

VINÍCIUS CARVALHO TELES

**DESGASTE ABRASIVO DE REVESTIMENTOS
CrAISiN MULTICAMADA/GRADIENTE**



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA

2014

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Sistema de Bibliotecas da UFU, MG, Brasil.

T269d Teles, Vinícius Carvalho, 1988-
2014 Desgaste abrasivo de revestimentos cralsin multicamada/gradiente /
Vinícius Carvalho Teles. - 2014.
103 f. : il.

Orientador: Washington Martins da Silva Júnior.
Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Uberlândia,
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica.
Inclui bibliografia.

1. Engenharia mecânica - Teses. 2. Desgaste mecânico - Teses. 3.
Revestimentos - Teses. 4. - Teses. I. Silva Júnior, Washington Martins
da, 1977- II. Universidade Federal de Uberlândia. Programa de Pós-
Graduação em Engenharia Mecânica. III. Título.

CDU: 621

VINÍCIUS CARVALHO TELES

**DESGASTE ABRASIVO DE REVESTIMENTOS CrAISiN
MULTICAMADA/GRADIENTE**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Uberlândia, como parte dos requisitos para a obtenção do título de **MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA**.

Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação.

Orientador: Prof. Dr. Washington Martins da Silva Júnior

Uberlândia – MG

2014

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais Neiber e Marluza, por todo o incentivo e dedicação depositados sobre mim. Aos meus irmãos Hayane e Luis Fernando e minha sobrinha Anna Laura, por todo o apoio e camaradagem. Ao meu cunhado Ary pela amizade.

Ao professor Washington Martins da Silva Júnior pela excelente orientação, atenção e amizade.

À minha namorada Viviane pelo carinho, dedicação e companheirismo em todos os momentos.

À banca avaliadora José Daniel Biasoli de Mello e Roberto Martins de Souza.

Aos professores Alberto Raslan e Henara Costa, por todos os anos de orientação e amizade.

À Ângela Maria da Silva Andrade, pela indispensável dedicação, atenção e competência.

Aos colegas André, Gustavo, José Lúcio, Leonardo, Mário, Regina e Wilian, do Laboratório de Tribologia e Materiais, pelas diversas colaborações.

Ao aluno de iniciação científica Luiggi Loureiro, pela grande ajuda.

À Universidade Federal de Uberlândia e à Pós Graduação em Engenharia Mecânica, pela oportunidade de realizar este curso.

Ao Laboratório Multiusuário de Microscopia da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia.

Ao Laboratório de Processos de Separação da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia.

A CAPES, CNPq e a FAPEMIG pelo apoio financeiro.

TELES, V. C. **DESGASTE ABRASIVO DE REVESTIMENTOS CrAlSiN MULTICAMADA/GRADIENTE**. 2014. 88f. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia.

Resumo

Revestimentos depositados pela técnica PVD têm sido utilizados para melhorar a resistência ao desgaste de contatos severos em diferentes sistemas tribológicos. Diversos trabalhos mostraram avanços nas propriedades mecânicas ao utilizar revestimentos multicamada e gradiente, devido a sua maior resistência ao crescimento de trincas e melhor aderência. Durante a estampagem, ocorre o desgaste na superfície da ferramenta devido ao deslizamento entre a ferramenta e a peça. A manutenção das ferramentas de estampagem envolve o polimento da mesma, ou, no caso de desgaste muito severo, sua substituição. Revestimentos duros têm sido utilizados em ferramentas de estampagem para minimizar os custos e tempo de operação. Em testes de desgaste por deslizamento em revestimentos CrAlSiN depositados por PVD em aço ferramenta, evidenciaram mecanismos de desgaste abrasivo na superfície desgastada, aparentemente causados por partículas duras geradas durante esse desgaste. Nesse trabalho, a resistência ao desgaste abrasivo desses revestimentos foi investigada. O efeito do acabamento superficial do substrato, da arquitetura do revestimento, da composição química e da espessura foram analisados. Dois projetos de revestimento foram utilizados: revestimento em multicamadas e em gradiente de composição química. Em todas as amostras, a composição química inicial, na interface com o substrato, foi mantida constante e a composição química (razão entre CrN/AlSi) variou até sua superfície. A tenacidade do revestimento foi estudada utilizando esclerometria com carga progressiva. Foram utilizados testes de microabrasão com partículas abrasivas de SiC e SiO₂. A resistência à abrasão mostrou uma correlação direta com o produto da carga crítica e dureza. Às taxas de desgaste do revestimento multicamada foram maiores que as do revestimento gradiente. Em testes de abrasão com SiC o revestimento com maior teor de AlSi na superfície apresentou menor coeficiente de desgaste. Ao utilizar SiO₂ como partícula abrasiva, os resultados de k_c se mostraram indiferente para todos os revestimentos.

Palavras-chave: microabrasão; PVD; CrAlSiN; revestimento multicamada; revestimento gradiente.

TELES, V. C. **ABRASION WEAR OF MULTILAYERED/GRADIENT CrAlSiN COATINGS**. 2014, 88p. M. Sc. Dissertation. Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia.

Abstract

PVD coatings have been used to improve the wear resistance of severe contacts in different tribological systems. Related works showed advantages in mechanical properties of multilayered and graded films due to their resistance to crack growth and better adhesion. During stamping, sliding between sheet metal and forming tool damages their surfaces. Maintenance of stamping tools involves polishing the tool edge, or, in case of severe damage, replacement of the tool. Hard coatings have been used on stamping tools in order to minimize these costly and time consuming operations. Sliding wear tests of CrAlSiN coatings applied by PVD onto tool steel have evidenced the occurrence of abrasive mechanisms on the worn surfaces, apparently caused by wear debris. In this work, the abrasion wear resistance of these coatings was investigated. The effect of substrate surface finish, coating architecture, coating composition and thickness was analyzed. Two different coating designs were used: multilayered and gradient coatings. In all the samples, the initial composition at the interface with the substrate was kept constant and the surface composition (CrN/AlSi ratio) was varied. The toughness of the coating was investigated by progressive load scratch tests. Free-ball microabrasion tests were carried out using SiC and SiO₂. The wear resistance presented direct correlation to the product of the critical load and surface hardness. The wear rates of the multilayered coatings were higher than those of the gradient coatings. In microabrasion tests with SiC showed that coatings with higher concentration of AlSi near the surface presented the lowest wear rates. The gradient coatings had higher hardness and toughness than multilayer coating. When using SiO₂ as abrasive particle the kc values showed indifferent to all coatings.

Keywords: microabrasion test; PVD; CrAlSiN; gradient coating; multilayer coating

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1: Métodos de deposição de revestimentos (HOLMBERG; MATTHEWS, 2009).....	5
Figura 2.2: Diferentes arquiteturas de revestimentos tribológicos (HOGMARK; JACOBSON; LARSSON, 2000).....	6
Figura 2.3: Esquema dos diversos mecanismos de resistência a propagação de trincas (HOLLECK; SCHIER, 1995).	7
Figura 2.4: Técnicas para atomizar o material do alvo no processo PVD (HOLMBERG; MATTHEWS, 2009).	8
Figura 2.5: (a) Microestrutura do revestimento CrAlSiN (8,7 % de Si) obtida por microscopia eletrônica de transmissão (MET). (b) Microdureza de revestimentos CrAlSiN e CrSiN em função da porcentagem de Si (PARK et al., 2007).....	10
Figura 2.6: (a)Taxa de desgaste em função da relação (Al+Si)/Cr, para revestimentos CrAlSiN sobre substrato de aço rápido. Microabrasão. Abrasivo SiC. (b) Dureza em função da relação (Al+Si)/Cr (DING; ZENG; LIU, 2011).	10
Figura 2.7: Indentação Rockwell-C, carga 150 Kg. (a) CrAlSiN e (b) TiAlN (DING; ZENG; LIU, 2011).	11
Figura 2.8: (a)Comparação entre as taxa de desgaste abrasivo do CrAlSiN e TiAlN. Microabrasão, abrasivo SiC. (b) Desgaste de flanco no fresamento (DING; ZENG; LIU, 2011).....	12
Figura 2.9: Material da peça aderido na matriz de conformação (DA SILVA et al., 2013). ...	13
Figura 2.10: Formação de particulado duro de superfícies revestidas: (a, b) lascas do material partir da superfície revestimento, (c, d) desprendimento do revestimento de modo que o substrato é exposto e (e, f) destacamento de partículas duras contendo tanto material do revestimento quanto do substrato (HOLMBERG; MATTHEWS, 2009).	14
Figura 2.11: Sinas de desgaste abrasivo em ensaios de deslizamento alternativo realizados sobre amostra de aço ferramenta com revestimento CrAlSiN (VICTOR et al., 2013). ...	14
Figura 2.12: Dinâmica da partícula abrasiva em microabrasão. Substrato de aço ferramenta revestido com CrAlSiN: (a) Deslizamento - Abrasivo: diamante (3 µm). (b) Rolamento - Abrasivo: SiC (5 µm).	15
Figura 2.13: (a) Mapa de desgaste (ADACHI; HUTCHINGS, 2003)(b) Dinâmica da partícula em função da carga e da fração volumétrica de abrasivos no fluido em um teste de	

microabrasão, aço ferramenta, SiC #1200 (TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999).....	16
Figura 2.14: Volume de desgaste após 30 m de deslizamento em função da concentração de abrasivo e carga aplicada. Microabrasão. Abrasivo: SiC, (4,25 μ m) (TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999).	17
Figura 2.15: (a) Relação entre a dureza da partícula abrasiva e a dureza do material desgastado e (b) Desgaste em função da dureza da partícula abrasiva (ZUM GAHR, 1998).....	18
Figura 2.16: Ilustração do contato entre uma partícula abrasiva submetida a uma carga normal e uma superfície plana. (a) se H_a/H_s for maior que 1,2 e (b) se H_a/H_s for menor 1,2 (HUTCHINGS, 1992).	19
Figura 2.17: (a) Microsulcamento, (b) interação de microsulcos, (c) microcorte e (d) microtrinca (ZUM GAHR, 1987).....	20
Figura 2.18: Microindentação (DA SILVA, 2008).	20
Figura 2.19: (a) Volume total desgastado; (b) Esquema do ensaio de microabrasão; (c) Calota real após o ensaio de microabrasão de material revestido, sendo, b o diâmetro externo e a o diâmetro interno (COZZA, 2013).....	21
Figura 2.20: Ilustração do perfil da cratera de desgaste mostrando as ondulações decorrente das diferentes taxas de desgaste das camadas (BERGER et al., 1999).	22
Figura 2.21: Vista esquemática da zona de suporte (BERGER et al., 1999). (a) Sem a presença da zona de suporte (b) com zona de suporte.....	23
Figura 2.22: (a) Padrão de aprovação de aderência (HEINKE et al., 1995); (b) Indentação de sobre uma amostra revestida com carga de 150 kgf (VICTOR, 2012).	24
Figura 2.23: Representação dos mecanismos de falhar. (a) deslocamento, (b) fratura devido à flambagem, (c) lascas de revestimento, (d) falha conformal e (e) fraturas devido a tensões trativas (BURNETT; RICKERBY, 1987).	25
Figura 2.24: Representação esquemática dos modos de falha dominante na esclerometria em função da dureza do revestimento e do substrato (BULL; BERASETEGUI, 2006).	27
Figura 2.25: Destacamento do revestimento quando o substrato sofre grandes deformações plásticas (TAKADOUM, 2008).	28
Figura 2.26: Variação de L_c em relação à rugosidade da superfície de revestimentos de TiN depositado sobre aços inoxidáveis e carbono (BULL; RICKERBY, 1990).....	29
Figura 2.27: Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da seção transversal de revestimentos submetidos ao teste de esclerometrica com carga progressiva. (a)	

revestimento do tipo gradiente e (b) revestimento do tipo multicamada (HARRY et al., 1999).....	30
Figura 3.1: Representação esquemática dos revestimentos estudados. (a) – multicamada; (b) – gradiente de composição química.....	33
Figura 3.2: Características das amostras estudadas.....	35
Figura 3.3: Esquema de funcionamento da microabrasão.....	37
Figura 3.4: (a) Imagem obtida via MEV de uma calota de desgaste produzida pelo teste de microabrasão (b) Esquema da geometria da calota de desgaste formada por teste de microabrasão com uma esfera de raio R e espessura do revestimento t	38
Figura 3.5: (a) Diagrama esquemático de uma curva linear obtida plotando SN/V_c em função V_s/V_c (KUSANO, VAN ACKER e HUTCHINGS, 2004), (b) exemplo do método Allsopp para a amostra P1 utilizando como abrasivo SiC.	40
Figura 3.6: Calota produzida com pasta de diamante.....	42
Figura 3.7: (a) Esquema do microesclerômetro e (b) Equipamento (SILVA JR, 2008).	43
Figura 4.1: Aspecto morfológico das partículas abrasivas: SiC - (a) e (b), SiO ₂ – (c) e (d). MEV.	47
Figura 4.2: Carbetos de silício (SiC). (a) Histograma que mostra a distribuição granulométrica; (b). Curva de porcentagem acumulada. DRL.....	48
Figura 4.3: Sílica (SiO ₂). (a) Histograma que mostra a distribuição granulométrica; (b) Curva de porcentagem acumulada. DRL.	48
Figura 4.4: Microestrutura do substrato, aço ferramenta VF800 AT Villares. Imagem obtida por microscopia óptica. MO, ataque nital 3%.	49
Figura 4.5: Interferometria a laser da superfície do substrato (a) polido, (b) jateado e polido e (c) jateado.	50
Figura 4.6: Parte da calota das amostras JP2 e JP5 desgastada com SiO ₂ : (a) multicamada e (b) gradiente. MO.	52
Figura 4.7: Parâmetro de rugosidade S_q das amostras estudadas. Em azul escuro S_q da superfície dos revestimentos e em azul claro S_q do substrato.....	52
Figura 4.8: Dureza superficial. Efeito da arquitetura. Lotes 2 e 5. Dureza Knoop 50 gf.....	54
Figura 4.9: Dureza superficial. Efeito do teor de AlSi na composição química. Lotes 2 e 3. Microdureza Knoop, 50 gf.	55
Figura 4.10: Dureza superficial. Efeito da espessura do revestimento. Lotes 1 e 2. Dureza Knoop, carga de 50 gf.	55

Figura 4.11: Dureza superficial. Variar tanto a arquitetura quanto o teor de AlSi. Lotes 1 e 4. Dureza Knoop com carga de 50 gf.	56
Figura 4.12: Obtenção da carga crítica (Lc) para a amostra P2. Gráfico da força normal. Imagem da primeira trinca no interior do risco - MO.	57
Figura 4.13: Valor da carga crítica Lc para as amostras dos lotes 2 e 5, comparando a arquitetura do revestimento.	58
Figura 4.14: Efeito da composição química nos valores de carga crítica. Lotes 2 e 3.	58
Figura 4.15: Carga crítica das amostras do lote 1 e 2. Efeito da espessura do revestimento. ..	59
Figura 4.16: Superfície das amostras (a)P1 e (b)P2. MO.	59
Figura 4.17: Valores de carga crítica dos lotes 1 e 4.	60
Figura 4.18: Interferometria a laser de uma calota esférica gerada por microabrasão utilizando como abrasivo SiC (a) imagem 3D e (b) perfil A. Amostra P2. Tempo de teste 75 minutos.	61
Figura 4.19: Calota de desgaste produzida pela técnica de microabrasão (a) imagem 3D e (b) perfil A. Amostra P2. Tempo de teste 360 minutos.	62
Figura 4.20: Coeficiente de desgaste total em função tempo de teste. Abrasivo (a) SiC e (b) SiO ₂	63
Figura 4.21: Coeficiente de desgaste das amostras dos lotes 2 e 5 para todos os acabamentos superficiais do substrato. Efeito da arquitetura do revestimento. Microabrasão, abrasivo SiC.	64
Figura 4.22: Coeficiente de desgaste das amostras do lote 2 e 3 para todos os acabamentos superficiais do substrato. Efeito da variação da composição química da superfície do revestimento. Microabrasão, abrasivos SiC.	65
Figura 4.23: MEV (a) região da cratera de desgaste da amostra P3, (b) região delimitada e (c) região da calota da amostra JP3. Microabrasão com SiC, após 75 min de teste. MEV. ..	66
Figura 4.24: Destacamento parcial do revestimento da amostra P3 (a) e aumento da área delimitada (b).	66
Figura 4.25: Coeficiente de desgaste das amostras do lote 1 e 2 para todos os acabamentos superficiais do substrato. Microabrasão, abrasivos SiC.	67
Figura 4.26: Coeficiente de desgaste das amostras do lote 1 e 4 para todos os acabamentos superficiais do substrato. Microabrasão, abrasivo SiC.	68
Figura 4.27: Transição entre substrato e revestimento. (a) jateada, (b) ampliação da região delimitada, (c) amostra jateada e polida e (d) polida. MEV.	69
Figura 4.28: Mecanismos de desgaste encontrados nas amostras estudadas. MEV.	71

Figura 4.29: k_c em função de HK.....	72
Figura 4.30: Correlação entre coeficiente de desgaste, k_c , e carga crítica, L_c , para todos os lotes.....	73
Figura 4.31: Correlação entre k_c e $(L_c \times HK)$	74
Figura 4.32: Coeficiente de desgaste das amostras do lote 2 e 5 para todos os acabamentos superficiais do substrato. Microabrasão, abrasivo SiO_2	75
Figura 4.33: Mecanismo de desgaste. Amostra P2. Abrasivo SiO_2 . Microabrasão. MEV.....	76
Figura 4.34: Ondulação na cratera de desgaste ao utilizar SiO_2 como abrasivo. Amostra P3. MO.....	76
Figura 4.35: Esquema da zona de suporte, imagem adaptada de (BERGER et al., 1999).....	77
Figura 4.36: Coeficientes de desgaste abrasivo do revestimento. Abrasivos: carbetto de silício e sílica.....	77

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1: Composição química do aço VF800 AT Villares (VICTOR, 2012).....	31
Tabela 3.2: Espessura nominal dos revestimentos estudados.	34
Tabela 3.3: Características das partículas abrasivas.....	36
Tabela 3.4: Intervalos de tempos para cada sistema tribológico.	41
Tabela 4.1: Diâmetro médio das partículas abrasivas. DRL.	47
Tabela 4.2: Rugosidade superficial dos substratos estudados.	51
Tabela 4.3: Espessura real e nominal dos revestimentos estudados.....	53
Tabela 4.4: Mecanismos de desgaste atuantes nas amostras estudadas.	71
Tabela 4.5: Severidade do sistema.	78

LISTA DE SÍMBOLOS

- kt: coeficiente de desgaste total
kc: coeficiente de desgaste do revestimento
ks: coeficiente de desgaste do substrato
a: diâmetro interno da calota
 a_c : diâmetro interno crítico
b: diâmetro externo da calota
d: diâmetro médio das partículas abrasivas
t: espessura do revestimento
N: força normal
V: volume de desgastado
Vc: volume desgastado do revestimento
Vs: volume desgastado do substrato
R: raio do corpo esférico
S: distância deslizada
 ϑ : fração volumétrica de abrasivos no fluido
Lc: carga crítica
Ha: dureza do abrasivo
Hb: dureza do contra corpo esférico
Hs: dureza da superfície da amostra
DRL: difração de raio laser
MEV: microscópio eletrônico de varredura
MO: microscopia óptica
 S_q : rugosidade superficial quadrática média
 S_a : rugosidade superficial aritmética média
 R_q : perfil de rugosidade quadrática média
 R_a : perfil de rugosidade aritmética média
PVD: deposição física de vapor
HV: dureza Vickers
HK: dureza Knoop

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1	REVESTIMENTOS TRIBOLÓGICOS	4
2.1.1	<i>Arquitetura do revestimento</i>	6
2.2	DEPOSIÇÃO FÍSICA DE VAPOR (PVD – <i>PHISICAL VAPOUR DEPOSITION</i>) ...	7
2.3	REVESTIMENTOS CRALSIN	9
2.4	CONFORMAÇÃO MECÂNICA	12
2.5	DESGASTE ABRASIVO	15
2.5.1	<i>Microabrasão de revestimentos</i>	21
2.6	ADERÊNCIA DO REVESTIMENTO SOBRE O SUBSTRATO.....	23
2.6.1	<i>Fatores que influenciam a aderência</i>	26
3	METODOLOGIA.....	31
3.1	MATERIAIS	31
3.1.1	<i>Parâmetros do revestimento.....</i>	32
3.2	MÉTODOS.....	36
3.2.1	<i>Microdureza</i>	36
3.2.2	<i>Caracterização das Partículas Abrasivas: Dureza, Forma e Tamanho</i>	36
3.2.3	<i>Ensaio de desgaste.....</i>	37
3.2.4	<i>Determinação da espessura do revestimento</i>	42
3.2.5	<i>Ensaio de esclerometria com carga progressiva – Scratch test.....</i>	42
3.2.6	<i>Interferometria</i>	44
3.2.7	<i>Microestrutura do substrato e mecanismos de desgaste</i>	44
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	46
4.1	CARACTERIZAÇÃO DOS ABRASIVOS	46
4.2	CARACTERIZAÇÃO DO SUBSTRATO	49
4.2.1	<i>Microestrutura.....</i>	49
4.2.2	<i>Topografia.....</i>	50
4.3	CARACTERIZAÇÃO DOS REVESTIMENTOS	51
4.3.1	<i>Arquitetura do revestimento</i>	51

4.3.2	<i>Topografia</i>	52
4.3.3	<i>Espessura</i>	53
4.3.4	<i>Microdureza</i>	53
4.3.5	<i>Esclerometria com carga progressiva – Scratch test</i>	57
4.4	ENSAIOS DE MICROABRASÃO	61
4.4.1	<i>Forma da cratera de desgaste</i>	61
4.4.2	<i>Regime permanente</i>	63
4.4.3	<i>Carbeto de Silício - SiC</i>	64
4.4.4	<i>Sílica – SiO₂</i>	75
4.4.5	<i>Influência da natureza do abrasivo no comportamento em abrasão</i>	77
5	CONCLUSÕES	79
6	TRABALHOS FUTUROS	81
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	82

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

Contatos mecânicos severos e não lubrificados podem evoluir para a adesão catastrófica das superfícies envolvidas. Diversos parâmetros tribológicos afetam esses processos de desgaste, tais como: comportamento mecânico das superfícies, topografia, capacidade de oxidação, afinidade entre os materiais, dentre outros (EYRE, 1978). Esse conhecimento é importante em vários processos que envolvem contato mecânico de superfícies com movimento relativo, ao ar, tais como: laminação, conformação mecânica, extrusão, trefilação entre outros. Por exemplo, a resistência ao desgaste de ferramentas de conformação mecânica pode ser melhorada através da aplicação de revestimentos depositados pela técnica de deposição física de vapor (PVD) sobre a superfície das ferramentas (IMBENI et al., 2001). O desempenho das ferramentas revestidas pode ser afetado tanto pela escolha do material do revestimento, o acabamento superficial do substrato ou até mesmo pela arquitetura do revestimento (HOGMARK; JACOBSON; LARSSON, 2000).

Historicamente, a deposição PVD de nitreto de titânio (TiN) tem sido a mais utilizada, principalmente, em ferramentas corte, mancais e como proteção contra a erosão (HOLMBERG; MATTHEWS, 2009). No entanto, em algumas aplicações, as propriedades dos revestimentos de TiN não são suficientes, pois possuem uma baixa resistência à corrosão e oxidação comparado a outros materiais (HONES; SANJINES; LEVY, 1997). Desta forma, existe um esforço para encontrar revestimentos mais adequados para tais aplicações (TAKADOUM, 2008).

Segundo Rafaja et al. (2006), revestimentos de nitreto de cromo (CrN) são uma alternativa aos revestimentos de TiN, pois a resistência ao desgaste e dureza do CrN é

acompanhada por uma boa resistência à corrosão e estabilidade térmica. Recentemente, as propriedades dos revestimentos de CrN foram aprimoradas pela adição dos elementos alumínio e silício em sua composição química (SPAIN et al., 2005). Estes autores reportaram que, ao adicionar alumínio houve o aumento da resistência à oxidação devido à formação de óxidos de alumínio (Al_2O_3) na superfície. O acréscimo de dureza foi observado ao adicionar silício devido à alteração da estrutura cristalina do revestimento (PARK et al., 2007). Portanto, revestimentos complexos contendo nitretos de cromo, alumínio, silício (CrAlSiN) estão sendo explorados devido a sua elevada dureza (> 40 GPa), resistência ao desgaste e oxidação (PARK et al., 2007).

Além de novos materiais, outra abordagem para alcançar melhores desempenhos do revestimento é dedicada à concepção da arquitetura do revestimento, que podem ser: monocamada, multicamada, gradiente de composição química, e outros (HOGMARK; JACOBSON; LARSSON, 2000). Revestimentos multicamadas têm suas propriedades tribológicas aprimoradas, pois dificultam a propagação de trincas, quando comparados ao revestimento monocamada de mesmo material (BULL; JONES, 1996). Revestimentos com arquitetura do tipo gradiente de composição química oferecem uma transição suave das propriedades mecânicas ao longo da espessura do revestimento, oferecendo uma maior capacidade de carga (HOGMARK; JACOBSON; LARSSON, 2000).

Victor (2012) estudou a resistência ao desgaste por deslizamento de revestimentos CrAlSiN depositados por PVD sobre aço ferramenta. Nesse trabalho foi avaliado o efeito da arquitetura do revestimento (multicamada e gradiente de composição química), teor de CrN e AlSi na composição química, espessura do revestimento e topografia do substrato nas propriedades tribológicas. Em síntese, o revestimento com melhor desempenho conjugou: arquitetura do tipo gradiente, substrato mais polido, maior teor de AlSi na superfície e maior espessura.

Contudo, o estudo da resistência ao desgaste abrasivo de revestimentos tribológicos também se mostra importante, pois foram observados em trabalhos anteriores (VICTOR et al., 2013) sinais de desgaste abrasivo causados pela fragmentação do revestimento em ensaios de deslizamento alternativo. Para o estudo da resistência ao desgaste abrasivo de revestimentos, a técnica de microabrasão se torna indispensável, pois foi especialmente desenvolvida para o estudo do desgaste abrasivo de modificações superficiais e revestimentos finos, com a profundidade da marca de desgaste na ordem de $30 \mu\text{m}$ (RUTHERFORD; HUTCHINGS,

1996). Em materiais revestidos, pode ser calculado o coeficiente de desgaste (taxas de desgaste) para o revestimento e substrato em um mesmo teste (KASSMAN et al., 1991).

No presente trabalho de mestrado, foi avaliada a resistência à abrasão do aço ferramenta revestido com CrAlSiN em testes de microabrasão. Desta forma, foi estudada a resistência ao desgaste abrasivo em função: arquitetura do revestimento (multicamada e gradiente de composição química), dos teores de AlSi e CrN na composição química do revestimento, da espessura do revestimento e do acabamento superficial do substrato.

Ao analisar os resultados de coeficiente de desgaste abrasivo, foi observada a correlação dos mesmos com a dureza superficial nas amostras que apresentaram mecanismo de desgaste dúctil. Também foi observada a correlação das taxas de desgaste com o produto da carga crítica e dureza superficial. Isso indicou que as taxas de desgaste possuem uma relação complexa com a dureza e tenacidade.

CAPÍTULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O presente capítulo apresenta a revisão bibliográfica sobre os assuntos relacionados a esta dissertação. São abordados os seguintes temas: revestimentos tribológicos, método de deposição PVD, propriedades do revestimento CrAlSiN, desgaste abrasivo com foco em microabrasão de materiais revestidos, esclerometria e adesão do revestimento sobre o substrato.

2.1 REVESTIMENTOS TRIBOLÓGICOS

São chamados de revestimentos finos ou revestimentos tribológicos aqueles cuja espessura é fina o suficiente para que o substrato também exerça influência no atrito e na resistência ao desgaste. Portanto, revestimentos espessos, onde o substrato exerce pouca ou nenhuma influência no comportamento tribológico, não são classificados como revestimentos tribológicos, pois atuam como um material independente (HOLMBERG; MATTHEWS, 2009).

Atualmente, revestimentos finos resistentes ao desgaste são amplamente aplicados em ferramentas de corte, de conformação e em componentes mecânicos, com o intuito de melhorar o desempenho e a produtividade. As principais propriedades que se busca ao utilizar revestimentos finos são: resistência ao desgaste, oxidação, alta dureza, inércia química, baixo atrito, etc (TAKADOUM, 2008; HOLMBERG; MATTHEWS, 2009).

Existem diversas formas de se depositar um revestimento: a escolha do método dependerá do material a ser depositado, do material do substrato e também dos resultados que se deseja. Alguns métodos de deposição são apresentados na Figura 2.1.



Figura 2.1: Métodos de deposição de revestimentos (HOLMBERG; MATTHEWS, 2009).

Para a escolha do método mais adequado é necessário conhecer as características de cada processo de deposição (HOLMBERG; MATTHEWS, 2009). Um dos métodos mais utilizados para a deposição de revestimentos finos é a deposição física de vapor ou PVD (*Physical Vapor Deposition*) (BERGER, *et al.*, 1999; BULL; JONES, 1996; IMBENI *et al.*, 2001). Uma importante vantagem do processo PVD é a grande flexibilidade de materiais a ser depositado e as baixas temperaturas de trabalho, o que permite depositar em diferentes substratos. Os materiais mais comuns são os nitretos (TiN, CrN, etc), carbonetos (TiC, CrC, W₂C, WC/C, etc), óxidos (alumina) ou combinações destes (HOGMARK; JACOBSON; LARSSON, 2000).

A primeira geração de revestimentos depositados por PVD consistia em nitretos binários (TiN e CrN). Essa técnica evoluiu para uma segunda geração de revestimentos, desenvolvida pela adição de mais elementos, compondo sistemas ternários (CrAlN e CrSiN) e quaternários (CrAlSiN) (SPAIN *et al.*, 2005; PARK *et al.*, 2007; LEE *et al.*, 2005). Revestimentos com diferentes arquiteturas são empregados com o intuito de atingir melhores performances do conjugado revestimento/substrato (HOLMBERG; MATTHEWS, 2009).

2.1.1 Arquitetura do revestimento

Os revestimentos podem ser concebidos com diferentes arquiteturas. As mais comuns são: monocamada, multicamada, gradiente de composição química, multicomponente e duplex, Figura 2.2 (HOGMARK; JACOBSON; LARSSON, 2000).

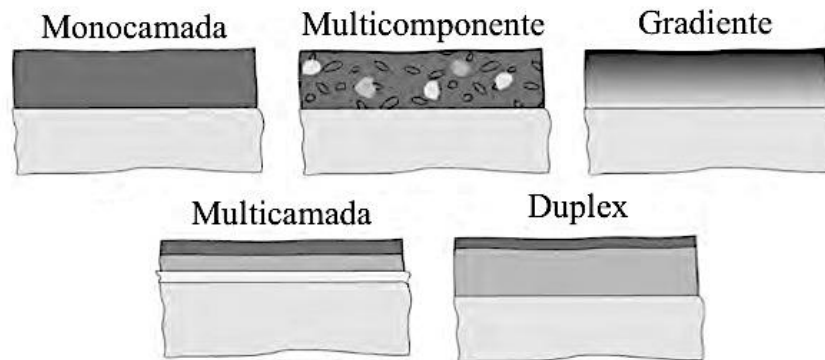


Figura 2.2: Diferentes arquiteturas de revestimentos tribológicos (HOGMARK; JACOBSON; LARSSON, 2000).

Revestimentos monocamada são constituídos de apenas um material, por exemplo: o nitreto de titânio (TiN), nitreto de cromo (CrN), dentre outros (HOGMARK; JACOBSON; LARSSON, 2000).

Os revestimentos do tipo multicomponente são aqueles revestimentos que em seu interior existem diferentes constituintes (ex: carbonetos), os quais conferem a resistência ao desgaste, enquanto a matriz funciona como um ligante (BOZZI; DE MELLO, 1999).

Revestimentos duplex são caracterizados por uma camada nitretada na superfície do substrato, seguida pela deposição do recobrimento duro (BATISTA; GODOY; MATTHEWS, 2002).

Em uma arquitetura do tipo multicamada, o revestimento é formado por várias camadas, de materiais diferentes, apresentado interfaces distintas entre as camadas adjacentes (HOGMARK; JACOBSON; LARSSON, 2000; ZHANG et al., 2005). A espessura das camadas pode variar de alguns nanômetros a alguns décimos de micrometros. Revestimentos feitos em estruturas multicamadas são mais duros e mais resistentes ao desgaste que os revestimentos homogêneos de mesmo material. Pois, as várias interfaces presentes no revestimento dificultam a propagação de trincas e podem servir como barreiras para as

discordâncias (BULL; JONES, 1996). A arquitetura multicamada emprega diferentes meios para dificultar a propagação das trincas, alguns deles são mostrados na Figura 2.3.

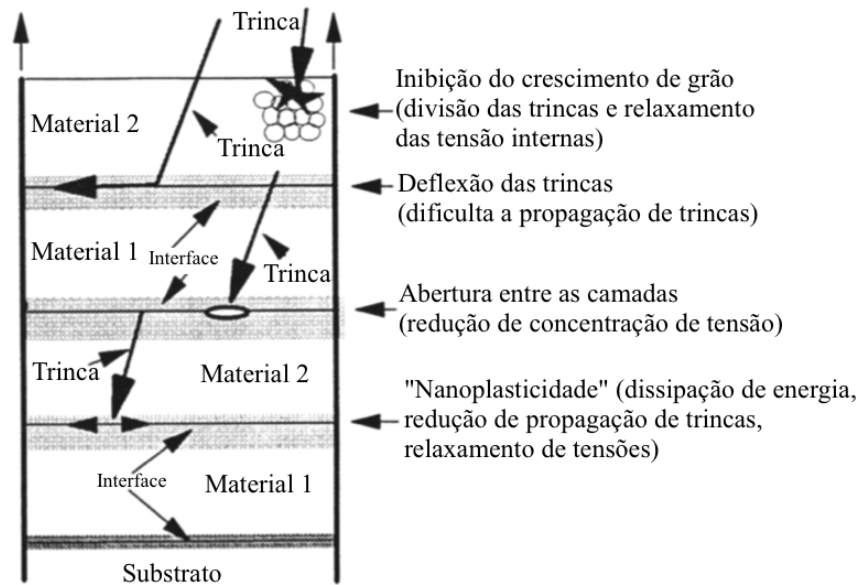


Figura 2.3: Esquema dos diversos mecanismos de resistência a propagação de trincas (HOLLECK; SCHIER, 1995).

Revestimentos com arquitetura do tipo gradiente apresentam uma variação da composição química. Desta forma, apresentam uma mudança gradual das propriedades mecânicas ao longo da espessura. Em comparação com revestimentos multicamadas, que apresentam camadas com espessura finita e interfaces entre as diferentes camadas, filmes do tipo gradiente podem ser considerados como uma composição de infinitas camadas, porém, sem as interfaces (CHEN et al., 2008).

2.2 DEPOSIÇÃO FÍSICA DE VAPOR (PVD – *PHISICAL VAPOUR DEPOSITION*)

O processo de deposição física de vapor (PVD) envolve a atomização ou vaporização de algum material sólido (alvo) e a deposição deste material sobre o substrato, formando o revestimento. O PVD pode ser dividido de acordo com o método de atomização do alvo, como mostrado na Figura 2.4. O material do alvo pode ser removido por energia cinética ou por energia térmica.

São chamados PVD por evaporação os métodos que utilizam a energia térmica, que envolvem a vaporização do material alvo e em seguida a sua deposição sobre o substrato. Os métodos que utilizam a energia cinética são chamados de *sputtering*, que consiste em bombardear, de forma controlada, o alvo com um feixe de íons. Os átomos ejetados da superfície do alvo atingem a superfície do substrato com grande energia, se aderindo (HOLMBERG; MATTHEWS, 2009).

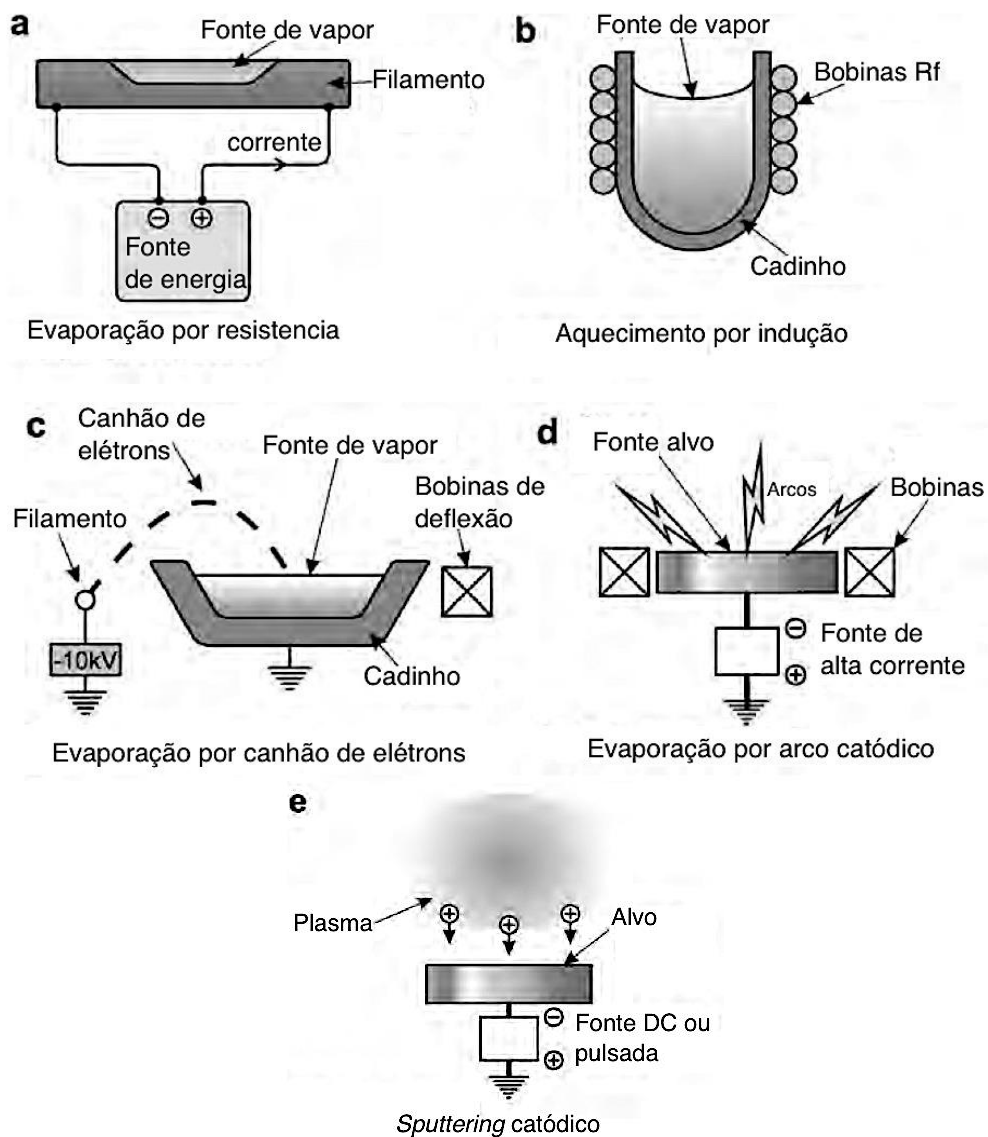


Figura 2.4: Técnicas para atomizar o material do alvo no processo PVD (HOLMBERG; MATTHEWS, 2009).

Um grande número de materiais pode ser depositado pelo processo PVD, sendo metálicos, cerâmicos e até mesmo uma combinação dos dois. A espessura do revestimento pode variar de alguns nanômetros até micrômetros. A temperatura de trabalho varia de 50 a 600 °C, o que diminui a formação de tensões residuais de origem térmica (HOLMBERG; MATTHEWS, 2009).

2.3 REVESTIMENTOS CrAlSiN

Revestimentos de nitreto de cromo (CrN) estão sendo largamente utilizados na indústria metal-mecânica por sua resistência à corrosão e ao desgaste. Porém, sua empregabilidade é limitada pela baixa dureza e rápida oxidação em temperaturas elevadas (900 °C) (LE et al., 2013). A fim de adquirir novas propriedades, a incorporação de outros elementos no nitreto de cromo está sendo explorada, onde revestimentos ternários e quaternários estão recebendo atenção devido às novas propriedades (SPAIN et al., 2005; LEE et al., 2005; PARK et al., 2007; TRITREMMELE et al., 2013; RAFAJA et al., 2006).

Um exemplo é a adição do alumínio (Al) que forma o composto Cr-Al-N. Foi reportada que a inclusão do alumínio aumenta a resistência à oxidação, devido à formação do óxido de alumínio na superfície, Al_2O_3 (SPAIN et al., 2005). A adição de silício (Si), Cr-Si-N, até certos níveis, causa um aumento de dureza, podendo chegar a durezas superiores a 40 GPa (LEE et al., 2005). A Figura 2.5 apresenta os resultados encontrados por Park et al. (2007). Observa-se que a adição do silício confere ao revestimento Cr-Al-N um considerável ganho de dureza, Figura 2.5(b).

Revestimentos de CrAlSiN são nanocompósitos constituídos de nanocristais imersos em uma matriz de SiN_x amorfa (Figura 2.5(a)) (Park et al, 2007; Tritremmel et al, 2013). Observa-se que há um ganho de dureza com a adição de Si até uma porcentagem próxima de 10% (Figura 2.5(b)). Para maiores teores de silício, a dureza do revestimento diminui. Park et al., (2007) explicam que o aumento da dureza ocorre devido à força de coesão entre as os nanocristais e a matriz amorfa e devido ao efeito Hall-Petch, que é o ganho de dureza decorrente do refino de grão. Para maiores teores de Si o volume da fase amorfa será maior. Como possui uma menor dureza, o valor de dureza final será menor.

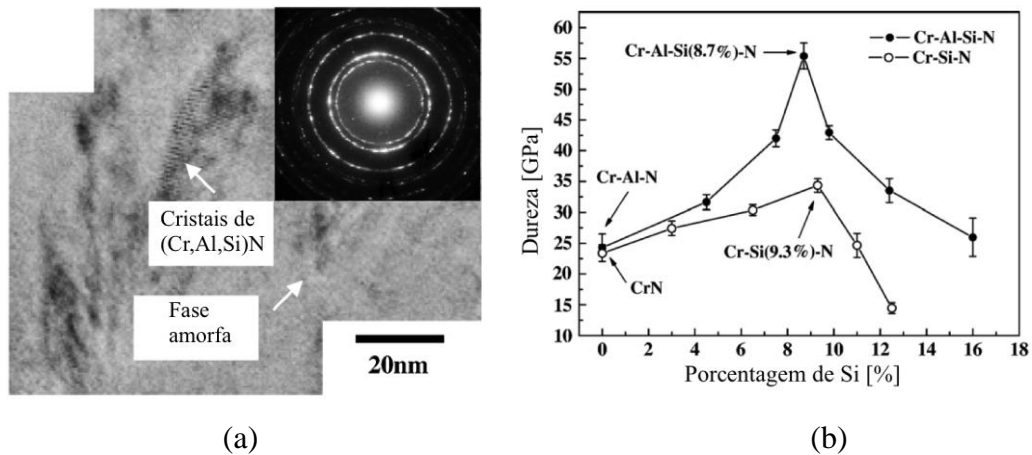


Figura 2.5: (a) Microestrutura do revestimento CrAlSiN (8,7 % de Si) obtida por microscopia eletrônica de transmissão (MET). (b) Microdureza de revestimentos CrAlSiN e CrSiN em função da porcentagem de Si (PARK et al., 2007).

Ding; Zeng; Liu (2011) avaliaram a resistência à abrasão do CrAlSiN para diferentes teores de Si sobre o substrato de aço rápido, Figura 2.6(a). Foi utilizado o teste de microabrasão e fluido abrasivo água destilada e SiC. A Figura 2.6 também exibe o valor de dureza dos revestimentos estudados em função da relação (Al+Si)/Cr. As amostras estudadas possuíam o teor de alumínio constante, portanto, ao aumentar o teor de silício, o teor de Cr diminuía.

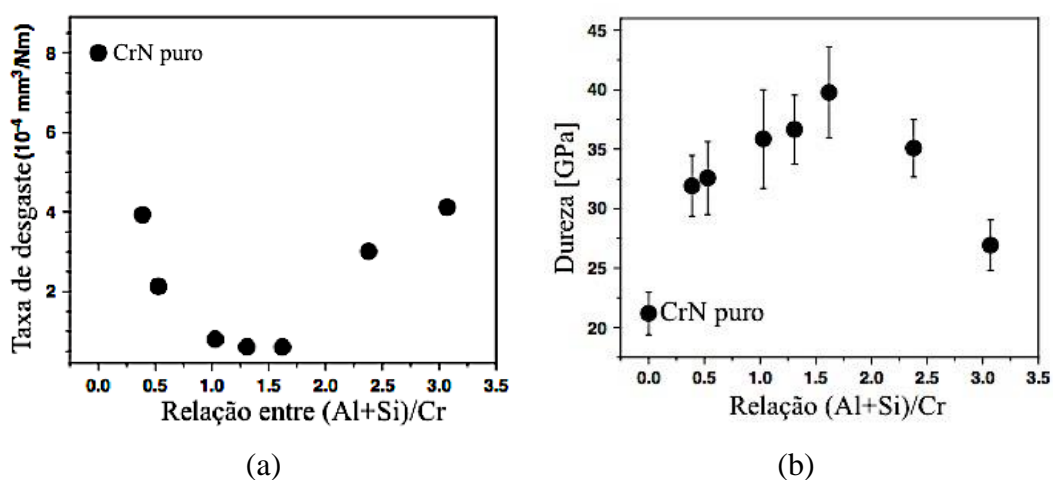


Figura 2.6: (a) Taxa de desgaste em função da relação (Al+Si)/Cr, para revestimentos CrAlSiN sobre substrato de aço rápido. Microabrasão. Abrasivo SiC. (b) Dureza em função da relação (Al+Si)/Cr (DING; ZENG; LIU, 2011).

Observa-se na Figura 2.6(b) que, semelhante aos resultados apresentado por Park et al., (2007), a dureza do revestimento aumenta com o teor de Si, porém, para elevados teores a dureza diminui. Também pode ser notado que todos os revestimentos CrAlSiN apresentaram um valor de dureza superior ao CrN.

Observa-se, na Figura 2.6, que as taxas de desgaste são inversamente proporcionais à dureza do revestimento. Sendo que, as menores taxas de desgaste obtidas para uma relação (Al+Si)/Cr são entre 1 e 1,5 (DING; ZENG; LIU, 2011).

Ding; Zeng; Liu (2011) também compararam o revestimento CrAlSiN com o revestimento TiAlN depositado de maneira similar. A comparação foi em função da aderência Rockwell-C (Figura 2.7), resistência à abrasão (Figura 2.8(a)) e desgaste de flanco no fresamento (Figura 2.8(b)).

Os testes de aderência Rockwell-C foram realizados aplicando-se uma carga de 150 Kg. Foi observado que, para essa carga, o revestimento CrAlSiN não apresentou sinais de trincas, enquanto o revestimento de TiAlN apresentou uma intensa delaminação em volta da indentação, Figura 2.7, indicando que o revestimento de CrAlSiN possui uma maior tenacidade à fratura que o revestimento TiAlN (DING; ZENG; LIU, 2011).

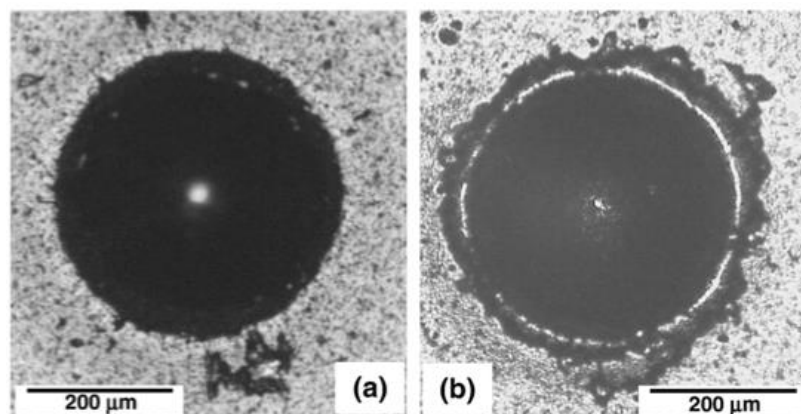


Figura 2.7: Indentação Rockwell-C, carga 150 Kg. (a) CrAlSiN e (b) TiAlN (DING; ZENG; LIU, 2011).

Em relação às taxas de desgaste em abrasão, seus resultados mostraram que o revestimento CrAlSiN apresentou menores taxas de desgaste que o TiAlN, principalmente para os revestimentos de maior dureza (> 30 GPa), Figura 2.8(a).

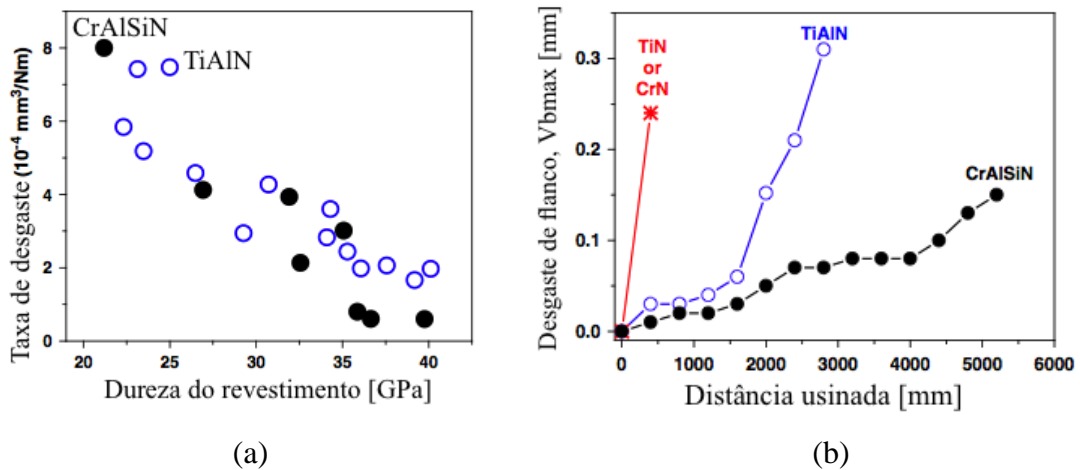


Figura 2.8: (a) Comparação entre as taxa de desgaste abrasivo do CrAlSiN e TiAlN. Microabrasão, abrasivo SiC. (b) Desgaste de flanco no fresamento (DING; ZENG; LIU, 2011).

Observa-se na Figura 2.8(b) que o revestimento CrAlSiN apresentou um menor desgaste de flanco comparado ao revestimento de TiAlN. O melhor desempenho do revestimento CrAlSiN pode ser atribuído à sua dureza, maior resistência ao desgaste por abrasão, maior tenacidade e uma melhor resistência à oxidação a temperatura elevada (Ding; Zeng; Liu, 2011).

Verifica-se que os revestimentos CrAlSiN possuem grande empregabilidade, pois, possuem alta dureza, resistência ao desgaste, oxidação e corrosão (PARK et al., 2007; DING; ZENG; LIU, 2011).

2.4 CONFORMAÇÃO MECÂNICA

A conformação mecânica dos metais é a modificação de um corpo metálico para outra forma definida sem a perda de matéria. A conformação mecânica é um dos processos de fabricação mais importantes, pois mais de 80% dos produtos metálicos são submetidos aos diferentes processos de conformação, em pelo menos um de seus estágios de fabricação (FILHO et al., 1991).

Existem diversos processos de conformação, são eles: laminação, forjamento, trefilação, estampagem e outros. Nesses processos, utiliza-se uma matriz ou molde,

normalmente de um material muito resistente, a fim de dar a forma desejada à peça, à lâmina de metal ou ao fio metálico. Portanto, há o contato severo entre a ferramenta de trabalho e a peça a ser conformada. O desgaste decorrente desse processo pode levar à manutenção sistemática e/ou substituição da ferramenta, que normalmente é dispendiosa. Logo, em um cenário industrial competitivo, não são medidos esforços para aumentar a vida útil das ferramentas de conformação.

Ferramentas de corte quase sempre mostram um aumento no desempenho após o revestimento (IMBENI et al., 2001). Em contraste, a maioria das ferramentas de conformação ainda não são revestidas. Isso se deve, principalmente, ao tamanho e à forma complexa da maioria das ferramentas de conformação. Essas características dificultam a aplicação do revestimento (PODGORNIK; HOGMARK; SANDBERG, 2004).

Os tipos de desgaste mais comuns em matrizes de conformação são o desgaste por deslizamento e por adesão, Figura 2.9.

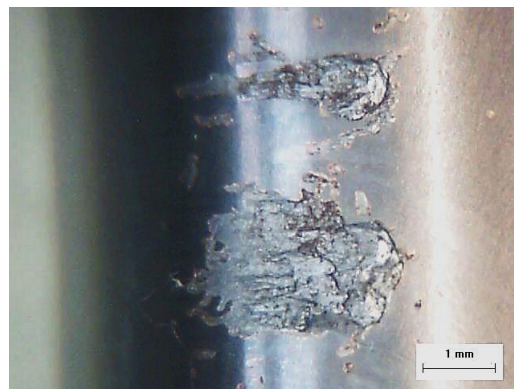


Figura 2.9: Material da peça aderido na matriz de conformação (DA SILVA et al., 2013).

Porém, para manter a funcionalidade dos moldes de conformação, é fundamental uma maior resistência ao desgaste abrasivo. O desgaste abrasivo pode se originar de diversas situações, por exemplo: partículas de impurezas inseridas no processo de fabricação, produtos de oxidação, partículas duras oriundas de desgastes anteriores, partículas duras presentes na microestrutura da peça e a própria rugosidade da peça a ser conformada (EYRY, 1978; ZUM GAHR, 1987).

Segundo Holmberg; Matthews (2009), a geração de particulado duro em superfícies revestidas pode acontecer de três maneiras diferentes: lascas da superfície do revestimento,

desprendimento do revestimento e destacamento contendo tanto revestimento como substrato, Figura 2.10.

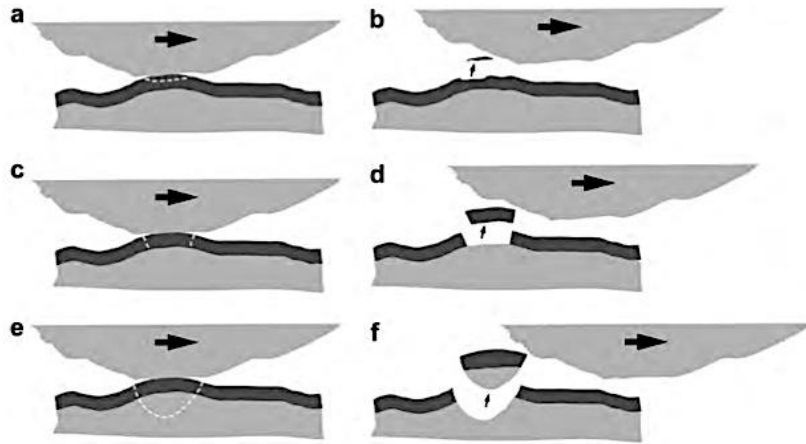


Figura 2.10: Formação de particulado duro de superfícies revestidas: (a, b) lascas do material partir da superfície revestimento, (c, d) desprendimento do revestimento de modo que o substrato é exposto e (e, f) destacamento de partículas duras contendo tanto material do revestimento quanto do substrato (HOLMBERG; MATTHEWS, 2009).

A Figura 2.11 mostra sinais de desgaste abrasivo em testes de deslizamento alternativo realizados em trabalhos anteriores (VICTOR et al., 2013). São visíveis microcortes/microsulcamento oriundos da fragmentos do revestimento que aderiram ao contra corpo e deslizam sobre a superfície do corpo.

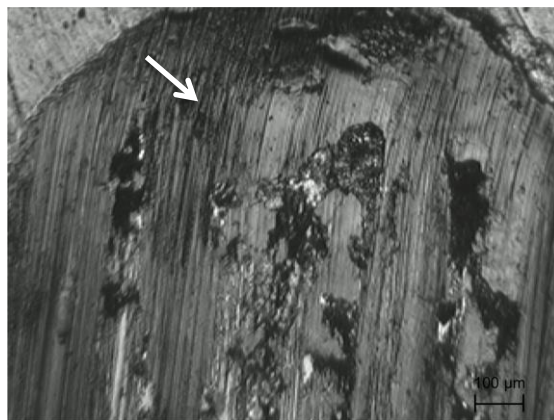


Figura 2.11: Sinais de desgaste abrasivo em ensaios de deslizamento alternativo realizados sobre amostra de aço ferramenta com revestimento CrAlSiN (VICTOR et al., 2013).

2.5 DESGASTE ABRASIVO

Zum Gahr (1987) define o desgaste abrasivo como o desgaste que ocorre entre superfícies móveis devido à penetração de partículas duras presentes na interface ou de protuberâncias duras presentes na superfície do contra corpo.

O desgaste abrasivo é classificado em função da dinâmica da partícula abrasiva (TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999; ADACHI; HUTCHINGS, 2003). O desgaste abrasivo por deslizamento ocorre quando partículas abrasivas presentes na interface de desgaste deslizam entre a superfície do corpo e do contra corpo causando sulcos e riscos (Figura 2.12(a)). O desgaste abrasivo por rolamento ocorre quando as partículas abrasivas rolam na interface, causando uma série de microindentações na superfície de ambos os corpos (Figura 2.12(b)). Essa microindentação é semelhante à deformação pontual de um ensaio de dureza (DA SILVA, 2008).

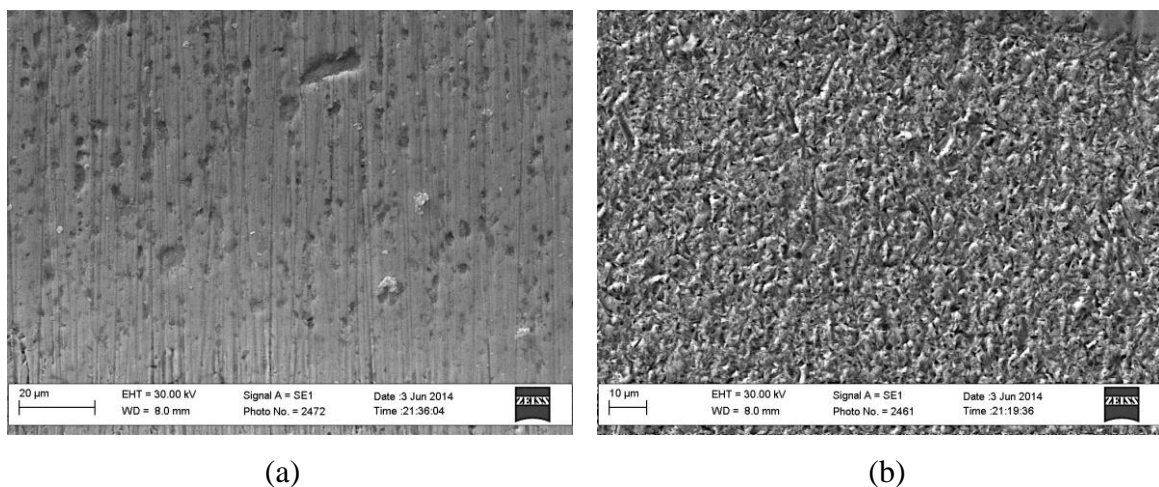


Figura 2.12: Dinâmica da partícula abrasiva em microabrasão. Substrato de aço ferramenta revestido com CrAlSiN: (a) Deslizamento - Abrasivo: diamante (3 μm). (b) Rolamento - Abrasivo: SiC (5 μm).

Trezona, Allsopp e Hutchings (1999) destacam a possibilidade da ocorrência do mecanismo misto no qual, eventualmente, uma fração das partículas abrasivas rola entre as superfícies móveis e parte das partículas deslizam. Nesse caso, ocorre um misto de riscos/sulcos e microindentações na superfície do corpo.

A dinâmica da partícula abrasiva, em microabrasão, é governada por diversos fatores, por exemplo: a concentração de partículas no fluido abrasivo, carga aplicada, forma da partícula abrasiva, severidade do contato (S) e dureza relativa entre o corpo (H_b) e o contra corpo (H_s), (H_s/H_b) (ADACHI; HUTCHINGS, 2003). A Figura 2.13(a) apresenta a transição de desgaste abrasivo por deslizamento de partículas para desgaste abrasivo por rolamento de partículas em relação a S e H_s/H_b . A Figura 2.13(b) mostra a influência da carga e da concentração de abrasivos na dinâmica da partícula abrasiva.

Nota-se na Figura 2.13(a) que, quando a severidade de contato (S) é superior a um valor crítico (S^*) a partícula tende a deslizar entre os dois corpos. A severidade de contato (S) é calculada empiricamente, e depende de alguns fatores: área de interação entre amostra e esfera, concentração de abrasivos na interface, durezas das superfícies e carga aplicada (ADACHI; HUTCHINGS, 2003).

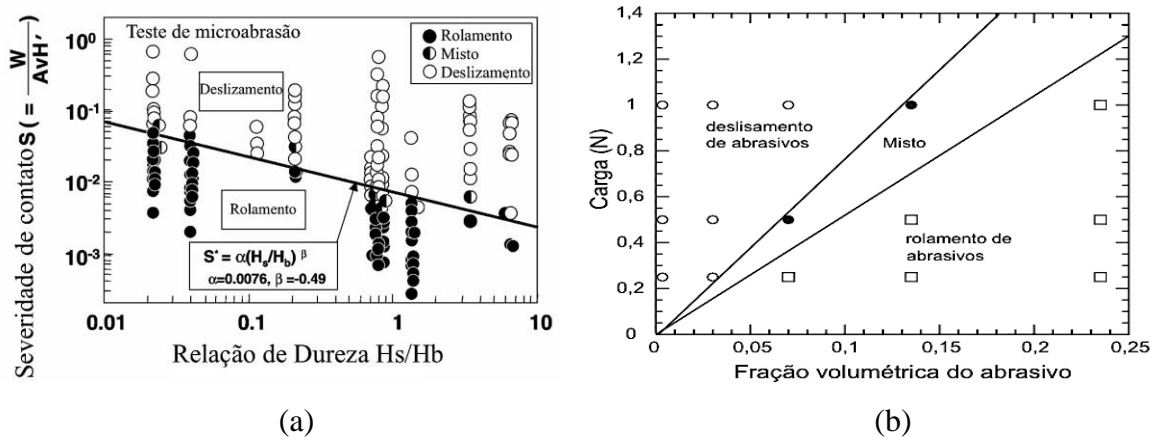


Figura 2.13: (a) Mapa de desgaste (ADACHI; HUTCHINGS, 2003)(b) Dinâmica da partícula em função da carga e da fração volumétrica de abrasivos no fluido em um teste de microabrasão, aço ferramenta, SiC #1200 (TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999).

Observa-se na Figura 2.13(b) que, para altas cargas e/ou baixas concentrações de abrasivo o mecanismo predominante foi o deslizamento das partículas. Baixas cargas e/ou altas concentrações acarretam no rolamento das partículas entre o contra corpo esférico e o corpo. Para valores de carga e concentrações intermediárias, ocorre um misto entre os dois mecanismos de desgaste (TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999).

A Figura 2.14 mostra a variação do volume de desgaste com a concentração de SiC, para o aço ferramenta, em três carregamentos diferentes.

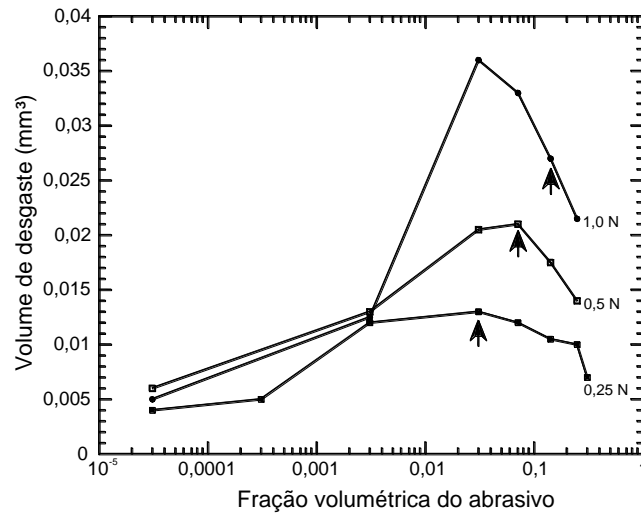


Figura 2.14: Volume de desgaste após 30 m de deslizamento em função da concentração de abrasivo e carga aplicada. Microabrasão. Abrasivo: SiC, (4,25 μ m) (TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999).

O comportamento do volume desgastado não é linear com a fração volumétrica, Figura 2.14. O máximo de volume removido foi observado para a fração volumétrica na faixa de 0,03 - 0,06, nas cargas estudadas. As setas indicam o ponto de transição entre o deslizamento e o rolamento do abrasivo. Em baixas concentrações, o volume de desgaste é quase independente da carga, dependendo, unicamente, da concentração dos abrasivos. Para a mesma carga normal, na faixa de concentração referente ao predomínio do deslizamento dos abrasivos, um aumento na concentração leva a um acréscimo no desgaste, Figura 2.14 (TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999).

Por outro lado, quando ocorre rolamento de abrasivos, um aumento na concentração de abrasivo proporciona a diminuição do desgaste. É importante ressaltar que, para a mesma força aplicada, os maiores valores de volume de desgaste ocorreram em frações volumétricas intermediárias. Estas concentrações levam à ocorrência do mecanismo de desgaste misto (TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999).

Segundo Zum Gahr (1998), o desgaste abrasivo ocorre a níveis mais baixos ou altos, dependendo da razão entre a dureza da partícula abrasiva, H_a , e da superfície desgastada, H_s , H_a/H_s . Esta razão é conhecida como severidade de abrasão. A Figura 2.15 apresenta, para materiais homogêneos e para materiais heterogêneos de igual dureza, a transição de desgaste abrasivo suave para desgaste abrasivo severo. A Figura 2.15(b) apresenta o desgaste de diversos materiais em função da dureza da partícula abrasiva.

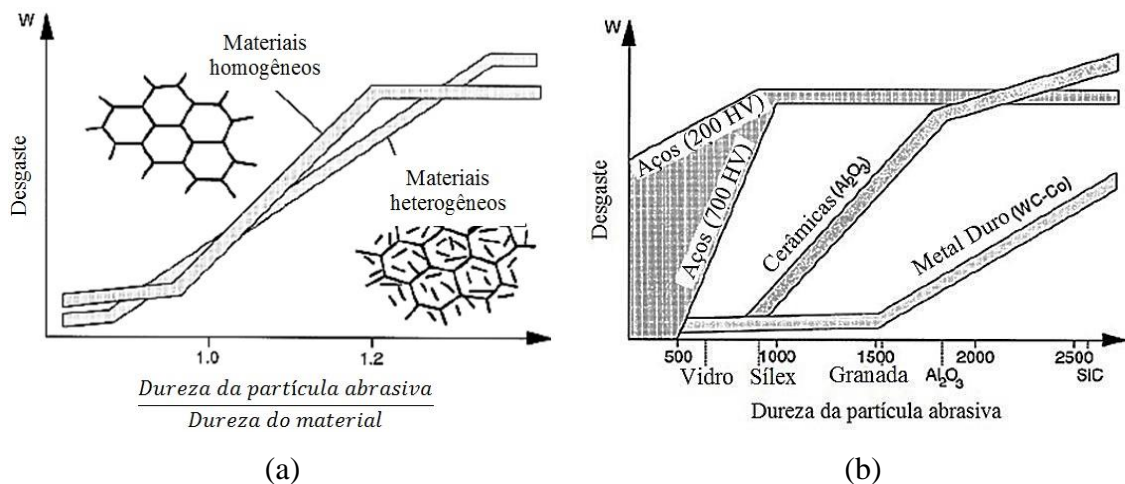


Figura 2.15: (a) Relação entre a dureza da partícula abrasiva e a dureza do material desgastado e (b) Desgaste em função da dureza da partícula abrasiva (ZUM GAHR, 1998).

Observa-se na Figura 2.15(a) que, para materiais homogêneos, quando a dureza do abrasivo é menor ou próxima a da superfície ($H_a/H_s \leq 1$), as partículas se degradam e o regime de desgaste é suave. Se a dureza do abrasivo for maior que a dureza da superfície, o regime de desgaste será severo, apresentando altas taxas de desgaste. No caso de materiais heterogêneos, com a presença de fase dura, a transição de regime suave para severo não é tão acentuada quanto para materiais homogêneos (ZUM GAHR, 1998).

Nota-se na Figura 2.15(b) que, ao se utilizar partículas abrasivas com dureza maior que 1000 HV, não é possível discernir as taxas de desgaste dos aços, mesmo para aços de alta dureza. No caso de cerâmicas, abrasivos muito moles, abaixo de 1000HV, impossibilitam a distinção entre as propriedades tribológicas destes materiais. O mesmo ocorre para o metal duro, que exige partículas abrasivas com dureza superior a 1500 HV (ZUM GAHR, 1998).

Hutchings (1992) explica que, durante o contato entre uma partícula e uma superfície, devido às pressões de contato existentes, as tensões de escoamento da superfície ou da partícula abrasiva podem ser ultrapassadas. Esta pressão de contato pode ser entendida como a resistência à penetração da superfície (dureza da superfície). A deformação plástica da superfície pode ocorrer se a partícula suportar os esforços (pressão de contato) sem se deformar, Figura 2.16(a).

Se a partícula falhar por deformação ou por fratura, então, é insignificante o nível das deformações plásticas na superfície, Figura 2.16(b). Pode ser observado experimentalmente que, independentemente da forma da partícula abrasiva, quando a relação $H_a/H_s > 1,2$, o risco

ou a indentação gerada causa uma deformação plástica significativa ocasionando uma maior taxa de desgaste. Quando a relação é menor que 1,2, a deformação plástica sofrida pela superfície é menor originando taxas de desgastes menores (HUTCHINGS, 1992).

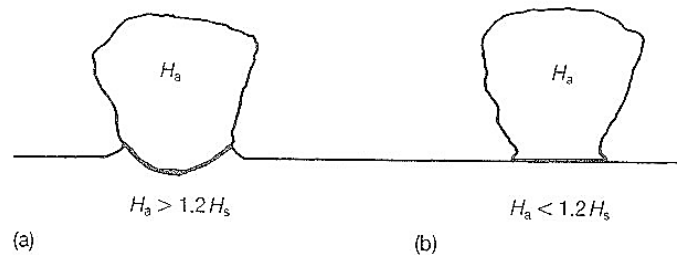


Figura 2.16: Ilustração do contato entre uma partícula abrasiva submetida a uma carga normal e uma superfície plana. (a) se H_a/H_s for maior que 1,2 e (b) se H_a/H_s for menor 1,2 (HUTCHINGS, 1992).

Existem diversos micromecanismos de desgaste e estes definem o processo de interação entre as asperidades ou partículas abrasivas com a superfície, são alguns deles: microcorte, microsulcamento, microtrinca (MULHEARN; SAMUELS, 1962; ZUM GAHR, 1987) e indentações múltiplas (DA SILVA, 2008; DA SILVA; COSTA; DE MELLO, 2011). A Figura 2.17 apresenta esquematicamente os micromecanismos de desgastes.

O mecanismo de microsulcamento, Figura 2.17(a), consiste em provocar deformações plásticas através do deslizamento da partícula abrasiva, sem necessariamente levar à perda de matéria. Nesse caso, o material deformado acumula-se na frente da partícula e flui lateralmente. A perda de massa ocorre devido à atuação de várias partículas abrasivas que deformam e, conseqüentemente, encruam a superfície conforme a Figura 2.17(b) (MULHEARN; SAMUELS, 1962; ZUM GAHR, 1987).

Já no microcorte, Figura 2.17(c), o material da superfície é removido devido à formação de microcavacos na frente da partícula. Quando ocorre o microcorte puro, o volume do risco produzido pela partícula abrasiva é igual ao volume de material retirado da amostra (MULHEARN; SAMUELS, 1962; ZUM GAHR, 1987).

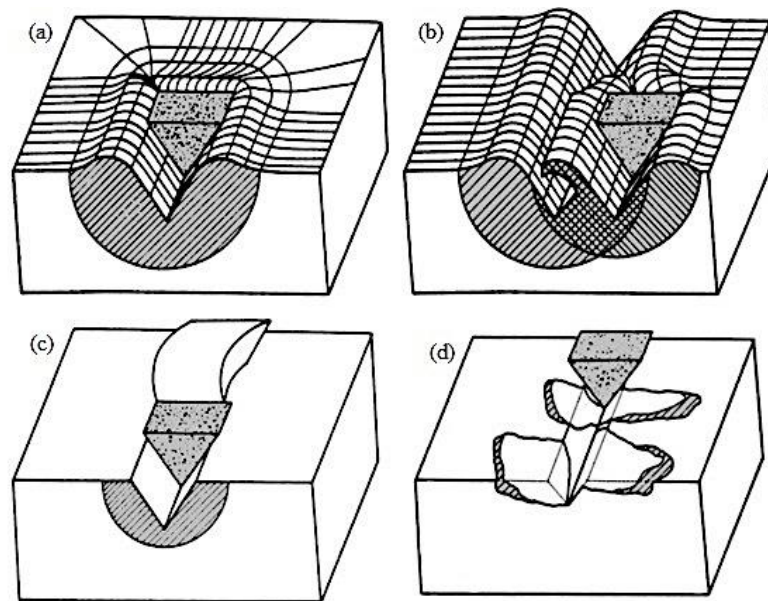


Figura 2.17: (a) Microsulcamento, (b) interação de microsulcos, (c) microcorte e (d) microtrinca (ZUM GAHR, 1987).

E, finalmente, no microtrincamento, Figura 2.17(d), ocorre a formação e propagação de trincas na lateral do risco. Nesse caso, grandes fragmentos são arrancados da superfície devido à interação entre as diversas trincas formadas propagando fissuras. Esse mecanismo é restrito a situações onde ocorre a abrasão frágil. Ele atua no caso em que certas tensões produzidas pelas partículas abrasivas excedem o limite crítico de ruptura do material da superfície (ZUM GAHR, 1987).

Os micromecanismos descritos acima ocorrem quando a partícula abrasiva desliza entre o corpo e o contra corpo. Quando a partícula abrasiva rola entre os dois corpos, o micromecanismo é o de indentações múltiplas, Figura 2.18 (DA SILVA, 2008; DA SILVA; COSTA; DE MELLO, 2011).

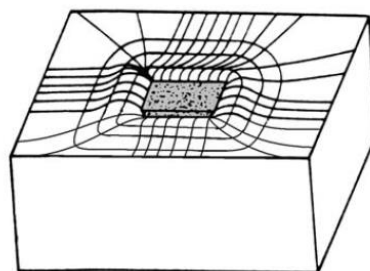


Figura 2.18: Microindentação (DA SILVA, 2008).

A microindentação ocorre quando a partícula abrasiva toca a superfície com uma determinada carga sem se deslizar, gerando deformação plástica localizada. Desta forma, a perda de massa se dá quando ocorrem várias deformações simultaneamente, semelhantes à perda de massa por microsulcamento (DA SILVA, 2008; DA SILVA; COSTA; DE MELLO, 2011).

2.5.1 Microabrasão de revestimentos

Na microabrasão, uma esfera de aço de raio R gira contra uma amostra na presença de uma suspensão de partículas abrasivas finas. É assumido que a geometria da cratera formada durante o desgaste reproduz a geometria da esfera utilizada (Figura 2.19(a)). Dessa forma, o volume de desgaste da superfície pode ser calculado a partir do diâmetro ou da profundidade da cratera (Figura 2.19(b)) (RUTHERFORD; HUTCHINGS, 1996). O teste de microabrasão oferece vantagens quando comparado a outros métodos, pois requer uma pequena área de teste e possibilita, em materiais recobertos, a determinação dos coeficientes de desgaste do substrato e do recobrimento simultaneamente (Figura 2.19(c)) (RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1996; RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1997; ALLSOPP et al., 1998 KUSANO, VAN ACKER e HUTCHINGS, 2004; KASSMAN et al., 1991).

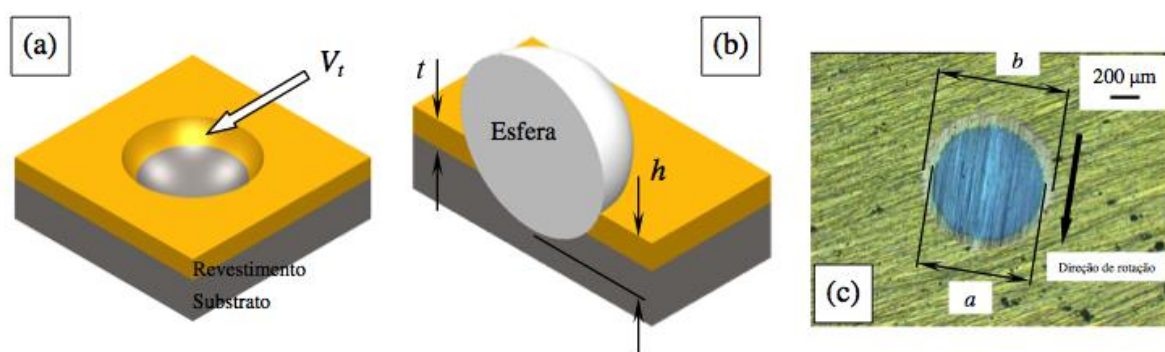


Figura 2.19: (a) Volume total desgastado; (b) Esquema do ensaio de microabrasão; (c) Calota real após o ensaio de microabrasão de material revestido, sendo, b o diâmetro externo e a o diâmetro interno (COZZA, 2013).

Nos últimos anos, muitos métodos de análise dos dados em microabrasão foram desenvolvidos (RUTHERFORD e HUTCHINGS, 1997; KASSMAN, JACOBSON et al., 1991; KUSANO, VAN ACKER e HUTCHINGS, 2004). Kusano; Van Acker; Hutchings

(2004) investigaram alguns deles com a finalidade de determinar o mais estável e menos suscetível a erros. Eles concluíram que o método Allsopp, o qual utiliza o diâmetro interno da cratera, a , e a espessura do filme, t , é o método mais eficaz e que apresenta o menor desvio nos valores de taxa de desgaste. Nesse método, os valores de maior peso no cálculo do coeficiente de desgaste são obtidos para maiores crateras, que são mais regulares e, conseqüentemente, fornecem resultados mais precisos.

Como foi comentado anteriormente, revestimentos em multicamadas aumentam significativamente a resistência à abrasão. Berger et al., (1999) mostraram em seus estudos o comportamento de cada camada na microabrasão. Foram estudados revestimentos Cr/CrN depositados sobre aço rápido, com diferentes espessuras das camadas individuais de cromo e nitreto de cromo.

Os autores constataram que cada material apresenta uma taxa de desgaste específica. Dessa forma, a superfície da calota apresentou uma ondulação devido às diferentes taxas de desgaste, conforme se verifica na Figura 2.20.

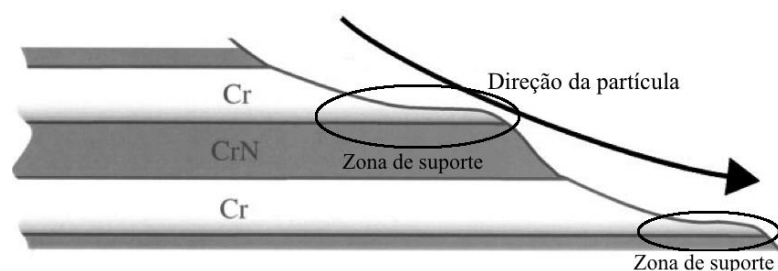


Figura 2.20: Ilustração do perfil da cratera de desgaste mostrando as ondulações decorrente das diferentes taxas de desgaste das camadas (BERGER et al., 1999).

Observe na Figura 2.20 que as taxas de desgaste nas camadas constituídas de Cr, que é um metal dúctil, foi menores que nas camadas de CrN, que é um cerâmico duro e frágil. Porém, o que confere a maior resistência à abrasão ao revestimento multicamada é a chamada “Zona de suporte”, que é a faixa estreita de Cr logo acima da camada CrN.

A baixa dureza da camada de Cr permite que os abrasivos penetrem facilmente, produzindo sulcos profundos (Figura 2.21(a)). No entanto, a alta ductilidade mantém pequena a quantidade de material removido em comparação com o tamanho do sulco. Próximo da camada de CrN, a penetração é limitada devido à maior dureza do CrN (Figura 2.21(b)).

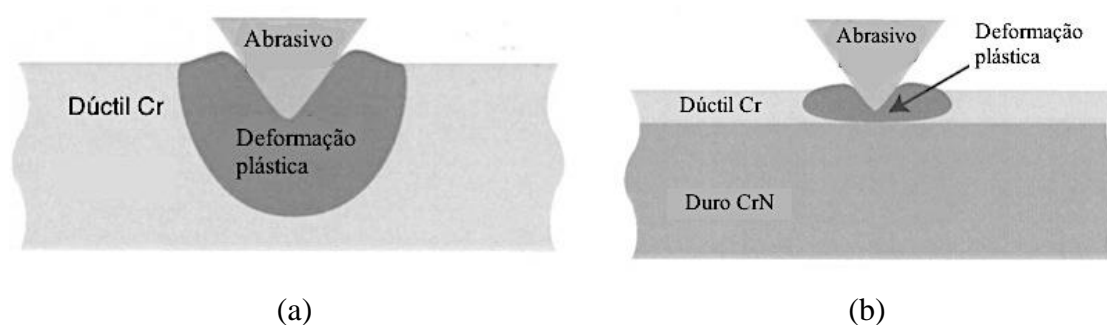


Figura 2.21: Vista esquemática da zona de suporte (BERGER et al., 1999). (a) Sem a presença da zona de suporte (b) com zona de suporte.

A zona de suporte acima da camada dura possui a combinação conveniente de profundidade de penetração pequena e a alta ductilidade, que resulta na elevada resistência ao desgaste abrasivo. De forma análoga, existe uma zona sem suporte perto da parte inferior da camada de CrN. Esta zona sem suporte possui a combinação desfavorável de baixa ductilidade e a falta de suporte da camada inferior, aumentando o risco da fratura frágil. Porém, os resultados experimentais mostraram que este efeito negativo é menor do que o efeito positivo da zona de suporte (BERGER et al., 1999).

2.6 ADERÊNCIA DO REVESTIMENTO SOBRE O SUBSTRATO

Revestimentos finos são empregados para aumentar a resistência ao desgaste dos componentes em um grande número de aplicações de engenharia. Entretanto, se a aderência do revestimento sobre o substrato é inadequada, o revestimento pode se destacar prematuramente e conseqüentemente provocar a falha catastrófica da peça revestida (BROMARK et al., 1992).

A adesão é definida como a atração molecular entre corpos em contato. De acordo com a mecânica da fratura, a energia de adesão ou energia de fratura interfacial de um sistema revestimento/substrato é a energia necessária para propagar uma trinca ao longo da interface entre o revestimento e o substrato (HOLMBERG; MATTHEWS, 2009).

Existe um grande número de ensaios para avaliar a aderência do revestimento sobre o substrato. Os mais utilizados são o teste de adesividade Rockwell-C e o teste de esclerometria com carga progressiva ou *scratch test* (HEINKE et al., 1995).

O teste de adesividade Rockwell-C consiste em utilizar um durômetro universal com o penetrador padrão para ensaios de dureza Rockwell-C. Este penetrador é de diamante e possui formato cônico com raio de ponta de 200 μm . Aplica-se uma carga sobre a superfície do revestimento e analisa-se a área envolta da impressão. A impressão é comparada, qualitativamente, com uma impressão padrão e classificada em uma escala que varia de HF1 (boa aderência) a HF6 (baixa aderência). A Figura 2.22(a) apresenta as impressões padrão com as respectivas classes (HEINKE, *et al.*, 1995). A Figura 2.22(b) mostra a marca de impressão para uma carga de 150 kgf sobre a amostra revestida (VICTOR, 2012).

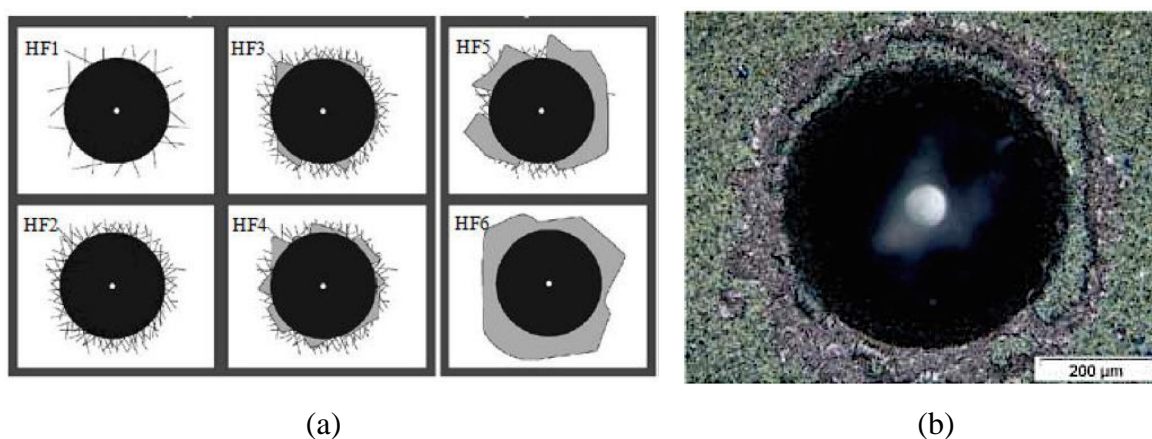


Figura 2.22: (a) Padrão de aprovação de aderência (HEINKE et al., 1995); (b) Indentação de sobre uma amostra revestida com carga de 150 kgf (VICTOR, 2012).

O método de aderência Rockwell-C é fácil de ser realizado, e é especialmente útil para o controle de qualidade durante a produção (HEINKE et al., 1995).

Segundo Hedenqvist; Hogmark (1997), o ensaio de esclerometria com carga progressiva ou *scratch test* é o mais utilizado. Ele é interessante do ponto de vista do usuário, uma vez que é bastante simples de ser executado, produz resultados de forma quantitativa e relativamente rápidos.

Basicamente, o ensaio consiste em transladar um penetrador, normalmente o mesmo utilizado no método Rockwell-C, aplicando-se uma força normal (N) sobre a superfície revestida. A força normal aplicada é aumentada gradualmente, até que uma “força normal crítica” é alcançada. Neste ponto, ocorre a falha do revestimento. A força crítica é, então, tomada como uma medida da adesão. O aparecimento da falha do revestimento pode ser

detectada por microscopia óptica, emissão acústica ou pela monitoração da força de atrito (HEDENQVIST; HOGMARK, 1997).

Diferentes padrões de trincas são produzidos na esclerometria. Burnett; Rickerby (1987) descreveram os cinco principais mecanismos de falha de aderência entre revestimento e substrato: deslocamento, fratura devido à flambagem, lascas de revestimento, falha conformal e fraturas devido a tensões trativas, Figura 2.23.

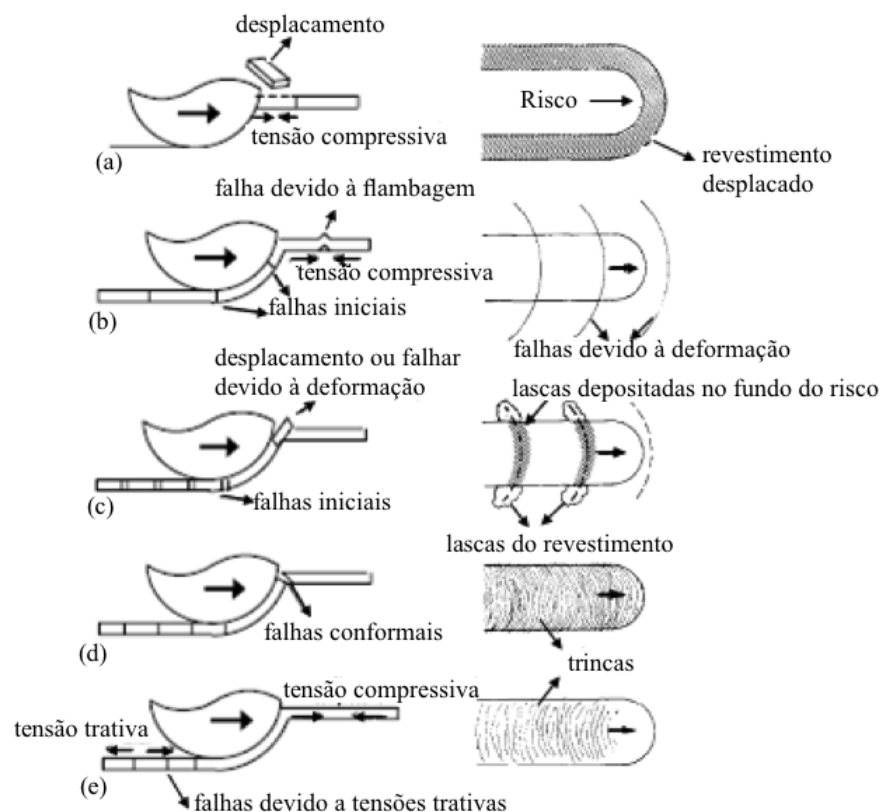


Figura 2.23: Representação dos mecanismos de falhar. (a) deslocamento, (b) fratura devido à flambagem, (c) lascas de revestimento, (d) falha conformal e (e) fraturas devido a tensões trativas (BURNETT; RICKERBY, 1987).

No deslocamento, Figura 2.23(a), ocorre o levantamento de pequenas lâminas de revestimento na interface do revestimento com o substrato, sendo esta provocada pelo indutor, a qual é posteriormente deslocada lateralmente à superfície do revestimento. É classificada como uma falha do tipo adesiva (BURNETT; RICKERBY, 1987).

A fratura devido à flambagem, Figura 2.23(b), ocorre em consequência de um deslocamento parcial à frente do indutor. O material do revestimento é deformado no

sentido do avanço do risco, e devido às tensões desenvolvidas, a fratura ocorre numa forma semicircular. Em função da pressão do indentador, o material ao ser deformado é ao mesmo tempo inserido para o fundo do risco. Nas partes laterais do fundo do risco pode haver um levantamento de pequenas lascas de revestimento (“*chipping failure*”) que são posteriormente depositadas na superfície do revestimento e paralelamente à direção do risco (BURNETT; RICKERBY, 1987).

Tanto o deslocamento como a fratura devido à flambagem têm como característica comum o fato de serem resultantes de um campo compressivo que precede o indentador (BURNETT; RICKERBY, 1987).

O levantamento de lascas de revestimento (“*chipping failure*”), Figura 2.23(c), é uma falha tipicamente coesiva, pois as lascas formam-se pelo fato de o material do revestimento ser quebradiço. Estas lascas são depositadas no fundo da pista e/ou colocadas lateralmente à superfície (BURNETT; RICKERBY, 1987).

O levantamento de lascas de revestimento (“*chipping failure*”), Figura 2.23(c), é uma falha tipicamente coesiva, pois as lascas formam-se pelo fato de o material do revestimento ser quebradiço. Estas lascas são depositadas no fundo da pista e/ou colocadas lateralmente à superfície (BURNETT; RICKERBY, 1987).

O modo de falha conformal, Figura 2.23(d), é caracterizado pelo aparecimento de trincas no fundo da pista. Estas trincas formam trajetórias semicirculares paralelas e no sentido de contato do indentador. São originadas pela ação direta da deformação do revestimento e do substrato pelo indentador, resultando em momentos de flexão dentro do revestimento à medida que o mesmo é pressionado pelo indentador (BURNETT; RICKERBY, 1987).

A fratura devido a tensões trativas, Figura 2.23(e), é similar à anterior, no entanto as trincas semicirculares são agora simétricas às conformais. São originadas devido às tensões trativas presentes na parte de trás do indentador. Estas tensões equilibram as compressivas na parte posterior do indentador (BURNETT; RICKERBY, 1987).

2.6.1 Fatores que influenciam a aderência

Muitos são os fatores que podem influenciar a aderência do revestimento sobre o substrato e, desta forma, na resistência ao desgaste. Os principais são: tensões internas do

revestimento, material do substrato e revestimento, espessura do revestimento, topografia do substrato e arquitetura do revestimento (BURNETT; RICKERBY, 1987).

Além das tensões causadas por forças externas, também estão presentes um grande número de tensões internas inerentes do processo de formação do revestimento. E estas tensões internas também afetam a aderência do revestimento. Foi observado por Volinsky; Moody; Gerberich (2002) que estas tensões internas, por si só, podem levar ao deslocamento do revestimento.

Os diferentes modos de falha também podem ser classificados em função da relação de dureza do revestimento/substrato (BULL; BERASETEGUI, 2006). Para revestimentos macios (dureza < 5 GPa) depositados sobre substratos duros ou moles, observa-se uma intensa deformação plástica do revestimento, que conduz à sua ruptura. Porém, para os revestimentos duros (dureza > 5 GPa), podem ser observados dois tipos de comportamentos: em substratos moles (ruptura coesiva dentro do revestimento); e em substratos duros (trincas laterais e deslocamento, bem como ruptura interfacial e lascas do revestimento). A Figura 2.24 mostra de maneira esquemática os modos de falha em função da dureza do material do substrato e revestimento.

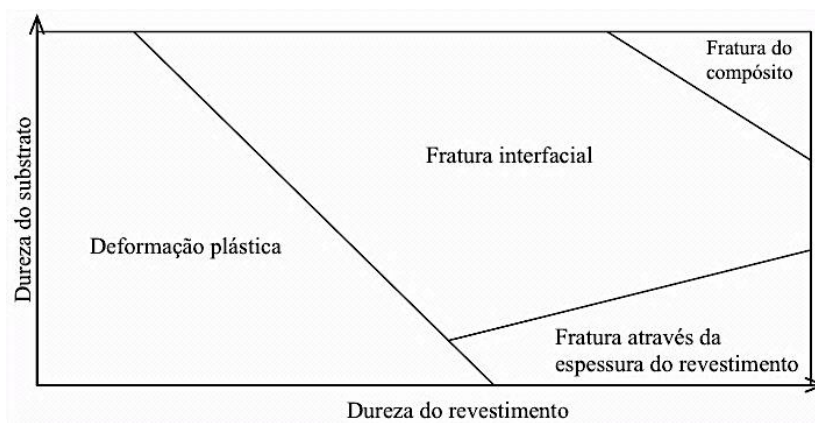


Figura 2.24: Representação esquemática dos modos de falha dominante na esclerometria em função da dureza do revestimento e do substrato (BULL; BERASETEGUI, 2006).

O revestimento estudado nesse trabalho possui alta dureza (> 20 GPa) e o substrato possui uma dureza de 7,06 GPa. Portanto, o compósito revestimento/substrato analisado encontra-se, no quadro da Figura 2.24, no conjunto que sofrerá fratura através da espessura do revestimento.

Segundo Takadoum (2008), para garantir a máxima eficiência, revestimentos duros devem ser sempre aplicados sobre substratos rígidos. Revestimentos tribológicos, com dureza acima de 1500 HV, devem ser aplicados sobre substratos com uma dureza superior a 700 HV. Pois os substratos mais macios deformam plasticamente quando submetidos a um esforço, e essa deformação do substrato traciona o revestimento causando a falha, Figura 2.25.



Figura 2.25: Destacamento do revestimento quando o substrato sofre grandes deformações plásticas (TAKADOUM, 2008).

A espessura do revestimento influencia o modo de falha do mesmo. Foi observado que a falha por flambagem ocorre, normalmente, para revestimentos finos. Pois, são capazes de deformar em resposta às tensões impostas. Ao ultrapassar um certo valor de espessura irá ocorrer a falha por deslocamento (BULL; BERASETEGUI, 2006).

Foi reportado que a topografia do substrato influencia diretamente na superfície do revestimento. Isso porque o revestimento reproduz a topografia do substrato (Huang et al., 2011). A rugosidade da superfície do substrato causa uma variação da energia livre superficial, assim, é mais fácil surgirem núcleos de crescimento do revestimento nos picos da rugosidade onde a energia superficial é maior que nos vales da rugosidade.

Dessa forma, surge um gradiente de crescimento do revestimento, sendo a taxa de crescimento do revestimento nos vales menor que nos picos. Este gradiente de crescimento do revestimento se intensifica com o acréscimo na diferença entre picos e vales da rugosidade (HUANG et al., 2011).

A influência da rugosidade na aderência não é totalmente clara e os resultados relatados por muitos autores são muitas vezes contraditórios. No entanto, quando a rugosidade torna-se muito grande, a maior parte dos autores notaram falhas na adesão (TAKADOUM, 2008). A Figura 2.26 apresenta os resultados de carga crítica para revestimentos de TiN depositados sobre aço carbono e aço inoxidável. Pode-se notar que L_c é constante ou aumenta

ligeiramente entre $R_a = 0,01$ e $0,05 \mu\text{m}$, mas diminui significativamente quando os valores de R_a são maiores (BULL; RICKERBY, 1990).

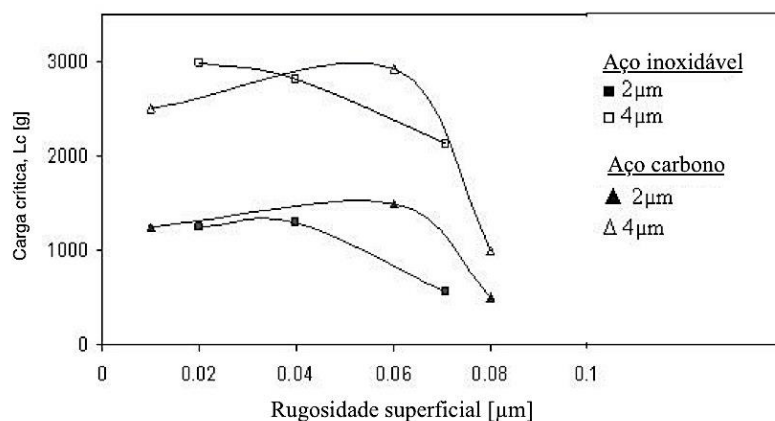


Figura 2.26: Variação de L_c em relação à rugosidade da superfície de revestimentos de TiN depositado sobre aços inoxidáveis e carbono (BULL; RICKERBY, 1990).

A arquitetura do revestimento também influencia na aderência do revestimento sobre o substrato (PALDEY; DEEVI, 2003; HARRY et al., 1999; BULL; JONES, 1996).

Os estudos de Paldey; Deevi (2003) sobre revestimentos de (Ti,Al)N monocamada e gradiente mostraram que para os revestimentos com arquitetura do tipo gradiente de composição química foi necessário maiores cargas para ocorrer a falha por deslocamento, comparados aos mesmos revestimentos, porém, de composição química constante. O autor explica que os bons resultados de aderência de revestimentos gradiente são devido à variação no módulo de elasticidade ao longo da espessura que distribui as tensões na interface e dentro do revestimento.

A arquitetura do revestimento também pode causar diferentes modos de fratura do revestimento nos ensaios de esclerometria com carga progressiva. Harry et al., (1999) estudaram diferentes revestimentos de tungstênio com arquitetura do tipo multicamada e gradiente. Eles observaram que a propagação das trincas é diferente, conforme Figura 2.27. Para revestimentos do tipo multicamada, as trincas se propagam paralelas à interface substrato/revestimento, Figura 2.27(a). E nos revestimentos tipo gradiente, as trincas são perpendiculares à interface substrato/revestimento, Figura 2.27(b).

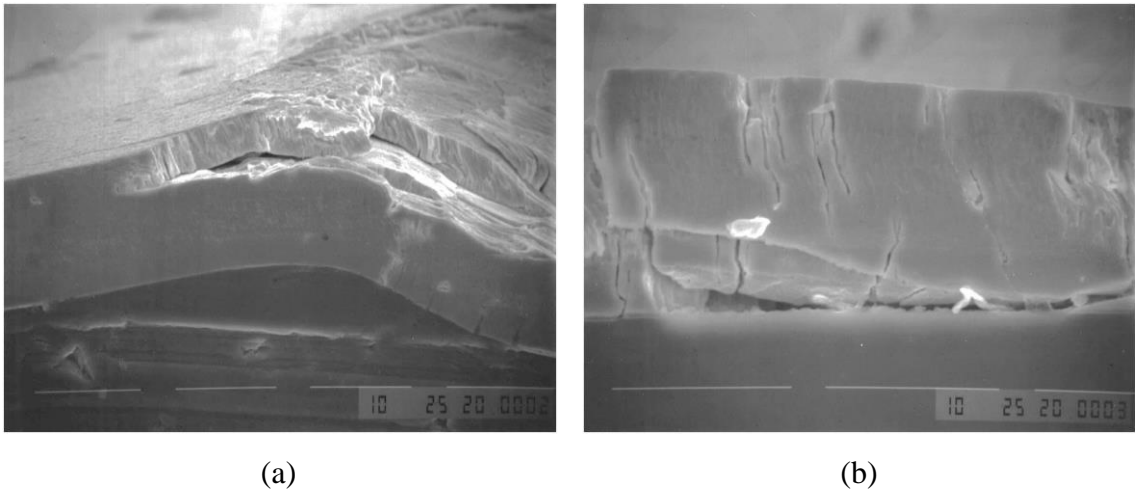


Figura 2.27: Microscopia eletrônica de varredura (MEV) da seção transversal de revestimentos submetidos ao teste de esclerométrica com carga progressiva. (a) revestimento do tipo gradiente e (b) revestimento do tipo multicamada (HARRY et al., 1999).

CAPÍTULO III

METODOLOGIA

3.1 MATERIAIS

O material utilizado como substrato foi o aço ferramenta VF800 AT Villares, comumente utilizado em matrizes de conformação mecânica. A composição química (nominal) deste aço está apresentada na Tabela 3.1. Foram fabricados 15 corpos de prova e todos com a mesma geometria: cilindros de 48 mm de diâmetro e 6 mm de espessura.

Tabela 3.1: Composição química do aço VF800 AT Villares (VICTOR, 2012).

Elemento	C	Mn	Si	Cr	Mo	V
% em peso	0,85	0,40	0,90	8,00	2,00	0,50

Os corpos de prova foram temperados e revenidos como se segue: austenitização a 1030°C; três etapas de revenimento entre 530 e 550°C e dois tratamentos criogênicos (VILLARES METALS, 2012). A dureza final obtida após o tratamento térmico foi de 7,08±0,24 GPa (61 ± 1 HRC).

Após o tratamento térmico, os corpos de prova foram fresados para remover as possíveis deformações. Em seguida, foram polidos em uma lixadeira pneumática, refinando a granulação da lixa desde o desbaste, com lixa 60, em seguida com lixa 120, até o acabamento final, com lixa 320. Após o lixamento realizou-se polimento com pasta de diamante.

A fim de obter diferentes acabamentos superficiais, os 15 corpos de prova foram subdivididos em três grupos com 5 amostras cada. O primeiro grupo, denominado de polido (P), não foi submetido a mais nenhuma operação de preparação superficial para a deposição dos revestimentos. O segundo grupo, após o polimento, foi microjateado com partículas duras de alumina (Al_2O_3) de diâmetro médio igual a $10\ \mu\text{m}$ (J) e o terceiro, após o microjateamento, foi polido novamente, sendo chamado de microjateado e polido (JP). Dessa forma, dez corpos de prova foram microjateados e cinco foram polidos novamente após o microjateamento. Nessa última etapa, o polimento foi realizado através de um processo especial que consiste no bombardeamento de microesferas de borracha envoltas em pasta de diamante.

Após os processos de acabamento superficial as amostras foram divididas em cinco lotes, nos quais todos tinham uma amostra polida (P), uma microjateada (J) e uma microjateada e polida (JP). Após a divisão dos lotes os revestimentos foram depositados.

Os revestimentos compostos por CrAlSiN foram depositados utilizando um equipamento Platit $\pi 300\ \text{P} + \text{DLC}$ a uma temperatura de $350\ ^\circ\text{C}$. Foram aplicados variando: a espessura, a composição química do revestimento, bem como a arquitetura do revestimento (se multicamada ou gradiente de composição química). No lote nº 4, variaram tanto a arquitetura quanto a composição química.

3.1.1 Parâmetros do revestimento

Arquitetura do revestimento:

Neste estudo, os lotes 1, 2 e 3 receberam revestimento do tipo multicamada, semelhante à Figura 3.1(a), e os lotes 4 e 5 receberam revestimento do tipo gradiente de composição química, Figura 3.1(b).

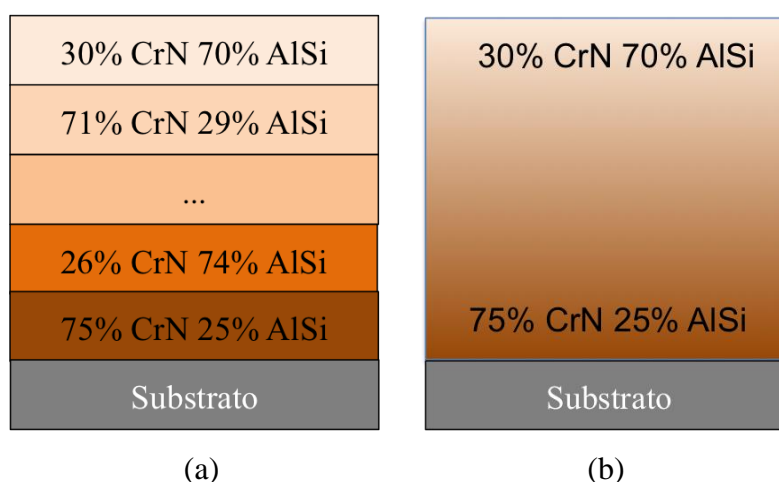


Figura 3.1: Representação esquemática dos revestimentos estudados. (a) – multicamada; (b) – gradiente de composição química.

Composição química do revestimento:

Os revestimentos tipo multicamada foram depositados variando a composição química da seguinte forma: a primeira camada (interface com o substrato), rica em CrN, com 75% CrN e 25% AlSi a segunda camada rica em AlSi, com 26% CrN e 74% de AlSi. Para o revestimento depositado sobre as amostras dos lotes 1 e 2, os percentuais de CrN, das camadas ricas em CrN, tiveram um decréscimo gradual de 75% CrN até 71% do substrato para a superfície. Já os percentuais de AlSi cresceram na mesma proporção, saindo de 25% na base do revestimento para 29% na penúltima camada. Nas camadas ricas em AlSi foi o contrário: o teor de AlSi decresceu de 74% até 70% na superfície. O teor de CrN aumentou de 26% para 30%. A Figura 3.1(a) apresenta esquematicamente o revestimento multicamada.

As amostras do lote 3 foram revestidas segundo a arquitetura multicamada, com composição química inicial de 75% CrN e 25% AlSi e composição química final de 50% CrN e 50% AlSi.

O lote 5 recebeu um revestimento do tipo gradiente de composição química, o revestimento se inicia com 75% CrN e 25% AlSi, próximo à interface com o substrato, e termina com 30% de CrN e 70% de AlSi, próximo a superfície do revestimento. A Figura 3.1(b) mostra esquematicamente o revestimento tipo gradiente de composição química.

Variando composição química e arquitetura simultaneamente

O lote 4 recebeu um revestimento do tipo gradiente de composição química, semelhante ao depositado sobre o lote 5, porém, a composição química final (próxima à superfície) foi de 50 % CrN e 50 % AlSi.

Espessura do revestimento

Os revestimentos estudados possuem espessura nominal especificada na Tabela 3.2. As diferentes espessuras foram obtidas variando o tempo de exposição da amostra no reator. A espessura real foi mensurada utilizando o teste de microabrasão. O método está descrito na seção 3.2.4.

Tabela 3.2: Espessura nominal dos revestimentos estudados.

Lote	Espessura [μm]
Lote 1	2
Lote 2	3
Lote 3	3
Lote 4	2
Lote 5	3

A Figura 3.2 mostra as características das amostras estudadas.

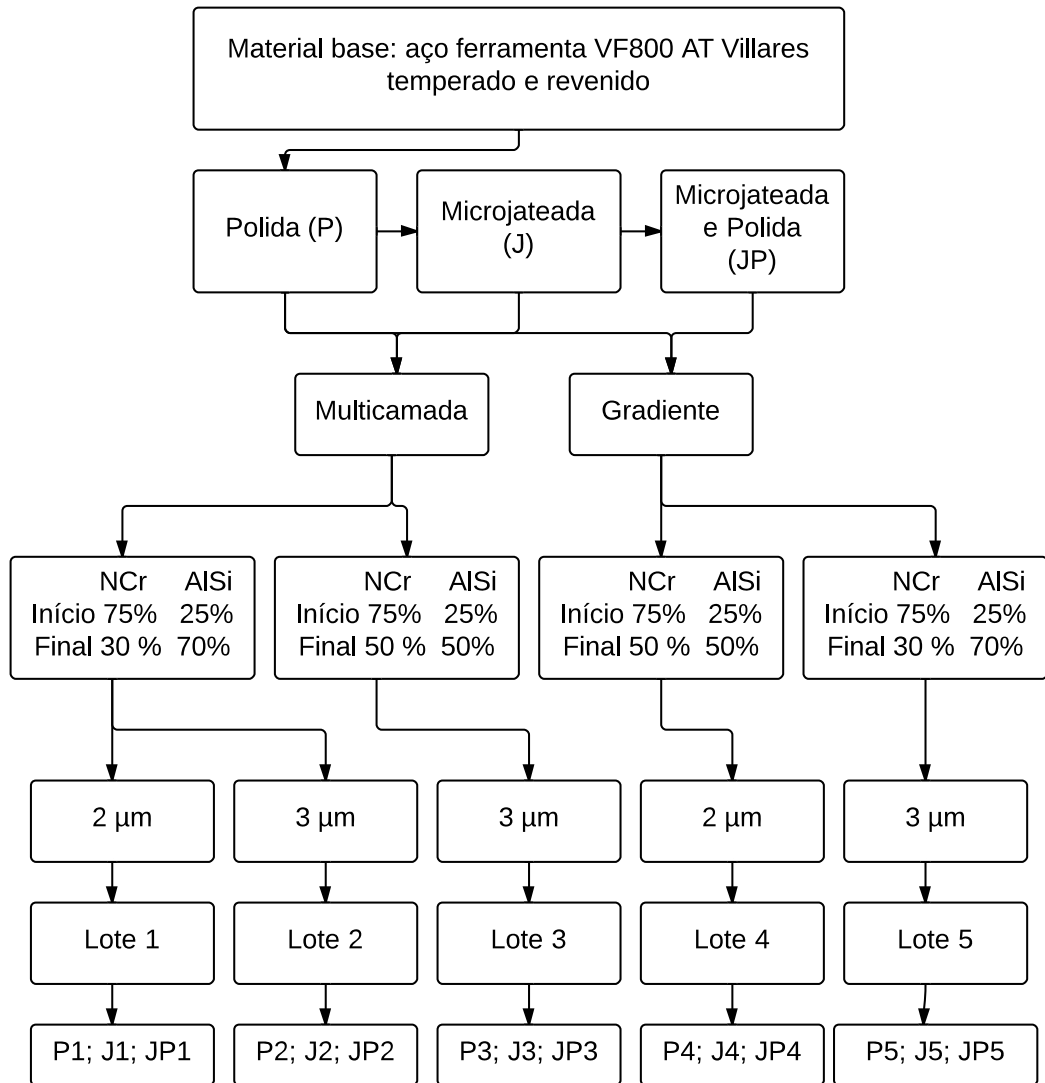


Figura 3.2: Características das amostras estudadas.

3.2 MÉTODOS

3.2.1 Microdureza

A microdureza dos revestimentos foi avaliada através do método Knoop (ASTM E384 – 11, 2012), utilizando equipamento modelo HMV Micro Hardness Tester, fabricante Shimadzu. As indentações foram realizadas com carga de 50 gf (490,3 mN), perpendicular à superfície do revestimento, durante 15 segundos. Foram realizadas 10 medições em cada amostra. Esse método de microdureza foi adotado, pois, de acordo com a geometria do penetrador, a profundidade de penetração é menor em comparação com o teste de microdureza Vickers. Assim, o penetrador Knoop é ideal para a avaliação da dureza de revestimentos finos (ASTM E384 – 11, 2012).

3.2.2 Caracterização das Partículas Abrasivas: Dureza, Forma e Tamanho

A Tabela 3.3 mostra as principais informações sobre os abrasivos utilizados neste trabalho.

Tabela 3.3: Características das partículas abrasivas.

Abrasivo	Fabricante	Diâmetro médio	Dureza [HV]*
Sílica	Sigma-Aldrich®	80% entre 1-5 µm	850 - 1050
Carbeto de Silício	Logitech®	5 µm (#1000)	2100 - 2600

*Fonte: (HUTCHINGS, 1992; STACHOWIAK; BATECHELOR, 2001)

A morfologia dos abrasivos foi caracterizada, qualitativamente, via microscopia eletrônica de varredura (MEV). Foi necessário realizar a separação das partículas para que essas não aglomerassem, evidenciando, assim, a morfologia individual das partículas. O procedimento de separação consiste em dispersar uma pequena porção do abrasivo sobre uma fita de carbono, que está fixa sobre uma placa de metal. Para permitir a visualização via MEV, as amostras do particulado (placa de metal e fita de carbono com particulado disperso) passaram por um processo de metalização com ouro, utilizando o equipamento modelo K550, fabricado pela EMITECH.

A determinação da distribuição do tamanho das partículas abrasivas foi feita via difração de raio laser (DRL). Foi utilizado o equipamento modelo Mastersizer 2000,

fabricante Malven, as partículas foram dispersas em água destilada. Essa medição foi uma cortesia do Laboratório de Processos de Separação da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia.

3.2.3 Ensaio de desgaste

Os ensaios de desgaste abrasivo foram realizados em um equipamento de microabrasão do tipo esfera livre, cujo princípio de funcionamento está ilustrado, esquematicamente, na Figura 3.3. Nesse tipo de equipamento, a esfera gira sobre a amostra movida por um eixo motor. A amostra é fixada em porta-amostra acoplada a uma célula de carga, que mede continuamente a força normal durante o teste. Como contra corpo, foi utilizada uma esfera de aço AISI 52100 e diâmetro de 20 mm, sendo devidamente limpa antes de cada ensaio.

O fluido abrasivo possuía partículas abrasivas em suspensão em água destilada a uma concentração de 0,25 g de abrasivo por cm^3 de água, ou seja, 20 % em massa. Essa concentração é considerada baixa de acordo com a literatura (TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999), e foi utilizada com o intuito de favorecer a ocorrência de deslizamento das partículas abrasivas entre o corpo e o contra corpo. Esse movimento da partícula atuante ocorre devido à alta carga por partícula atuante na interface de desgaste que induz o predomínio dos mecanismos de desgaste microcorte e microsulcamento (WILLIAMS; HYNICICA, 1992; TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999).

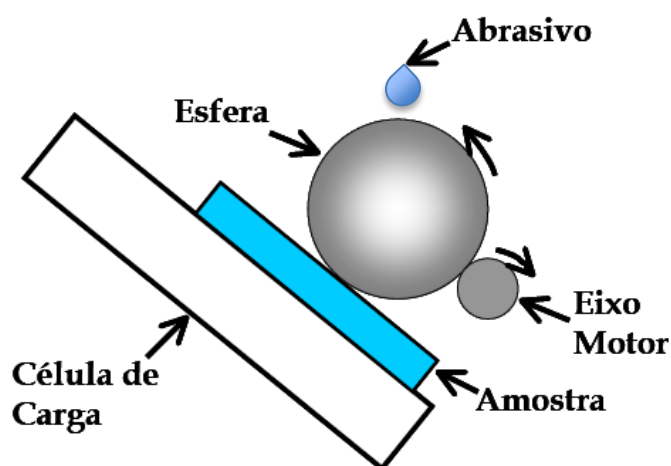


Figura 3.3: Esquema de funcionamento da microabrasão.

O fluido abrasivo foi agitado continuamente durante cada teste para prevenir a decantação das partículas abrasivas. A mistura foi bombeada até a esfera usando uma bomba peristáltica de vazão regulável. A vazão foi fixada em uma gota a cada três segundos em todos os testes.

A rotação do eixo motor foi fixada em 150 rpm, o que representa uma velocidade entre a superfície da esfera e a amostra de aproximadamente $0,10 \text{ m.s}^{-1}$ para a esfera de 20 mm de diâmetro.

A força normal aplicada sobre a amostra depende da massa da esfera, da inclinação da mesa onde é fixado o porta-amostra e da posição do conjunto em relação ao eixo motor (RUTHERFORD; HUTCHINGS, 1996). A força normal é medida através de uma célula de carga acoplada à porta-amostra, e foi mantida em $131 \pm 2 \text{ mN}$.

A Figura 3.4(b) apresenta os parâmetros geométricos da calota de desgaste, sendo, a o diâmetro interno da calota, b o diâmetro externo da calota e t a espessura do revestimento. O diâmetro interno e externo pode ser medido através de uma luneta graduada acoplada ao aparelho. A escala dessa luneta possui precisão de dois micrometros. As medições são realizadas ao fim de cada teste após a amostra ter sido devidamente limpa.

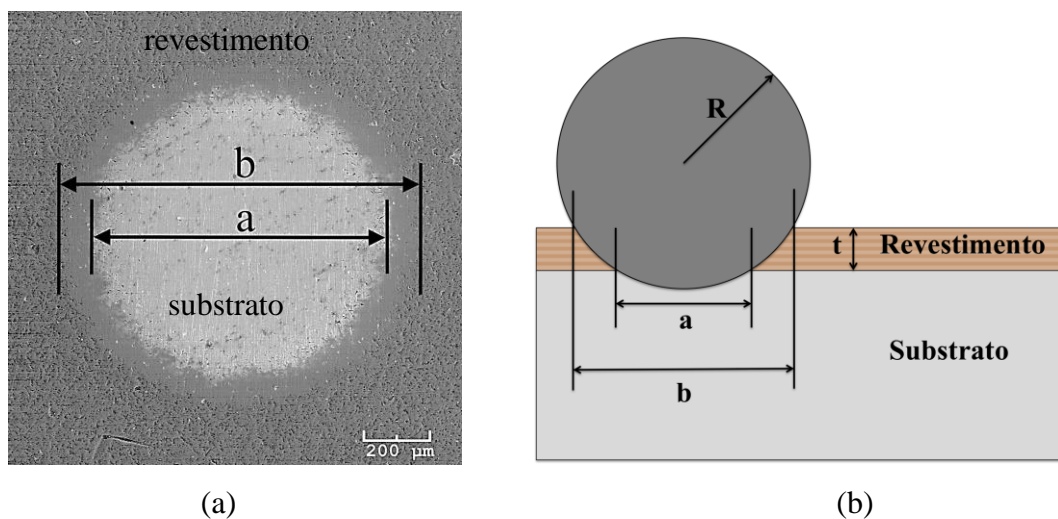


Figura 3.4: (a) Imagem obtida via MEV de uma calota de desgaste produzida pelo teste de microabrasão (b) Esquema da geometria da calota de desgaste formada por teste de microabrasão com uma esfera de raio R e espessura do revestimento t .

Nesse teste assume-se que a calota de desgaste reproduz a geometria esférica da esfera que a originou. O volume total desgastado (V), volume do substrato (V_s) e o volume do

revestimento (V_c) podem ser expressos em termos de dois parâmetros geométricos da calota desgastada (KUSANO; VAN ACKER; HUTCHINGS, 2004). As Equações (3.1) e (3.2) determinam o volume desgastado do substrato, V_s , e do revestimento, V_c , respectivamente.

$$V_s \approx \frac{4 \cdot a^4}{64 \cdot R} \quad (3.1)$$

Sendo, a o diâmetro interno da calota de desgaste e R o raio da esfera.

$$V_c \approx \frac{\pi \cdot t}{4} (a^2 + 4Rt) \quad (3.2)$$

Sendo, t a espessura do revestimento.

A Equação (3.3) determina o volume total desgastado, V , em função do volume desgastado do substrato e do volume desgastado do revestimento.

$$V = V_s + V_c \quad (3.3)$$

Rutherford e Hutchings (1996) sugerem que V_c e V_s sejam calculados em termos do diâmetro interno a e da espessura do revestimento t .

Em materiais revestidos, os valores de V_c e V_s podem ser expressos em função da distância total de deslizamento, S , e da força normal de contato, N , por um simples modelo relativo ao desgaste abrasivo, que é equivalente a equação de Archard para desgaste por deslizamento (KASSMAN et al., 1991). A distância total deslizada foi calculada em função do tempo de teste de desgaste. A Equação (3.4) mostra a relação entre o volume desgastado do substrato, volume desgastado do revestimento, a distância deslizada e a força normal.

$$S \cdot N = \left(\frac{V_c}{k_c} + \frac{V_s}{k_s} \right) \quad (3.4)$$

Sendo, k_s e k_c o coeficiente de desgaste do substrato e o coeficiente de desgaste do revestimento, respectivamente (KASSMAN et al., 1991).

A Equação (3.4) permite, pelo menos em princípio, especificar a taxa de desgaste para o substrato e para o revestimento em um único teste (RUTHERFORD; HUTCHINGS, 1996).

Existem diversos métodos disponíveis para analisar os resultados experimentais em microabrasão, usar o método errado acarreta em um resultado de taxa de desgaste ou coeficiente de desgaste pouco confiável (KUSANO; VAN ACKER; HUTCHINGS, 2004). Nesse estudo foi utilizado, para determinar as taxas de desgaste do revestimento, o método Allsopp. Os autores Kusano; Van Acker; Hutchings (2004) estudaram diversos métodos de análise em microabrasão e chegaram à conclusão de que o método Allsopp produz erros menores.

O método de Allsopp consiste em dividir todos os membros da Equação (3.4) por V_c , obtendo a Equação (3.5), e construir um gráfico SN/V_c em função de V_s/V_c , Figura 3.5.

$$\frac{SN}{V_c} = \frac{1}{k_s} \frac{V_s}{V_c} + \frac{1}{k_c} \quad (3.5)$$

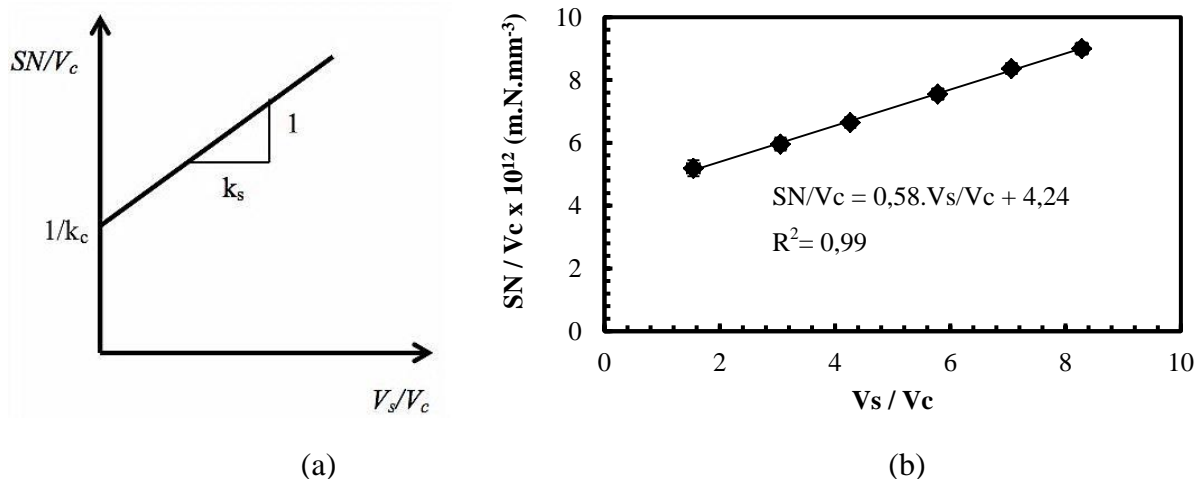


Figura 3.5: (a) Diagrama esquemático de uma curva linear obtida plotando SN/V_c em função V_s/V_c (KUSANO, VAN ACKER e HUTCHINGS, 2004), (b) exemplo do método Allsopp para a amostra P1 utilizando como abrasivo SiC.

Neste método, o k_s pode ser obtido a partir do coeficiente angular da reta de regressão e k_c pode ser determinado pela intersecção da reta com o eixo das ordenadas. Em outros métodos, dá-se um peso desproporcional aos valores obtidos com as menores crateras. As crateras menores são irregulares e apresentam pouca confiabilidade. No método Allsopp, os valores obtidos com as maiores crateras (mais bem formadas e regulares) são os mais relevantes, o que acrescenta maior confiabilidade nos resultados (KUSANO; VAN ACKER; HUTCHINGS, 2004).

Os intervalos de duração dos testes foram determinados visando obter o regime permanente de desgaste (BLAU, 2006; DA SILVA, 2003). Além do regime permanente, também foi observado o diâmetro interno da calota de desgaste. Para reduzir erros de medição os autores Kusano; Van Acker; Hutchings (2004) propuseram um critério de segurança para o diâmetro interno da calota, Equação (3.6).

$$a_c > \sqrt{8.R.d} \quad 3.6$$

Sendo, a_c o menor diâmetro da calota interna. Como os abrasivos utilizados nesse trabalho possuem diâmetro médio igual a 5 μm e o diâmetro do contra corpo é de 20 mm, a_c deve ser maior que 0,63 mm.

Com a mudança do tipo de abrasivo há uma variação da severidade de abrasão. Dessa forma, os intervalos de tempo dos testes foram diferentes para cada sistema tribológico e estão especificados na Tabela 3.4.

Tabela 3.4: Intervalos de tempos para cada sistema tribológico.

Abrasivo	Intervalo de tempo [minutos]
Sílica	180, 210, 240, 270, 300, 330 e 360
Carbeto de silício	10, 20, 30, 45, 60 e 75

Os tempos de teste foram definidos com o alcance do regime permanente de desgaste (BLAU, 2006). No início dos testes de microabrasão, a taxa de desgaste pode variar significativamente. Com o aumento da distância deslizada, a taxa de desgaste tende a um valor constante. Este período de estabilização é chamado de período transiente. Já o período no qual a taxa de desgaste é constante é chamado de regime permanente de desgaste. Nesse trabalho, foi considerado período permanente quando o erro relativo de três valores de taxa de desgaste foi menor que 10%.

Observa-se na Tabela 3.4 que, ao utilizar sílica como abrasivo, o tempo de teste foi mais longo (6h e 30 minutos) em comparação ao tempo de teste do SiC. Dessa forma, realizou-se os testes com sílica apenas nos lotes 2 e 5, com o objetivo de comparar os resultados com o carbeto de silício. Foram realizados três testes para cada condição.

3.2.4 Determinação da espessura do revestimento

A fim de determinar a espessura dos revestimentos, foram realizados testes de microabrasão utilizando como fluido abrasivo pasta de diamante com partículas abrasivas de $3\ \mu\text{m}$ de diâmetro e esfera de $12,5\ \text{mm}$ de raio. Desta forma, as crateras de desgaste ficam melhor definidas possibilitando mensurar o diâmetro externo b e o interno a com precisão. Com os valores de a e b , utiliza-se a Equação (3.9) para calcular a espessura t . Foram feitos dez testes para cada lote. Sendo cinco nas amostras polidas e cinco nas amostras jateadas e polidas.

$$t = \frac{b^2 - a^2}{8R} \quad (3.9)$$

A Figura 3.6 mostra um resultado típico de ensaio de microabrasão com pasta de diamante com o intuito de avaliar a espessura do revestimento.

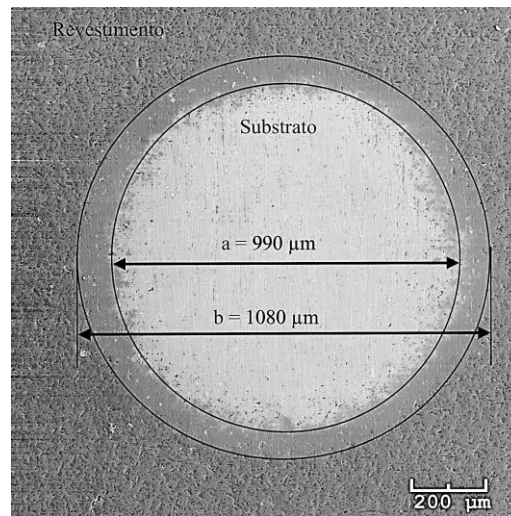


Figura 3.6: Calota produzida com pasta de diamante.

3.2.5 Ensaio de esclerometria com carga progressiva – *Scratch test*

Os ensaios de esclerometria foram realizados em um equipamento especialmente projetado para este fim (DA SILVA, 2008; LARA, 2012). Esse equipamento promove a movimentação controlada tanto da amostra como do indentador. A Figura 3.7 mostra esquematicamente o microesclerômetro.

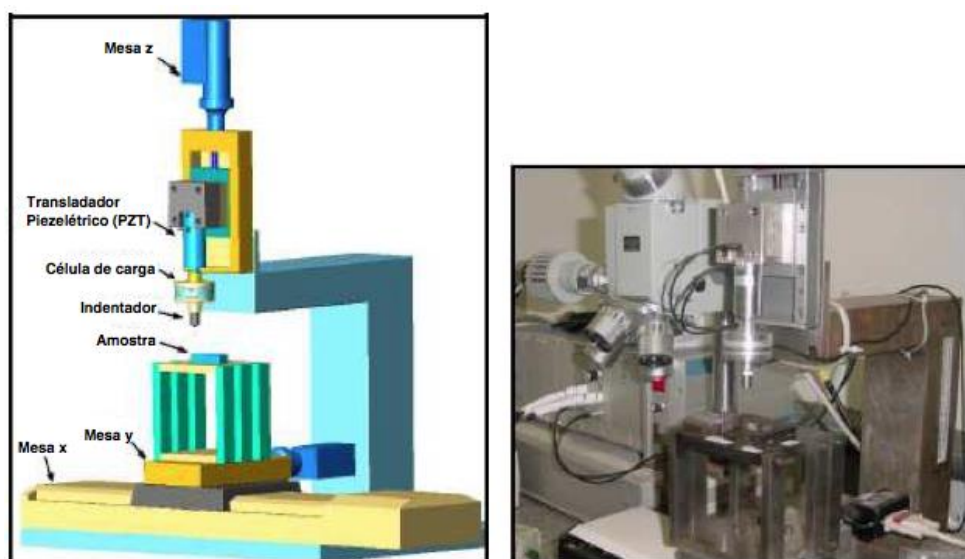


Figura 3.7: (a) Esquema do microesclerômetro e (b) Equipamento (SILVA JR, 2008).

O equipamento é composto de três mesas coordenadoras, que permitem a movimentação da amostra no plano horizontal e a movimentação do indentador no plano vertical. Um dispositivo controlador gerencia as mesas coordenadoras e se comunica com o computador através de uma interface de barramento de propósito geral (GPIB padrão ANSI/IEEE 488.2). Junto com a mesa que movimenta o indentador, mesa z, está associado um sistema de translação piezométrico (PZT), que se movimenta unidirecionalmente por um percurso de 28 μm com resolução de 5 nm.

O controle desse sistema piezométrico é analógico e a comunicação entre o PZT e o computador é realizada via interface analógica-digital. A célula de carga tridimensional é analógica com fundo de escala de 18 N e se comunica com o computador através de uma placa de comunicação analógica-digital (AD/DA). O programa utilizado para controlar a movimentação da amostra e do indentador, bem como para aquisição das informações fornecidas pela célula de carga foi desenvolvido na plataforma LabView®.

Três riscos, com comprimento de 5 mm, foram gerados com força variando de 0 a 13 N sobre a superfície da amostra. Nesse trabalho, foi utilizado o indentador piramidal de base quadrada Vickers, com a face da pirâmide alinhada no sentido do movimento. Foi feita uma tentativa de utilização do indentador Rockwell-C (cônico com 110° e arredondamento de ponta com raio 200 μm), todavia a máxima carga fornecida pelo equipamento não foi capaz de produzir trincas no revestimento. Ao utilizar o indentador Vickers, as tensões geradas

foram maiores possibilitando a formação de trincas na superfície do revestimento. Dessa forma, foi possibilitada a medição da carga crítica do revestimento.

Nesse trabalho, a carga crítica foi definida como a força normal que primeiro gerou trinca na trilha do risco (HOLMBERG et al., 2003; HARRY et al., 1999). As trincas geradas foram observadas através de microscopia óptica.

3.2.6 Interferometria

A forma da cratera de desgaste obtida na microabrasão foi avaliada através da técnica de interferometria a laser 3D. Foi utilizado um equipamento da marca UBM, modelo MicroFocus Expert IV. A análise da cratera foi realizada usando o programa Digital Surf Mountains Map Universal. Utilizou-se uma densidade de pontos de 1000 x 50 pontos por milímetro, taxa de medição de 250 pts/s e área de medição de 3,0 por 3,0 mm nas crateras produzidas com SiC, e uma área de 2,5 por 2,5 mm para as crateras produzidas com SiO₂.

A rugosidade da superfície dos revestimentos também foi avaliada através da interferometria laser 3D. Nesse caso, foi avaliado o parâmetro de rugosidade superficial quadrática média (Sq). Analisou-se uma área de 3 x 3 mm com densidade de 1000 x 100 pontos por milímetro.

A maioria dos trabalhos encontrados na literatura utilizam-se de parâmetros bidimensionais, Rq e Ra, para caracterizar a topografia (BROMARK et al., 1992; SVAHN; KASSMAN-RUDOLPHI; WALLÉN, 2003; TAKADOUM; BENNANI, 1997). Portanto, para permitir a comparação com resultados da literatura, foram realizadas perfilometrias. Os perfis foram obtidos em direções aleatórias sobre a amostra. Esse ensaio foi realizado apenas em amostras que não passaram pelo processo de deposição, a fim de determinar a topografia antes da deposição. Foram executados 5 perfis com 5 mm de comprimento com uma densidade de pontos de 1000 pontos por milímetro.

3.2.7 Microestrutura do substrato e mecanismos de desgaste

Para realizar a análise metalográfica do substrato, foi feito um corte transversal em uma amostra sem revestimento. O corte foi realizado em um equipamento de corte abrasivo. Após o corte, a amostra foi embutida em baquelite Multifast. Em seguida, a amostra foi lixada manualmente em lixas d'água com granulometria: 320, 400, 600, 1200 mesh. Após o lixamento, a amostra foi polida com pasta de diamante de 3 µm e, em seguida, foi polida com

sílica coloidal com partículas abrasivas de 0,5 μm de diâmetro. O reagente utilizado para o ataque foi o Nital 3 %, o ataque teve duração de 30 segundos. A superfície atacada foi, então, observada em microscópio óptico (MO).

O estudo dos mecanismos de desgaste ocorridos nos testes de abrasão foi realizado através de um microscópio eletrônico de varredura IVO MA10, fabricado pela Zeiss. A análise dos mecanismos de desgaste foi realizada no Laboratório Multiusuário de Microscopia da Faculdade de Engenharia Química da Universidade Federal de Uberlândia.

As amostras, antes de serem analisadas, passaram por um processo de limpeza utilizando ultrassom.

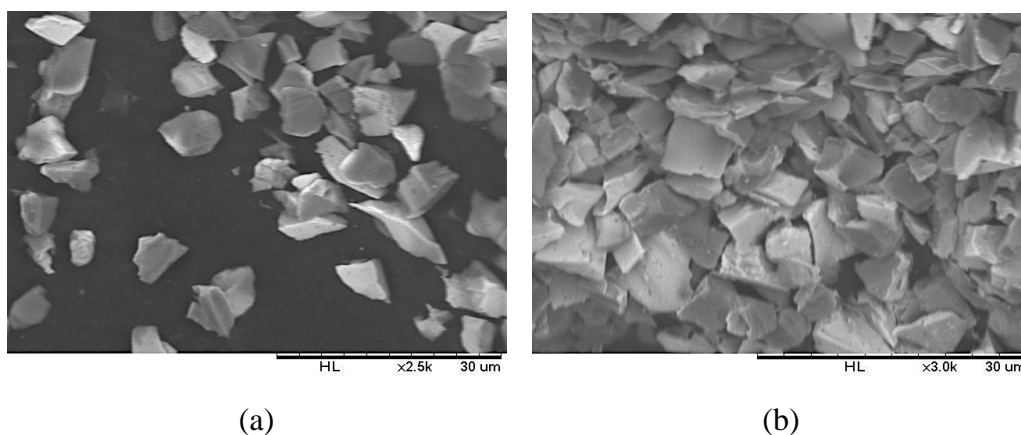
CAPÍTULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados referentes a cada etapa do trabalho. Foram caracterizados os abrasivos quanto à forma e distribuição granulométrica, bem como a caracterização do substrato e dos revestimentos, e análise do desgaste abrasivo.

4.1 CARACTERIZAÇÃO DOS ABRASIVOS

As imagens dos abrasivos SiC e SiO₂ são apresentadas na Figura 4.1.



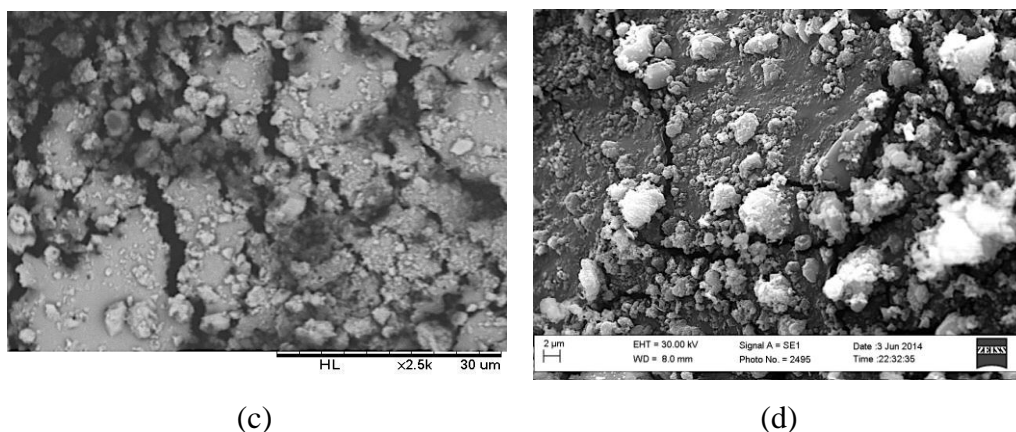


Figura 4.1: Aspecto morfológico das partículas abrasivas: SiC - (a) e (b), SiO₂ - (c) e (d). MEV.

As partículas de carbeto de silício (SiC), Figura 4.1(a) e (b), são maiores e possuem forma mais alongada ou em blocos, comparadas às partículas de sílica (SiO₂), Figura 4.1(c) e (d). As partículas de sílica possuem forma esferoidal com tendência a aglutinar.

A Tabela 4.1 apresenta o diâmetro médio das partículas abrasivas utilizadas nesse trabalho. Esses resultados foram obtidos através da técnica de difração de raios laser (DRL). Nesse tipo de medição, os resultados representam o tamanho da partícula pelo diâmetro de uma esfera equivalente. Nesse trabalho, foi considerado que o tamanho médio da partícula é dado pelo diâmetro que engloba 50% do total de partículas medidas (média).

Tabela 4.1: Diâmetro médio das partículas abrasivas. DRL.

Abrasivo	Fórmula	Diâmetro médio da partícula [μm]
Carbeto de silício	SiC	6,35
Dióxido de Silício (Sílica)	SiO ₂	2,60

Observa-se que os resultados do diâmetro médio das partículas divergem dos tamanhos médios nominais indicados pelo fabricante, mostrados na Tabela 3.3. A Tabela 4.1 mostra que a partícula de sílica é 2,44 vezes menor que a partícula de carbeto de silício.

As curvas de distribuição granulométrica e o valor acumulado dos abrasivos são apresentados nas Figuras 4.2 e 4.3.

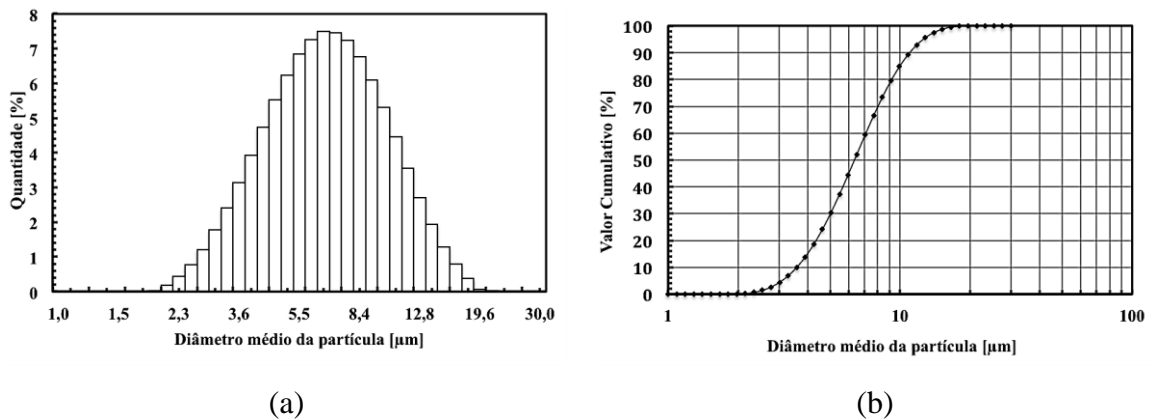


Figura 4.2: Carbeto de silício (SiC). (a) Histograma que mostra a distribuição granulométrica; (b). Curva de porcentagem acumulada. DRL.

A Figura 4.2(a) apresenta a distribuição granulométrica das partículas de carbeto de silício (SiC). Observa-se que a curva de frequência aproxima-se de uma distribuição normal. A maior frequência de ocorrência do diâmetro das partículas se encontra entre 6 e 7 μm , o que engloba o diâmetro médio das partículas abrasivas. A curva de porcentagem acumulada mostra que 90% das partículas se encontram abaixo de 11 μm e que 100% estão abaixo de 20 μm Figura 4.2(b).

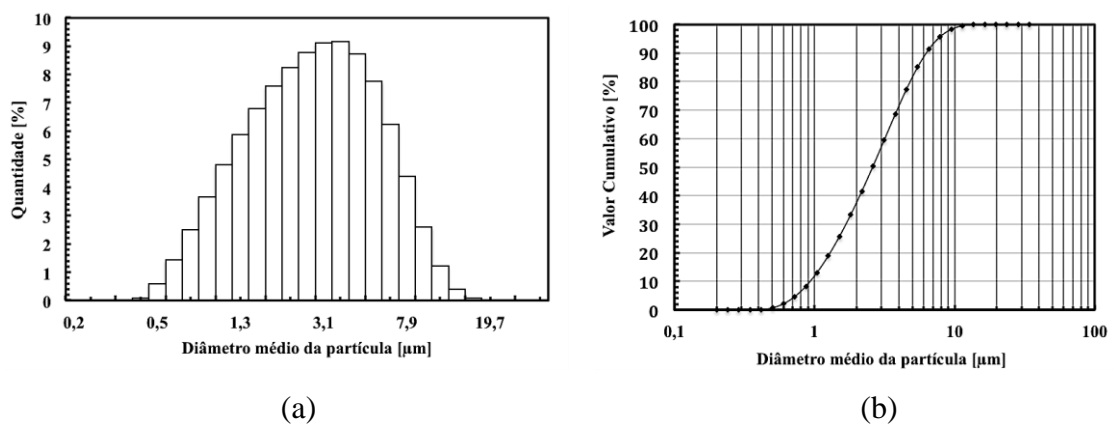


Figura 4.3: Sílica (SiO_2). (a) Histograma que mostra a distribuição granulométrica; (b) Curva de porcentagem acumulada. DRL.

A distribuição apresentada na Figura 4.3(a), referente ao abrasivo de sílica, também se aproxima de uma distribuição normal. Os valores desta curva de frequência apresentam uma leve assimetria para a direita com a maior frequência entre 3 e 4 μm (moda). A Figura 4.3(b)

mostra que 90% dos valores de tamanho médio das partículas se encontram abaixo de 6,28 μm e 100% das partículas são menores que 16,4 μm .

4.2 CARACTERIZAÇÃO DO SUBSTRATO

4.2.1 Microestrutura

A microestrutura do material do substrato está apresentada na Figura 4.4. A imagem foi obtida via microscopia óptica (MO) após a preparação metalográfica padrão (lixamento e polimento). Para o ataque, foi utilizado Nital 3% durante 30 segundos.

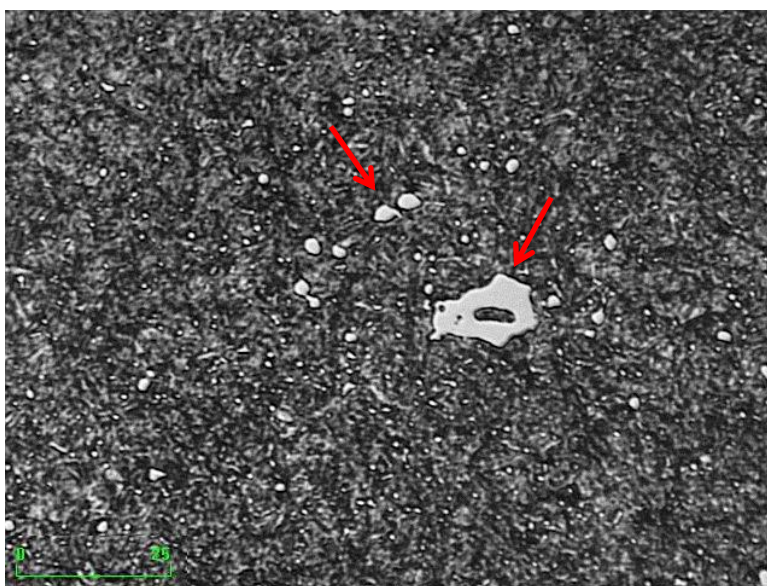


Figura 4.4: Microestrutura do substrato, aço ferramenta VF800 AT Villares. Imagem obtida por microscopia óptica. MO, ataque nital 3%.

Observa-se na Figura 4.4 a microestrutura de um aço temperado e revenido com presença de carbonetos, provavelmente de cromo (setas vermelhas). Esta microestrutura conferiu ao material base uma dureza de $7,08 \pm 0,24$ GPa (61 ± 1 HRC).

4.2.2 Topografia

A topografia do substrato foi analisada em amostras que não passaram pelo processo de deposição, Figura 4.5. A topografia foi avaliada em termos de S_q , S_a , R_q e R_a para permitir a comparação com outros trabalhos da literatura, que normalmente apresentam valores de R_a entre 0,02 e 0,35 μm e de R_q entre 0,007 a 0,400 μm (BROMARK et al., 1992; SVAHN; TAKADOUM; BENNANI, 1997).

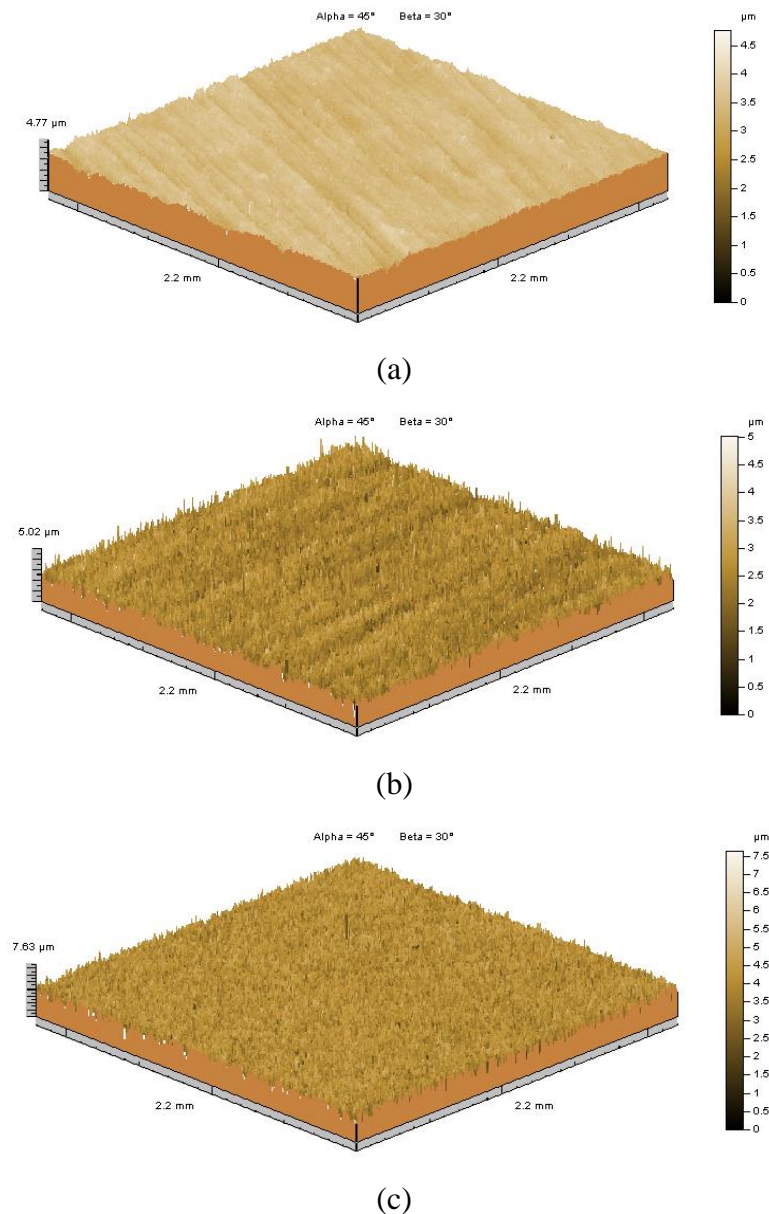


Figura 4.5: Interferometria a laser da superfície do substrato (a) polido, (b) jateado e polido e (c) jateado.

Os resultados obtidos para cada substrato são apresentados na Tabela 4.2.

Tabela 4.2: Rugosidade superficial dos substratos estudados.

Amostra	Sq [μm]	Sa [μm]	Rq [μm]	Ra [μm]
Polida	0,173	0,133	0,164 \pm 0,046	0,120 \pm 0,032
Jat/Pol	0,355	0,272	0,362 \pm 0,031	0,262 \pm 0,025
Jateada	0,500	0,391	0,691 \pm 0,029	0,541 \pm 0,017

Observa-se na Tabela 4.2 que nos substratos polido e jateado e polido, os valores de Rq e Ra estão entre os comumente apresentados na literatura. Porém, o substrato Jateado apresenta valores de Ra e Rq maiores.

Segundo Victor (2012), os processos de produção das topografias dos substratos são semelhantes aos utilizados em ferramentas de estampagem.

Franco Jr. (2003) reportou que revestimentos depositados sobre substratos muito rugosos tendem a ser porosos. Este efeito está associado às “sombras” produzidas pelos maiores picos da superfície, que dificultam a deposição nos vales da mesma. Mattox (1996) discute que revestimentos mais porosos possuem menor superfície de contato com o substrato, levando a menor contribuição das forças de valência na adesão.

4.3 CARACTERIZAÇÃO DOS REVESTIMENTOS

4.3.1 Arquitetura do revestimento

A Figura 4.6 são imagens de parte da calota de desgaste das amostras JP2 (multicamada) e JP5 (gradiente de composição química) ao utilizar SiO₂ como abrasivo. As setas mostram a direção das partículas abrasivas.

Observa-se na Figura 4.6(a) as camadas e interfaces que compõe o revestimento multicamada. Também pode ser observado que os revestimentos gradiente não apresentaram interfaces.

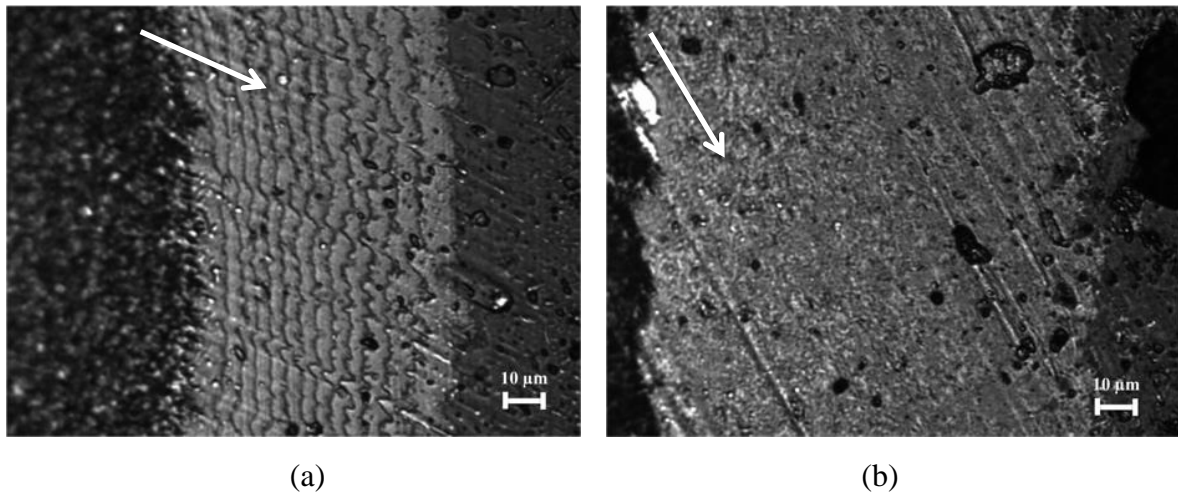


Figura 4.6: Parte da calota das amostras JP2 e JP5 desgastada com SiO₂: (a) multicamada e (b) gradiente. MO.

4.3.2 Topografia

Os valores de rugosidade superficial quadrática (Sq) medida nas amostras revestidas e não revestidas são apresentados na Figura 4.7.

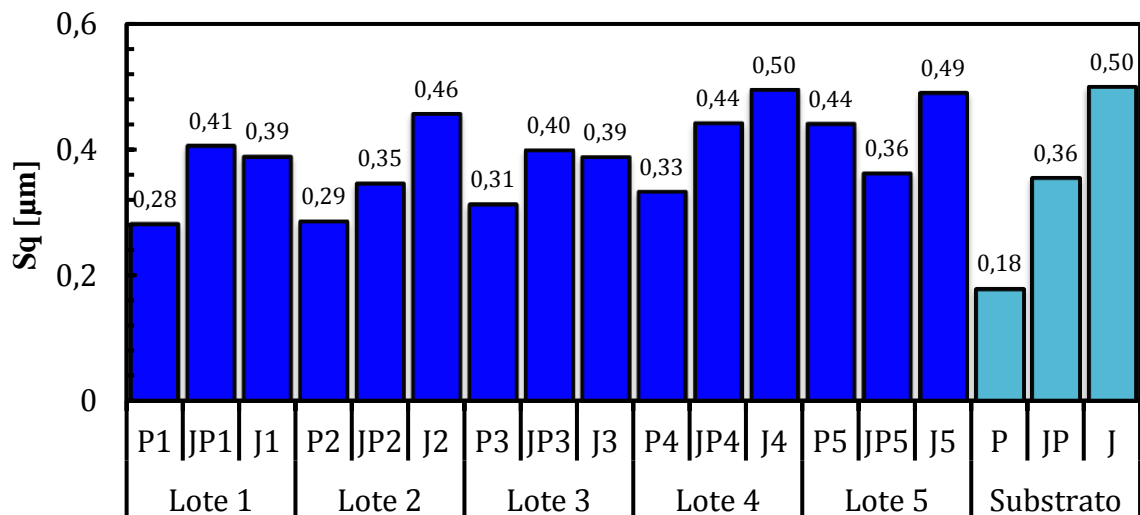


Figura 4.7: Parâmetro de rugosidade Sq das amostras estudadas. Em azul escuro Sq da superfície dos revestimentos e em azul claro Sq do substrato.

As amostras com substrato polido apresentaram, com exceção do lote 5, os menores valores de Sq, seguidos pelo substrato jateado e polido. Para as amostras com substrato polido

(P) e jateada e polido (JP) o valor de S_q do revestimento foi superior ao do substrato. Nas amostras com substrato jateado (J) o valor de S_q do revestimento foi menor que o valor de S_q do substrato.

4.3.3 Espessura

O valor da espessura dos revestimentos, medida através de testes de microabrasão, são apresentados na Tabela 4.3.

Em todos os lotes houve uma discrepância entre a espessura real dos revestimentos e a espessura nominal, Tabela 4.3. As maiores diferenças estão nos lotes 1 e 5 que, em ambos os casos, apresentaram o revestimento 30% mais espesso que o nominal.

Tabela 4.3: Espessura real e nominal dos revestimentos estudados.

Lote	Esp. Nominal [μm]	Esp. Real [μm]
Lote 1	2	2,6 \pm 0,13
Lote 2	3	3,1 \pm 0,16
Lote 3	3	3,7 \pm 0,13
Lote 4	2	2,2 \pm 0,15
Lote 5	3	3,9 \pm 0,13

A diferença nos valores de espessura em comparação aos valores nominais é devido ao processo de deposição. A espessura do revestimento é uma função do tempo de deposição, temperatura e tensão. Logo, não é um parâmetro ajustável no processo (SU et al., 1997; VICTOR, 2012).

4.3.4 Microdureza

Os ensaios de microdureza foram realizados utilizando um penetrador Knoop com carga de 50 gf. É conhecido da literatura que quando a profundidade de penetração das indentações é superior a 10% da espessura do revestimento, o valor de dureza do revestimento pode ser significativamente influenciado pelas propriedades mecânicas do substrato (OLIVER; PHARR, 1992; LARA, 2012; HAN; SAHA; NIX, 2006; MATTOX, 1996, ASTM E384-11, 2012).

Nesse estudo, a profundidade de penetração ficou entre 13% a 25,3% do revestimento, portanto, houve influência do substrato nos resultados de dureza superficial. Para cargas menores, a diagonal da impressão era de difícil identificação, o que impossibilitava a medição de dureza.

Observa-se nas Figuras 4.8, 4.9, 4.10 e 4.11 que os revestimentos apresentaram dureza entre 19 a 34 GPa. Foram encontrados valores de dureza semelhantes na literatura, para revestimentos CrAlSiN, variando de 25 a 55 GPa (PARK et al., 2007; LE et al., 2013; RAFAJA et al., 2006).

O efeito da arquitetura do revestimento na dureza superficial é apresentado na Figura 4.8. Nesta figura compara-se os lotes 2 e 5.

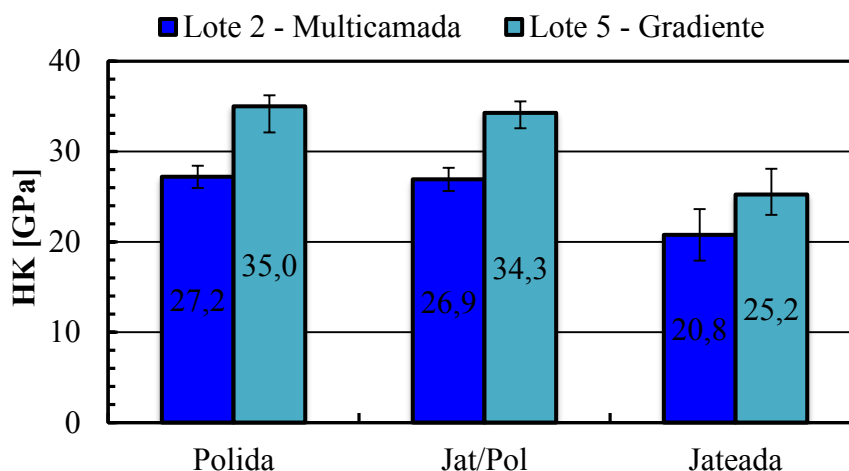


Figura 4.8: Dureza superficial. Efeito da arquitetura. Lotes 2 e 5. Dureza Knoop 50 gf.

Comparando os lotes 2 e 5, observa-se que o revestimento gradiente apresentou uma dureza superior ao revestimento multicamada. Esse resultado pode estar relacionado com a espessura dos revestimentos do lote 5, que são 25% mais espessos que os revestimentos do lote 2. Contudo, Chang et al., (2009) também encontraram maiores valores de dureza para o revestimento TiAlSiN, com arquitetura do tipo gradiente em comparação com o mesmo revestimento multicamada.

A Figura 4.9 mostra o efeito, na dureza superficial, do teor de AlSi na composição química da superfície. Foram comparados os lotes 2 (70% de AlSi) e 3 (50% AlSi).

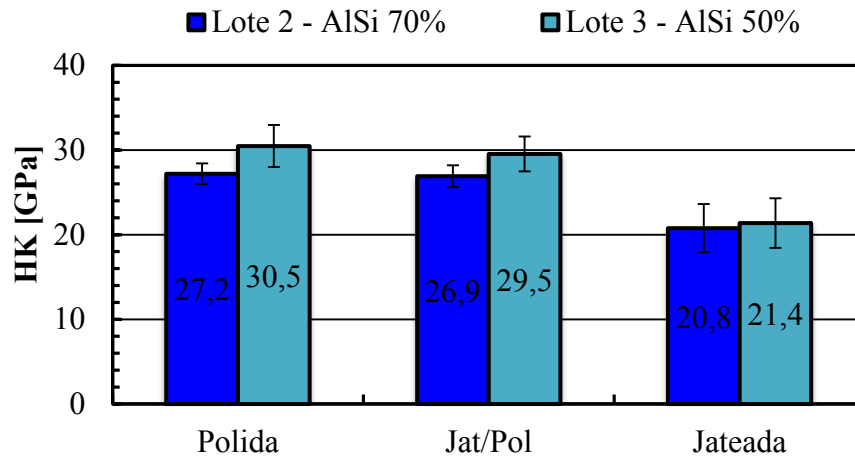


Figura 4.9: Dureza superficial. Efeito do teor de AlSi na composição química. Lotes 2 e 3. Microdureza Knoop, 50 gf.

Ao comparar a composição química final do revestimento multicamada, observa-se que para as amostras com substrato polido e jateado e polido o revestimento de menor teor de AlSi (lote 3) apresentou maior valor de dureza, Figura 4.9. As amostras com substrato apenas jateado apresentaram valores similares para 95% de confiabilidade. A menor dureza do lote 2 pode ser em função do maior volume da matriz amorfa de SiN_x , que possui menor dureza se comparadas aos nanocristais de $(\text{Cr}, \text{Al}, \text{Si})\text{N}$. O maior volume da matriz de SiN_x é em decorrência do maior teor de Si (PARK et al., 2007).

O efeito da espessura na dureza superficial é mostrado na Figura 4.10. Foram comparados os lotes 1 e 2 que possuem 2 e 3 μm de espessura, respectivamente.

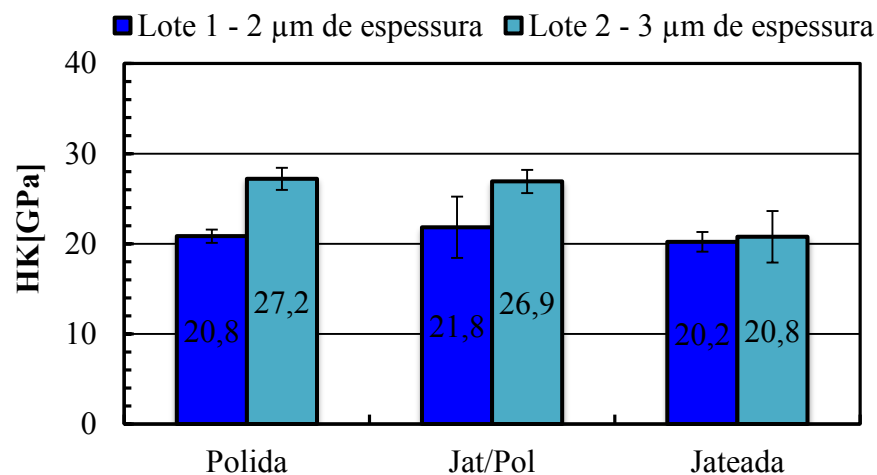


Figura 4.10: Dureza superficial. Efeito da espessura do revestimento. Lotes 1 e 2. Dureza Knoop, carga de 50 gf.

Observa-se nos resultados da Figura 4.10 que o revestimento de maior espessura apresentou maior dureza superficial para as amostras com substrato polido e jateado e polido. Os valores de dureza das amostras com substrato apenas jateado foram análogos, para 95% de confiabilidade. O maior valor de dureza do revestimento espesso pode ser em consequência da profundidade de penetração do indentador. No revestimento do lote 1, a profundidade foi, em média, de 23,5% da espessura e no lote 2 foi 18%. Dessa forma, ainda que o material do revestimento seja o mesmo, o lote 1 apresentou valores de dureza menor, pois os resultados tiveram maior influência do comportamento mecânico do substrato (SU et al., 1997).

Os resultados de dureza superficial dos lotes 1 e 4 são apresentados na Figura 4.11. Nesses lotes foram alterados tanto a arquitetura como a composição de AlSi na composição química.

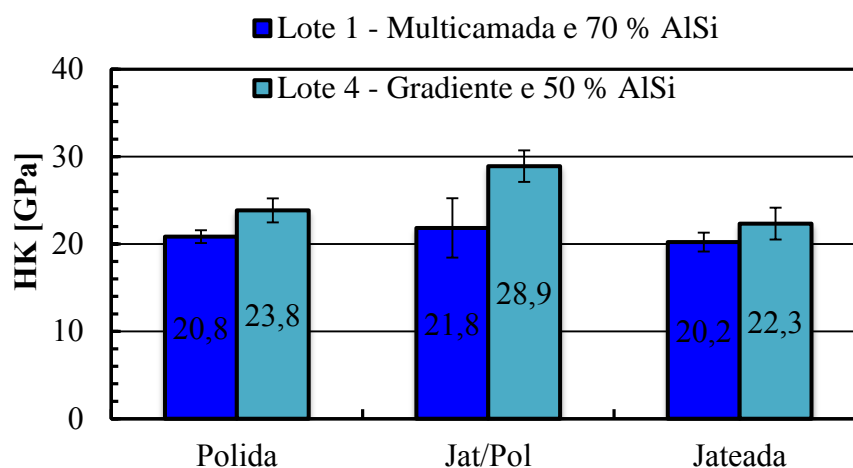


Figura 4.11: Dureza superficial. Variar tanto a arquitetura quanto o teor de AlSi. Lotes 1 e 4. Dureza Knoop com carga de 50 gf.

O revestimento tipo gradiente, que possui composição química final igual a 50% CrN e 50% AlSi (lote 4), apresentou dureza maior que o revestimento tipo multicamada, que possui composição química final igual a 30% CrN e 70% AlSi (lote 1). Como discutido por Park et al., (2007), o aumento no teor de silício diminui a dureza do revestimento, semelhante ao ocorrido ao comparar o lote 2 com o 3.

4.3.5 Esclerometria com carga progressiva – *Scratch test*

O objetivo desse ensaio foi avaliar a carga crítica na qual o revestimento apresenta a primeira trinca no interior do risco. Nesse caso, o valor da carga crítica está relacionado principalmente com a tenacidade dos revestimentos (HOLMBERG et al., 2003).

A posição de ocorrência da primeira trinca foi observada através de microscopia óptica (MO). Essa informação foi associada à curva de força normal obtida durante o teste de esclerometria, fornecendo o valor de carga crítica, L_c . Um exemplo da aplicação desse método está apresentado na Figura 4.12, que mostra a posição da primeira trinca no interior do risco, para a amostra P2.

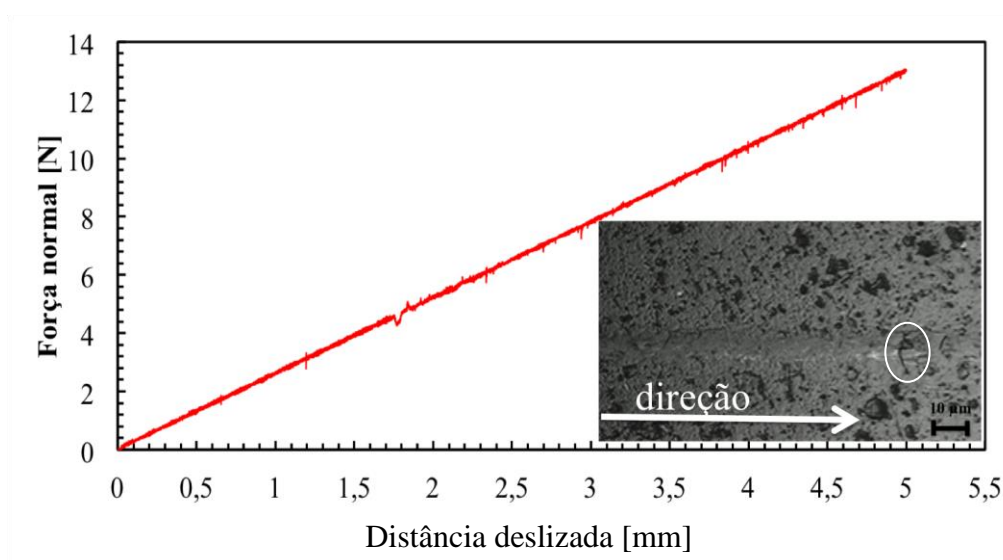


Figura 4.12: Obtenção da carga crítica (L_c) para a amostra P2. Gráfico da força normal. Imagem da primeira trinca no interior do risco - MO.

Os resultados de carga crítica referentes às amostras dos lotes 2 e 5 são apresentados na Figura 4.13. Nessa comparação, avalia-se o efeito da arquitetura do revestimento. Os dois revestimentos possuem a mesma composição química e espessura similar.

Observa-se na Figura 4.13 que a amostra P5 (gradiente) apresentou um maior valor de L_c comparado com a amostra P2 (multicamada). Para 95% de confiabilidade as amostras com substrato J e JP apresentaram valores de L_c idênticos. Harry et al., (1999) também encontraram resultados de carga crítica semelhantes para revestimentos multicamada e gradiente.

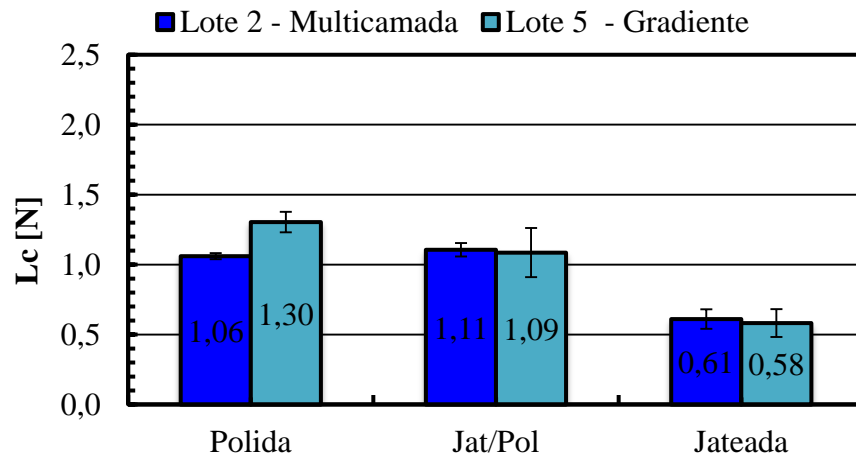


Figura 4.13: Valor da carga crítica L_c para as amostras dos lotes 2 e 5, comparando a arquitetura do revestimento.

O efeito da composição química final do revestimento multicamada nos resultados de carga crítica é mostrado na Figura 4.14. A comparação foi entre os lotes 2 e 3, os dois revestimentos são do tipo multicamada e possuem espessura similar.

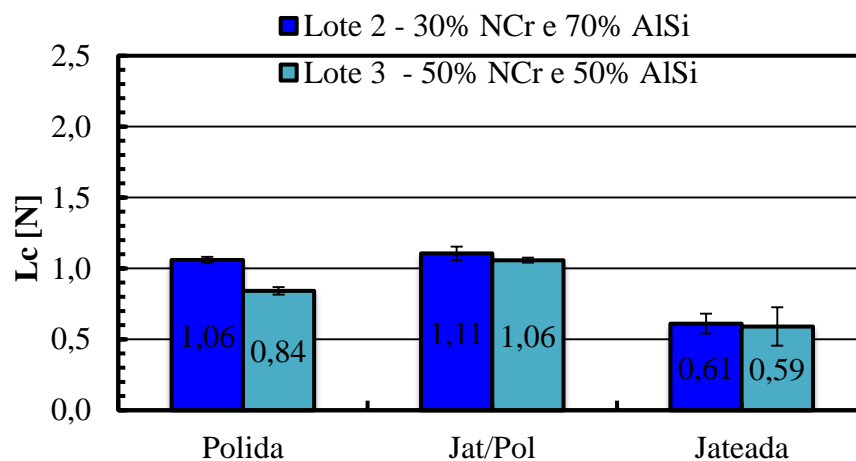


Figura 4.14: Efeito da composição química nos valores de carga crítica. Lotes 2 e 3.

Observa-se que, para as amostras com substrato polido, o revestimento de maior teor de AlSi (lote 2) apresentou maiores valores de L_c , Figura 4.14. Esse resultado está associado a maior dureza e menor tenacidade do revestimento multicamada com 50% CrN e 50% AlSi (lote 3) em comparação aos revestimentos do lote 2. Para os outros substratos os resultados foram similares.

Os resultados de carga crítica, ao variar a espessura do revestimento, são apresentados na Figura 4.15. Foram comparadas as amostras dos lotes 1 (2 μm de espessura) e do lote 2 (3 μm de espessura). Ambos os revestimentos são do tipo multicamada e possuem a mesma composição química final.

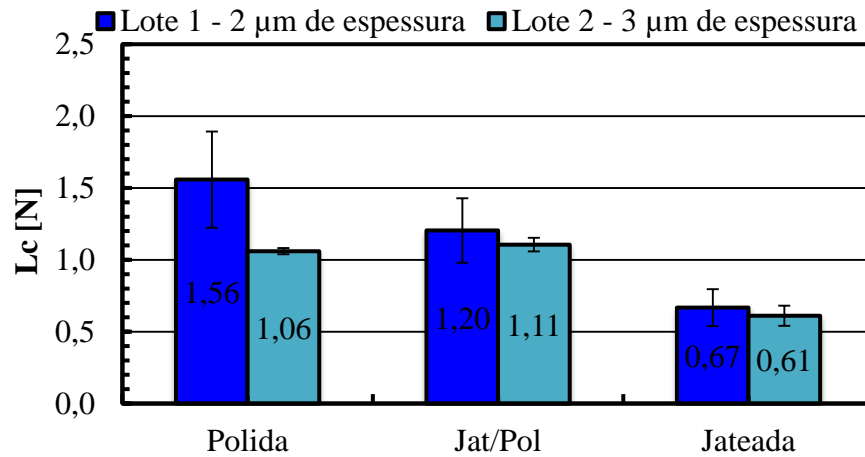


Figura 4.15: Carga crítica das amostras do lote 1 e 2. Efeito da espessura do revestimento.

Observa-se na Figura 4.15 que a carga crítica é influenciada tanto pela rugosidade do revestimento como pela espessura. Também foi observado que, para os substratos jateado e polido (JP) e apenas jateado (J), os resultados foram similares, para 95% de confiabilidade. Para o substrato polido, a amostra P1 apresentou maior valor de L_c , em concordância com a literatura (LARA; DE MELLO, 2012). O resultado pode estar relacionado com a presença de falhas (poros) no revestimento da amostra P2, como mostrado nas micrografias da Figura 4.16.

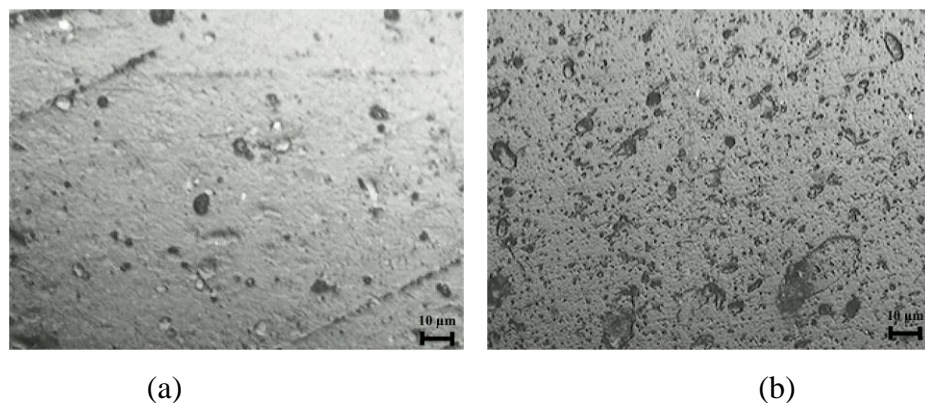


Figura 4.16: Superfície das amostras (a)P1 e (b)P2. MO.

O maior volume de poros na amostra P2, Figura 4.16(b), pode ser em função do processo de deposição, pois foi observado que a densidade do revestimento diminui com o aumento da espessura (HOLMBERG; MATTHEWS, 2009; SU, YAO et al., 1997).

Os resultados de carga crítica dos lotes 1 e 4, onde foram alterados tanto a composição química final do revestimento como a arquitetura, são mostrados na Figura 4.17. Ambos os revestimentos possuem espessura de 2

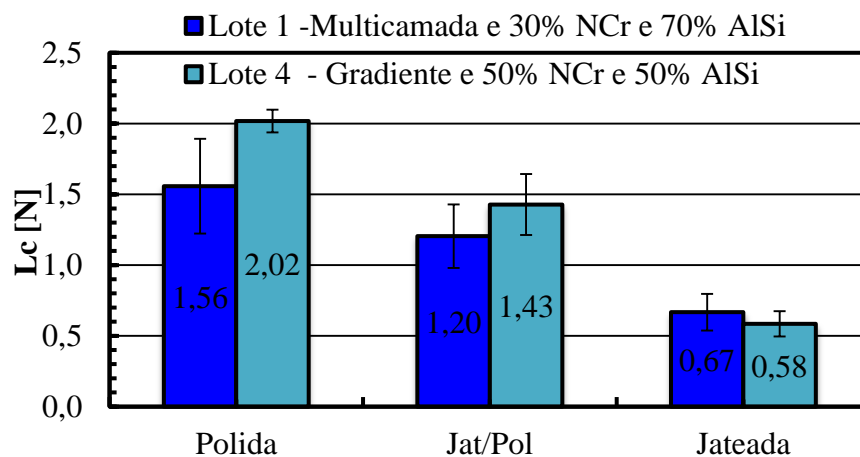


Figura 4.17: Valores de carga crítica dos lotes 1 e 4.

A amostra P4 apresentou o maior valor de L_c das amostras estudadas. Observa-se também que para os outros acabamentos superfícies do revestimento os resultados foram estatisticamente idênticos.

Observa-se nas Figuras 4.13, 4.14, 4.15 e 4.17 que, para todos os casos, as amostras com substrato jateado (J) apresentaram os menores valores de carga crítica. Estes resultados podem ser em decorrência dos defeitos causados pela topografia no revestimento.

Ambos os revestimentos do tipo gradiente apresentaram maior dureza comparados aos revestimentos tipo multicamada. Observa-se, ao analisar as Figuras 4.10 e 4.13, que as cargas críticas dos revestimentos do tipo gradiente são semelhantes (lote 5 \approx lote 2) ou superiores (lote 4 $>$ lote 1) aos revestimentos multicamada. Esses resultados indicam que os revestimentos do tipo gradiente apresentam maior dureza e tenacidade comparadas aos revestimentos multicamada.

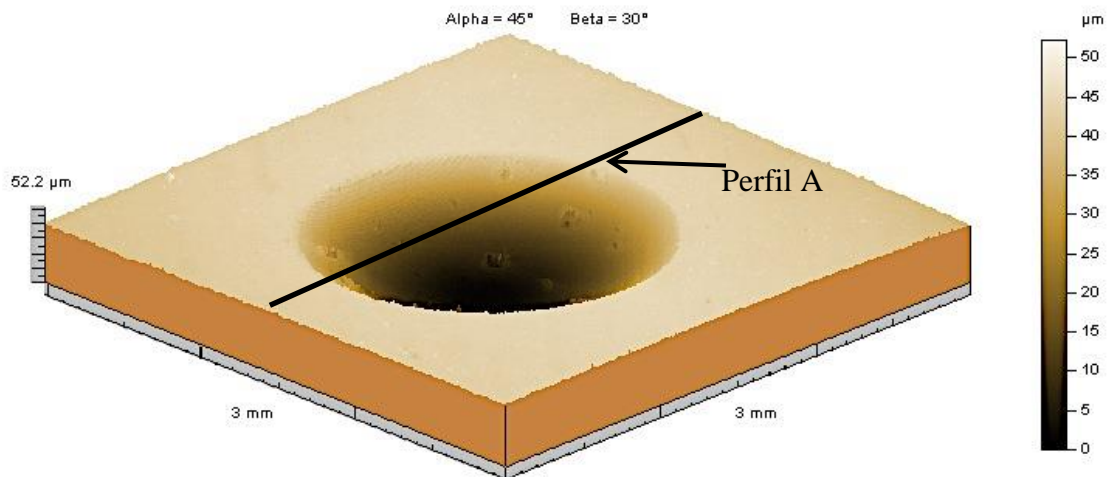
Harry et al., 1999 observaram o destacamento parcial das camadas mais superiores em revestimentos multicamada, o que pode afetar na resistência. Esses autores concluíram que a

morfologia dos revestimentos gradiente é mais interessante para aplicações mecânicas em comparação aos revestimentos multicamada.

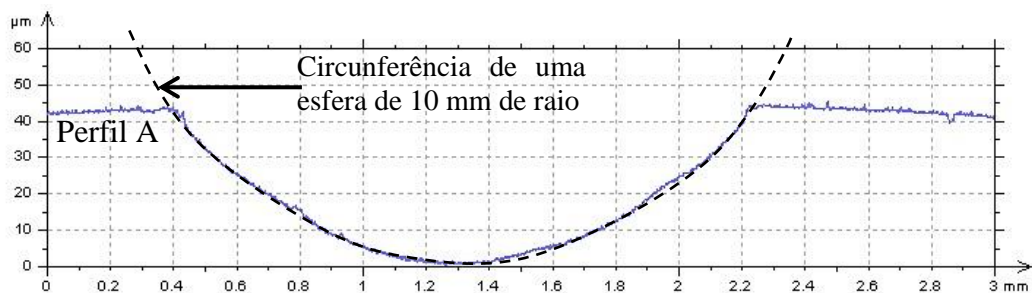
4.4 ENSAIOS DE MICROABRASÃO

4.4.1 Forma da cratera de desgaste

A cratera de desgaste da amostra P2 é mostrada na Figura 4.18. Foi produzida pelo teste de microabrasão, utilizando carbeto de silício (SiC) como abrasivo.



(a)



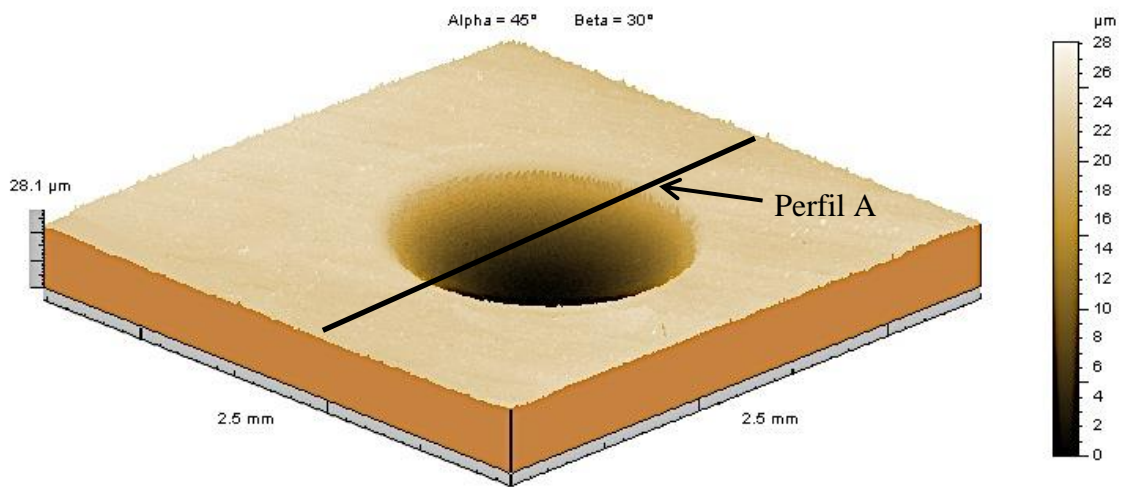
(b)

Figura 4.18: Interferometria a laser de uma calota esférica gerada por microabrasão utilizando como abrasivo SiC (a) imagem 3D e (b) perfil A. Amostra P2. Tempo de teste 75 minutos.

A Figura 4.18 foi obtida através da técnica de interferometria a laser. A área de varredura de 3 x 3 mm cobre toda a cratera de desgaste. A Figura 4.18(b) mostra o perfil de

rugosidade (Perfil A) que passa pelo centro da calota. A Figura 4.18(b) indica que a calota formada durante o desgaste reproduz a forma da esfera que a gerou. Esse critério deve ser atendido, pois as equações para cálculo do volume da calota são baseadas no raio da esfera a gerou.

A Figura 4.19 apresenta a cratera de desgaste, também da amostra P2, utilizando como abrasivo sílica.



(a)



(b)

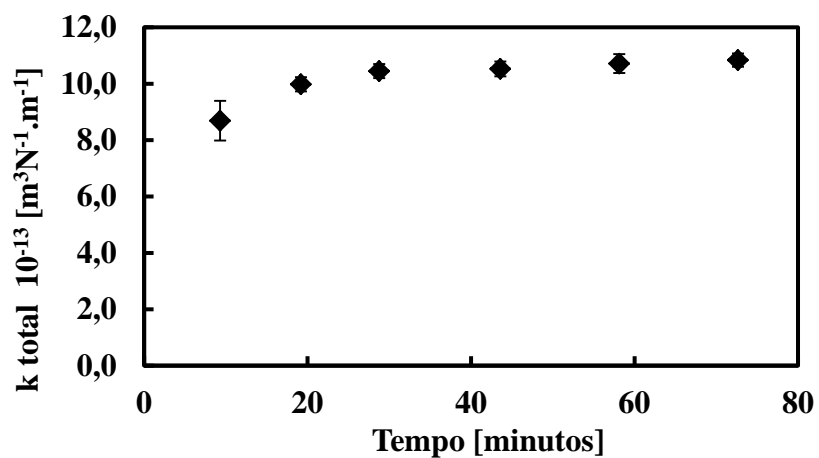
Figura 4.19: Calota de desgaste produzida pela técnica de microabrasão (a) imagem 3D e (b) perfil A. Amostra P2. Tempo de teste 360 minutos.

Observa-se que a calota produzida com sílica também assume o formato esférico do contra-corpo. É visível a diferença de tamanho nas crateras produzidas com sílica e com carbeto de silício. Mesmo o tempo de teste sendo quase cinco vezes menor, ao utilizar SiC, a calota de desgaste da Figura 4.18(b) é aproximadamente duas vezes maior que a calota da Figura 4.19(b).

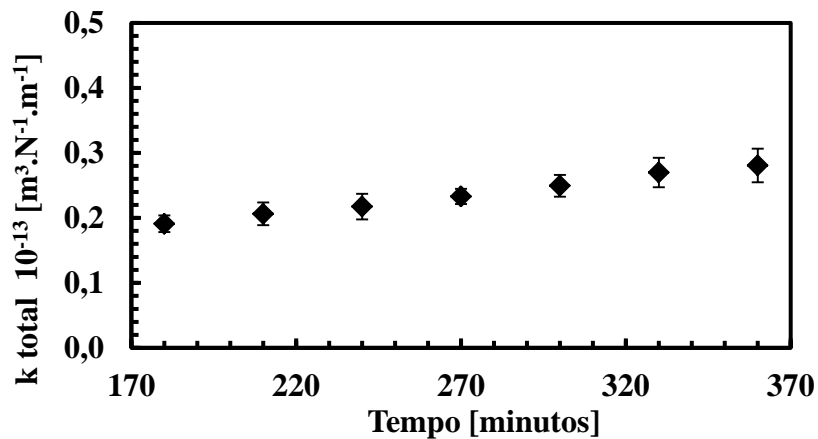
4.4.2 Regime permanente

A Figura 4.20 mostra o comportamento do coeficiente de desgaste abrasivo (k_t) para as amostras estudadas, utilizando o abrasivo carbeto de silício (SiC) e sílica (SiO₂). Os resultados de k_t são calculados a partir do volume total da cratera de desgaste, da distância deslizada e da carga normal sobre a amostra.

Estes resultados foram semelhantes em todos os sistemas estudados. Os coeficientes de desgaste foram obtidos em três ensaios.



(a)



(b)

Figura 4.20: Coeficiente de desgaste total em função tempo de teste. Abrasivo (a) SiC e (b) SiO₂.

Para materiais revestidos, o coeficiente de desgaste aumenta com o decorrer do ensaio, tendendo a um valor médio constante. Esse período no qual o valor de coeficiente de desgaste

varia é denominado de regime transiente. O regime permanente de desgaste ocorre quando o coeficiente de desgaste estabiliza (BLAU, 2006). Neste trabalho, o critério para se considerar regime permanente foi quando três testes apresentaram uma diferença menor que 10%. Ao utilizar SiC como abrasivo, o coeficiente de desgaste se estabilizou em 45 minutos e com SiO₂ se estabilizou em 300 minutos.

Após definir os tempos de teste, foram realizado os cálculos para obtenção do coeficiente de desgaste do revestimento utilizando o método de Allsopp (KUSANO; VAN ACKER; HUTCHINGS, 2004).

4.4.3 Carbetto de Silício - SiC

Os gráficos das Figuras 4.21, 4.22, 4.25 e 4.26 trazem os coeficientes de desgaste dos revestimentos estudados ao se utilizar SiC como abrasivo.

O efeito da arquitetura do revestimento nas taxas de desgaste é mostrado na Figura 4.21. Foram comparados os lotes 2 e 5, que possuem revestimento do tipo multicamada e do tipo gradiente de composição química, respectivamente.

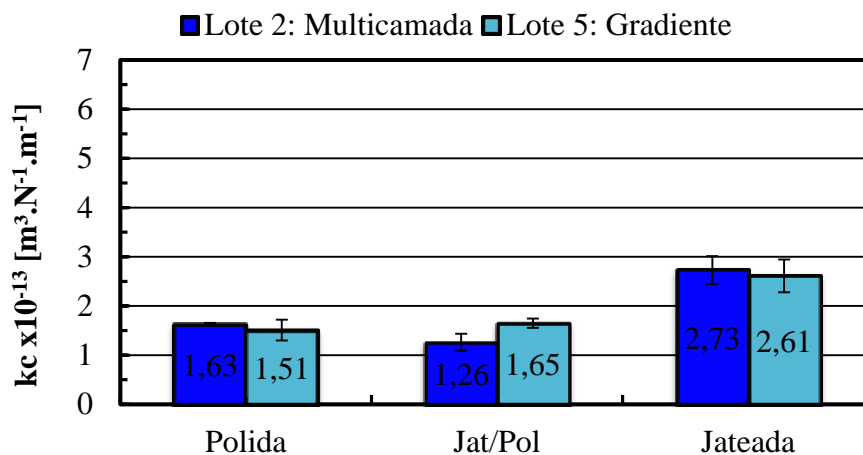


Figura 4.21: Coeficiente de desgaste das amostras dos lotes 2 e 5 para todos os acabamentos superficiais do substrato. Efeito da arquitetura do revestimento. Microabrasão, abrasivo SiC.

Os resultados da Figura 4.21 mostram que a topografia do substrato influencia diretamente a resistência ao desgaste abrasivo dos revestimentos. Observa-se que, exceção das amostras com substrato jateado e polido (JP), o resultados de coeficiente de desgaste se

mostraram estatisticamente idênticos, para 95% de confiabilidade. A amostra JP2 apresentou menor taxa de desgaste das amostras estudadas.

Os resultados de coeficientes de desgaste das amostras do lote 2 e 3 são mostrados na Figura 4.22. Foi comparado o efeito da razão CrN/AlSi na composição química da superfície do revestimento CrAlSiN multicamada.

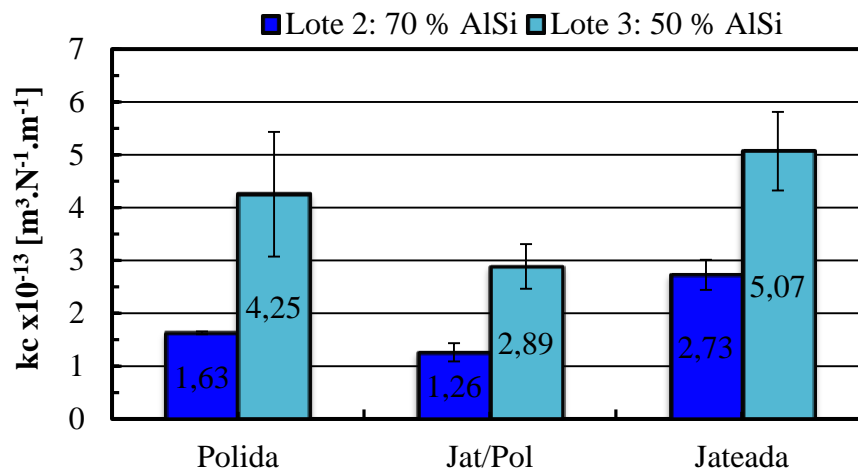


Figura 4.22: Coeficiente de desgaste das amostras do lote 2 e 3 para todos os acabamentos superficiais do substrato. Efeito da variação da composição química da superfície do revestimento. Microabrasão, abrasivos SiC.

Para todos os acabamentos superficiais, o lote 2 apresentou menores taxas de desgaste em comparação ao lote 3, Figura 4.22. Mesmo o lote 3 apresentando uma dureza superficial ligeiramente maior.

Os ensaios de esclerometria mostraram que os valores de Lc das amostras do lote 2 foram maiores que as amostras do lote 3. Este resultado indica que os revestimentos do lote 3 são menos tenazes, desta forma, podem propagar de trincas mais facilmente. A Figura 4.23 apresenta evidências de abrasão frágil nas amostras P3 e JP3.

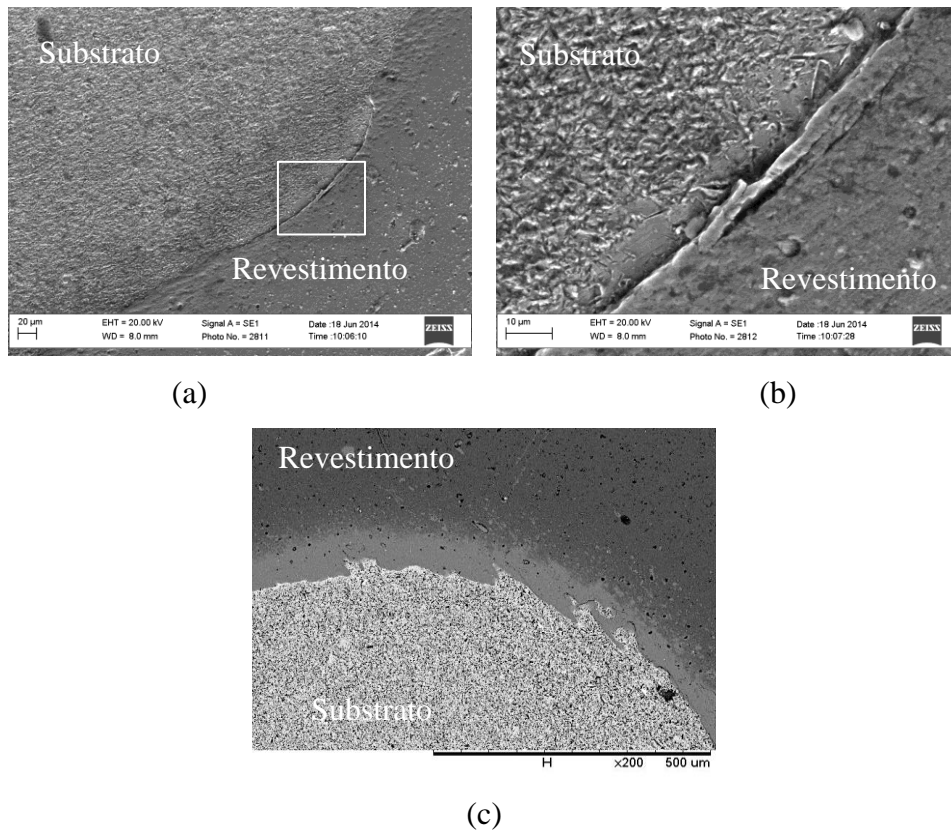


Figura 4.23: MEV (a) região da cratera de desgaste da amostra P3, (b) região delimitada e (c) região da calota da amostra JP3. Microabrasão com SiC, após 75 min de teste. MEV.

O destacamento parcial do revestimento também foi observado na amostra P3, Figura 4.24, a qual mostra que as camadas superficiais se destacam e as camadas inferiores permanecem aderidas ao substrato.

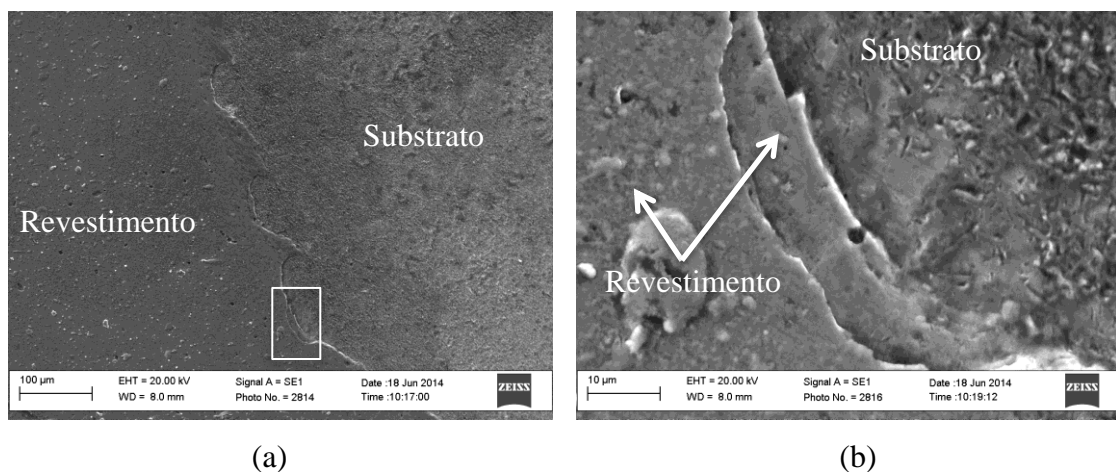


Figura 4.24: Destacamento parcial do revestimento da amostra P3 (a) e aumento da área delimitada (b).

O efeito da espessura do revestimento nas taxas de desgaste é mostrado na Figura 4.25. Foram comparados os lotes 1 e 2 que possuem 2 e 3 μm de espessura, respectivamente.

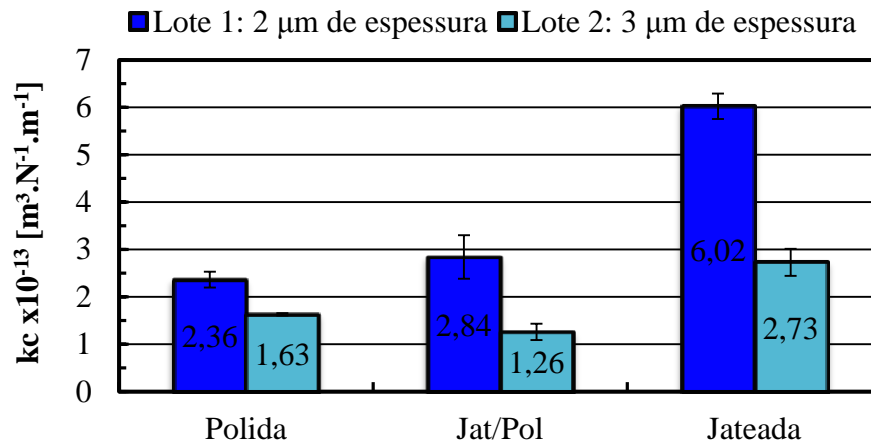


Figura 4.25: Coeficiente de desgaste das amostras do lote 1 e 2 para todos os acabamentos superficiais do substrato. Microabrasão, abrasivos SiC.

Observa-se na Figura 4.25, que as amostras do lote 2 apresentaram taxas de desgaste menores que as amostras do lote 1, para todos os acabamentos superficiais estudados.

Foi reportado que o aumento da espessura do revestimento não necessariamente representa o aumento direto da dureza ou resistência ao desgaste abrasivo e resistência do desgaste por deslizamento (ALLSOPP; HUTCHINGS, 2001; LARA, 2012). Apesar disso, no presente trabalho foi observado que o aumento da espessura ocasionou o aumento tanto da dureza como da resistência à abrasão. Este fato está relacionado com o maior volume de material duro e maior suporte oferecido pelo conjunto revestimento/substrato com espessura maior do revestimento (RICKERBY; BURNETT, 1987; SU et al., 1997). Portanto, existe um valor ótimo para a espessura do revestimento, que vai depender dos materiais (revestimento e substrato) e da aplicação.

Os resultados de coeficiente de desgaste dos lotes 1 e 4 são apresentados na Figura 4.26. Sendo o lote 1 (revestimento tipo multicamada e composição química final igual a 30% CrN e 70% AlSi) e o lote 4 (revestimento tipo gradiente de composição química e composição química final igual a 50% CrN e 50% AlSi).

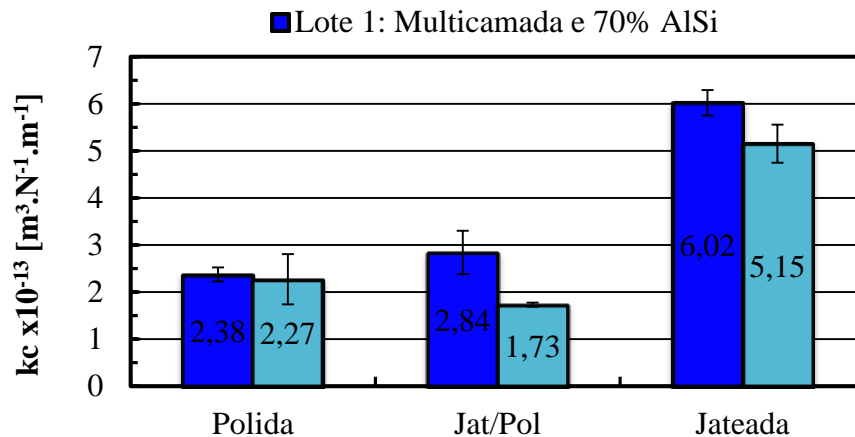


Figura 4.26: Coeficiente de desgaste das amostras do lote 1 e 4 para todos os acabamentos superficiais do substrato. Microabrasão, abrasivo SiC.

Observa-se que, para substrato polido, as taxas de desgaste são estatisticamente idênticas. Os revestimentos do lote 4 apresentaram menores taxas de desgaste para os outros acabamentos superficiais do substrato. Este resultado pode estar relacionado com a maior dureza dos revestimentos do lote 4, em média, 21,34% mais duros que os revestimentos do lote 1.

Efeito da rugosidade do substrato na resistência à abrasão e aderência

Em todos os lotes, as amostras com substrato jateado apresentaram as maiores taxas de desgaste do revestimento e menores valores de Lc. Este baixo desempenho pode estar relacionado com o maior número de defeitos que os revestimentos depositados sobre substratos muito rugosos podem possuir.

A Figura 4.27 mostra a transição entre o substrato e revestimento de parte da calota de desgaste, ao utilizar SiO₂ como abrasivo, sendo: Figura 4.27(a) e (b) amostra jateada, Figura 4.27(c) amostra jateada e polida e Figura 4.27(d) amostra com substrato polido.

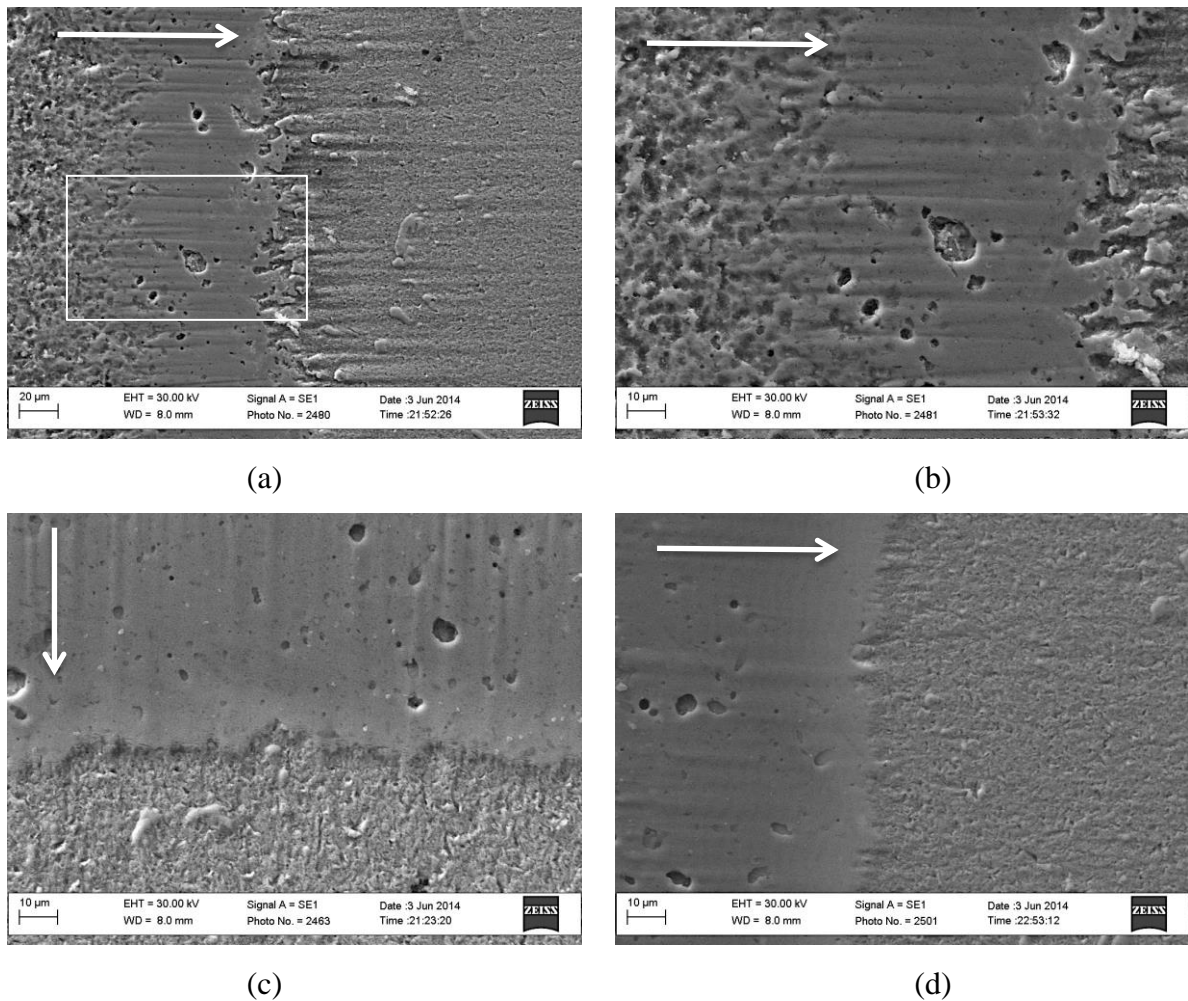
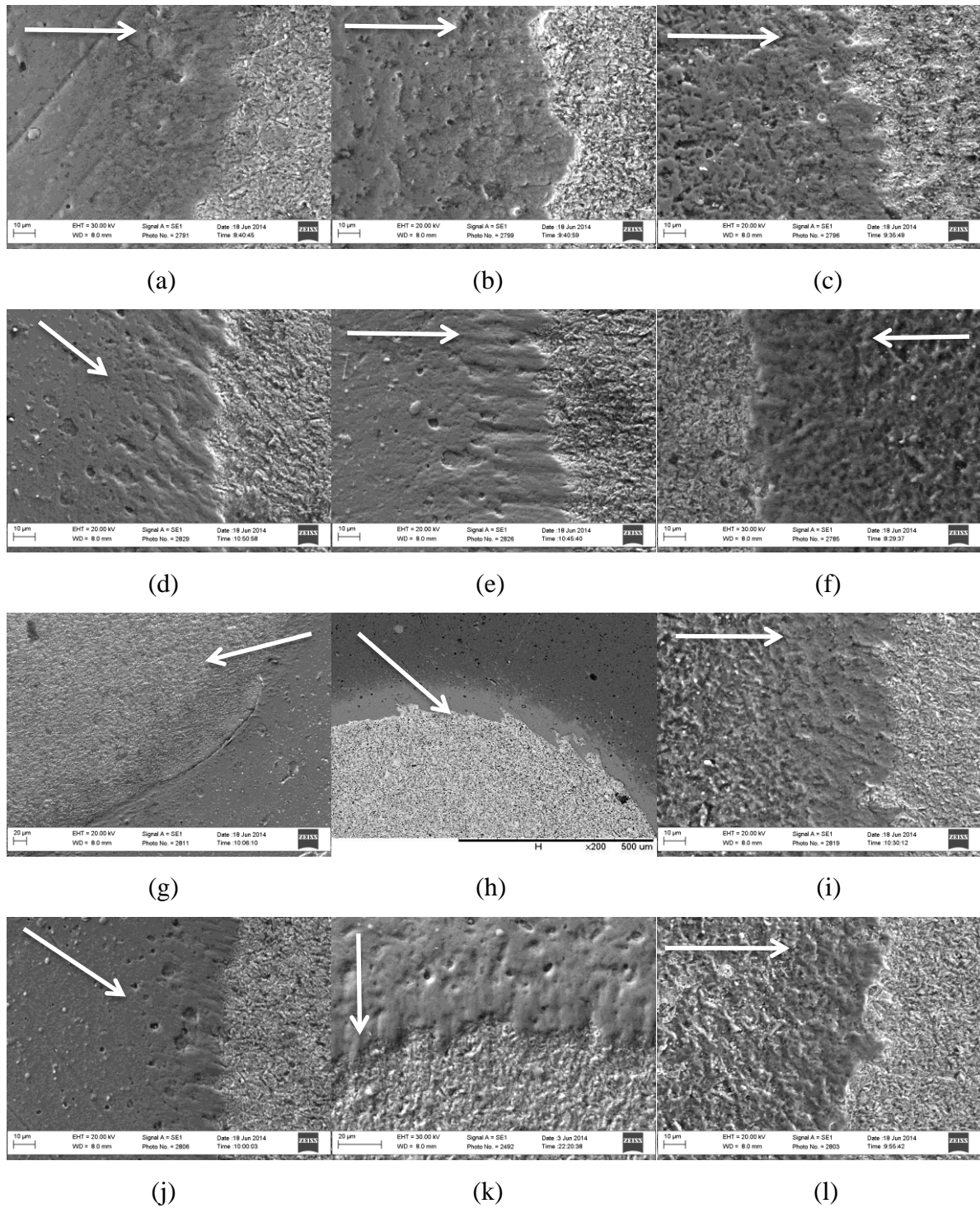


Figura 4.27: Transição entre substrato e revestimento. (a) jateada, (b) ampliação da região delimitada, (c) amostra jateada e polida e (d) polida. MEV.

Observa-se na Figura 4.27(a) e (b) que a transição entre substrato e revestimento das amostras com substrato jateadas é fragmentada e não uma linha contínua, como nas amostras jateadas e polidas, Figura 4.27(c) e polida, Figura 4.27(d). Isto indica que, nestas amostras, o revestimento possui um maior volume de bolhas e/ou ausência de material nos vales da rugosidade. Este efeito já foi comentado na seção 4.2.2, e ocorre devido às sombras que os maiores picos da rugosidade, que impedem ou dificultam a deposição do revestimento nos vales da mesma.

Mecanismos de desgaste

Os mecanismos de desgaste que prevaleceram para cada amostra são apresentados na Figura 4.28:



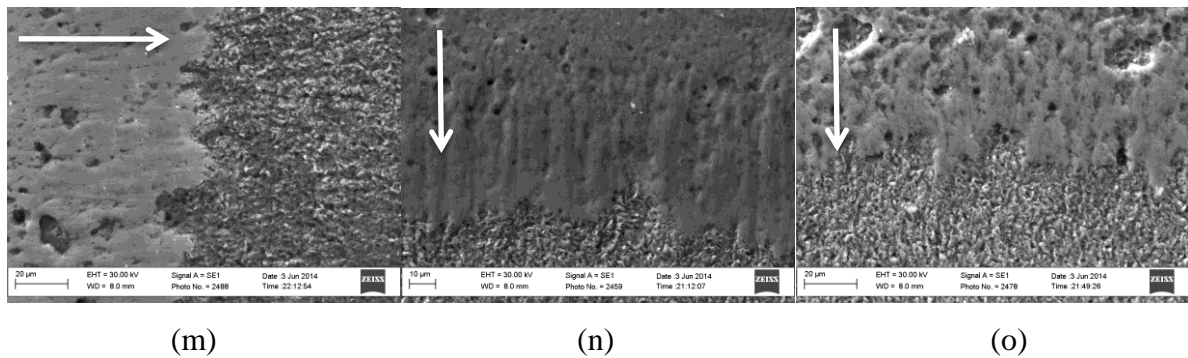


Figura 4.28: Mecanismos de desgaste encontrados nas amostras estudadas. MEV.

A Tabela 4.4 sintetiza os mecanismos de desgaste que predominaram em cada amostra, Figura 4.28. Sendo misto, a ocorrência dos mecanismos de desgaste microcorte/microsulcamento e indentações múltiplas simultaneamente.

Tabela 4.4: Mecanismos de desgaste atuantes nas amostras estudadas.

Lote	Polido	Jat/Pol	Jateado
Lote 1	microcorte/microsulcamento	microcorte/microsulcamento	misto
Lote 2	microcorte/microsulcamento	microcorte/microsulcamento	Microcorte/microsulcamento
Lote 3	abrasão frágil	abrasão frágil	misto
Lote 4	microcorte/microsulcamento	microcorte/microsulcamento	misto
Lote 5	microcorte/microsulcamento	microcorte/microsulcamento	microcorte/microsulcamento

Observa-se na Tabela 4.4 que as amostras J1, J3 e J4 apresentaram mecanismo misto de desgaste, onde ocorreu tanto o microcorte quanto as indentações múltiplas. Esse mecanismo conferiu a essas amostras as maiores taxas de desgaste. Segundo Trezona; Allsopp; Hutchings (1999) em microabrasão, as maiores taxas de desgaste são obtidas na transição de deslizamento de partículas abrasivas (microcorte/microsulcamento) para o rolamento de partículas (indentações múltiplas).

Nas outras amostras, foi observado o microcorte/microsulcamento, Figura 4.28.

Foi reportado que a dinâmica da partícula é influenciada pela força normal (N) (TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999), fração de volumétrica abrasivos no fluido abrasivo (θ) (TREZONA; ALLSOPP; HUTCHINGS, 1999), material das partículas abrasivas (ADACHI; HUTCHINGS, 2003; ADACHI; HUTCHINGS, 2005), os materiais da esfera e da amostra e topografia da esfera (ALLSOPP; TREZONA; HUTCHINGS, 1998). Como as

condições de ensaio foram as mesmas para todas as amostras, propriedades intrínsecas e estruturais dos revestimentos (dureza superficial, número de falhas internas e tensões residuais) podem estar alterando a dinâmica da partícula. Cozza (2011) realizou uma análise computacional para avaliar a influência dos parâmetros, já citados, na dinâmica da partícula abrasiva em microabrasão. Os resultados sugeriram que tanto a carga como a concentração de abrasivos são os mais influentes. Contudo, a dureza superficial das duas superfícies, contra corpo esférico e amostra, também influenciam significativamente na dinâmica.

A correlação entre coeficiente de desgaste do revestimento, k_c , e dureza superficial, HK, é mostrada na Figura 4.29. Os dados foram separados em três grupos distintos: Grupo 1 - amostras com microcorte/microsulcamento como mecanismo de desgaste predominante, Grupo 2 - amostras com mecanismo misto e Grupo 3 – amostras com presença de abrasão frágil.

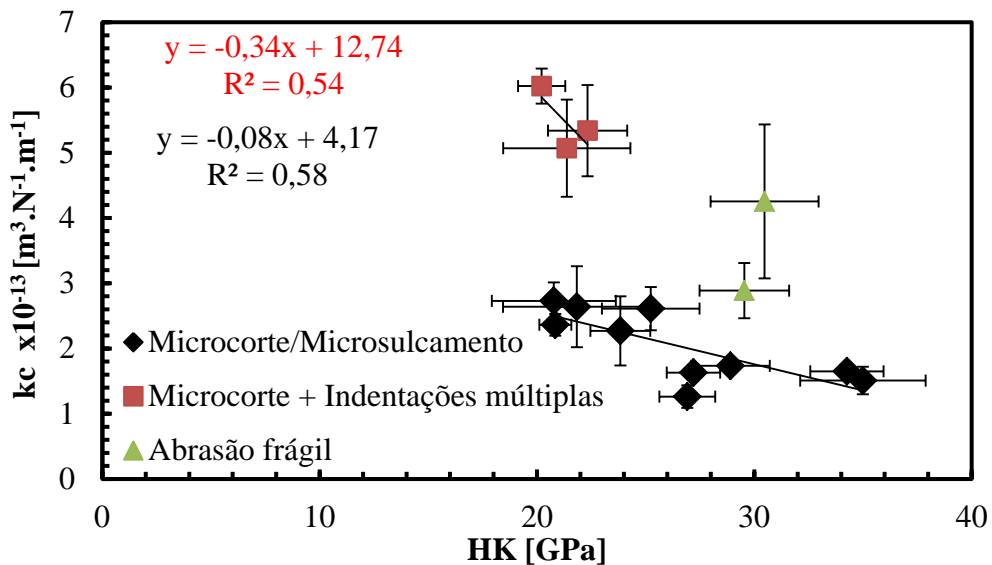


Figura 4.29: k_c em função de HK.

Nota-se na Figura 4.29 que as taxas de desgaste para as amostras que apresentaram abrasão dúctil, neste caso os mecanismos de desgaste observados foi de microcorte/microsulcamento e indentações múltiplas, foram inversamente proporcional a dureza superficial. É bem conhecido (KHRUSCHOV, 1974; ZUM GAHR, 1998; ADACHI; HUTCHINGS, 2005), que a dureza superficial dificulta a penetração das partículas abrasivas diminuindo as taxas de desgaste. Esse resultado é reportado na literatura para diferentes revestimentos (ADACHI; HUTCHINGS, 2005).

Contudo, também foi observada uma correlação, dentro de um mesmo lote, entre os coeficientes de desgaste e a carga crítica, Figura 4.30.

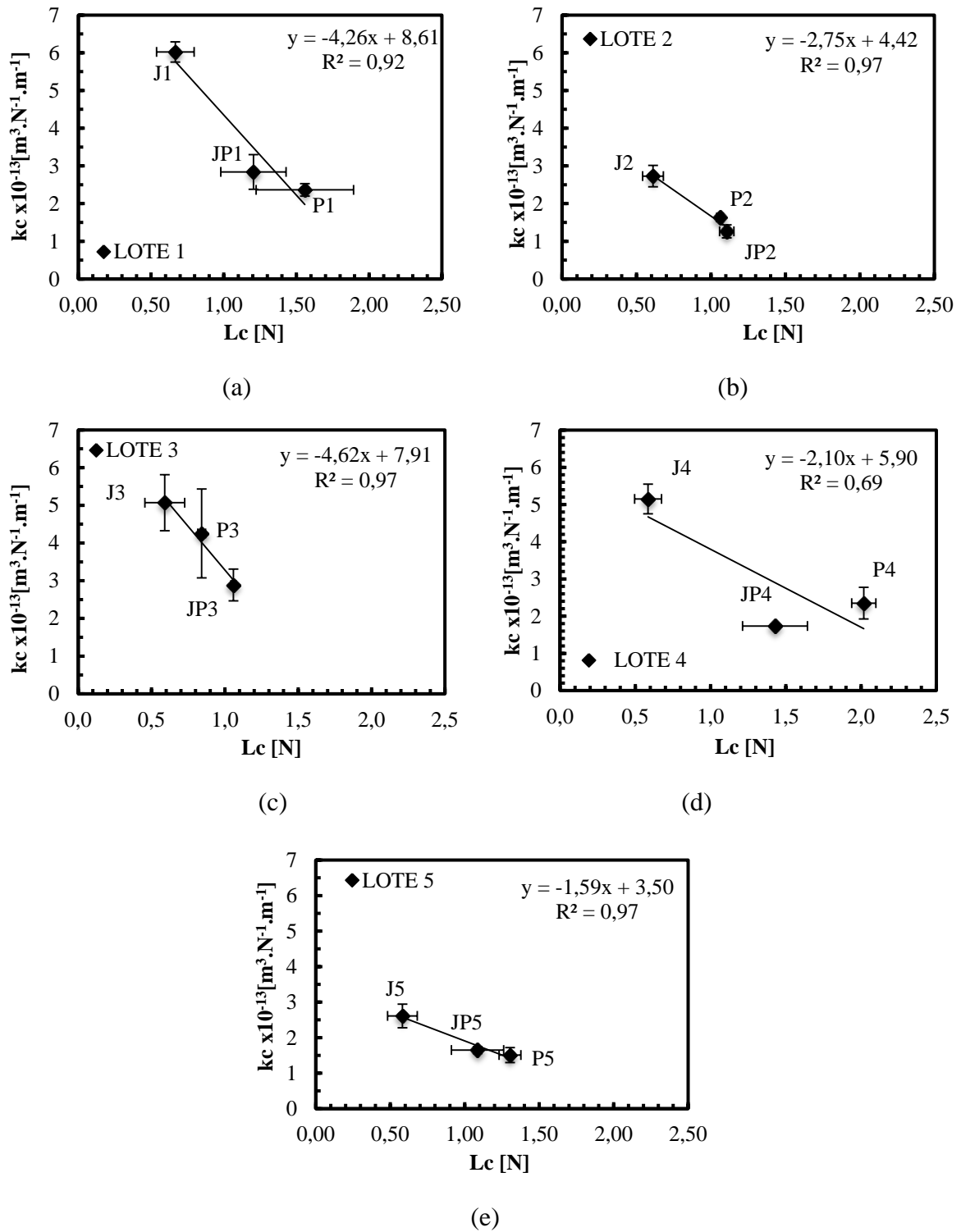


Figura 4.30: Correlação entre coeficiente de desgaste, kc , e carga crítica, Lc , para todos os lotes.

Observa-se que as taxas de desgaste diminuem com o aumento do valor de L_c , que está conectado com a resistência a propagação de trincas ou tenacidade do revestimento. Baixos valores de L_c induz a abrasão frágil, como ocorreu com as amostras P3 e JP3, Figura 4.23.

Os resultados anteriores indicam que as taxas de desgaste do revestimento são influenciadas tanto pela dureza superficial quanto pelo valor de L_c do revestimento. No regime frágil, o deslizamento de partículas sobre a superfície da amostra leva a formação de trincas somente se uma carga normal crítica w^* for excedida (HUNTCHINGS, 1992; EVANS; MARSHALL, 1981). Neste caso o valor de w^* depende da tenacidade e dureza da superfície. A Figura 4.31 apresenta a relação entre o k_c e o produto $L_c \times HK$.

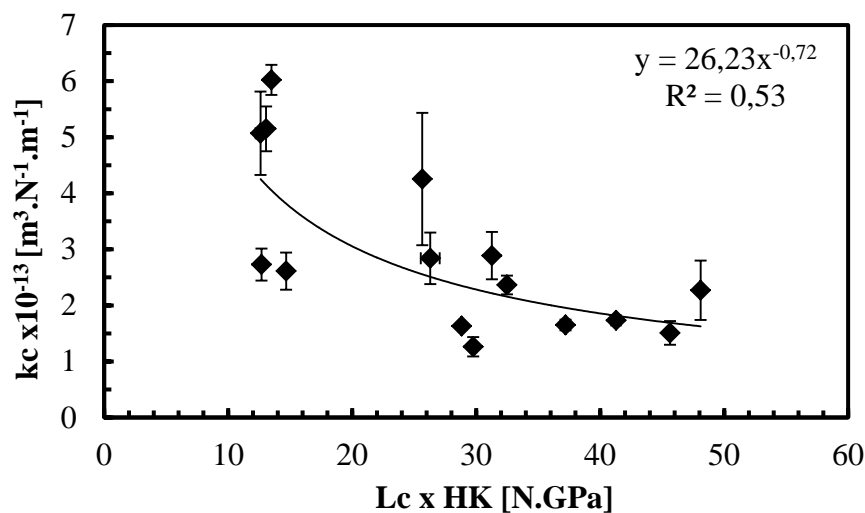


Figura 4.31: Correlação entre k_c e $(L_c \times HK)$.

Observa-se que houve uma queda exponencial dos coeficientes de desgaste com o aumento do produto $L_c \times HK$. Os resultados mostrados na Figura 4.31 sugerem que as taxas de desgaste dos revestimentos possuem uma relação complexa entre dureza superficial e a carga crítica (tenacidade do material). Relações semelhantes são encontradas na literatura (HUTCHINGS, 1992; MOORE; KING, 1980), onde a resistência ao desgaste abrasivo de materiais cerâmicos apresentam uma relação linear com o produto $H \times K_c$. Considera-se K_c é a tenacidade do material.

4.4.4 Sílica – SiO₂

A Figura 4.32 apresenta o coeficiente de desgaste das amostras dos lotes 2 e 5 ao utilizar sílica como partícula abrasiva. Os parâmetros do teste de microabrasão foram os mesmos utilizados com SiC, com exceção do tempo de teste. Ao utilizar sílica, o tempo de teste foi de 360 minutos.

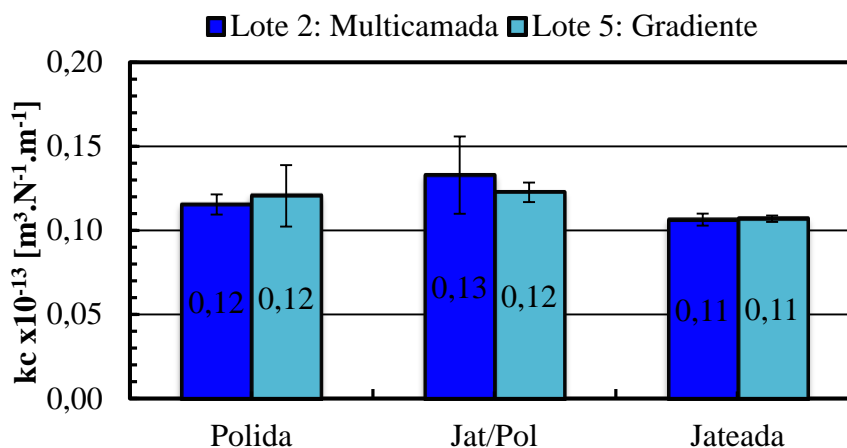


Figura 4.32: Coeficiente de desgaste das amostras do lote 2 e 5 para todos os acabamentos superficiais do substrato. Microabrasão, abrasivo SiO₂.

Observa-se que os valores de coeficiente de desgaste são estatisticamente idênticos para ambos os revestimentos e para todos os acabamentos superficiais do substrato, para 95% de confiabilidade, Figura 4.32.

O que pode explicar a indiferença nas taxas de desgaste é a baixa severidade do sistema ($H_{\text{abrasivo}}/H_{\text{material}}$), que está entre 0,32 – 0,39. Os revestimentos estudados são cerca de 2,8 vezes mais duros que as partículas abrasivas de sílica. Neste caso, o que está sendo degradado são as partículas abrasivas. Assim, todos os sistemas são igualmente resistentes ao utilizar sílica como abrasivo.

Mecanismos de desgaste do revestimento

A Figura 4.33 mostra o mecanismo de desgaste ao se utilizar sílica como abrasivo.

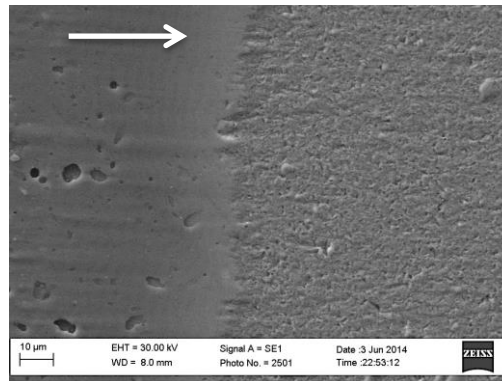


Figura 4.33: Mecanismo de desgaste. Amostra P2. Abrasivo SiO_2 . Microabrasão. MEV.

Observa-se na Figura 4.33 que o mecanismo de desgaste predominante foi o microcorte/microsulcamento. Segundo Fang et al. (1993) partículas com forma mais esférica possui uma maior tendência ao deslizamento que partículas angulosas.



Figura 4.34: Ondulação na cratera de desgaste ao utilizar SiO_2 como abrasivo. Amostra P3. MO.

A Figura 4.34 mostra as camadas que compõe o revestimento do lote 3. As setas mostram a ondulação no relevo da calota, portanto, cada camada apresentou resistência à abrasão diferente. Berger et al., (1999) observaram em seus estudos de microabrasão de revestimentos multicamada que as diferentes camadas as quais compõem o revestimento apresentam diferentes coeficientes de desgaste, dando o aspecto ondulado da superfície da calota, Figura 4.35. O autor observou que quando uma camada mais dúctil recebe o suporte de uma camada mais dura, surge uma estreita faixa logo acima da camada mais dura, denominada zona de suporte. E o surgimento desta zona proporciona uma maior resistência à abrasão comparados a revestimento monocamada.

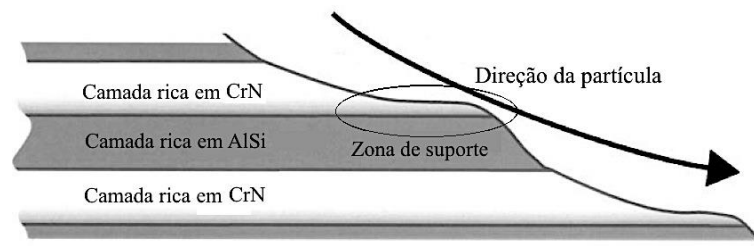


Figura 4.35: Esquema da zona de suporte, imagem adaptada de (BERGER et al., 1999).

4.4.5 Influência da natureza do abrasivo no comportamento em abrasão

A Figura 4.36 mostra o efeito da natureza do abrasivo sobre o comportamento do coeficiente de desgaste abrasivo do revestimento para todas as amostras.

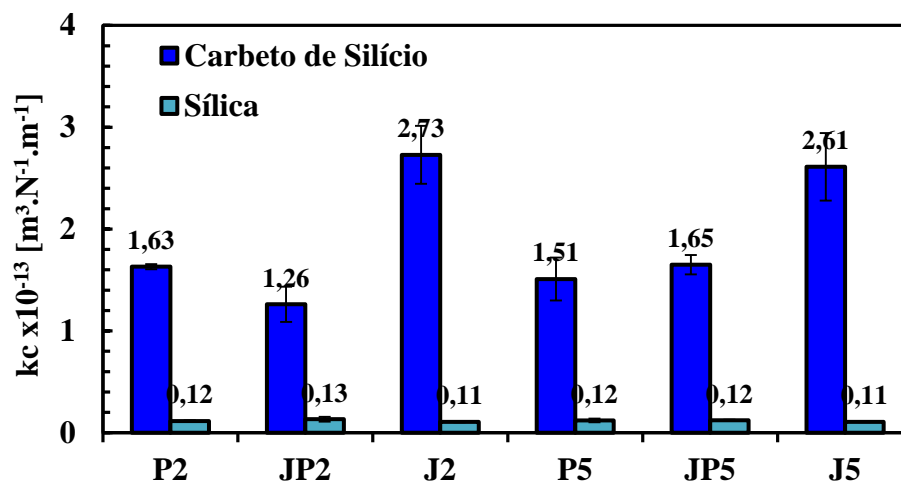


Figura 4.36: Coeficientes de desgaste abrasivo do revestimento. Abrasivos: carbetto de silício e sílica.

De modo geral observa-se que as taxas de desgaste do revestimento referentes ao abrasivo SiC foram uma ordem de grandeza maior que as taxas de desgaste obtidas com SiO₂.

A razão entre a dureza da partícula abrasiva e do material desgastado (H_a/H_m) pode ser um dos parâmetros de análise da severidade do sistema (ZUM GAHR, 1987). Para o cálculo da severidade, foi utilizada a dureza média dos revestimentos estudados que é 25,95 GPa. A dureza das partículas abrasivas foi obtida da literatura (Tabela 3.3). A Tabela 4.5 mostra as relações entre a dureza dos abrasivos e do material H_a/H_m .

Tabela 4.5: Severidade do sistema.

Abrasivo	Dureza do abrasivo (HV)	Ha/Hm
Carbeto de silício - SiC	2100 - 2600	0,79 – 0,98
Sílica - SiO₂	850 - 1050	0,32 – 0,39

Em seus estudos, Zum Gahr (1987) mostrou o efeito da severidade em diferentes materiais, e concluiu que a relação entre a dureza do abrasivo e do material apresenta a transição entre a abrasão suave para abrasão severa. Hutchings (1992) também mostrou que quando a relação Ha/Hm for menor que 1,2 é chamado de abrasão suave e quando for maior, é chamada de abrasão severa. Segundo essa classificação, e de acordo com a Tabela 4.5, todos os sistemas estudados apresentaram uma severidade menor que 1,2 e, portanto, se enquadram como abrasão suave.

Adicionalmente ao efeito da relação de dureza da partícula pela dureza do abrasivo, devem ser considerados os efeitos da forma e do tamanho das partículas para a análise da diferença de valores do coeficiente de desgaste. Foi reportado que partículas com formato angular tendem a desgastar mais que partículas esféricas, ver Figura 4.1 (HUTCHINGS, 1992).

Rabinowics; Mutis (1965) e Misra; Finnie (1981) estudaram o efeito do tamanho da partícula abrasiva no desgaste abrasivo. Os estudos mostraram que o aumento do tamanho da partícula causa um aumento nas taxas de desgaste devido ao maior tamanho dos eventos em abrasão. E segundo Trezona; Allsopp; Hutchings (1999) a quantidade de abrasivos presentes na interface de desgaste será menor para partículas maiores. A diminuição da quantidade de abrasivos atuantes no desgaste gera um aumento da carga por abrasivo. Com carga maior os abrasivos penetram mais no material, intensificando o desgaste e ocasionando maiores taxas de desgaste.

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES

As principais conclusões, obtidas com os sistemas tribológicos estudados, são descritas a seguir:

- a) A metodologia empregada se mostrou precisa para diferenciar a resistência ao desgaste abrasivo dos revestimentos estudados.
- b) A resistência a abrasão depende da natureza do abrasivo empregado, com a taxa de desgaste diminuindo uma ordem de grandeza ao mudar o abrasivo de SiC para SiO₂. Este resultado também pode ter sido influenciado pela forma e tamanho dos abrasivos estudados.
- c) Ao utilizar SiC como abrasivo, foi observado a correlação entre coeficiente de desgaste e dureza superficial nas amostras que apresentaram abrasão dúctil. Onde, as taxas de desgaste diminuíram com o aumento da dureza superficial.
- d) Dentro de um mesmo lote os coeficientes de desgaste apresentaram uma correlação com a carga crítica.
- e) Os coeficientes de desgaste do revestimento apresentaram uma boa correlação entre o produto da carga crítica e a dureza superficial. O k_c decresce exponencialmente com o aumento da relação $L_c \times H$.
- f) Ao variar a arquitetura do revestimento, as amostras com substrato polido e jateado apresentaram valores de k_c semelhantes. A amostra JP2 apresentou a menor taxa de desgaste das amostras estudadas.

- g) Ao alterar a composição química final dos revestimentos multicamada de CrN 70% e AlSi 30% (lote 2) para CrN 50% e AlSi 50% (lote 3), as taxas de desgaste aumentaram. O mecanismo de desgaste e os valores de Lc mostraram que isso pode decorrer da baixa tenacidade das amostras do lote 3, propiciando a abrasão frágil.
- h) Para todos os substratos estudados, o aumento da espessura do revestimento ocasionou menores coeficientes de desgaste do revestimento. Isto pode estar relacionado com o maior volume de material duro.
- i) Ao utilizar sílica como abrasivo, as taxas de desgaste foram semelhantes entre os revestimentos do tipo multicamada e gradiente para os três acabamentos superficiais estudados. Em decorrência da baixa severidade de abrasão, onde todos os sistemas se mostraram igualmente resistentes.

CAPÍTULO VI

TRABALHOS FUTUROS

Para a continuidade deste trabalho, sugere-se uma análise mais detalhada das propriedades intrínsecas e estruturais dos revestimentos estudados.

- Estudar a adesão dos revestimentos sobre o substrato utilizando a técnica de esclerometria com indentador Rockwell-C.
- Avaliar e quantificar as tensões internas inerentes ao processo de deposição.
- Analisar a resistência à abrasão dos revestimentos para outros abrasivos, como: alumina e diamante.
- Avaliar a dureza intrínseca dos revestimentos utilizando a técnica de nanodureza.

CAPÍTULO VII

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ADACHI, K.; HUTCHINGS, I. M. Wear-mode mapping for the micro-scale abrasion test. **Wear**, v. 255, p. 23 - 29, 2003.
- ADACHI, K.; HUTCHINGS, I. M. Sensitivity of wear rates in the micro-scale abrasion test to test conditions and material hardness. **Wear**, v. 258, p. 318 - 321, 2005.
- ALLSOPP, D. N.; HUTCHINGS, I. M. Micro-scale abrasion and scratch response of PVD coatings at elevated temperatures. **Wear**, v. 251, p. 1308 - 1314, 2001.
- ALLSOPP, D. N.; R.I. TREZONA; HUTCHINGS, I. M. The effects of ball surface condition in the micro scale abrasive wear test. **Tribology Letters**, v. 5, p. 259-264, 1998.
- ASTM. **Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials**. USA, 2012, p. 48.
- BATISTA BATISTA, J. C. A.; GODOY, C.; MATTHEWS, A. Micro-scale abrasive wear testing of duplex and non-duplex (single-layered) PVD (Ti,Al)N, TiN and Cr-N coatings. **Tribology International**, 35, 2002. 363 - 372.
- BERGER, M. WIKLUND, U.; ERIKSSON, M.; ENGQVIST, H.; JACOBSON, S. The multilayer effect in abrasion - optimising the combination of hard and tough phases. **Surface and Coatings Technology**, v. 116-119, p. 1138 - 1144, 1999.
- BLAU, P. J. On the nature of running-in. **Tribology International**, v. 38, p. 1007 - 1012, 2006.
- BOZZI, A. C.; DE MELLO, J. D. B. Wear resistance and wear mechanisms of WC-12%Co thermal sprayed coatings in three-body abrasion. **Wear**, v. 233-235, p. 575 - 587, 1999.

- BROMARK, M. LARSSON, P; HEDENQVIST, P; OLSSON, M; HOGMARK, S. Influence of substrate surface topography on the critical normal force in scratch adhesion testing of TiN-coated steels. **Surface and Coatings Technology**, 52, 1992. 195 - 203.
- BULL, S. J. Failure modes in scratch adhesion testing. **Surface and Coatings Technology**, 50, 1991. 25 - 32.
- BULL, S. J.; BERASETEGUI, E. G. An overview of the potential of quantitative coating adhesion measurement by scratch testing. **Tribology International**, 39, 2006. 99 - 114.
- BULL, S. J.; BHAT, D. G.; STAIA, M. H. Properties and performance of commercial TiCN coatings. Part 2: tribological performance. **Surface and Coatings Technology**, v. 163–164, p. 507 - 514, 2003.
- BULL, S. J.; RICKERBY, D. S. New developments in the modelling of the hardness and scratch adhesion of thin films. **Surface and Coatings Technology**, 42, 1990. 149 - 164.
- BULL, S.; JONES, A. Multilayer coatings for improved performance. **Surface & Coatings Technology**, 78, 1996. 173-184.
- BURNETT, P. J.; RICKERBY, D. S. The relationship between hardness and scratch adhesion. **Thin Solid Films**, 154, 1987. 403 - 416.
- CHANG, Y.YU; YANG, SHUN-JAN; WU, WEITE; KUO, YU-CHU; LEE, JYH-WEI; WANG, CHAUR-JENG. Mechanical properties of gradient and multilayered TiAlSiN hard coatings. **Thin Solid Films**, v. 517, p. 4934 - 4937, 2009.
- CHEN, L. WANG, S. Q.; DU, Y; LI, J. Microstructure and mechanical properties of gradient Ti(C, N) and TiN/Ti(C, N) multilayer PVD coatings. **Materials Science and Engineering**, v. 478, p. 336 - 339, 2008.
- COZZA, R. C. A study on friction coefficient and wear coefficient of coated systems submitted to micro-scale abrasion tests. **Surface and Coatings Technology**, v. 215, p. 224 - 233, 2013.
- DA SILVA, W. M. D. **Efeito da pressão de compactação e tamanho do pó de ferro na abrasão do ferro sinterizado oxidado a vapor**. Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia. 2003.
- DA SILVA, W. M. D. **Simulação do desgaste abrasivo via interações múltiplas**. Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia. 2008.
- DA SILVA, W. M.; COSTA, H. L.; DE MELLO, J. D. B. Transitions in abrasive wear mechanisms: Effect of the superimposition of interactions. **Wear**, v. 271, p. 977 - 986, 2011.

- DA SILVA, W. M.; TELES, V. C.; VICTOR, S.; OLIVEIRA, C. A. S. DE; DE MELLO, J. D. B. **Abrasive wear resistance of multi-layered/gradient NCrAlSi PVD coatings**. World Tribology Congress 2013. Torino, IT. 2013. p. 4.
- DING, X.-Z.; ZENG, X. T.; LIU, Y. C. Structure and properties of CrAlSiN Nanocomposite coatings deposited by lateral rotating cathod arc. **Thin Solid Films**, v. 519, p. 1894 - 1900, 2011.
- EVANS, A. G., MARSHALL, D. B. Wear mechanisms in ceramics. **In Fundamentals of Friction and Wear of Materials**. ed. D. A. Rigney, American Society of Metallurgy, Columbus, OH (1981) 439–452.
- EYRE, T. S. The mechanisms of wear. **Tribology International**, v. 11, p. 91 - 96, 1978.
- FANG, L.; KONG, X. L.; SU, J. Y.; ZHOU, Q. D. Movement patterns of abrasive particles in three-body abrasion. **Wear**, v. 162–164, Part B, p. 782 - 789, 1993.
- FILHO, E. B.; ZAVAGLIO, C. A. C.; BUTTON, S. T.; GOMES, E.; NERY, F. A. C. **Conformação Plástica dos Metais**. 4. ed. Campinas: [s.n.], v. I, 1991.
- FRANCO JR, A. R. **Obtenção de revestimentos dúplex por nitretação a plasma e PVD-TiN em aços ferramenta AISI D2 e AISI H13**. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo. 2003.
- HAN, S. M.; SAHA, R.; NIX, W. D. Determining hardness of thin films in elastically mismatched film-on-substrate systems using nanoindentation. **Acta Materialia**, v. 56, p. 1571 - 1581, 2006.
- HARRY, E.; ROUZAUD, A.; JULIET, P.; PAULEAU, Y.; IGNAT, M. Failure and adhesion characterization of tungsten-carbon single layers, multilayered and graded coatings. **Surface and Coatings Technology**, v. 116 -119, p. 172 - 175, 1999.
- HARRY, E.; ROUZAUD, A.; JULIET, P.; PAULEAU, Y. Adhesion and failure mechanisms of tungsten--carbon containing multilayered and graded coatings subjected to scratch tests. **Thin Solid Films**, v. 342, p. 207 - 213, 1999.
- HEDENQVIST, P.; HOGMARK, S. Experiences from scratch testing of tribological \PVD\ coatings. **Tribology International**, 30, 1997. 507 - 516.
- HEINKE, W.; LEYLAND, A; MATTHEWS, A; BERG, G; FRIEDRICH, C; BROSZEIT, E. Evaluation of PVD nitride coatings, using impact, scratch and Rockwell-C adhesion tests. **Thin Solid Films**, v. 270, p. 431-438, 1995.
- HOGMARK, S.; JACOBSON, S.; LARSSON, M. Design and evaluation of tribological coatings. **Wear**, v. 246, p. 20 - 33, 2002.

- HOLLECK, H.; SCHIER, V. Multilayer PVD coatings for wear protection. **Surface and Coatings Technology**, v. 76–77, Part 1, p. 328 - 336, 1995.
- HOLMBERG, K.; LAUKKANEN, A.; RONKAINEN, H.; WALLIN, K.; VARJUS, S. A model for stresses, crack generation and fracture toughness calculation in scratched TiN-coated steel surfaces. **Wear**, v. 254, p. 278 - 291, 2003.
- HOLMBERG, K.; MATTHEWS, A. **Coating Tribology: contact, mechanics, deposition techniques and application**. Amesterdã: Elsevier, v. 2, 2009.
- HUANG, R. X.; QI, Z.; SUN, P.; WANG, Z.; WU, C. 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.
- HUTCHINGS, I. M. **Tribology: Friction and wear of engineering materials**. 4. ed. Boca Raton: Arnold, v. 1, 1992.
- IMBENI, V.; MARTINI, C.; LANZONI, E.; POLI, G.; HUTCHINGS, I.M. Tribological behaviour of multi-layered PVD nitride coatings. **Wear**, 251, 2001. 1–12.
- KANG, M. S.; WANG, T.; SHIN, J. H.; NOWAK, R.; KIM, K. H. Synthesis and properties of Cr-Al-Si-N films deposited by hybrid coating system with high power impulse magnetron sputtering (HIPIMS) and DC pulse sputtering. **Transactions of Nonferrous Metals Society of China**, p. 729 - 734, 2012.
- KASSMAN, A.; JACOBSON, S; ERICKSON, L AND HEDENQVIST, P; OLSSON, M. A new test method for the intrinsic abrasion resistance of thin coatings. **Surface and Coatings Technology**, v. 50, p. 75 - 84, 1991.
- KUSANO, Y.; VAN ACKER, K.; HUTCHINGS, I. M. Methods of data analysis for the micro-scale abrasion test on coated substrates. **Surface and Coatings Technology** , v. 183, p. 312–327 , 2004.
- LARA, L. D. O. C. **Otimização de triborevestimentos multifuncionais: uma abordagem experimental/computacional**. Universidade Federal de Uberlândia. Uberlândia. 2012.
- LARA, L. O. C., DE MELLO, J. D. B. Influence of layer thickness on hardness and scratch resistance of Si-DLC/CrN coatings. **Tribology**, v.6, p.168 - 173, 2012.
- LE, V.V.; NGUYEN, T.; KIM, S.; PHAM, K. Effect of the Si content on the structure, mechanical and tribological properties of CrN/AlSiN thin films. **Surface & Coatings Technology**, v. 218, p. 87--92, 2013.

- LEE, H. Y.; JUNG, W. S.; HAN, J. G.; SEO, S. M.; KIM, J. H.; BAE, Y. H. The synthesis of CrSiN film deposited using magnetron sputtering system. **Surface and Coatings Technology**, v. 200, p. 1026 - 1030, 2005.
- KHRUSCHOV, M. M. Principles of abrasive wear. **Wear**, 1, 1974. 69-88.
- MATTOX, D. M. Surface effects on the growth, adhesion and properties of reactively deposited hard coatings. **Surface and Coatings Technology**, v. 81, p. 8-16, 1996.
- MISRA, A.; FINNIE, I. On the size effect in abrasive and erosive wear. **Wear**, v. 65, p. 359 - 373, 1981.
- MOORE, M. A., KING, F. S. Abrasive wear of brittle solids. **Wear**, 60, 1980, 123–140.
- MULHEARN, T. O.; SAMUELS, L. E. The abrasion of metals: A model of the process, v. 5, p. 478 - 498, 1962.
- OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. **Journal of Materials Research**, v. 7, p. 1564--1583, 1992.
- PALDEY, S.; DEEVI, S. C. Properties of single layer and gradient (Ti,Al)N coatings. **Materials Science and Engineering: A**, v. 361, p. 1 - 8, 2003.
- PARK, I. W.; KANG, D. S.; MOORE, J. J.; KWON, S. C.; RHA, J. J.; KIM, K. H. Microstructures, mechanical properties, and tribological behaviors of Cr-Al-N, Cr-Si-N, and Cr-Al-Si-N coatings by a hybrid coating system. **Surface and Coatings Technology**, v. 201, p. 5223 - 5227, 2007.
- PODGORNIK, B.; HOGMARK, S.; SANDBERG, O. Influence of surface roughness and coating type on the galling properties of coated forming tool steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 184, p. 338 - 348, 2004.
- RABINOWICZ, E.; MUTIS, A. Effect of abrasive particle size on wear. **Wear**, v. 8, p. 381 - 390, 1965.
- RAFAJA, D.; DOPITA, M.; RŮŽIČKA, M.; HEGER, V. KLEMM AND D.; SCHREIBER, G.; ŠÍMA, M. Microstructure development in Cr-Al-Si-N nanocomposites deposited by cathodic arc evaporation. **Surface and Coatings Technology**, v. 201, p. 2835 - 2843, 2006.
- RANDALL, N. X.; FAVARO, G.; FRANKEL, C. H. The effect of intrinsic parameters on the critical load as measured with the scratch test method. **Surface and Coatings Technology**, 137, 2001. 146 - 151.
- RICKERBY, D. S.; BURNETT, P. J. The wear and erosion resistance of hard PVD coatings. **Surface and Coatings Technology**, 33, 1987. 191-211.

- RUTHERFORD, K.; HUTCHINGS, I. A micro-abrasive wear test, with particular application to coated systems. **Surface & Coatings Technology**, v. 79, p. 231-239, 1996.
- RUTHERFORD, K.; HUTCHINGS, I. Theory and application of a micro-scale abrasive wear test. **Journal of Testing and Evaluation**, v. 25, p. 250-260, 1997.
- SPAIN, E.; BATISTA, A. J. C.; LETCH, M.; HOUSDEN, J.; LERGA, B. Characterisation and applications of Cr-Al-N coatings. **Surface & Coatings Technology**, v. 200, p. 1507-1513, 2005.
- STACHOWIAK, G. W.; BATECHELOR, A. W. **Engineering Tribology**. Butterworth: Heinemann, v. 2, 2001. 744 p.
- STEINMANN, P. A.; TARDY, Y.; HINTERMANN, H. E. Adhesion testing by the scratch test method: The influence of intrinsic and extrinsic parameters on the critical load. **Thin Solid Films**, 154, 1987. 333 - 349.
- SU, Y. L.; YAO, S. H.; LEU, Z. L.; WEI, C. S.; WU, C. T. Comparison of tribological behavior of three films -TiN, TiCN and CrN -grown by physical vapor deposition. **Wear**, 213, 1997. 165-174.
- SVAHN, F.; KASSMAN, Å. R.; WALLÉN, E. The influence of surface roughness on friction and wear of machine element coatings. **Wear**, v. 254, p. 1092 - 1098, 2003.
- TAKADOUM, J. **Materials and Surface Engineering in Tribology**. Hoboken : John Wiley & Sons, v. 1, 2008.
- TAKADOUM, J.; BENNANI, H. H. Influence of substrate roughness and coating thickness on adhesion, friction and wear of TiN films. **Surface and Coatings Technology**, v. 96, p. 272 - 282, 1997.
- TREZONA, R. I.; ALLSOPP, D. N.; HUTCHINGS, I. M. Transitions between two-body and three-body abrasive wear: influence of test conditions in the microscale abrasive wear test. **Wear**, v. 225–229, p. 225–229, 1999.
- TRITREMMEL, C.; DANIEL, R.; POLCIK, M. LECHTHALER AND P.; MITTERER, C. Influence of Al and Si content on structure and mechanical properties of arc evaporated Al-Cr-Si-N thin films. **Thin Solid Films**, v. 534, p. 403 - 409, 2013.
- VICTOR, S. **Estudo do efeito de revestimentos de NCrAlSi, aplicados por PVD em aço VF800, na resistência ao desgaste**. UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA. Florianópolis. 2012.

VICTOR, S.; OLIVEIRA, C. A. S DE; OLIVEIRA JR, M. M.; DE MELLO, J. D. B. **Effect of substrate surface finish/coating architecture on the sliding wear of multi-layered/gradient NCrAlSi coatings**. World Tribology Congress 2013. Torino. 2013.

Villares Metals. **Aços para Ferramenta**. 2012. Catálogo.

VOLINSKY, A. A.; MOODY, N. R.; GERBERICH, W. W. Interfacial toughness measurements for thin films on substrates. **Acta Materialia**, v. 50, 2002. 441 - 466.

WANG, Y. X.; ZHANG, S.; LEE, J.; LEW, W. S.; SUN, D.; LI, B. Toward hard yet tough CrAlSiN coatings via compositional grading. **Surface and Coatings Technology**, v. 231, p. 346 - 352, 2013.

WILLIAMS, J. A.; HYNICICA, A. M. Mechanisms of abrasive wear in lubricated contacts. **Wear**, v. 152, p. 57 - 74, 1992.

ZHANG, S.; SUN, D.; FU, Y.; DU, H. Toughening of hard nanostructural thin films: a critical review. **Surface and Coatings Technology**, v. 198, p. 2 - 8, 2005.

ZUM GAHR, K. H. **Microstructure and wear of materials**. Amsterdã: Elsevier, 1987.

ZUM GAHR, K. H. Wear by hard particles. **Tribology International**, v. 31, p. 587 - 596, 1998.