β (hexagonal), proporcionando alta resistência a abrasão, altas temperaturas e inércia química (SILVA, 2000).



Figura 4-10 – Gráfico dos resultados de dureza por nanoindentação em diferentes profundidades do revestimento.

Na comparação da dureza por nanoindentação entre os lotes, percebe-se um comportamento similar ao observado nos ensaios por microindentação, porém com menor dispersão. A Figura 4-11, mostra os resultados de dureza por nanoindentação, na profundidade aproximada de 1 μ m, para cada lote, com intervalo de confiança de 95%.



Figura 4-11 - Gráfico dos resultados de dureza por nanoindentação, na profundidade de 1µm.

As amostras com espessuras de 3μ m apresentaram maior dureza do que as amostras com 2μ m, em todas as condições testadas. Nas amostras P2 e P5, que têm a mesma espessura e a mesma composição química no final da camada, ao comparar os resultados de dureza das duas amostras pode-se concluir que a deposição em gradiente da amostra P5 apresentou maior dureza do que a multicamada da amostra P2.

Para avaliar se o perfil de dureza apresentado na Figura 4-10 e os resultados encontrados na profundidade de contato de 1µm têm o mesmo comportamento em outra profundidade de contato, foram analisados também, os resultados de dureza por nanoindentação na profundidade de contato de 0,15µm, que são apresentados na Figura 4-12. Percebe-se que em todas as amostras analisadas, a dureza é maior do que a observada na profundidade de 1µm. Assim, pode-se confirmar o perfil de dureza apresentado na Figura 4-10.


0,15µm

É possível que parte da diferença de dureza encontrada entre as amostras P1, P2 e P3, que são todas multicamadas, estejam relacionadas a forma de deposição do revestimento e da profundidade de contato da nanoindentação, já que as camadas são intercaladas com uma camada rica em CrN, com menor dureza e outra rica em AlSi, com maior dureza. Este fato não ocorre nos revestimentos depositados em gradiente de composição, onde o percentual dos elementos químicos tem variação uniforme, desde a superfície do revestimento até a interface com o substrato.

4.5 ANÁLISE DAS TENSÕES RESIDUAIS

A Tabela 4-4 apresenta os resultados da análise de tensão residual nos lotes de revestimento, bem como as tolerâncias consideradas no método de medição. Em todos os lotes a tensão obtida é compressiva (-), o que é característico dos revestimentos duros aplicados por PVD. Considerando-se que o melhor resultado é aquele em que a tensão se aproxima de zero, os lotes L4 e L5 apresentam a menor tensão residual, tanto no sentido longitudinal quanto no transversal. Estes resultados quando comparados às tensões residuais características encontradas neste tipo de revestimento (de -0,5 a -4 GPa), conforme a Tabela 2-3, podem ser considerados aceitáveis para todos os lotes de revestimentos testados.

Amostras	Tensão residual [MPa]								
	Longitudinal	Toler.	Transversal	Toler.					
P1	-768,3	± 24,6	-778,0	± 44,5					
P2	-732,0	±16,4	-844,3	± 40,0					
P3	-764,1	± 33,9	-821,7	± 19,9					
P4	-698,6	± 15,0	-763,6	± 24,8					
P5	-621,2	± 20,1	-592,0	± 23,4					

Tabela 4-4 – Resultados de tensão residual por lote de revestimento no sentido longitudinal e transversal.

4.6 ANÁLISE DA ADESIVIDADE DOS REVESTIMENTOS

As imagens das indentações com diferentes cargas aplicadas possibilitaram a comparação da adesividade dos lotes de revestimento. Todas as imagens reais das indentações foram classificadas comparando-as com o padrão HF da Figura 3-9. Para facilitar a classificação, as imagens foram organizadas lado a lado, conforme exemplo apresentado na Figura 4-13, com a análise das amostras microjateadas.



Figura 4-13 - Comparação das imagens das indentações das amostras microjateadas.

A classificação por comparação gerou os resultados tabulados que são apresentados na Tabela 4-5. As superfícies são abreviadas na tabela como: P= Polidas; MJ= Microjateadas; MJ+P= Microjateadas e Polidas.

Tabela 4-5 - Resultados da classificação das indentações conforme padrão de adesividade de revestimentos.

	LOTES														
	L1		L2		L3		L4			L5					
Carga Superfíci		cie	Superfície		Superfície			Superfície			Superfície				
	Р	MJ	MJ+P	Р	MJ	MJ+P	Р	MJ	MJ+P	Р	MJ	MJ+P	Р	MJ	MJ+P
15Kg	HF02	HF01	HF01	HF01	HF02	HF01	HF01	HF02	HF02	HF01	HF01	HF01	HF01	HF01	HF01
30Kg	HF02	HF02	HF02	HF02	HF02	HF01	HF01	HF04	HF03	HF01	HF01	HF01	HF03	HF01	HF02
60Kg	HF03	HF03	HF03	HF03	HF02	HF02	HF03	HF05	HF04	HF02	HF01	HF01	HF03	HF01	HF03
100Kg	HF04	HF03	HF04	HF03	HF03	HF03	HF06	HF06	HF05	HF02	HF01	HF02	HF04	HF01	HF03
150Kg	HF05	HF04	HF04	HF04	HF04	HF04	HF06	HF06	HF06	HF02	HF01	HF03	HF04	HF01	HF04
Legenda:															
		Ótimo		A. Bor	n	Bom	F	Regula	r	Ruim	N	И. Ruir	m		

Observa-se que o lote L4 apresenta melhor adesividade que os demais lotes, nos três tipos de acabamento superficial. Na Figura 4-14 é apresentada a imagem da indentação na amostra MJ4, que representa o

Lote L4, microjateado, com carga de 150Kg. Mesmo com a máxima carga aplicada nos ensaios, não se percebe a formação de trincas ou desplacamentos, caracterizando uma ótima adesividade do revestimento, classificada como HF1.



Figura 4-14 - Imagem da indentação na amostra MJ4 com carga de 150Kg

O Lote L3 apresentou classificação pior que HF4 em todos os acabamentos superficiais. A Figura 4-15 mostra a indentação com carga de 150Kg na amostra MJ3, que representa o Lote L3 microjateado e que foi classificado como HF6. Portanto de acordo com o limite de aceitação, o lote L3 foi classificado como "inaceitável" e descartado para os demais ensaios.



Figura 4-15 – Imagem da indentação na amostra MJ3 com carga de 150Kg.

A principal diferença entre os lotes L4 e L5, que apresentaram melhor adesividade e os demais lotes, é a forma de deposição em gradiente de composição química. Entre os acabamentos superficiais, as melhores adesividades foram obtidas nas amostras microjateadas, enquanto que as amostras polidas apresentam a pior adesividade.

4.7 ANÁLISE DE TRIBOLÓGICA

4.7.1 Coeficiente de atrito

Um exemplo do coeficiente de atrito registrado no ensaio de desgaste no tribômetro pode ser observado na Figura 4-16. O valor 0,21 destacado na figura é a média do coeficiente de atrito ao longo do ensaio de 1800 segundos. O gráfico evidencia que o coeficiente de atrito manteve-se em regime permanente durante o tempo de ensaio. Assim pode-se concluir que o desgaste não rompeu a camada de revestimento.



Figura 4-16 – Exemplo de um dos gráficos do coeficiente de atrito gerado no ensaio do tribômetro.

Os resultados da medição do coeficiente de atrito e suas respectivas dispersões de todos os ensaios de desgaste realizados no tribômetro são apresentados na Figura 4-17, para cada lote de revestimento e para os acabamentos superficiais "Microjateado" e



"Microjateado e Polido". As amostras polidas não foram submetidas ao ensaio de desgaste por terem sido descartadas no ensaio de adesividade.

Figura 4-17 - Comparação do Coeficiente de atrito [µ] entre os lotes e acabamentos superficiais

Os lotes L4 e L5 apresentam menor coeficiente de atrito, tanto para as superfícies microjateadas quanto para as microjateadas e polidas. A diferença principal entre os lotes está na forma de deposição do revestimento. Sendo os lotes L1 e L2 depositados em multicamadas e os lotes L4 e L5 em gradiente de composição. Outra característica observada nos lotes L4 e L5, é a baixa dispersão dos resultados de cada amostra, quando comparados aos lotes L1 e L2.

4.7.2 Análise das Pistas de desgaste

Mesmo com ensaios de 30 minutos e com esfera de metal duro, percebeu-se que o desgaste ocorre basicamente no contra-corpo (esfera), não sendo possível calcular o volume desgastado através de interferometria. Para efeito de comparação foram coletadas imagens em 3D, das pistas de desgaste conforme Figura 4-18.



Figura 4-18 - Imagens 3D das pistas formadas nos ensaios de desgaste com 30 minutos

Percebe-se que em todas as amostras testadas, ocorreu apenas um "amassamento" dos picos de rugosidade. Assim não foi possível realizar o cálculo da taxa de desgaste por interferometria, pois a profundidade das pistas de desgaste tem grandeza similar ao valor da rugosidade das amostras, gerando uma falsa interpretação entre o que seriam picos e vales da rugosidade ou pista de desgaste.

Entre os lotes, somente o lote L1 apresentou profundidade levemente superior aos demais lotes, evidenciando maior taxa de desgaste. Enquanto que na comparação dos acabamentos superficiais, as amostras microjateadas e polidas apresentaram menor profundidade da pista de desgaste nos lotes L2, L4 e L5.

4.7.3 Taxas de desgaste do contra-corpo

A partir do diâmetro da calota formada na esfera, durante o teste de desgaste, foi calculado o volume desgastado e a taxa de desgaste. A Tabela 4-6 mostra os dados utilizados para os cálculos.

								Taxa desgaste
		Volume	Freq.	Duração	Curso	s		w
Amostra	Lote	desg.	[Hz]	[min]	(m)	[m]	F [N]	[mm ³ /m.N].10 ⁶
MJ1	1	5,37E-04	120	30	0,01	36	11,77	1,27
MJP1	1	1,65E-04	120	30	0,01	36	11,77	0,39
MJ2	2	6,73E-05	120	30	0,01	36	11,77	0,16
MJP2	2	1,53E-04	120	30	0,01	36	11,77	0,36
MJ4	4	2,15E-06	120	30	0,01	36	11,77	0,01
MJP4	4	4,42E-05	120	30	0,01	36	11,77	0,10
MJ5	5	9,12E-05	120	30	0,01	36	11,77	0,22
MJP5	5	8,48E-05	120	30	0,01	36	11,77	0,20

Tabela 4-6 – Dados do cálculo do volume desgastado e taxa de desgaste da Esfera

Através da Figura 4-19 é possível comparar a taxa de desgaste entre os lotes de revestimento e entre os acabamentos superficiais, onde no eixo das abscissas a identificação das amostras indica o acabamento superficial e o número do lote e no eixo das ordenadas o valor médio da taxa de desgaste de cada amostra.

Percebe-se que o coeficiente de atrito e taxa de desgaste do contra-corpo apresentam comportamentos similares, sendo observado nos lotes L4 e L5 as menores taxas de desgaste. Quanto ao acabamento superficial, não foi possível estabelecer correlação com a taxa de desgaste, já que nos lotes L1 e L5 as peças microjateadas tiveram menor taxa de desgaste do que as microjateadas e polidas e nos lotes L2 e L3 o comportamento foi inverso. A única diferença planejada entre os lotes L1 e L2 é a espessura do revestimento, porém na amostra microjateada MJ1 a taxa de desgaste foi 8 vezes maior que na amostra MJ2. Assim não foi possível estabelecer correlação entre as características dos lotes e os resultados de taxa de desgaste no contra-corpo.



Figura 4-19 - Taxa de desgaste calculada no contra-corpo

4.8 REPETIÇÃO DO ENSAIO DE DESGASTE (60 MINUTOS)

Como o ensaio de desgaste no tribômetro, com 30 minutos de duração, não chegou a formar pista de desgaste suficiente para cálculo do volume desgastado, mesmo com esfera de metal duro, o ensaio foi repetido com 60 minutos de duração, desta vez somente nas amostras microjateadas e polidas. Como é possível observar na Figura 4-20, não houve formação da pista de desgaste mesmo com o dobro do tempo de duração do ensaio.



Figura 4-20 – Imagens 3D das pistas de desgaste, com 60 minutos de duração.

Na Figura 4-21 pode-se comparar os resultados do coeficiente de atrito nas amostras microjateadas e polidas, com duração de 30 e de 60 minutos no ensaio de desgaste. Para o lote L1 o ensaio não foi repetido, pois este já apresentou desgaste considerável em relação aos demais, no ensaio de 30 minutos. Nos três lotes testados novamente, houve aumento do coeficiente de atrito ao aumentar o tempo de ensaio.



Figura 4-21 - Comparação do coeficiente de atrito nos ensaios de 30 e 60 minutos

A taxa de desgaste no contra-corpo (esfera) foi calculada novamente, com dados do ensaio de 60 minutos. A Figura 4-22 apresenta os resultados dos três lotes testados com 60 minutos inseridos na mesma figura dos resultados de 30 minutos, facilitando assim a comparação. Nota-se que com o dobro de duração do ensaio, as taxas de desgaste no contra-corpo, nos três lotes apresentaram valores praticamente proporcionalmente maiores, porém a menor taxa de desgaste ainda foi observada no lote L4.



Figura 4-22 – Comparação da Taxa de desgaste calculado no contracorpo nos ensaios de 30 e 60 minutos.

Os valores de taxa de desgaste e coeficiente de atrito encontrados no ensaio de 60 minutos indicam que o aumento da duração do ensaio, aumentou o desgaste apenas no contra-corpo.

4.8.1 Análise da tribocamada na pista de desgaste

Para evidenciar o desgaste da esfera, foi analisada a pista de desgaste no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). As imagens geradas no MEV, com ampliação de mil vezes possibilitaram visualizar a tribocamada formada dentro da pista de desgaste, evidenciada pelas manchas claras na Figura 4-23.



Figura 4-23 – Tribocamada formada dentro da pista de desgaste na amostra MJP2.

Um espectro EDS realizado nesta tribocamada comprova a presença de Tungstênio (W) que é o material base do contra-corpo (esfera), além dos elementos que compõem o revestimento, conforme Figura 4-24.



Figura 4-24 - Espectro EDS dentro da pista de desgaste de um ensaio de 60 minutos.

Na observação da pista de desgaste também observou-se a formação de *dropltes*, uma espécie de gotículas em alto relevo na superfície do revestimento. Dentro da pista de desgaste estes *dropltes* foram cisalhados, aparecendo a camada seguinte do revestimento, que nesta amostra MJP2 foi depositado em multicamadas. A Figura 4-25 mostra os *dropltes*, cisalhados na pista de desgaste, com ampliação de 4000 vezes.



Figura 4-25 – Ampliação dos droplets cisalhados na pista de desgaste da amostra MJP2

4.9 RESUMO DOS RESULTADOS

Na Tabela 4-7 é apresentado um resumo dos ensaios realizados e uma classificação dos resultados obtidos. Os resultados do Lote L5 foram melhores que os demais lotes em todos os ensaios listados. O segundo melhor lote foi o L4.

TECTEC		LOTES							
TESTES	L1	L2	L3	L4	L5				
Dureza por microindentação	Ŷ	Ŷ	1	Ŷ	1				
Dureza por nanoindentação	2	2	1	2	1				
Tensões residuais	2	2	2	1	1				
Adesão do revestimento ao substrato	2	2	×	1	1				
Coeficiente de atrito	2	2		1	1				
Taxa de desgaste no contracorpo	×	1		1	1				
Formação de pista de desgaste	×	1		1	1				
	 ✓ × 	Melhor Médio Pior							

Tabela 4-7 - Quadro resumo dos resultados de cada lote de revestimento.

5 CONCLUSÕES

Através da análise dos resultados experimentais obtidos, algumas conclusões podem ser apresentadas com relação ao estudo do efeito de revestimentos de NCrAlSi, aplicados por PVD em aço VF800, na resistência ao desgaste.

Os resultados de dureza, tanto por microindentação quanto por nanoindentação, foram mais altos nos revestimentos com $3\mu m$ de espessura do que nos revestimentos com $2\mu m$. O Perfil de dureza obtido na nanoindentação mostrou maior dureza no final da camada, próximo à superfície, onde a composição química é mais rica em AlSi. Os revestimentos depositados em gradiente de composição química apresentaram maior dureza do que os multicamadas, porém a espessura apresentou maior influência sobre os resultados de dureza do que a forma de deposição e composição química.

A menor tensão residual foi encontrada nas amostras com revestimento depositado em gradiente de composição química, nos lotes L4 e L5.

O acabamento superficial microjateado apresentou melhor adesão do revestimento ao substrato, nos lotes L1, L2, L4 e L5. O microjateamento provocou rugosidades mais altas, porém com distribuição uniforme dos picos e vales da rugosidade, o que melhorou o ancoramento mecânico dos revestimentos. Entre os lotes de revestimento, a melhor adesão foi encontrada no lote L4, seguido do lote L5.

Os resultados dos ensaios de desgaste mostraram coeficientes de atrito mais baixos nos lotes L4 e L5, tanto nas amostras microjateadas quanto nas microjateadas e polidas. Como a diferença destes lotes em relação aos demais, está na forma de deposição do revestimento, pode-se concluir que a deposição em gradiente apresentou menor coeficiente de atrito do que em multicamadas.

A maior taxa de desgaste calculada no contracorpo (esfera) foi a do lote L1, na amostra microjateada. Enquanto que a menor taxa de desgaste foi a do lote L4. Não foi possível estabelecer correlação da taxa de desgaste no contracorpo com o acabamento superficial. O Aumento do tempo de ensaio de desgaste aumentou o desgaste no contracorpo, mas não alterou a ordem de classificação por taxa de desgaste.

Pelos resultados obtidos nos experimentos, pode-se concluir que os revestimentos depositados em gradiente de composição química, com 30% de Cr e 70% de AlSi no final da camada, com espessura de 3µm e

com acabamento superficial microjateado, apresentaram melhores resultados em todos os testes a que foram submetidos.

Após analisar todos os resultados obtidos, pode-se concluir que o maior diferencial entre as condições experimentais empregadas, foi o microjateamento após o polimento, que proporcionou a melhor classificação de adesão para todos os revestimentos.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Realizar ensaios de durabilidade dos revestimentos no tribômetro com incremento gradual da carga aplicada.

Realizar ensaios para conhecer o limite de resistência ao desgaste dos revestimentos, como *Scratch test* por exemplo.

Estudar a adesão dos melhores revestimentos deste estudo, em outros substratos que atendam os requisitos para o processo de estampagem e de deposição do revestimento.

Estudar a formação dos *droplets* e seus efeitos nos modos de falha dos revestimentos, como sendo uma possível causa de desplacamentos da camada.

Aplicar os melhores revestimentos deste estudo, em ferramentas do processo de conformação de carcaças de compressores, comparando os resultados obtidos nas amostras com resultados práticos.

7 BIBLIOGRAFIA

BENDER, D.; MUMME, F. Capas innovadoras de material duro para herramientas en la conformación masiva en frío. **Alambre**, v. 2-3, p. p.46-49, 2005.

BULL, S. J.; JONES, A. M. Multilayer coatings for improved performance. **Surface and Coatings Technology**, p. 173-184, 1996.

CEKADA, M.; PANJAN, P. Evaluation of microhardness and elastic properties of multilayer hard coatings by microindentation. **Vacuum**, v. 61, p. 235-240, 2001.

DOBRANSKI, L. A. et al. Structure and mechanical properties of gradient PVD coatings. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 201, p. 310-314, 2008.

FRANCO, A. R. **Obtenção de revesitimentos duplex por nitretação a plasma e PVD-TiN em aços ferramenta AISI D2 e AISI H13:** Tese (Doutorado em Engenharia Metalurgica e Materiais). Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, p. 35-38. 2003.

FUENTES, G. G. . E. A. Gradient CrCN cathodic arc PVD coatings. **Thin Solid Films**, v. 517, p. 5894-5899, 2009.

FURTADO, N. M. Superfície e interface em filmes micro e nanoestruturados de silício depositadas por PVD em substratos de aço ferramenta D6. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores). INPE. São José dos Campos, SP, p. 27-30. 2008.

GADELMAWLA, E. S. et al. Roughness Parameters. Journal of Material Processing Technology, v. 123, p. 133-145, 2002.

HANDBOOK, A. M. Friction, Lubrication, and Wear Technology. [S.1.]: ASM International Handbook Committee, v. 18, 1992. 16 p.

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

HOGMARK, S. et al. Design and evaluation of tribological coatings. **Wear**, UPPSALA, SWEDEN, p. 20-33, 2000.

HOGMARK, S. et al. Mechanical and Tribological Requirements and Evaluation of Coating Composites. [S.l.]: Modern Tribology Handbook, Chapter 26, 2001. 3-5 p.

HOLMBERG, K. et al. Residual stresses in TiN, DLC and MoS2 coated surfaces with regard to their tribological fracture behaviour. **Wear**, v. 267, p. 2142-2156, 2009.

HOLMBERG, K.; MATTHEWS, A. **Modern Tribology Handbook**. [S.1.]: CRC Press LLC, 2001. 775-818 p.

HOLMBERG, K.; MATTHEWS, A.; RONKAINEN, H. Coatings tribology-contact mechanisms and surface design. **Tribology International**, v. 31, p. 107-120, 1998.

HUANG, R. X. et al. Influence of Substrate Roughness on Structure and Mechanical Property of TiAlN Coating Fabricated by Cathodic Arc Evaporation. **Physics Procedia**, v. 18, p. 160-167, 2011.

IMBENI, V. et al. Tribological behaviour of multi-layered PVD nitride coatings. **Wear**, v. 251, p. 997-1002, 2001.

J.L. MO, M. H. Z. Sliding tribological behavior of AlCrN coating. **Tribology International**, v. 41, p. 1161 - 1168, 2008.

KÖNIG, R. G. Estudo do desgaste de resvestimentos em matrizes de recorte a frio de cabeças de parafusos. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais). UFSC. Florianópolis, p. 40. 2007.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, ASTM B487 - 85 - Standard Test Method for Measurement of Metal and Oxide Coating Thickness by Microscopical Examination of a Cross Section. [S.l.]: [s.n.], 2007.

MELLO, J. D. B. **Introdução ao Estudo do Desgaste**. Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia. 1994.

MELLO, J. D. B.; BINDER, R. A Methodology to Determine Surface Durability in Multifunctional Coatings Applied to Soft Substrates. **Tribology International**, v. 39, p. 769-773, 2006.

MICHÉL, M. D. Propriedades Mecânicas e Fraturas Induzidas por Nanoindentação em Filmes de Carbono Amorfo Hidrogenado. Tese (Doutorado em Física). UFPR. Curitiba, p. 20. 2005.

NORDIN, M.; LARSSON, M.; HOGMARK, S. Mechanical and tribological properties of multilayered PVD TiN/CrN. **Wear**, v. 232, p. 221-225, 1999.

RIJEZA METALURGIA. **RIJEZA METALURGIA**, São Leopoldo, RS, 2011. Disponivel em:

http://www.rijeza.com.br/pesquisas/artigos-tecnicos>. Acesso em: 30 AGOSTO 2011.

SANTOS, G. R. Caracterização de filme DLC e avaliação das forças de usinagem em insertos revestidos no torneamento de ligas Al-Si. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). PUCPR. Curitiba, p. 51. 2006.

SILVA, C. A. Análise de propriedades mecânicas, tribológicas e metalográficas de material submetido ao processo de erosãocorrosão com sulfetação. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais). UFPR. Curitiba, p. 27-30. 2009.

SILVA, C. C. G. E. Estudo de Sinterização de Nitreto de Silcício com Adições dos Lantânio, Gadolínio e Alumínio. Dissertação (Mestrado em Ciência Nuclear). IPEN. São Paulo, p. 25. 2000.

SILVÉRIO, M. Comportamento tribológico de revestimento multifuncional CrN-DLC em atmosferas de gases refrigerantes. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais). UFSC. Florianópolis, p. 21-32. 2010.

STOETERAU, R. L. D. E. Apostila de Tribologia. UFSC. Florianópolis, p. 65-90. 2004.

SU, Y. L.; YAO, S. H. On the performance and application of CrN coatings. **Wear**, v. 205, p. 112-119, 1997.

SUSKI, C. A. Estudo do Efeito de Tratamentos e Revestimentos Superficiais na Vida de Ferramentas de Conformação Mecânica à Frio. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais). UFSC. Florianópolis, p. 12-15. 2004.

TAUBE, K.; BEWILOGUA, K. **Thin Films Tribology:** Encyclopedia of Materials Science and Technology. 2001. p. 9286-9293.

TEIXEIRA, V. Mechanical Integrity in PVD Coatings Due To the Presence of Residual Stress. **Thin Solid Films**, v. 392, p. 276-281, 2001.

VENKOVSKY, P. K.; YUHARA, D. Aplicação de revestimentos PVD em ferramentas de conformação de chapas. **BRASIMET**, São Paulo, 2009. Disponivel em: <http://www.brasimet.com.br/artigos/conformacao.pdf>. Acesso em: 10 Outubro 2009.

VILLARESMETALS. Villaresmetals. Villaresmetals, 2008. Disponivel em: <http://www.villaresmetals.com.br/portuguese/files/FT_13_VF800AT.p df>. Acesso em: 08 Outubro 2008.

YOSHIDA, S. www.ebah.com.br. **Ebah**, 2011. Disponivel em: <<u>http://www.ebah.com.br/busca.buscar.logic?q=Estamparias&p=5></u>. Acesso em: 30 Agosto 2011.

ZUM GAHR, K. H. Tribology Series 10. Microstruture and Wear of Materials, Amsterdam, p. 560, 1987.