UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE MECÂNICA CURSO DE ENGENHARIA MECÂNICA

> ANDRÉ GUSTAVO SEIKA GUILHERME KOWALSKI

INFLUÊNCIA DA RUGOSIDADE SOBRE A ADESÃO DO REVESTIMENTO EM AÇOS RÁPIDOS M2 COM TRATAMENTO DUPLEX

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

(Tcc2 - Nº de Inscrição - 36)

CURITIBA

2014

ANDRÉ GUSTAVO SEIKA GUILHERME KOWALSKI

INFLUÊNCIA DA RUGOSIDADE SOBRE A ADESÃO DO REVESTIMENTO EM AÇOS RÁPIDOS M2 COM TRATAMENTO DUPLEX

Monografia do Projeto de Pesquisa apresentada à disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2 do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, como requisito parcial para aprovação na disciplina.

Orientador: Prof. Dr. Daniel Hioki Co-orientador: Prof. Dr. Márcio Mafra

CURITIBA 2014

TERMO DE ENCAMINHAMENTO

Venho por meio deste termo, encaminhar para apresentação a monografia do Projeto de Pesquisa "Influência da rugosidade sobre a adesão do revestimento em aços rápidos M2 com tratamento duplex", realizado pelo(s) aluno(s) André Gustavo Seika e Guilherme Kowalski, como requisito parcial para aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2, do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica do Paraná.

Orientador: Prof. Dr. Daniel Hioki Co-orientador: Prof. Dr. Márcio Mafra UTFPR - Damec

Curitiba, 09 de Dezembro de 2014.

TERMO DE APROVAÇÃO

Por meio deste termo, aprovamos a monografia do Projeto de Pesquisa "Influência da rugosidade sobre a adesão do revestimento em aços rápidos M2 com tratamento duplex ", realizado pelo aluno(s) André Gustavo Seika e Guilherme Kowalski, como requisito parcial para aprovação na disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso 2, do curso de Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Prof. Dr. Daniel Hioki DAMEC, UTFPR Orientador

Prof. Dr. Márcio Mafra DAMEC, UTFPR Co-orientador

Prof. Dr. Milton Luis Polli DAMEC, UTFPR Avaliador

Prof. Dr. Marjorie Benegra DAMEC, UTFPR Avaliador

Curitiba, 09 de Dezembro de 2014.

AGRADECIMENTOS

- Agradeço ao meu orientador Prof. Dr. Daniel Hioki e ao Prof. Dr. Márcio Mafra, pelos sábios conselhos
- Aos meus colegas de sala
- Aos Estagiários e pessoas que prestaram ajuda no laboratório de materiais
- Ao professor Mikos e aos bolsistas do laboratório de metrologia, pelas diversas medições no rugosímetro 3D, sempre com grande dedicação
- Banca examinadora pela avaliação do trabalho
- Família que sempre incentivou e deu apoio

RESUMO

Kowalski, Guilherme; Seika, Andre. Influência da rugosidade sobre a adesão do revestimento em aços rápidos M2 com tratamento duplex. 2014. 109 f. Monografia – Graduação em Engenharia Industrial Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2014.

Em pequenas e médias indústrias de usinagem, o aço rápido ainda é bastante utilizado, devido à sua alta tenacidade e dureza a quente. Para que possa se obter um melhor desempenho são utilizados tratamentos superficiais, sendo um dos mais utilizados, o tratamento duplex. O objetivo do trabalho foi identificar a influência da rugosidade sobre a adesão de revestimento cerâmico de TiN no substrato de aco rápido M2 previamente nitretado por plasma e quais parâmetros de rugosidade são mais significativos para o desempenho de adesão do revestimento ao substrato. Utilizando polimento e 2 lixas de granulometrias 220 e 600, foram geradas 3 diferentes superfícies. Essas amostras foram temperadas em óleo e revenidas, depois receberam um tratamento duplex composto por nitretação a plasma e revestimento de TiN por PVD. A avaliação da adesão foi realizada através de dois testes indicativos de qualidade de adesão. O teste qualitativo de adesão segundo a norma VDI 3198, usando o indentador Rockwell C e teste de tenacidade à fratura, através de indentador Vickers. A caracterização da evolução da textura foi realizada por medições de rugosidade através de rugosímetro 3D após a têmpera, nitretação e revestimento. Para controle do processo de nitretação foi realizado o levantamento do perfil de microdureza na seção transversal das amostras. Após a nitretação, houve uma mudança no perfil de rugosidades. Utilizando o MEV, foi constatada a presença de compostos na superfície, de modo que foram geradas novamente os 3 tipos de superfície nas amostras para o prosseguimento do trabalho. O teste de tenacidade à fratura não revelou diferenças apreciáveis entre as amostras de diferentes granulometrias. Pode-se verificar pelo teste VDI 3198 que as amostras lixadas com granulometria 220 obtiveram um desempenho de adesão superior ao das polidas, no entanto as amostras lixadas com granulometria 600 obtiveram desempenhos conflitantes. Parâmetros de rugosidade utilizados, entre eles Sa, Sq, Sp, Sv e Sz justificaram a diferença de desempenho entre as amostras polidas e lixadas com granulometria 220. Com relação aos diferentes desempenhos de adesão entre as amostras de granulometria 600 nenhum parâmetro pode justificar a diferença de maneira consistente.

ABSTRACT

Kowalski, Guilherme; Seika, Andre. Influência da rugosidade sobre a adesão do revestimento em aços rápidos M2 com tratamento duplex. 2014. 109 f. Monografia – Graduação em Engenharia Industrial Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2014.

In small and medium machining industries, high speed steel tools are still used due to its high toughness and hot hardness. In order to obtain a better performance, surface treatments are used, one of the most frequently used is the duplex treatment. The aim of the study was to identify the influence of roughness on adhesion of ceramic coating of TiN on M2 high speed steel substrate previously nitrided by plasma and which are most significant roughness parameters on the performance of coating adhesion to the substrate. Using two sandpapers of particle sizes 220 and 600 and polishing, three different surfaces were generated. These samples were tempered in oil and guenched. Afterward, they were submited to a treatment consisting of a duplex plasma nitriding and PVD TiN coating. For adhesion avaliation, two adhesion quality indicators tests were done. The qualitative adhesion test according to standard VDI 3198, using the Rockwell C indenter and fracture toughness test, using Vickers indenter. For the characterization of the changes in texture, roughness measurements were made by 3D roughness after tempering, nitriding and coating. In order to control the nitriding process the microhardness profile was determined in the cross section of a sample. After the nitriding process, changes in the surface profile were found. Scanning electron microscopy found the presence of compounds in the surface, therefore the samples textures had to be generated again. The fracture toughness test revealed no significant differences between samples of different granulometry. It was verified by the VDI 3198 test, that samples sanded with 220 grain obtained a better performance than polished samples. However the samples sanded with 600 grain obtained conflicting performances. Roughness parameters like Sa, Sq, Sp, Sv e Sz were able to differentiate the performance of the polished and sandpapered samples with a particle size 220. None of the roughness parameters were able to strongly justify the different adhesion performance between 600 particle size samples.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Representação das camadas obtidas em um processo duplex23
Figura 2 – Fatores que influenciam na adesão25
Figura 3 - Tipos de interface27
Figura 4 – Cargas críticas para diferentes pares substrato/revestimento28
Figura 5 - Padrão de referência para ensaio de indentação Vickers
Figura 6 – Esquema de teste de pull-off31
Figura 7 – Esquema de teste de riscamento33
Figura 8 – a) Trinca radial mediana b)Trinca de Palmqvist
Figura 9 - Representação das trincas de Palmqvist
Figura 10 - Representação da medição de parâmetro Sz
Figura 11 - Representação da medição de parâmetro Ssk
Figura 12 - Representação da medição de parâmetro Sku40
Figura 13 - Cargas críticas para teste do riscamento44
Figura 14 – Revestimento de TiN em Aço D2 Ra=30 nm45
Figura 15 - Revestimento de TiN em Aço D2 Ra=270 nm
Figura 16 - Revestimento de TiN em Aço D2 Ra=420 nm47
Figura 17 – Resultados de teste de riscamento realizado por Subramanian47
Figura 18 – Topografia de aço AISI 4140 temperado e lixada49
Figura 19 – Topografia de aço AISI 4140 nitretado em condição A50
Figura 20 – Topografia de aço AISI 4140 nitretado em condição B50
Figura 21 - Fluxograma das etapas desenvolvidas durante a execução do trabalho de conclusão de curso
Figura 22 – Fatia retirada da barra, com furo para termopar
Figura 23 - Esquema das áreas medidas em rugosímetro 3D
Figura 24 – Etapas desenvolvidas durante a nitretação54

Figura 25 - Esquema da peça 2 antes da nitretação55
Figura 26 – Esquema para as microindentações do perfil da amostra nitretada56
Figura 27 – Impressão Vickers em amostra 600-258
Figura 28 - Camada descarbonetada na amostra temperada60
Figura 29 - Metalografia de amostra nitretada. Reagente: Vilela61
Figura 30 - Gráfico do perfil de microdurezas da peça após a nitretação. Intervalo de confiança de 95%62
Figura 31 - Comparação do parâmetro Sa entre amostras temperadas e nitretadas 63
Figura 32 - Comparação do parâmetro Sz entre amostras temperadas e nitretadas 64
Figura 33 - Comparação do parâmetro Sku entre amostras temperadas e nitretadas
Figura 34 - Comparação do parâmetro Ssk entre amostras temperadas e nitretadas
Figura 35 – Pós nitretação amostra 220-266
Figura 36 – Pós nitretação em amostra lixa 120066
Figura 37 – Pós nitretação lixa 1200 lixada após nitretação amostra teste67
Figura 38 - MEV 1200 polida após a nitretação67
Figura 39 – Resultado das indentações Rockwell C68
Figura 40 – Indentação Rockwell C em Amostra 220-169
Figura 41 – Indentação Rockwell C em Amostra 220-269
Figura 42 - Indentação Rockwell C em amostra polida-170
Figura 43 – Indentação Rockwell C em amostra polida-270
Figura 44 - Indentação Rockwell C em amostra 600-171
Figura 45 – Indentação Rockwell C em amostra 600-271
Figura 46 – Região delaminada amostra 600-172
Figura 47 - Indentação Rockwell C em Amostra 600-1 com ampliação menor73
Figura 48 – Indentação Rockwell C em Amostra 600-1 com ampliação maior73

Figura 49 - Indentação Rockwell C em Amostra 600-2 com ampliação menor74
Figura 50 – Indentação Rockwell C em Amostra 600-2 com ampliação maior74
Figura 51 - Gráfico de tenacidade à fratura Vickers com intervalo de confiança76
Figura 52 - Rugosidades Sa antes da deposição78
Figura 53 - Rugosidades Sq antes da deposição78
Figura 54 - Rugosidades Sp antes da deposição78
Figura 55 - Rugosidades Sv antes da deposição79
Figura 56 - Rugosidades Sz antes da deposição79
Figura 57 - Rugosidades Spc antes da deposição80
Figura 58 - Rugosidades S10z antes da deposição80
Figura 59 - Rugosidades S5p antes da deposição80
Figura 60 - Rugosidades S5v antes da deposição81
Figura 61 - Rugosidades Shv antes da deposição81
Figura 62 - Rugosidades Sdq antes da deposição82
Figura 63 - Rugosidades Sdr antes da deposição82
Figura 64 - Rugosidades Sk antes da deposição83
Figura 65 - Rugosidades Spk antes da deposição83
Figura 66 - Rugosidades Svk antes da deposição83
Figura 67 - Rugosidades Smr antes da deposição84
Figura 68 - Rugosidades Sdc antes da deposição84
Figura 69 - Rugosidades Vm antes da deposição85
Figura 70 - Rugosidades Vmp antes da deposição85
Figura 71 - Rugosidades Vv antes da deposição86
Figura 72 - Rugosidades Vmc antes da deposição86
Figura 73 - Rugosidades Vvc antes da deposição87
Figura 74 - Rugosidades Vvv antes da deposição87

Figura 75 – Rugosidades Ssk antes da deposição	.88
Figura 76 - Rugosidades Sku antes da deposição	.88
Figura 77 - Rugosidades Sa antes da deposição	.89
Figura 78 - Rugosidades Vmc antes da deposição	.89
Figura 79 - Rugosidades Sk antes da deposição	.90
Figura 80 - Rugosidades Sdc antes da deposição	.90

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição do aço rápido VWM2	20
Tabela 2 - Tabela das durezas do material	52
Tabela 3 - Tabela das durezas do material	60

LISTA DE ABREVIATURAS

AlTiCrN	Nitreto de cromo titânio alumínio
СС	Corrente contínua
CrN	Nitreto de cromo
E	Módulo de elasticidade
Н	Dureza
HRC	Dureza Rockwell C
HV	Dureza Vickers
K _{IC}	Tenacidade à fratura
MEV	Microscópio eletrônico por varredura
PCD	Diamante Policristalino
PVD	Deposição física por vapor
RF	Radiofrequência
SCCM	Centímetros cúbicos por minuto
TiC	Carboneto de titânio
TiCN	Carbonitreto de titânio
TiCNAI	Carbonitreto de titânio alumínio
TiN	Nitreto de Titânio
Torr	Unidade de pressão, equivale a 133 Pascais

SUMÁRIO

1	INT	RODUÇÃO	16
	1.1	Contexto do Tema	16
	1.2	Caracterização do Problema	17
	1.3	Objetivos	17
	1.4	Justificativa	18
2	FUI	NDAMENTAÇÃO TEÓRICA	19
	2.1	Materiais para ferramentas	19
	2.2	Aços rápidos	19
	2.2.1	l Revestimentos em aços rápidos	20
	2.3	Nitretação a Plasma	20
	2.4	PVD	21
	2.5	Tratamento Duplex	22
	2.6	Adesão	23
	2.6.1	Mecanismos de separação de filmes finos	28
	2.7	Testes de Adesão	29
	2.7.1	I Indentação Rockwell C	29
	2.7.2	2 Teste de pull-off	31
	2.7.3	3 Teste de riscamento	32
	2.8	Tenacidade à fratura através do ensaio de indentação Vickers	33
	2.9	Rugosidade	35
	2.9.1	Limitações dos parâmetros de rugosidade 2D	35
	2.9.2	2 Parâmetros de rugosidade 3D	37
	2.9.3	Parâmetros de Rugosidades 3D para controle de adesão	41
	2.9.4	Efeito da rugosidade na adesão do revestimento	42
	2.9.5	5 Efeitos do tratamento Duplex na rugosidade das amostras	48
3	MA	TERIAIS E MÉTODOS	51
	3.1	Caracterização do estado de fornecimento	52
	3.2	Preparação das amostras	52
	3.3	Geração e caracterização da superfície	53
	3.4	Nitretação	54
	3.5	Perfil de microdureza	56
	3.6	Preparação e revestimento	56
	3.7	Tenacidade à fratura	57
	3.8	Ensaio VDI 3198	58
	3.9	Metodologia para análise dos resultados	59
4	RES	SULTADOS	60
	4.1	Teste de dureza do material temperado e revenido	60
	4.2	Descarbonetação na amostra temperada	60
	4.3	Nitretação	61
	4.3.1	Perfil de microdurezas	61
	4.4	Alteração da rugosidade pela nitretação	62
	4.5	Teste de indentação Rockwell C em amostras revestidas	68
	4.6	Teste de tenacidade a fratura Vickers	75
-	4.7	Parâmetros de rugosidade conforme o desempenho no teste VDI 3198	76
С	ONCL	USOES	91
5	Sug	jestões de trabalhos futuros	92

REFERÊNCIAS	93
APÊNDICE A – Tabela das microdurezas da amostra polida nitretada	100
APÊNDICE B – Teste de indentação VDI 3198	101
APÊNDICE C – Relatório de rugosímetro 3D	107

1 INTRODUÇÃO

As ferramentas de aço rápido ainda são bastante utilizadas na indústria, especialmente em operações com baixas velocidades de cortes. A elevada tenacidade, dureza a quente e baixo custo desse material são as características que viabilizam sua utilização. Ainda assim busca-se melhorar as propriedades da ferramenta através de tratamentos, como o duplex.

Para se realizar o tratamento duplex em um aço M2, uma sequência de processos é requerida. Os primeiros processos a serem realizados no aço rápido são de têmpera e revenido. Em seguida, ocorre o endurecimento superficial através da nitretação e posteriormente o processo de revestimento.

Na monografia de Dos Anjos, Iha e Fernandes (2009), os parâmetros de nitretação de tempo e temperatura foram avaliados, porém foi observado que o parâmetro de rugosidade Ra não foi suficiente para caracterizar em termos de adesão a superfície que recebeu o filme cerâmico. Dessa forma procura-se estabelecer quais parâmetros de rugosidade são adequados para avaliar a superfície quanto à adesão do filme. Ainda busca-se observar a influência da rugosidade no desempenho do par filme/substrato.

1.1 Contexto do Tema

Devido à alta concorrência do mercado globalizado, a utilização de ferramentas que permitam fabricar um maior número de peças por tempo, com mais durabilidade, resistência e confiabilidade pode ser um diferencial importante. O mercado exige que se busquem melhorias nos produto ou processos.

Dessa forma, faz-se necessário investir na procura de novos materiais ou métodos para reforçar uma ou mais características da ferramenta. Os melhoramentos das ferramentas a um preço competitivo têm sido obtidos através da engenharia de superfícies. Ela busca alterar as propriedades mecânicas da superfície do material a fim de aumentar seu desempenho.

Basicamente o processo de modificação superficial é promovido por alterações mecânicas, físico-químicas ou mesmo através da deposição de filmes de revestimento (RAMOS, 2003). Para Tschiptschin (2004), a presença de revestimentos é

provavelmente o mais importante dentre os fatores que afetam o desempenho e a vida de ferramentas de corte. Segundo B.Ramamoorthy (2009), revestimentos duros podem aumentar a vida da ferramenta entre duas e dez vezes.

Revestimentos de TiN por PVD são muito usados em aços rápidos devido à alta dureza e resistência ao desgaste e por diminuírem a corrosão (YILBAS; NIZAM, 2000), além das temperaturas da nitretação a plasma e PVD serem inferiores à temperatura do revenimento do aço rápido M2, evitando deformações no substrato e alterações nas propriedades mecânicas dos elementos revestidos (HUA et al, 2006). Contudo, devido às pequenas espessuras dos filmes de revestimento duro, cargas altas podem causar a falha devido à baixa ductilidade dos revestimentos e a grande deformação plástica do substrato.

Por isso são realizados pré-tratamentos termoquímicos que inibem essa deformação plástica no substrato, principalmente a nitretação a plasma (PODGORNIK et al., 1999). O processo que une as técnicas de nitretação seguida por revestimento é chamado tratamento duplex.

Um dos fatores que interferem na adesão de revestimentos é a rugosidade anterior à deposição do revestimento (FUKANUMA, 2003).

1.2 Caracterização do Problema

A topografia interfere na adesão do filme ao substrato e deverá ser melhor compreendida. Um parâmetro bastante utilizado para se identificar uma superfície é a rugosidade Ra. Ele é o único parâmetro utilizado em trabalhos e artigos como Franco Jr (2000) e Takadoum (1997). A medida de Ra é na verdade uma média da rugosidade da superfície. Duas superfícies podem ser distintas, onde uma apresenta picos e vales mais profundos que a outra, porém a média entre esses picos e vales, o que caracteriza Ra, pode ser igual. Logo se observa que somente o valor de Ra não é suficiente para caracterizar a superfície. São necessárias maiores informações acerca da mesma para que se possa diferencia-la de outra superfície, através de outros parâmetros de rugosidade.

1.3 Objetivos

O trabalho tem por objetivo principal identificar a influência da rugosidade sobre a adesão do revestimento cerâmico TiN no substrato do aço rápido M2 previamente nitretado por plasma, mostrando quais parâmetros de rugosidade são mais significativos para o desempenho da adesão do revestimento ao substrato.

1.4 Justificativa

A compreensão da influência da rugosidade na adesão de revestimentos pode fornecer uma base de dados para a escolha do processo de remoção de material mais adequado para que se possa revestir a amostra e haver uma boa adesão.

Assim podem ser evitados processos custosos ou demorados para se obter uma superfície com menores picos e vales, quando estes não resultarão em melhoras significativas na adesão ou mesmo podem afetá-la negativamente.

Por fornecer uma análise bidimensional, o parâmetro de rugosidade Ra, frequentemente utilizado para caracterizar as superfícies antes da deposição de revestimento é inadequado. Isso ficou comprovado no trabalho de Dos Anjos, Iha e Fernandes (2009). Neste trabalho, amostras com valores de rugosidade Ra similares a outros trabalhos tiveram desempenhos muito diferentes de adesão do par substrato/revestimento.

Para se avaliar a textura de uma superfície é necessário descreve-la através de valores mensuráveis. Entretanto existe uma diversidade de parâmetros de rugosidades de superfícies que podem ser medidos, entre eles: Sa, Sp, Sv, Sk, Spk, Svk, Sz e Spc. A determinação de quais parâmetros são os que melhor representam a superfície para a deposição do filme é importante, pois o excesso de informações torna mais difícil a comparação entre superfícies.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 Materiais para ferramentas

A forte competição no mercado impulsiona uma necessidade contínua para melhorar os materiais de ferramentas de corte (BITTERLICH; BITSCH; FRIEDRICH, 2008). Atualmente, os principais materiais são aço rápido, metal duro, nitreto cúbico de boro (CBN) e diamante (PCD) (DINIZ et al, 2008).

Para a escolha do material que mais se enquadra nas necessidades algumas características são especialmente importantes. Stemmer (2005), cita os fatores básicos para um material de ferramenta:

- Elevada dureza a frio
- Elevada dureza a quente
- Alta tenacidade
- Resistência a abrasão
- Estabilidade química
- Facilidade de otenção e preços econômicos

Também é necessário se levar em conta outros fatores como as características do produto que será usinado, a demanda dos clientes, o tempo de produção da peça e propriedades das máquinas que serão utilizadas durante o processo (O MUNDO DA USINAGEM, 2012).

2.2 Aços rápidos

Os aços rápidos são os aços ferramentas das classes M e T nas tabela de classificação dos aços ferramentas. Desenvolvidos por Taylor, ao fim do século XIX, foram um grande salto tecnológico para a usinagem, podendo ter um aumento de velocidades de corte de uma ordem de grandeza, embora hoje existam materiais com velocidades de corte muito maiores. São usados em aplicações que exigem alta tenacidade e alta resistência à quebra e possuem um baixo preço em relação a outros materiais cerâmicos, o que permite aos usuários possuir diversas ferramentas com menor investimento. Sua aplicação principal é no corte de metais em operações com velocidades de corte reduzidas, sendo usados em brocas, fresas, cossinetes, brochas, matrizes e em ferramentas de barras para aplicações em torneamento de peças com diâmetros reduzidos, condição em que grande parte das máquinas operatrizes não

atinge as velocidades de corte econômicas¹ para os materiais de ferramentas mais resistentes (MACHADO et al, 2009). A Tabela 1 nos mostra a composição do aço VWM2, usado no presente trabalho.

			,		
С	Cr	Мо	W	V	
0,89	4,20	4,90	6,20	1,80	

Tabela 1 - Composição do aço rápido VWM2Fonte: Villares Metals, 2003

2.2.1 Revestimentos em aços rápidos

Os revestimentos tem como principal objetivo o aumento da vida da ferramenta. Para o aço rápido, são comuns os revestimentos de nitreto de titânio e carbonitreto de titânio. Segundo Diniz e colaboradores (1999), esses revestimentos conferem ao material dureza elevada (da ordem de 2300 HV), elevada ductilidade, redução da ocorrência de aresta postiça de corte e inércia química. Stemmer (2005) credita ao revestimento de TiN um aumento na vida da ferramenta de aço rápido entre 2 e 10 vezes para situações de corte interrompido.

2.3 Nitretação a Plasma

A nitretação a plasma é um processo com grande aceitação na área industrial, para aumento da resistência ao desgaste, à fadiga e à corrosão (OBRIEN, 1996; SATO et al,1988; SPALVINS,1990; KAKAS,1990). Baseia-se na natureza energética de uma descarga luminescente (plasma frio) para a obtenção de uma camada superficial de elevada dureza (BATISTA, 1999). Segundo Spalvins (1990) essa descarga luminescente pode ser gerada através de descargas diodo CC, descargas RF, descargas de microondas e configurações com uma fonte auxiliar de elétrons para aumentar a ionização das espécies.

O processo acontece em um reator que consiste em uma câmara, onde o ar é substituído por uma mistura gasosa formada principalmente por H₂ e N₂ a baixas pressões, tipicamente 100 a 1000 Pa segundo Kieckow (2008). Uma diferença de

¹ Velocidade de corte econômica considera diversos fatores, entre eles: custo de matéria prima para uma peça, custo do corte em usinagem, custo de operação da máquina (juros, depreciação, manutenção), custo referente a ferramenta de corte e custo de troca de ferramenta (MACHADO et al. 2009).

potencial da ordem de 0,4 kV a 1 kV é gerada entre o cátodo (peça) e o ânodo (carcaça do reator) produzindo a descarga luminescente que forma o plasma.

No plasma os íons são acelerados pelo campo elétrico e bombardeiam a peça com considerável energia cinética. Esse bombardeio iônico juntamente com a densidade de corrente que atua na amostra, produz o aquecimento necessário para a difusão do nitrogênio no substrato. O sistema de controle de potência elétrica (tensão e corrente) mantém a temperatura de tratamento constante, em geral na faixa de 400 a 550°C (KIECKOW, 2008). Para a repetibilidade do tratamento, é importante conhecer os parâmetros que controlam as características do plasma (KIECKOW, 2008).

A nitretação a plasma apresenta uma série de vantagens aos métodos tradicionais de nitretação como:

- Tempos reduzidos de tratamento (EDENHOFER, B. 1974).
- Temperaturas de nitretação baixas propiciando melhores resultados de tenacidade para aços tipo M (KNERR,C.H.;ROSE,T.C;FILKOWSKI,J.H, 1991).
- Melhor possibilidade de controle da camada nitretada (ROCHA, A.S., 2000).

2.4 PVD

Com ampla utilização em ferramentas de aço rápido, o PVD (*physical vapor deposition*), ou deposição física de vapor, é o processo que pulveriza material de revestimento sobre a ferramenta em temperaturas relativamente baixas, entre 150°C e 550°C (TSCHIPTSCHIN, 2004). A gama de revestimentos que podem ser aplicadas por essa técnica é grande. Tem-se como exemplos TiN, TiC, TiCN, TiCNAI, CrN, DLC (*diamond-like carbon*), AITiCrN dentre outros materiais. Segundo Pinedo (2004), a espessura dos filmes depositados por PVD deve ser entre 3 µm e 8 µm. Existe a possibilidade de, para gerar uma melhor aderência da camada depositada ou para melhorar o desempenho do conjunto de camadas, juntar-se dois ou mais filmes. Nesse caso o revestimento é dito multicamadas (MENDES, 2009).

Os processos PVD mais comuns na indústria são por evaporação e por *sputtering* (MUBARAK; HAMZAH; TOFF, 2005). Na evaporação, a fonte está fundida e os átomos são emitidos por meios térmicos. Na pulverização, a fonte está no estado sólido e os átomos são emitidos por impacto de íons (CUNHA, 2000). O revestimento de TiN fornece características a ferramenta como alta resistência ao desgaste e proteção contra corrosão. A temperatura de revestimento é baixa, normalmente entre 150°C e 550°C, abaixo da temperatura de revenido do aço rápido.

No PVD, é possível obter-se um grande controle dos parâmetros de entrada do processo, como pressão inicial e de trabalho, espécies químicas envolvidas e respectivos fluxos, a temperatura do substrato, as potências e tensões/correntes de alimentação e polarização do substrato (TAVARES, 1999).

Mubarak (2008), revela que ao aumentar a temperatura de deposição do revestimento de TiN, a rugosidade se eleva. Isso se deve segundo ele, devido ao método de deposição PVD, que pode formar gotículas de titânio puro além de falhas na pulverização catódica.

2.5 Tratamento Duplex

Os tratamentos superficiais com deposição de TiN por PVD melhoram sensivelmente as propriedades tribológicas da superfície do material como dureza e resistência à abrasão. Porém, se o substrato se deformar plasticamente sob cargas elevadas irá ocasionar a falha no revestimento. Por outro lado, a nitretação gera um gradiente de dureza que permite ao substrato suportar altas cargas mas ainda pode exibir propriedades tribológicas como resistência à abrasão inferiores a maioria revestimentos cerâmicos (BELL; DONG; SUN, 1998). O tratamento duplex resulta da aplicação de duas técnicas de tratamento superficial com propriedades combinadas que não seriam possíveis com um tratamento apenas.

A técnica de nitretação seguida por revestimento de TiN por PVD pode ser realizada em um mesmo reator ou em um tratamento descontínuo de duas etapas (primeiro a nitretação sob plasma e depois o revestimento PVD). A nitretação forma um gradiente de propriedades mecânicas entre o substrato e o material do revestimento, como pode ser visto na Figura 1, em relação a dureza.



Figura 1 – Representação das camadas obtidas em um processo duplex Fonte: Kieckow, 2008

Esse gradiente permite melhorar a distribuição de esforços entre as camadas de material, melhorando a adesão entre as mesmas, resultando em melhores respostas ao desgaste promovido por fadiga (50% de aumento na resistência à fadiga do aço AISI 4140 através da nitretação a plasma) (GENEL.K;DERMIKOL.M.;MEHMET.C, 2000).

Um fator que pode prejudicar a adesão entre o substrato e o revestimento é a chamada camada de compostos ou camada branca, constituída de nitretos na superfície do aço que se forma durante a nitretação (SUN;BELL, 1991). Para evitar a formação desta camada utiliza-se a nitretação com condições especiais de parâmetros. Para o aço M2 a nitretação deverá ser realizada com no máximo 10% de nitrogênio durante até 3 horas (PREIZNER;NASCIMENTO, 2012).

2.6 Adesão

Sistemas de revestimentos são projetados para suportar situações extremas de carregamentos ou para funções especiais. A adesão em filmes finos é de extrema importância, devido a fragilidade dos filmes, e a sua durabilidade está fortemente

relacionada a sua adesão ao substrato. Segundo Mittal (1995), uma boa adesão protege o substrato de deterioração por fatores do meio como corrosão e umidade.

O termo aderência é aqui utilizado para definir a propriedade que representa a capacidade de um revestimento manter-se unido a um substrato em uma condição de solicitação mecânica (HOLMBERG E MATTHEWS, 2009).

Existem 3 abordagens para expressar a adesão:

A abordagem física prevê a adesão como a energia para quebrar as ligações químicas físicas e mecânicas do plano mais fraco da interface filme substrato.

A abordagem termodinâmica calcula a adesão como a variação de energia livre quando a interface é formada ou separada.

A abordagem prática se refere à força ou trabalho para separar um filme do substrato. Pode ser considerada como a adesão física somada a outros fatores como tensão residual no filme, distribuição de defeitos de interface, espessura do filme, trabalho consumido com deformação plástica e a técnica usada na medição (MITTAL, 1995).

Devido a natureza de interface entre dois materiais, o conjunto substrato/revestimento comporta-se como um único sistema mecânico quando solicitado mecanicamente. Dessa forma é possível que exista uma falha em um dos componentes, revestimento ou substrato, sendo essa falha denominada coesiva ou falha na interface, chamada adesiva (FRANCO JR, 2003).

Uma boa adesão depende de diversos fatores:

- Fortes ligações químicas na interface (MATTOX, 1978)
- Ancoramento Mecânico na interface (RAAMANORTHY ET AL, 2009)
- Tipo de região de interface (MATTOX, 1978)
- Alta tenacidade à fratura do filme (BAGLIN, 1988)
- Baixos gradientes de tensão intrínsica e aplicada (MATTOX, 1978)
- Não haver degradação em longo prazo (MATTOX, 1978)
- Boa qualidade da limpeza do substrato anterior ao revestimento (MITTAL, 1995)
- Espessura do filme

As ligações químicas podem ser classificadas em ligações iônicas, ligações covalentes e ligações metálicas, sendo as ligações metálicas mais fracas entre 10 e

260 kJ.mol⁻¹ e as covalentes e iônicas podendo chegar a 1.000 kJmol⁻¹ (RAAMANORTHY et al, 2009).

As forças de ancoramento mecânico variam para tamanho e geometria da interface filme e substrato. Diferentes topografias no substrato podem gerar 3 efeitos sobre a adesão:

- Aumento da área de contato, tornando as ligações químicas e físicas mais fortes.
- Aumento do atrito entre o filme e o substrato e engate, onde filme e substrato se entrelaçam e as forças transmitidas dependem das propriedades mecânicas dos materiais.
- A molhabilidade do filme influencia no ancoramento mecânico.

As ligações físicas possuem uma ordem de grandeza abaixo das ligações químicas e forças de ancoramento mecânico.

Na Figura 2, pode-se observar os principais mecanismos de ligações químicas, físicas e ancoramento mecânico.



Figura 2 – Fatores que influenciam na adesão Fonte: WEISS, 1995

A Figura 3 apresenta quatro tipos de interfaces de revestimento/substrato, sendo:

- 1) Interface Abrupta: Não há afinidade entre o revestimento e o material de base. As ligações são dadas principalmente por forças de Van der Walls, caracterizando baixa adesão.
- 2) Interface Composta: Há interação entre as camadas de revestimento e substrato. Essa interação química encontrada se limitada a algumas camadas atômicas de profundidade, sendo mais efetiva comparativamente a interface abrupta, mas satisfatória apenas para revestimento de filmes muito finos. Pode-se visualizar este tipo de interface em revestimentos que envolvam oxidação do substrato.
- 3) Interface Difusa: Há a formação de um gradiente de propriedades entre o material do revestimento e do substrato. Esse gradiente se dá por meio da difusão entre as duas camadas, fornecendo uma adesão otimizada e mais efetiva. As técnicas de PVD proporcionam este tipo de interface. Outro exemplo deste tipo de interface é na aplicação em adesivos poliméricos.
- 4) Interface Mecânica: A principal responsável pela adesão entre as camadas é a força de entrave mecânico, ou ancoramento, caracterizada pela rugosidade entre a superfícies do substrato e do revestimento. As técnicas de eletrodeposição metálica são exemplos deste tipo de interface (OHRING,1992).



Figura 3 - Tipos de interface Fonte: Adaptado de OHRING (1992)

Outro fator importante para a adesão é a espessura do filme. Segundo Perry (1983) o aumento na espessura aumenta as cargas críticas em teste do riscamento para diversos tipos de configurações de materiais e substratos, como pode-se ver pela Figura 4.



Figura 4 – Cargas críticas para diferentes pares substrato/revestimento Fonte: Perry, 1983

A limpeza da superfície é um fator fundamental para a aderência, pois impede que contaminantes adsorvidos causem defeitos na interface. A limpeza pré-deposição geralmente é realizada primeiramente com solventes orgânicos e também com plasma utilizando o *sputtering*² com gases nobres, oxigênio e hidrogênio, de forma a eliminar quaisquer vestígios de óleo e camadas de óxidos e outras impurezas (MATTOX, 1982).

Existem muitos materiais de revestimento a disposição, como metálicos, cerâmicos, compósitos e orgânicos. É muito comum que o revestimento seja de material diferente do substrato, o que influi para que ocorra a falha por adesão (WEISS, 1995). A razão entre dureza e módulo de elasticidade (H/E) dá uma indicação qualitativa da aderência de um filme (LEYLAND E MATTHEWS, 2000). No caso de revestimentos, quanto mais próximos forem essas razões para o revestimento e o substrato, melhor será a adesão entre eles.

2.6.1 Mecanismos de separação de filmes finos

Os principais modos e locais de falhas em filmes finos e são mostrados no Quadro 1. Pode-se ver que para ligações interfaciais boas, um dos mecanismos

² Sputtering é um termo em inglês que define o processo de desarranjo e ejeção de átomos da superfície de um sólido devido à troca de momentum associado com o bombardeamento da superfície por íons energéticos e partículas aceleradas por um campo elétrico (HUDIS, 1973)

principais de separação são trincas no material frágil, e no caso de filme e substrato serem frágeis, ocorre preferencialmente no substrato. Para ligações interfaciais fracas, ocorrem flambagem ou propagação de trincas na interface e para ambos os materiais dúcteis e com boa ligação na interface não ocorre a separação.

Substrato Interfacial Mecanismo de separação	
Boa Flambagem, propagação de trincas no f	filme
Fraca Flambagem, propagação de trincas na int	erface
Boa Trincas no substrato	
Fragil Fraca Flambagem, propagação de trincas na int	erface
Boa Sem separação	
Fraca Flambagem, propagação de trincas na int	erface
DúctilBoaFlambagem, propagação de trincaFrágilFracaFlambagem, propagação de trincaFrágilBoaTrincas no substratoFracaFlambagem, propagação de trincaDúctilBoaSem separaçãoFracaFlambagem, propagação de trinca	icas no f as na int o as na int as na int

Quadro 1 - Mecanismos de separação para filmes finos Fonte: Rickerby, 1991

2.7 Testes de Adesão

Devido a complexidade e dimensão da interface, é difícil se medir quantitativamente a adesão. Para tanto existem ensaios que avaliam o desempenho do conjunto substrato/revestimento.

A falha por adesão pode estar mais relacionada a mecanismos de fratura que a ligações químicas (em filmes finos as tensões internas podem resultar em falha adesiva embora a ligação química seja forte). Também a morfologia da interface pode levar a fratura apesar das ligações serem fortes (DINI, J.W., 1993).

2.7.1 Indentação Rockwell C

O teste de indentação Rockwell C é descrito pela norma alemã VDI 3198 como um teste qualitativo e destrutivo para o controle de qualidade de revestimentos. Um indentador cônico de diamante penetra na superfície induzindo a deformação plástica seguida da fratura do filme. O revestimento é então avaliado usando um microscópio óptico comum. A geometria de contato combinada com a alta carga aplicada (150 kgf), induzem cargas cisalhantes extremas na interface.

Os revestimentos com maior grau de adesão (aspectos HF1, HF2, HF3 e HF4) descritos na Figura 5 conseguem suportar essas cargas e evitar uma delaminação circunferencial muito grande, por isso são considerados aceitáveis. Porém os

aspectos HF5 e HF6 denotam uma fraca adesão entre o filme e o substrato, causando micro-rachaduras e delaminação. Esses aspectos são considerados inaceitáveis.

Esse método é empregado para análises comparativas e paramétricas podendo ser usado para fins de pesquisas e para fins industriais. Esse teste é ideal para análises comparativas e paramétricas, e pode economizar dinheiro e tempo, porém sua utilização é como suplemento a outros testes qualitativos como o teste do riscamento (VIDAKIS et. al, 2003). É comum a sua utilização em trabalhos acadêmicos, como em Dos Anjos, Iha, Fernandes (2009) e Raamonorthy (2009).



Figura 5 - Padrão de referência para ensaio de indentação Vickers Fonte: (VDI 3198, 1991)

2.7.2 Teste de pull-off

São técnicas que consistem em formar uma ligação entre um cilindro de prova e o revestimento, podendo aplicar uma força no cilindro, para descolar o revestimento do substrato (HOLMBERG; MATTHEWS, 2009). Alguns desses testes se originaram de tecnologias onde as forças entre revestimento e substrato são comparativamente baixas, tal como pintura, e portanto o método tem aplicações limitadas.

Kuwahara e colaboradores (1978), relataram um experimento simples, onde um cilindro de face plana foi fixado a uma superfície revestida. Foi utilizado um material Epóxi para fazer a união. Aplicando uma força no cilindro, de forma normal a superfície revestida, até o momento em que o cilindro se soltaria da amostra, arrancando o filme depositado. A aplicação desses testes, porém, é bastante limitada pois as forças entre o substrato e filme não podem ser maiores que a força de união entre cilindro-revestimento. Na Figura 6, há um esquema mostrando o funcionamento do teste.



Figura 6 – Esquema de teste de pull-off Fonte: Holmberg; Matthews, 2009

2.7.3 Teste de riscamento

A necessidade de se medir as forças de ligação entre o substrato e o filme durante a prática, possibilitou o surgimento de teste mais simples (BERG et al, 1997). O riscamento é uma forma simples de se medir a adesão, requerendo pouca preparação na amostra. Porém apresenta apenas resultados qualitativos.

Segundo Berg e colaboradores (1997) esse teste é um meio termo entre as necessidades de fácil preparação da indústria, e os resultados quantitativos necessários para a pesquisa.

Como em outros testes para se medir a adesão, o riscamento depende não apenas das forças de interação entre o substrato e revestimento, mas de outros fatores, tais como velocidade de riscamento, dureza, módulo de elasticidade, rugosidade, ductilidade do revestimento e habilidade do filme a resistir a deformação (MENEVE et al., 2001; BROMARK, 1992)

O teste, mostrado na Figura 7, consiste em mover uma ponta de diamante (geralmente penetrador Rockwell C) através da superfície revestida com aumento da carga normal aplicada. Quando a falha é detectada, a carga no ponto é denominada carga normal crítica (Lc). Percebe-se na Figura 7 que surge uma componente de força tangencial no sentido contrário ao movimento, que corresponde a uma dissipação de energia e portanto influencia nos resultados de cargas críticas.

Frequentemente são adotados os termos carga crítica 1 para falha coesiva relacionada a primeira trinca no filme, carga crítica 2 está associada ao primeiro ponto de exposição do substrato e carga crítica 3 para delaminação total do filme. O padrão Rockwell C, com raio de ponta de 200±10 µm é utilizado pela comitê de padronização européia, devido a ponta de diamante ser uma das maiores fontes de erro.

Subramanian (1993), mostra que para superfícies rugosas, serão obtidos valores maiores de cargas críticas para o movimento da ponta na direção paralela aos riscos da peça, pois o penetrador segue as ranhuras. Menores valores de carga crítica serão obtidos para a direção perpendicular onde o penetrador terá oscilações maiores no sentido vertical.



Figura 7 – Esquema de teste de riscamento fonte://www.csm-instruments.com/scratch

2.8 Tenacidade à fratura através do ensaio de indentação Vickers

Alguns materiais, como ferramentas de corte, possuem alta dureza e resistência a compressão, mas baixa tenacidade à fratura, o que dependendo das condições de utilização pode levar a desgaste acelerado (DIAS, MIRANDA & GODOY, 2009). Devido a essas características do material, análises por ensaios convencionais para a determinação da tenacidade à fratura se tornam difíceis de serem realizados. Nessas condições, o ensaio de indentação Vickers se torna uma opção para se obter propriedades mecânicas do material.

Os testes de indentação Vickers tem sido amplamente usados para a caracterização de materiais (e.g. metálicos, polímeros, cerâmicos) e recentemente para recobrimentos superficiais (SOUZA, 2000). Sua metodologia é aplicada para a determinação de uma extensa gama de propriedades mecânicas, como o módulo de Young (E) e a tenacidade a fratura (K_{IC}). Palmvist identificou nas trincas uma correlação com a tenacidade à fratura em 1957, sendo o tamanho das fissuras uma função inversa da tenacidade. Muitas são as equações experimentais, devido a diferentes modelos usados para prever os mecanismos de nucleação e propagação de trincas segundo Ponton e Rawlings (1989). Por isso, para se ter um resultado mais seguro, podem ser usadas técnicas capazes de avaliar os campos de tensões e deformações durante o ciclo de indentação segundo Dias, Godoy & Modonesi (2010).

As tensões na vizinhança da ponta de uma trinca podem ser definidas em termos do fator intensidade de tensão (K), relacionada as equações de decomposição do deslocamento aplicado por Irwin (1957):

$$K = Y \sigma \sqrt{\pi a} \tag{2-1}$$

Onde Y é um fator adimensional que depende do comprimento de trinca (a) e da largura do componente (W) e σ é a tensão aplicada.

$$Y = \left(\frac{W}{\pi a} \tan \frac{\pi a}{W}\right)^{1/2}$$
(2-2)

Existe um valor crítico de K, que pode especificar as condições para uma fratura frágil. O índice subscrito I, refere-se ao modo de deslocamento de trinca por tração, ou abertura (CALLISTER, 2010). $K_{Ic} = Y \sigma_c \sqrt{\pi a} \ [MPa\sqrt{m}]$, onde σ_c é a tensão crítica para propagação da trinca

Duas são as formas de trincas ocasionadas em materiais frágeis devido a indentação piramidadal de Vickers: Radial mediana e de Palmqvist, conforme a Figura 8.



Figura 8 – a) Trinca radial mediana b)Trinca de Palmqvist Fonte:Nolan, Leskovsek e Jenko, 2006

As trincas radiais medianas derivam das trincas medianas na sub-superfície, que se iniciam nas arestas da indentação piramidal e se propagam profundamente de forma semicircular perpendicular à superfície. As trincas de Palmqvist são trincas muito mais superficiais que surgem dos cantos do indentador. Para filmes frágeis e com pouca espessura, como em aços ferramenta nitretados ou revestidos, a trinca de Palmqvist é o modelo utilizado para se determinar as propriedades do material. Shetty e colaboradores (1985) descreveram uma equação simplificada para descrever a tenacidade à fratura, o parâmetro K_{IC}, dado pela seguinte fórmula:

$$K_{IC} = 0.0319 \frac{P}{a\sqrt{l_a}}$$
(2-3)

Onde P é a carga de indentação (Newton), a é a metade do comprimento médio diagonal (metro) e la é o comprimento de trinca médio (metro). Na Figura 9, vemos um esquema da trinca.



Figura 9 - Representação das trincas de Palmqvist Fonte:DIAS, MIRANDA & GODOY, 2009

Materiais frágeis são vulneráveis a falhas catastróficas e possuem valores baixos de K_{IC}, para materiais dúcteis os valores de K_{IC} são relativamente altos. A tenacidade à fratura depende de muitos fatores, sendo os principais a temperatura, taxa de deformação e microestrutura (CALLISTER, 2010).

2.9 Rugosidade

2.9.1 Limitações dos parâmetros de rugosidade 2D

Os primeiros equipamentos de medição de rugosidades, foram criados na década de 1930, por engenheiros que gostariam de compreender como as superfícies interagiam. Eram equipamentos simples, que utilizavam transdutores (equipamento que transforma um tipo de sinal em outro) mecânicos. Devido a simplicidade desses equipamentos, as medidas numéricas eram dadas em forma de médias dos sinais captados pelos movimentos da ponta mecânica. Assim, os parâmetros que mediam valores médios de rugosidade tornaram-se comuns (STOUT et al., 2000).

Porém os primeiros parâmetros Ra (rugosidade média) e Rz (Rugosidade total, somando picos e vales) possuiam valor limitado para a caracterização de superfícies.

O Ra fornece um valor médio de um traço 2D em uma superfície 3D, o que é improvável que seja representativo da superfície como um todo, além disso muitas superfícies diferentes possuem valores similares de Ra. O Rz por ser um valor extremo, frequentemente não representa a rugosidade geral de uma superfície (STOUT et al., 2000). Assim, esses parâmetros são usados para controle qualitativo de ferramentas e ponto de referência para a produção industrial e especificações de tolerâncias superficiais, porém possuem menor relevância para interações que ocorrem em uma variedade de situações tribológicas.

Com o surgimento de computadores e equipamentos de medição 3D, novos parâmetros foram surgindo de forma a caracterizar melhor as superfícies para diferentes aplicações.

Segundo Stout e colaboradores (2000), ao adicionar uma dimensão ao sistema, as medidas topográficas apresentam inumeras vantagens. Entre elas:

- Parâmetros como Ra, Rq e Rz são obtidos através da intersecção de um plano vertical com a superfície medida, e não representam os picos e vales reais de uma superfície. Na análise 3D verdadeiros picos e vales são determinados.
- A topografia de uma superfície é tridimensional por natureza. Deste modo o rugosímetro 3D pode representar características tridimensionais de um aspecto da superfície. Por exemplo, vales em um perfil bidimensional podem se tratar de pites ou arranhões ao longo da amostra. Além disso, pode-se quantificar esses fenômenos em tamanho, forma e volume.
- A análise estatística da superfície topográfica 3D é mais confiável e representativa devido ao grande volume de dados obtidos.
- A análise 3D pode fornecer parâmetros significativos como volume de contenção de óleo, volume de *debris* e área de contato, que não são disponíveis na análise 2D.
- Uma visualização técnica da superfície é fornecida através de um computador na análise 3D.
2.9.2 Parâmetros de rugosidade 3D

Parâmetros de amplitude

Parâmetro Sa [ISO 25178] Média aritmética da rugosidade

Definição: Média aritmética dos valores dos desvios do plano médio dentro da área de varredura. É obtido pela eq. 2-4.

$$Sa = \frac{1}{MN} \sum_{j=1}^{N} \sum_{i=1}^{M} |\eta(x_i, y_j)|$$
 (2-4)

- M : Número de pontos por perfil
- N : Número de perfis

η: Altura em relação ao plano médio a cada incremento de comprimento dx e dy.

O parâmetro Sa, ou rugosidade média da superfície, é análogo ao parâmetro Ra, que é o mais utilizado em perfilometria e corresponde a soma dos desvios médios do perfil de rugosidade. Esse parâmetro, por ser um valor médio não consegue por si só representar o perfil pontual de rugosidades.

Unidade: µm

Parâmetro Sq [ISO 25178] Desvio quadrático médio

Definição: Média aritmética dos valores dos desvios do plano médio dentro da área de varredura. É obtido pela eq. 2-5.

$$Sq = \frac{1}{MN} \sum_{j=1}^{N} \sum_{i=1}^{M} \sqrt{\eta^2(x_i, y_j)}$$
 (2-5)

- M : Número de pontos por perfil
- N : Número de perfis
- n: Altura em relação ao plano médio a cada incremento de comprimento dx e dy.

O parâmetro Sq, análogo ao parâmetro Rq, mede os desvios de amplitude de uma superfície utilizando o método dos mínimos quadrados em uma área de amostragem. Esse parâmetro é mais sensível em relação ao Sa a grandes variações de alturas.

Unidade: µm

Parâmetro Sp [ISO 25178] Pico mais alto

Definição: Distância do maior pico em relação ao plano médio.

Unidade: µm

Parâmetro Sv [ISO 25178] Vale mais profundo

Definição: Distância do maior vale em relação plano ao médio.

Unidade: µm

Parâmetro Sz [ISO 25178] Altura máxima

Definição: Distância entre o pico mais alto e o vale mais profundo.

Equivale a soma dos valores de Sp e Sv. Anteriormente era calculado como a soma da média dos 5 maiores picos com a média dos 5 maiores vales, porém a comunidade ISO optou pelo padrão ISO 25178-2 que utiliza somente o maior valor de pico e de vale. Um esquema da medição de Sz pode ser visto na Figura 10.

Unidade: µm



Figura 10 - Representação da medição de parâmetro Sz Fonte: olympus-ims.com/ru/knowledge/metrology/roughness/3d_parameter/

Parâmetro Ssk [ISO 25178] Assimetria

Definição: Medida da assimetria da curva de distribuição de amplitudes de um perfil.

Quando negativa representa predominância de vales e positiva representa predominância de picos. É obtido pela eq 2-6.

$$Ssk = \frac{1}{MNSq^3} \sum_{j=1}^{N} \sum_{i=1}^{M} \eta^3(x_i, y_j)$$
 (2-6)

- M : Número de pontos por perfil
- N : Número de perfis
- η: Altura em relação ao plano médio a cada incremento de comprimento dx e dy.

Na Figura 11 pode-se ver exemplos de como a assimetria se correlaciona com o perfil de rugosidades.



Figura 11 - Representação da medição de parâmetro Ssk Fonte: Mummery, 1992

Unidade: adimensional

Parâmetro Sku [ISO 25178] Curtose

Definição: Medida da concentração de frequências da curva de distribuição de amplitudes de um perfil. É obtido pela eq. 2-7.

$$Sku = \frac{1}{MNSq^4} \sum_{j=1}^{N} \sum_{i=1}^{M} \eta^4(x_i, y_j)$$
 (2-7)

- M : Número de pontos por perfil
- N : Número de perfis
- η: Altura em relação ao plano médio a cada incremento de comprimento dx e dy.

Valores acima de 3 significam grande concentração de amplitudes. Valores abaixo de 3 indicam ausência de picos e vales extremos. Na Figura 12 pode-se visualizar exemplos de perfis de rugosidade e seus valores de curtose.



Figura 12 - Representação da medição de parâmetro Sku Fonte: Mummery, 1992

Unidade: Adimensional

Parâmetros Híbridos

Parâmetro Sdq [ISO 25178] Inclinação média quadrática da superfície

Definição: Média da raíz quadrada da inclinação da superfície, avaliada para todas as direções.

Fornece uma medida da suavidade da superfície. Quanto maiores os valores, menos suave é a superfície e maior é a molhabilidade, o que interfere no preenchimento de filmes.

Unidade: adimensional

Parâmetro Sdr [ISO 25178] Razão interfacial de área

Definição: É expressa como a porcentagem de área superficial adicional devido a textura, comparando a área superficial de um plano ideal de mesmas dimensões da região medida. Para aplicações em revestimentos, quanto maior o valor de sdr, maior a ancoragem mecânica e maiores serão as quantidades de ligações físicas e químicas entre substrato e revestimento.

Tipo: Híbrido

Unidade: %

Parâmetros de segmentação

Parâmetro Spd [ISO 25178] Densidade de picos

Definição: Número de picos por unidade de área.

Quanto maior a quantidade de picos por unidade de área maiores as forças de ligação entre substrato e revestimento quando o revestimento molha completamente o substrato.

Unidade: 1/mm

2.9.3 Parâmetros de rugosidades 3D para controle de adesão

A utilização de parâmetros de rugosidades 3D ainda é incipiente nos meios acadêmicos. Embora seja a única forma de se caracterizar uma superfície, não foi possível observar trabalhos que relacionam rugosidade de substratos com adesão de revestimentos que contivessem os parâmetros de rugosidade tridimensionais. De maneira geral é usado apenas o parâmetro de rugosidade média Ra. Em outros outros trabalhos, também foram usados os parâmetros Rq (MILETIC, 2014) e RPc (ROPER, 2005) para caracterizar as superfícies. Bromark (1992), reflete sobre essa questão. Em seu trabalho ele admite que o parâmetro Ra não é adequado para caracterizar a superfície, porém foi o único parâmetro que obteve valores com pequena flutuação estatística.

Segundo dados da Taylor Hobson, fabricante de equipamentos para metrologia, os parâmetro híbridos de Inclinação média da superfície (Sda) e inclinação quadrática da superfície (Sdq) que são parâmetros que medem o gradiente de inclinação do perfil em relação a linha média tem uma influência na adesão de revestimentos, uma vez que quanto maior o gradiente, maior a resistência ao cisalhamento τ entre substrato e revestimento. O parâmetro Ssk, de assimetria, também é citado como influenciando a molhabilidade do substrato, e quando negativo melhora o preenchimento do revestimento.

O parâmetro SPc de contagem de picos, é citado como uma referência para o controle da superfície que receberá o filme, e também é comprovada sua influência

em trabalho de Roper & Weaver (2005). Quanto maior o número de picos, maior as forças de ligação entre substrato e revestimento quando o revestimento molha completamente a superfície.

Segundo a empresa de metrologia Michigan Metrology, o parâmetro Sdr, coeficiente de área interfacial desenvolvida, que mede a porcentagem de área de superfície adicional ocorrida pela textura em relação a um plano ideal na superfície medida é citado como sendo relevante para a adesão de revestimentos.

2.9.4 Efeito da rugosidade na adesão do revestimento

Poucos estudos foram feitos a respeito da influência da rugosidade do substrato com a adesão do revestimento. Os primeiros estudos direcionavam para uma adesão forte relacionada a uma amostra de baixa rugosidade, polida (BROMARK et al., 1992; ARNELL, 1990; SUBRAMANIAN et al., 1993). Porém com o surgimento de mais estudos, outros resultados foram alcançados (MILETIC et al., 2014). Uma compilação dos estudos sobre a influência da rugosidade na adesão de revestimentos de TiN pode ser vista no Quadro 2.

Ano	Autor	Substrato	Conclusão	Método	rugosidades medias Ra (nm)
1990	Arnell	-	menores rugosidades aumentam a adesão	Teórico	
1992	Bromark	ASP30, V4, H13, M42	Diminuindo a rugosidade aumenta adesão	Scratch Test	5 - 460
1993	Subramanian	M2	Diminuindo a rugosidade aumenta adesão	Scratch Test	57 - 262
1997	Takadoum	35CD4	Diminuindo a rugosidade aumenta adesão	Scratch Test	20 - 350
2000	Franco	D2	Faixa intermediária é melhor	Scratch Test	30 - 420
2011	Kakas	X38CrMo V5-1	Aumentando a rugosidade aumenta a adesão	Scratch Test	3 - 25
2014	Miletic	20MnCr5	Aumentando a rugosidade aumenta a adesão	Scratch Test	4 - 46

Quadro 2 – Histórico de estudos sobre a influência da rugosidade sobre a		
adesão a revestimento de TiN		

Aspectos favoráveis a rugosidades altas

Superfícies mais rugosas aumentam a área de contato entre substrato e revestimento, e consequentemente aumentam a ancoragem mecânica e as ligações físicas e químicas na região de interface.

Superfícies com elevado número de picos e maior inclinação do perfil de rugosidades em relação a linha média um aumento nas forças para efetuar a separação dos materiais do substrato e revestimento, pois essas se tornam mais de cisalhamento e menos de tração (ROPER E WEAVER, 2005).

Para materiais frágeis, o polimento pode gerar falhas como trincas que enfraquecem a superfície quando o filme é depositado (MATTOX, 1996).

Miletic (2014) diz que ao aumentar a rugosidade, devido aos diferentes modos de deformação das superfícies, rugosidades maiores resistem a maiores deformações plásticas antes da primeira falha no teste do riscamento.

Aspectos desfavoráveis a rugosidades altas

Porém, segundo Mattox (1996), devido ao revestimento se depositar preferencialmente nos picos do substrato, com o aumento da rugosidade pode haver uma dificuldade de penetração do revestimento na região dos vales, assim o revestimento fica com uma estrutura denominada colunar, e entre as colunas há um espaço vazio. Esse espaço vazio, ou porosidade deixa o revestimento com uma menor área de contato com o substrato, diminuindo a adesão. No trabalho de Franco e colaboradores (2000), foi possível verificar a porosidade para deposição em superfícies mais rugosas e em uma superfície com rugosidade intermediária houve uma variação na espessura do filme de revestimento. Além disso, a porosidade permite a infiltração de substâncias não desejadas junto a interface como vapores e líquidos corrosivos, por exemplo (MATTOX, 1996).

Bromark (1992), lembra que em amostras mais rugosas a eficiência da limpeza pré revestimento pode ser diminuida, acarretando em menor adesão. Ainda, um aumento na rugosidade aumentaria as tensões locais, e seus efeitos seriam maiores para substratos duros.

Segundo Meneve (1997), a superfície que receberá o revestimento deverá possuir a menor rugosidade possível, visto que filmes finos replicam a topografia do substrato, e os picos de rugosidade causam intensidade de tensões locais durante o trabalho (MENEVE, 1997; SUBRAMANIAN, 1993), resultando em falha local do revestimento o que pode resultar em destruição do resto do revestimento por abrasão a 3 corpos. Secundariamente, processos de deposição assistidos por íons geralmente

produzem tensões compressivas no revestimento, o que pode provocar delaminação nos picos de rugosidade.

Pogdornik (2004), verificou que uma amostra com polimento controlado realizado após o revestimento resulta em menor desgaste, medido pelo teste de cilindros cruzados, visto que o processo de deposição gera um aumento de rugosidade.

Estudos

Um dos estudos mais promissores, foi feito por Miletic e colaboradores (2014), em que foram geradas várias superfícies diferentes de aço cementado 20MnCr5, nitretado e revestido com TiN com rugosidades medidas em Ra iguais a 46 nm, 30 nm, 14 nm e 4 nm para as lixas: 400, 800, 1500 e 2000. Nesse estudo foi realizado o teste do riscamento, revelando que as rugosidades mais altas tiveram melhor adesão, conforme a Figura 13.



Figura 13 - Cargas críticas para teste do riscamento Fonte: MILETIC et al., 2014

Franco e colaboradores (2000), através de experimento com aço D2 com diferentes rugosidades confirmaram a proposta de Mattox (1996), sobre como a deposição ocorre preferencialmente nos picos do substrato. Na Figura 14 ele apresenta o revestimento sobre o substrato de rugosidade Ra = 30 nm, obtido por

polimento. Nesse caso, é possível observar que o filme é bastante denso e a aderência entre filme e substratos é boa.



Figura 14 – Revestimento de TiN em Aço D2 Ra=30 nm Fonte: Franco Jr et al, 2000

Para rugosidades maiores, como na Figura 15, obtida por jateamento, percebese que existe uma variação de espessuras para o recobrimento, ainda assim a aderência foi melhor que a da superfície polida, devido ao ancoramento mecânico.



Figura 15 - Revestimento de TiN em Aço D2 Ra=270 nm Fonte: Franco Jr et al, 2000

Para valores de rugosidade ainda maiores, como na Figura 16, obtida por retificação, observa-se pelas setas a formação de poros, caracterizando a pior adesão, devido às falhas no material.



Figura 16 - Revestimento de TiN em Aço D2 Ra=420 nm Fonte: Franco Jr et al, 2000

Subramanian (1993), Utilizou peças de aço M2 temperado e revenido obtidos por diferentes lixas e polimento. As rugosidades Ra variaram entre 57 nm, polida até 262 nm, com lixa 80. Após a limpeza foi executado o teste de riscamento que verificou uma tendência de diminuição da carga crítica Lc2 com um aumento da rugosidade medida em Ra, conforme se pode observar na Figura 17.



Figura 17 – Resultados de teste de riscamento realizado por Subramanian Fonte: Subramanian, 1993

Pode-se notar pelos estudos uma diversidade de conclusões sobre os resultados de teste de adesão. Isso se deve pela grande quantidade de parâmetros que afetam a adesão, que vão desde o material do substrato, sua preparação, tratamentos, limpeza, tipo de revestimento, espessura, caracterização da rugosidade da superfície, mecanismos de adesão e a escolha do teste de adesão. Portanto é natural que os resultados de diferentes estudos possam entrar em contradição. Miletic (2014), justifica que os diferentes resultados atingidos pelos diferentes estudos podem estar atribuídos aos diversos mecanismos presentes na adesão, e as diferentes faixas de rugosidades escolhidas.

2.9.5 Efeitos do tratamento Duplex na rugosidade das amostras

Durante as fases de nitretação e deposição de revestimento ocorrem mudanças nas rugosidades das peças, sendo os efeitos da nitretação consideravelmente maiores que os da deposição de revestimentos.

Embora em vários trabalhos (Subramanian, 1993, Bromark, 1992, Mancosu, 2005) as rugosidades antes e após a aplicação de revestimento tenham sido consideradas muito próximas de uma escala 1:1, Bromark (1992) e Miletic (2014) reparam que seu efeito é maior para superfícies com rugosidade baixas, onde a rugosidade é aumentada. Bromark percebe uma mudança de Ra de 5±2 nm, para 20±5 nm após a deposição de TiN no aço rápido ASP 30.

Os efeitos da deposição de revestimeto por PVD sobre a rugosidade superficial, segundo Kakas e colaboradores (2011), são fortemente relacionados ao bombardeamento de íons. São eles: mobilidade de átomos, *sputtering* e incorporação de íons, espessura do filme, tamanho de grão, textura do revestimento taxa de incidência de íons aos átomos, entre outros.

Mancosu (2005) observou a mudança de rugosidades em um aço ABNT 1045 após a nitretação de Sa = $64,6\pm2,7$ nm para $119\pm6,4$ nm. Nesse estudo, verificou-se uma tendência a produzir uma superfície caracterizada por picos grandes e isolados, altos valores de parâmetros de rugosidade de assimetria (Ssk) e curtose (Sku).

Entre os fatores que justificam a alteração do perfil de rugosidades, estão o bombardeamento de íons e consequente *Sputtering* de átomos e diferentes crescimentos de grãos, visto que a profundidade da camada nitretada e a

concentração de nitrogênio dependem da orientação de grão. Assim, a camada nitretada pode apenas expandir-se na direção da superfície, assim os grãos nitretados profundos apresentam maior crescimento (MANCOSU, 2005; AKBARI ,2010)

Pogdornik (1999), estudou os efeitos de duas condições de nitretação para o aço AISI 4140. Condição A (99.4%H₂ –0.6%N₂ por 17 horas) e condição B (75% H₂ –25% N₂ por 28 horas). A condição B formou a camada branca. A rugosidade original das amostra temperada e lixada era Ra=0,35±0,05 µm. Após as nitretações, ela foi elevada para Ra 0,65 ± 0,12 µm para a condição A e Ra 1,27± 0,28 µm para a condição B. A topografia dessas amostras em cada condição pode ser observada na Figura 18, Figura 19 e Figura 20.



Figura 18 – Topografia de aço AISI 4140 temperado e lixada Fonte: Pogdornik, 1999



Figura 19 – Topografia de aço AISI 4140 nitretado em condição A Fonte: Pogdornik, 1999



Figura 20 – Topografia de aço AISI 4140 nitretado em condição B Fonte: Pogdornik, 1999

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Nesse capítulo são apresentadas as atividades executadas desde o corte da barra de aço M2 até os testes de adesão. Para cada atividade foram descritas as informações mais relevantes para a repetibilidade da monografia como preparação das amostras, máquinas utilizadas e parâmetros dos processos. A maior parte das práticas foi realizada no laboratório de materiais da UTFPR.

A Figura 21 mostra um fluxograma com as atividades que foram executadas durante o trabalho para cada tipo de tratamento recebido pelo material. Para o presente trabalho todas as barras de erro foram elaboradas com intervalos de confiança de 95%, frequentemente usado em trabalhos acadêmicos e utilizando o coeficiente t de student, ideal para número pequeno de amostras, ou seja menor que 20 (ASHRAE 41.5-75, 1975).



Figura 21³ - Fluxograma das etapas desenvolvidas durante a execução do trabalho de conclusão de curso

³ Neste trabalho, toda figura ou tabela na qual não é mencionada a fonte, é de autoria própria da equipe

3.1 Caracterização do estado de fornecimento

Cortou-se uma amostra da barra de aço rápido M2 de aproximadamente 19 x 15 x 10 mm para ser embutida em baquelite. Tendo sido lixada e polida, a amostra foi atacada com Vilela. Após a metalografia, foi realizado um teste de dureza Vickers na superfície da peça, obtendo o seguinte resultado descrito na tabela abaixo:

Tabela Z = Tabela das durezas do material		
Durezas	HV	
Estado de fornecimento	231,3 +/- 4,7	

Tabela 2 - Tabela das durezas do material

3.2 Preparação das amostras

Da barra chata de secção 31 mm X 19 mm, foram retirados 5 paralepípedos de espessura 30 mm (conforme a Figura 22), utilizando a Cortadeira Metalográfica Automática Marca Buehler, modelo delta 2218. Foi feito um furo em uma delas de 1,5 mm por 20 mm de profundidade para o encaixe de um termopar. As amostras foram acondicionadas em uma caixa de aço contendo carvão, de forma a criar uma atmosfera rica em carbono e evitar a descarbonetação na superfície das peças.

Essa caixa foi levada primeiramente a um forno Mufla e aquecida lentamente até a temperatura de 880°C e em seguida foi retirada e passada a um forno pré aquecido a 1200°C. Ao atingirem a temperatura de 1180°C, as peças foram retiradas e temperadas em óleo, e imediatamente foram para um forno previamente aquecido a 550°C, sendo mantidas no mesmo por 2 horas para a realização do primeiro revenido. Utilizando o material temperado, foram cortados 20 cubos utilizando a cortadeira automática Arotec, que após serem retificados assumiram dimensões 10 mm X 10 mm x 10 mm. Esses cubos foram embutidos em baquelite e lixados nas lixadeiras rotatórias passando pelas lixas de granulometrias 120, 180, 220, 320, 400, 600 e 1200 sempre com os sulcos perpendiculares aos provocados pela lixa de granulometria arrancou alguns carbonetos das amostras gerando uma superfície caracterizada por pequenas crateras esféricas. Foi repetido então o processo de lixamento até se obter as amostras lixadas com granulometria 1200 e em seguida elas foram polidas

utilizando pasta de diamante de 3 µm. Após essa etapa, as amostras foram numeradas de 1 a 20 no fundo da baquelite.



Figura 22 – Fatia retirada da barra, com furo para termopar

Além das amostras que seriam utilizadas para geração das superfícies, foram feitas algumas amostras extras que seriam utilizadas para ensaios de controle dos processos.

3.3 Geração e caracterização da superfície

Diferentes faixas de valores de rugosidades foram gerados utilizando diferentes tamanhos de grãos abrasivos, sendo eles : 220, 320, 400, 600, 1200 e polido. Para cada granulometria, 2 amostras foram lixadas/polidas.

Estabeleceu-se que o mesmo operador lixaria as duas amostras de uma mesma faixa de rugosidade para evitar desvios causados pela mudança de operador, como diferentes velocidades de lixamento e pressões aplicadas. Nessa etapa foram usadas apenas lixas novas, e cada amostra deslocou-se quatro vezes em duas pistas, para que as duas amostras utilizassem a mesma lixa, em sentido único. Apenas as amostras polidas que não passaram por essa etapa, sendo elas polidas novamente, mas agora com um grão abrasivo de ½ µm.

Depois de geradas as texturas na superfície, as peças foram imersas em álcool durante 15 minutos para serem limpas utilizando ultrassom no aparelho Metason 60T Struers.

Utilizando-se um rugosímetro 3D sem contato da Taylor Hobson, Talysurf CCI Lite, foi feita a caracterização topográfica dessas texturas. Foram feitas 5 medições nas mesmas: uma no centro da peça, uma acima, uma abaixo, uma a direita e uma a esquerda da medição central, distantes 2 mm da mesma, conforme a Figura 23. Cada medição abrange uma área de 0,8 mm x 0,8 mm e fornece um relatório com a imagem tridimensional da superfície, os parâmetros S de rugosidade e outras informações adicionais.





3.4 Nitretação

A sequência das etapas desenvolvidas durante a etapa de nitretação e seus principais resultados estão descritos na Figura 24.



Figura 24 – Etapas desenvolvidas durante a nitretação

Antes da nitretação foi realizado em uma amostra sobressalente um segundo revenimento em um forno Mufla, para avaliar através de metalografia mudanças na microestrutura. Isso foi feito pois as amostras durante a nitretação sofrem um segundo revenimento devido ao tempo de exposição à temperatura da nitretação a plasma que coincide com a temperatura de revenido do aço M2.

Para a etapa de nitretação por plasma as amostras foram primeiramente retiradas da baquelite. Antes da nitretação foi gravado na face oposta a superfície lixada/polida, o número de identificação, conforme a Figura 25.



Figura 25 - Esquema da peça 2 antes da nitretação

As amostras foram nitretadas no reator de plasma da UTFPR. As peças foram disposta no reator de foma que a face com o número ficasse em contato com a base e a distância entre as amostras fosse a maior possível, para se evitar o efeito de proximidade entre as peças. Para evitar a formação de camada de compostos (camada branca) na superfície, optou-se por usar as seguintes condições de nitretação:

- Primeiramente houve o ciclo padrão de limpeza em H₂ por 30 minutos.
- Em seguida foi introduzido o Argônio nos seguintes fluxos: 160 sccm Ar + 40 sccm H₂ e aumentada a pressão para 4 Torr, até a temperatura atingir 500°C.
- A próxima etapa, foi a nitretação propriamente dita, durante 2 horas em "atmosfera pobre" em Nitrogênio (evita a camada de compostos) com os seguintes fluxos gasosos: 20 sccm N2 + 144 sccm Ar + 36 sccm H2 com uma pressão de 3 Torr e corrente pulsada gerada por uma fonte de tensão 500V.
- O processo seguiu com o resfriamento em fluxo de H2 (36 sccm) até que a temperatura chegou a 150°C.
- Ao fim do processo as amostras foram resfriadas dentro do reator até a temperatura ambiente.

3.5 Perfil de microdureza

Dentre as amostras nitretadas utilizou-se uma peça polida sobressalente para a determinação do perfil de microdureza. Primeiramente cortou-se a amostra ao meio, possibilitando ver uma seção da superfície polida.

Essas metades foram embutidas, lixadas e polidas. Uma metade foi atacada e feita a metalografia para verificar se não existia a formação de camada branca. A outra parte foi utilizada para se levantar o perfil de microdureza propriamente dito. Nela foram feitas indentações Vickers de carga HV1 em determinadas distâncias da superfície nitretada, sendo elas 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 120, 140, 160, 200 µm. Para fins estatísticos fizeram-se três indentações a uma mesma distância da superfície, com distância entre elas igual a 2,5 vezes a diagonal da impressão. A Figura 26 ilustra a disposição utilizada para determinar o perfil de microdureza.



Figura 26 – Esquema para as microindentações do perfil da amostra nitretada 3.6 Preparação e revestimento

Após a etapa de nitretação as amostras foram submetidas à nova medição no rugosímetro 3D. Os resultados apresentaram uma alteração significativa nos parâmetros de rugosidade em relação aos valores obtidos antes da nitretação.

Para melhor compreender essa alteração as amostras foram submetidas à Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). O aparelho utilizado foi um EVO MA15 da marca Zeiss. As amostras escolhidas foram: o par lixado em granulometria 220, uma peça lixada em granulometria 320, uma peça lixada em granulometria 400, uma peça lixada em granulometria 600, uma peça lixada em granulometria 1200, uma peça polida, uma peça polida após a nitretação e duas peças temperadas. Para todas as amostras capturaram-se imagens com ampliação de 1.000x e de 10.000x.

Tendo como objetivo obter novamente os diferentes níveis de rugosidade, como se tinha antes da nitretação, as peças foram novamente lixadas/polidas. Observando o perfil de microdureza da camada nitretada, decidiu-se por retirar 10 µm de material da mesma. Essa quantidade de material é suficiente para alterar a rugosidade sem que ocorresse uma perda significativa de dureza na superfície. Utilizou-se um micrômetro digital para medir a espessura da peça, e após cada passe na pista da lixa manual media-se novamente a espessura. As lixas utilizadas eram sempre novas, e cada amostra passou apenas na mesma lixa que havia passado antes da nitretação. Aproveitou-se para lixar também as outras faces da peça, não lixando apenas a face que continha o número gravado. Dessa forma foi possível retirar apenas a quantidade de material desejada

Foi feita uma nova medição das superfícies das amostras no rugosímetro 3D. Nas faces laterais foi feita apenas uma medição em cada face, enquanto que na superior foram feitas três medições.

Observando que nas faces superiores das peças os níveis de rugosidade estavam distintos, ou seja as barras de intervalo de confiança não se cruzavam, as peças foram então encaminhadas para o revestimento na empresa Platit. Elas foram revestidas com filme cerâmico monocamada de TiN. A empresa utiliza o nome PlaTiN para esse revestimento, porém não foram fornecidas maiores informações sobre a atmosfera e o tempo, apenas a temperatura máxima do processo, de 450° e a espessura do filme, de 3 µm.

Após o processo PVD as superfícies das amostras foram novamente submetidas ao rugosímetro 3D. Os valores dos parâmetros de rugosidade obtidos, quando aplicados os intervalos de confiança de 95%, passaram a se interceptar. Dessa forma não era possível diferenciar os seis níveis de rugosidade . Optou-se por utilizar apenas três níveis de rugosidade, que fossem diferentes quando se considerasse o intervalo de confiança. Foram então escolhidas as superfícies geradas pelas lixas granulometria 220, 600 e polida.

3.7 Tenacidade à fratura

Os valores de tenacidade à fratura serão utilizados no presente trabalho como um indicador de qualidade de adesão. Utilzando o durômetro Emco Test M4C/R G3 e um penetrador Vickers, foram realizadas 9 indentações, de cargas diferentes, em cada amostra, sendo duas indentações para cada carga na superfície de topo. As cargas utilizadas foram: 3kgf, 10kgf, 20kgf, 30kgf, 40kgf, 50 kgf, 60 kgf, 100 kgf e 150 kgf. As impressões foram feitas em uma disposição em que não se sobrepusessem as marcas e em ordem crescente de carga aplicada. Após as indentações foi utilizado o microscópio Olympus BX51M, para medir as dimensões das diagonais principais, e os tamanhos das trincas. Os resultados foram colocados em uma planilha e foram usados para calcular os valores da tenacidade à fratura K_{IC} .Após o calculo dos valores, os mesmos foram plotados em um gráfico da tenacidade a fratura em função da carga aplicada. A Figura 27 mostra um exemplo de indentação para amostra 600-2.



Figura 27 – Impressão Vickers em amostra 600-2

3.8 Ensaio VDI 3198

Para a realização do teste de adesão segundo a norma alemã, VDI3198, utilizando o penetrador Rockwell C, as peças foram levadas a empresa de tratamentos térmicos INCOMAP, localizada em São José dos Pinhais, onde em seu laboratorio de qualidade foram feitas 5 indentações por peça na superfície de topo, utilizando sempre a carga de 150kgf. A empresa utilizou o durômetro Mitutoyo Dur-08. As imagens das indentações foram realizadas no laboratório de materiais da UTFPR, com o microscópio Olympus BX51M, e se encontram na seção de resultados.

3.9 Metodologia para análise dos resultados

Dos resultados obtidos foram feitos gráficos correlacionando 43 parâmetros de rugosidade com o desempenho das amostras em teste VDI 3198. Porém, os parâmetros bidimensionais R foram descartados por não serem capazes de representar as interações de superfície. Além desses foram descartados os gráficos em que não era possível distinguir o valor dos parâmetros para amostras de diferentes granulometrias.

Depois foram criados gráficos utilizando no eixo das abcissas os valores de parâmetros de rugosidades, e nas ordenadas os valores médios de aspecto de adesão VDI 3198.

Para os aspectos HF1, HF2, HF3, HF4, HF5 e HF6, foram atribuidos os valores numéricos de 1 a 6 e cada ponto no gráfico representa a média aritmética para 5 indentações do teste VDI 3198 e 3 medições de parâmetro de rugosidade. Quanto menor a média do eixo das ordenadas, melhor o desempenho de adesão das amostras, pois 1 corresponde ao melhor aspecto e 6 ao pior.

Para identificar o parâmetro que pode ser indicador de adesão entre as duas amostras de granulometria 600, somente os parâmetros em que o intervalo de confiança dos resultados nao apresentou sobreposição foram analisados.

4 **RESULTADOS**

4.1 Teste de dureza do material temperado e revenido

Os valores de dureza do substrato na escala Rockwell C obtidos pelo durômetro e mostrados na Tabela 3 foram compatíveis com os valores de referência, fornecidos pela siderúrgica Villares Metals.

Durezas	HV	
Temperado e revenido	790,7 +/- 32,7	

Tabela 3 - Tabela das durezas do material

4.2 Descarbonetação na amostra temperada

Embora tenham sido adotado procedimentos para diminuir a descarbonetação da amostra durante a têmpera, não se pode evita-la completamente. Conforme a Figura 28, pode-se ver que existe uma faixa, na ordem de 100 µm. Porém, após o corte da amostra e retificação, essa quantidade de material foi completamente removida.



Figura 28 - Camada descarbonetada na amostra temperada.

4.3 Nitretação

As condições de nitretação foram adaptadas visando diminuir a possibilidade de aparecimento de camada de compostos, conhecida como "camada branca". Para isso a nitretação foi realizada em uma atmosfera pobre em nitrogênio, e ao fim do processo, analisando a metalografia, como visto na Figura 29 não houve formação dessa camada.



Figura 29 - Metalografia de amostra nitretada. Reagente: Vilela

4.3.1 Perfil de microdurezas

O perfil de microdurezas foi realizado no microdurômetro, buscando descobrir a profundidade da camada nitretada, e a distribuição de durezas na mesma. Pode-se observar, através da Figura 30, um aumento significativo da dureza junto à superfície próximo a 43%. Ainda é possível observar que a espessura da camada nitretada é em torno de 70 μ m, e após essa profundidade os valores de dureza se mantêm estáveis.



Figura 30 - Gráfico do perfil de microdurezas da peça após a nitretação. Intervalo de confiança de 95%

4.4 Alteração da rugosidade pela nitretação

Os efeitos da nitretação a plasma sobre a rugosidade da superfície foram evidenciado em diversos artigos, como (MANCOSU, 2005), que observa que a nitretação modifica intensamente os parâmetros de rugosidade e produz uma superfície mais rugosa e caracterizada por picos altos e espalhados, altos valores de parâmetros de rugosidade de assimetria (Ssk) e curtose (Sku), devido ao bombardeamento de íons e consequente *Sputtering* de átomos.

Após a nitretação, verificou-se pela análise dos perfis de rugosidade uma alteração significativa nos parâmetros mais utilizados na literatura assim como diversos outros, como pode-se observar nas Figura 31, Figura 32, Figura 33 e Figura 34, que apresentam Sa, Sz, Sku e Ssk.

O parâmetro de rugosidade média (Sa), Figura 31, sofreu uma alteração pequena nas amostras lixadas com granulometria 220, porém com grãos abrasivos menores, essa alteração se tornou muito mais significativa nesses parâmetros. Para as amostras polidas, os valores obtidos ficaram em um patamar próximo às amostras lixadas.

O parâmetro de altura máxima (Sz), Figura 32, por sua vez, teve seus valores aumentados em cerca de 4 µm para todas as lixas, o que revela uma mudança no perfil de rugosidades que parâmetros médios de rugosidade não conseguiram detectar. Após a nitretação, as barras de intervalo de confiança do parâmetro Sz aumentaram consideravelmente, revelando que os valores de Sz obtidos após a nitretação ficaram dispersos.

O parâmetro de curtose (Sku), Figura 33, teve maior dispersão após a nitretação e seus valores foram aumentados, representando picos e vales mais espalhados.

O parâmetros de assimetria (Ssk) teve seus valores aumentados, tendo seus valores sido alterados para positivos, representando predominância de picos enquanto antes havia predominância de vales.



Figura 31 - Comparação do parâmetro Sa entre amostras temperadas e nitretadas



Figura 32 - Comparação do parâmetro Sz entre amostras temperadas e nitretadas



Figura 33 - Comparação do parâmetro Sku entre amostras temperadas e nitretadas





Para evidenciar a natureza de tal mudança na rugosidade foram realizadas análises para MEV. Conforme se observa na Figura 35 e Figura 36, evidenciou-se a presença de carbonetos na superfície das peças após a nitretação. A formação desse relevo com carbonetos pode ser devido ao processo de bombardeamento de íons contra a superfície. Assim, o *sputtering* da matriz metálica expõe os carbonetos. Comparando as Figura 36 e Figura 37, observa-se que lixando após a nitretação é possível atenuar a quantidade e a dimensão dos picos e vales, ficando com as rugosidades mais próximas daquelas observadas antes da nitretação. Entretanto retrabalhando a superfície após a nitretação, aumenta-se a possibilidade de que alguns carbonetos sejam arrancados da superfície, como se pode ver na Figura 38.



Figura 35 – Pós nitretação amostra 220-2



Figura 36 – Pós nitretação em amostra lixa 1200



Figura 37 – Pós nitretação lixa 1200 lixada após nitretação amostra teste



Figura 38 - MEV 1200 polida após a nitretação

Como a nitretação foi realizada com apenas uma condição de parâmetros, não é possível avaliar se esse efeito da nitretação sobre a rugosidade da superfície pode ser controlado. Porém estudo em artigo de Bong-Yong Jeong (2001) mostra que os valores de rugosidades aumentam conforme a elevação da temperatura e frequência de pulso. Mattox (1996) revelou que filmes obtidos em processos em que substratos estiveram sujeitos a bombardeamento iônico possuem maiores tensões residuais compressivas.

Akbari (2010) explica os mecanismos causadores de tensões residuais durante a nitretação:

- a) Expansão volumétrica devido a solução de Nitrogênio na estrutura ferrítica como solução sólida causa uma alteração no arranjo da estrutura resultando em tensão compressiva residual na camada nitretada.
- b) Formação de precipitados de nitretos na matriz de aço.
- c) Tensões térmicas devido as diferenças de coeficientes de expansão térmica e constantes elásticas entre a matriz ferrítica.

4.5 Teste de indentação Rockwell C em amostras revestidas

A Figura 39 mostra quais foram os aspectos de adesão observados para cada indentação pelo teste indicativo de qualidade de adesão segundo a norma VDI 3198.



Figura 39 – Resultado das indentações Rockwell C

O teste de indentação Rockwell C, revelou que os revestimentos das amostras lixadas com granulometria 220 tiveram o melhor resultado em termos de adesão, apresentando apenas trincas radiais e pequenos desplacamentos no revestimento. Segundo a norma VDI 3198, pode-se considerar a amostra 220-1 (Figura 40a e Figura

40b), como tendo aspectos de adesão HF 1 e HF 3, ambas com falhas consideradas aceitáveis. As figuras da amostra 220-2 (Figura 41a e Figura 41b), ficaram com aspectos HF 1 e HF 2.



Figura 40 – Indentação Rockwell C em Amostra 220-1





As amostras polidas tiveram o pior resultado no teste de adesão, ocorrendo em todas as indentações um desplacamento não aceitável. Como apresentado para a amostra polida-1, Figura 42a, no melhor caso ocorre uma delaminação de aspecto HF 5 e no pior caso, Figura 42b o aspecto é HF 6. Para a amostra polida-2, Figura 43, tanto no melhor quanto no pior caso os aspectos da peça foram enquadrados em HF 6. De maneira geral, o desplacamento ocorreu na maior parte do perímetro da impressão das 2 amostras.



Figura 42 - Indentação Rockwell C em amostra polida-1



Figura 43 – Indentação Rockwell C em amostra polida-2

Nas amostras lixadas com granulometria 600 ocorreram diferentes resultados para cada amostra. Na amostra 600-1, mostrada na Figura 44, ocorreu uma falha inaceitável com aspecto HF 6 em todas as indentações, Porém na amostra 600-2, Figura 45, observa-se o aspecto HF1, para todas as indentações, sem desplacamento e contendo apenas trincas radiais.





(b)







(b)



Posteriormente a visualização dos aspectos de indentação Rockwell C em microscópio óptico, as amostras de granulometria 600 foram levadas ao MEV, onde foram analisadas.

É possível observar que a espessura do revestimento foi uniforme em torno da região delaminada mostrada na Figura 46.



Figura 46 – Região delaminada amostra 600-1

Pela Figura 47 é possível verificar a influência da direção da textura das amostras 600-1 sobre a delaminação sofrida. Os sulcos estão na direção horizontal, coincidentes com a direção de delaminação. Também é possível verificar que as trincas radiais são um obstáculo para a delaminação, visto que verificam-se trincas radiais delimitando regiões sem delaminação. A Figura 48, é um detalhe da Figura 47 representada pela região vermelha pontilhada. Nela é possível ver o desplacamento na região de vizinhança de onde ocorreu a indentação. Também é possível distinguir o revestimento do substrato.


Figura 47 - Indentação Rockwell C em Amostra 600-1 com ampliação menor



Figura 48 – Indentação Rockwell C em Amostra 600-1 com ampliação maior

Observa-se pela Figura 49 que não houve delaminação significativa na amostra 600-2. A Figura 50, ampliação da região vermelha da Figura 49, confirma que mesmo na região de indentação não houve separação entre o filme e o substrato.



Figura 49 - Indentação Rockwell C em Amostra 600-2 com ampliação menor



Figura 50 – Indentação Rockwell C em Amostra 600-2 com ampliação maior

4.6 Teste de tenacidade a fratura Vickers

Aplicando as cargas e utilizando os valores dos comprimentos de trincas e das diagonais das impressões, pode-se utilizando a Equação 2.3, chegar aos valores de tenacidade a fratura para todas as amostras. Os valores são apresentados na Figura 51. As medições de tenacidade à fratura para cargas abaixo de 30 kgf foram descartadas pois as trincas não são bem definidas. Pode-se observar que em função dos grandes intervalos de confiança obtidos, todas as amostras ficaram em um mesmo patamar de valores de tenacidade à fratura, demonstrando assim que o teste não foi estatisticamente conclusivo para determinar a influência da rugosidade sobre a adesão através da tenacidade à fratura. Porém, considerando-se as médias apenas, é possível observar maiores valores de tenacidade à fratura para as amostras 600 e polida o desempenho foi similar.

Para as amostras 220 e 600, as medições das trincas são dificultadas pelos sulcos formados após o lixamento. Ocorrem casos em que as trincas se confundem com os sulcos da peça e outros em que os sulcos são perpendiculares às trincas. Nesse último caso, fica evidenciado que as trincas tem comprimentos menores, pois o sulco dificulta a sua propagação.

Nas amostras polidas ocorrem deplacamentos, que utilizam parte da energia que seria empregada na propagação da trinca, mesmo assim nas amostras polidas ocorrem os maiores comprimentos de trinca.



Figura 51 - Gráfico de tenacidade à fratura Vickers com intervalo de confiança

4.7 Parâmetros de rugosidade conforme o desempenho no teste VDI 3198

Pelo apresentado nos testes anteriores, pode-se observar um melhor desempenho nas amostras lixadas com granulometria 220, e um pior nas amostras polidas. As duas amostras lixadas com granulometria 600 apresentaram um comportamento muito diferente entre si, sendo que a amostra 600-1 obteve falha no teste de adesão e a 600-2 se comportou próximo as amostras lixadas por granulometria 220. Segundo Franco e colaboradores (2000), a carga crítica para a falha do filme foi maior para uma superfície mais rugosa de Ra 0,27 μ m, onde superfícies muito mais rugosas tem desempenho inferior. Considerando que a rugosidade Ra criada pela lixa 220 foi de 0,24± 0,04 μ m, ela está próxima desse valor de referência, e assim é capaz de ter um desempenho de adesão melhor que as amostras polidas.

Os parâmetros que atenderam aos critérios descritos na seção de materiais e métodos foram os seguintes:

Sa, Sq, Sp, Sv, Sz, Spc, S10z, S5p, S5v, Shv, Sdq, Sdr, Sk, Spk, Svk, Smr, Sdc, Vm, Vv, Vmp, Vmc, Vvc e Vvv. Esses parâmetros foram compilados nas Figura 52 a Figura 74.

Primeiramente será feito uma análise dos gráficos do aspecto VDI 3198 em função dos parâmetros de rugosidade comparando as amostras 220 e polidas, e a seguir serão comparados os resultados entre as duas amostras de granulometria 600.

De acordo com o desempenho aferido pelo teste indicativo de adesão VDI 3198, e como todas as amostras foram submetidas aos mesmos tratamentos e condições, sendo assim praticamente constantes os mecanismos químico físicos que influenciam na adesão das amostras com excessão da rugosidade, a ancoragem mecânica é o mecanismo de adesão mais influente. As amostras mais rugosas tiveram maior área de contato entre revestimento e substrato, e portanto um aumento nas forças de entrave mecânico, físicas e químicas.

Supõe-se que a rugosidade das amostras de granulometria 220 foi insuficiente para causar falhas no revestimento como excesso de porosidade que poderia afetar negativamente na adesão do substrato com o revestimento, ou concentrações de tensões que pudessem comprometer na adesão. As amostras 600, embora tenham valores medidos de parâmetros de rugosidade muito próximos uma em relação a outra, obtiveram desempenhos muito diferentes de adesão.

PARÂMETROS DE AMPLITUDE (220 X Polida)

Através dos parâmetros de amplitude, Figura 52 a Figura 56, percebe-se que as amostras lixadas com granulometria 220 apresentam maiores rugosidades médias, medidas por Sa, Figura 52 e Sq, Figura 53 e também os maiores picos (Sp), Figura 54 e vales (Sv), Figura 55 e consequentemente rugosidade máxima (Sz), Figura 56. As polidas apresentam as menores rugosidades por todos os parâmetros de rugosidade de amplitude e também a menor dispersão.



Figura 52 - Rugosidades Sa antes da deposição



Figura 53 - Rugosidades Sq antes da deposição



Figura 54 - Rugosidades Sp antes da deposição



Figura 55 - Rugosidades Sv antes da deposição



Figura 56 - Rugosidades Sz antes da deposição

PARÂMETROS DE SEGMENTAÇÃO (220 X Polida)

Através do parâmetros de segmentação, Figura 57 a Figura 61, é possível observar maior curvatura de picos (Spc), Figura 57, para as amostras 220 e menor para as polidas, indicando que as amostras polidas possuem picos mais arredondados, enquanto as amostras de granulometria 220 possuem picos mais "afiados", que são mais susceptíveis ao desgaste por deslizamento ou deformação plástica para o contato estático. Os parâmetros de segmentação de alturas dos 10 maiores pontos (S10z), Figura 58, 5 pontos mais altos (S5p), Figura 59, e profundidade de 5 vales mais profundos (S5v), Figura 60, mostraram valores maiores para amostras 220, acompanhando os parâmetros de amplitude análogos. O

parâmetro Shv, Figura 61, de volume médio de pico revelou maior volume para as amostras 220 e menor para as polidas.



Figura 57 - Rugosidades Spc antes da deposição



Figura 58 - Rugosidades S10z antes da deposição



Figura 59 - Rugosidades S5p antes da deposição



Figura 60 - Rugosidades S5v antes da deposição



Figura 61 - Rugosidades Shv antes da deposição

PARÂMETROS HÍBRIDOS (220 X Polida)

Para os parâmetros híbridos, Figura 62 e Figura 63, percebeu-se uma maior inclinação média quadrática da superfície (Sdq) e uma relação de área de interfafce desenvolvida (Sdr) maior para a amostra 220.

A razão de área de interface desenvolvida é uma medida da suavidade da superfície, sendo que quanto menor seu valor mais suave ela é. Superfícies mais suaves possuem maior molhabilidade porém uma diminuição na área de contato entre substrato e revestimento, e menor ancoragem mecânica.

A inclinação média quadrática tem influência no aumento da resistência ao cisalhamento e aumento da área de superfície. Esses dois parâmetros são

considerados pelas fabricantes de equipamentos Taylor Hobson (Sdq) e Michigan Metrology (Sdr) como influentes para determinar a adesão de revestimentos.



Figura 62 - Rugosidades Sdq antes da deposição



Figura 63 - Rugosidades Sdr antes da deposição PARÂMETROS FUNCIONAIS (220 X Polida)

Para os parâmetros funcionais, Figura 64 a Figura 74, manteve-se a tendência de valores maiores para as amostras de granulometria 220. As rugosidades do núcleo (Sk), Figura 64, e reduzidas de picos (Spk), Figura 65, e vales (Svk), Figura 66, foram maiores para as amostras 220 e abaixo de 0,1 µm para as polidas. Essas rugosidades reduzidas descartam valores de picos e vales discrepantes. Os valores das amostras polidas apresentaram dispersões muito pequenas.



Figura 64 - Rugosidades Sk antes da deposição



Figura 65 - Rugosidades Spk antes da deposição



Figura 66 - Rugosidades Svk antes da deposição

As razões de área do material (Smr), Figura 67, ficaram em 100% para as amostras polidas, pois o comprimento de 1 μ m utilizado para a medição foi maior que a altura total (Sz) dessas amostras. Já para as amostras de granulometria 220 esses valores ficaram próximos de zero. Esse parâmetro se mostrou pouco indicado para ser utilizado em amostras com níveis de rugosidades tão diferentes pois o comprimento de 1 μ m utilizado foi grande para as amostras polidas e pequeno para as de granulometria 220. Os parâmetro de volume de picos, vales e núcleo apresentaram maiores valores para as amostras de granulometria 220.

O parâmetro de razão de áreas inversas (Sdc) retorna a diferença de alturas para taxas de material compreendidas entre 10% e 80%, próximas as taxas para a medição de rugosidade do núcleo, portanto os dois valores são semelhantes.





Figura 68 - Rugosidades Sdc antes da deposição

O parâmetro de volume de material (Vm) foi avaliado para taxas de material próximas aos valores de referência do parâmetro de Volume de material de pico (Vmp). É possível verificar que as amostras de granulometria 220 possuem volumes de pico muito acima das polidas.





Figura 70 - Rugosidades Vmp antes da deposição

Vmp

1.20E-05

1.60E-05

2.00E-05

8.00E-06

0.00E+00

4.00E-06

O parâmetro de volume vazio (Vv), é uma medida da região até 10% da taxa de material. Essa é a região de menor resistência mecânica o que pode ocasionar em trincas do filme quando sob solicitação mecânica. Porém essas regiões apresentam valores muito baixos.



Figura 71 - Rugosidades Vv antes da deposição

O parâmetro de volume de material do núcleo (Vmc) apresentou valores maiores para as amostras de granulometria 220 e representa o volume de material para as taxas de material entre 10% e 80%. É o volume de material do substrato que vai absorver o esforço mecânico do filme.

O parâmetro de volume vazio do núcleo (Vvc) é também medido para as taxas de material entre 10% e 80% porém é a quantidade de material que complementa o núcleo. Isso significa o volume que o revestimento pode ocupar. Nele a amostra de granulometria 220 possuiu os maiores valores.



Figura 72 - Rugosidades Vmc antes da deposição



Figura 73 - Rugosidades Vvc antes da deposição

O parâmetro de volume vazio do vale (Vvv), é uma medida da região entre 80% e 100% da taxa de material. É nessa região que a formação de poros é facilitada. Porém apesar de a 220 possuir os maiores valores a maior probabilidade de defeito não comprometeu o desempenho no teste indicativo de adesão.



Figura 74 - Rugosidades Vvv antes da deposição

Parâmetros nas amostras 600

As amostras 600 ficaram com valores intermediários de parâmetros de rugosidade comparadas as amostras 220 e polida, apesar de exibirem comportamentos muito diferentes de adesão. Os parâmetros utilizados para análise, conforme a seção de materiais e métodos foram: Sku, Sa, Vmc, Sk e Sdc. Eles são mostrados nas Figura 76 a Figura 80.

Assim pode-se verificar um maior valor de curtose (Sku), Figura 76, para a amostra 600-2, que teve melhor desempenho de adesão. Valores de curtose acima de 3, como no caso das amostras de granulometria 600 analisadas, revelam grande concentração de frequência das amplitudes.

Esse valor representa um perfil com picos ou vales extremos. Essas amostras, por ter parâmetro de assimetria (Ssk) negativo, como mostrado na Figura 75, apresentam predominância de vales.



Figura 75 – Rugosidades Ssk antes da deposição



Figura 76 - Rugosidades Sku antes da deposição

A rugosidade média (Sa), Figura 77, foi maior para a amostra 600-1. Os parâmetros de volume do núcleo (Vmc), Figura 78, rugosidade do núcleo (Sk), Figura

79, e razão de áreas inversa para os materiais (Sdc), Figura 80, análogo ao rugosidade do núcleo, revelam uma maior rugosidade na amostra 600-1 descontados picos e vales extremos, o que acarreta em uma melhor ancoragem mecânica, no entanto contrário ao que revela o teste de adesão. Dessa forma conclui-se que o parâmetro de curtose pode ter sido o parâmetro que melhor qualificou a adesão.



Figura 77 - Rugosidades Sa antes da deposição



Figura 78 - Rugosidades Vmc antes da deposição



Figura 79 - Rugosidades Sk antes da deposição



Figura 80 - Rugosidades Sdc antes da deposição

CONCLUSÕES

Dentre as três faixas de rugosidade analisadas, a granulometria 220 foi a que obteve os melhores resultados de adesão.

Através dos resultados opostos entre as amostras polidas e lixadas com granulometria 220 é possível afirmar que a maior rugosidade, medida por parâmetros de amplitude como Sa e Sq, se traduz em maior ancoragem, e portanto melhor desempenho. Porém nas amostras 600, que apresentaram valores intermediários de rugosidade medida por diversos parâmetros, a ancoragem mecânica não foi suficiente para se sobrepor a pequenos defeitos que diminuem a adesão.

Entre as amostras de granulometria 600 foi observado que a que obteve melhor desempenho no teste indicativo de adesão foi aquela que possuia um valor maior para o parâmetro de curtose (Sku), que conjuntamente com o parâmetro de assimetria (Ssk) revelou um perfil com predominância de vales e em uma distribuição com picos e vales extremos.

Uma grande quantidade de parâmetros é capaz de diferenciar o desempenho entre as amostras lixadas 220 e polidas, são eles: Sz, Sa, Sq, Sv, Svk, Sr1, Smr, Spd, Spc, Sdq, Sdr, Sdc, S10z, S5p, Vmp, Vmc, Vvc. Ressalta-se a importância de um valor negativo do parâmetro de assimetria (Ssk), conferindo maior molhabilidade do revestimento conjuntamente a uma curtose (Sku) acima de 3, conferindo vales extremos que dão maior resistência ao cisalhamento.

O teste de tenacidade à fratura Vickers, é de difícil aplicabilidade para amostras lixadas, pois os sulcos afetam a propagação das trincas.

Verificou-se que a nitretação causou profundos efeitos sobre as rugosidades das amostras. Por isso, recomenda-se utilizar uma rugosidade mais grosseira antes da nitretação para evitar a perda do trabalho realizado, e após a mesma usar os grãos abrasivos menores.

5 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

- Validar a influência do parâmetro de curtose (Sku) para superfícies com o parâmetro de assimetria (Ssk) negativo, na adesão de revestimentos cerâmicos.
- Aplicar outros ensaios de adesão conjuntamente ao teste de indentação VDI 3198 em amostras geradas por granulometria 600.
- Estudar o desempenho das amostras de granulometria 220 em ensaio de desgaste por abrasão.

REFERÊNCIAS

ASHRAE **ASHRAE Standard 41.5-75, Standard Measurement Guide, Engineering Analysys of experimental Data** ed ASHRAE, 1975

AKBARI A, R. Effect of the initial microstructure on the plasma nitriding behavior of AISI M2 high. Surface & Coatings Technology 204 4114–4120, 2010

ARNELL, R.D., The Mechanics of the Tribology of Thin Film Systems, Surface and Coatings Technology, v.43-44, pp. 674-687, 1990

BAGLIN J.E.E. **Thin film adhesion: New possibilities for interface engineering**, Materials science and engineering, B1, 1, 1988

BATISTA, V.J.; BINDER, R.B.; KLEIN, A.N.; MUZART, J.L.R. **Sintering using an abnormal glow discharge**, The international Journal of Powder Metallurgy, Princeton, NJ, v. 34, n. 8, p. 55-62, 1999

BELL, T.; DONG, H.; SUN, Y. **Realising the potential of duplex surface engineering**. Tribology International, v. 1-3, p. 127-137. 1998

BERG, G.; FRIEDERICH, C.; BROSZEIT, E.; BERGER, C. Scratch test measurement of tribological hard coatings in practice. Fresenius J Anal Chem (1997), v.358, p. 281-285. 1997

BITTERLICH, B.; BITSCH, S.; FRIEDERICH, K. - **SiAION based ceramic cutting tools**. Journal of European Ceramic Society, v. 28, pp. 989-994, 2008

BONG-YONG JEONG, M.-H. K. Effects of pulse frequency and temperature on the nitride layer and surface characteristics of plasma nitrided stainless steel, 2001

BROMARK ET. AL. Influence of substrate surface topography on the critical normal force in scratch adhesion testing of TiN-coated steels, *Surface and Coatings Technology.* 52 195–203, 1992

CALLISTER JR; W.D. Materials Science and Engineering: An Introduction. 8th Ed. New York: ed.Wiley. 992 p, 2010

CUNHA, L. A. C. G. Estudo dos mecanismos de degradação em revestimentos PVD baseados em nitretos metálicos no processamento de materiais plásticos. 202 f. Tese (Doutorado) – Departamento de Física – Escola de Ciências – Universidade do Minho. Braga, 2000.

DIAS, A., GODOY, G., & MODENESI, P. Análise numérica do ensaio de indentação em materiais com comportamento frágil. Revista Matéria, v. 15, n. 1, pp. 056 – 069, 2010

DIAS, A. I., MIRANDA, J. I., & GODOY, G Avaliação da tenacidade à fratura através do ensaio de indentação em pastilhas de metal duro. Revista Matéria, v. 14, n. 2, pp. 869 – 877, 2009

DINI, J.W. Electrodeposition The materials Science of Coatings and Substrates, Livermore, California, 1993

DINIZ, A. E., MARCONDES, F. C., COPPINI, N. L. **Tecnologia da Usinagem dos Materiais**. MM Editora, São Paulo, 1999. 1. Edição

DINIZ, A. E.; MARCONDES, F. .; COPPINI, N. L. (2008) - **Tecnologia da Usinagem dos Materiais**, 6 ed. São Paulo: Artliber Editora, 262 pgs.

DOS ANJOS, A. D.; IHA, A. A.; FERNANDES, R. B. **Estudos dos efeitos da nitretação por plasma do aço M2 como preparação para tratamento duplex**. 2009. 108 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) – Curso de Engenharia Industrial Mecânica, Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Curitiba, 2009.

EDENHOFER, B. **Physical and metallurgical Aspects of ion nitriding – part 1**: Heat treatments of Metals, The metals society, London, 1974

FRANCO JUNIOR, A. R.; PINEDO, C. E.; TSCHIPTSCHIN, A. P Efeito do acabamento superficial de aços ferramenta AISI D2 na aderência de revestimentos de TiN depositados por PVD, 14° Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (CBECIMAT 2000). Anais (em CD-ROM), pp.44501-44512, São Pedro, Sp, 2000

FRANCO JUNIOR, A.R. **Obtenção de revestimentos duplex por nitretação a plasma e PVD-TiN em aços ferramenta AISI D2 e AISI H13**, Tese de doutorado, São Paulo, 178p. 2003

FUKANUMA H., OHNO, N. Influences of substrate roughness and temperature on adhesive strength in thermal spray coatings, Thermal spray 2003: Advancing the Science & applying the technology, ASM international, Materials Park, Ohio, USA, 2003

GENEL K., DERMIKOL M., MEHMET C., Effect of ion nitriding on fatigue behavior of AISI 4140 steel, Materials Science and engineering, vol.279, p.207-216, 2000

HOLMBERG, K.; MATTHEWS, A. **Coatings Tribology:** Properties, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Engineering. Elsevier, 2009. 576p.

HUA, M.; TAM, H. Y.; MA, H. Y.; MOK, C. K. **Patterned PVD TiN spot coatings on M2 steel:** Tribological behaviors under differentes sliding speeds. Wear, v. 260, p. 1153-1165. 2006.

HUDIS, M. **Study of ion-nitriding. Journal of Applied Physics**, v.44, n.4, p. 1489-96, 1973.

IRWIN, G R., Analysis of Stresses and Strain near the end of a Crack Transversing a plate A.S.M.E., J. Appl. Mech, 1957

KAKAS, D., ZLATANOVIC, M. **Wear resistance of plasma intruded high speed steels**. ASM's 2nd International conference on ion nitriding/ion carburizing, 1989, Cincinati, Ohio, USA. Ion nitriding and ion carburizing. Ohio: ASM International, 1990. 141-146.

KAKAS, D. SKORIC, B., MILETIC, P.T., TEREK, P., KOVACEVIC, L. VILOTIC, M.

Influence of Substrate Roughness on Adhesion Strength of Hard TiN Films, 34th International Conference on Production Engineering, University of Nis, Faculty of Mechanical Engineering, 2011

KIECKOW, F. Caracterização das superficies e regiões interfaciais de filmes nanométricos de TiN/Ti/Aço M2 nitretado a plasma.. 107 p. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2008.

KNERR,C.H.;ROSE,T.C;FILKOWSKI,J.H., **Gas nitriding em ASM handbook**: Heat treatment, Vol 4, ASM, Utah, 1991

KUWAHARA, K. HIROTA, H. UNEMOTO **Adhesion measurement on thin evaporated films**, ed. Mittal, K.L, ASTM STP 640, American Society for testing Materials, Philadelphia, 198-207, 1978

LEYLAND, A.; MATTHEWS, A. On the significance of the H/E ratio in wear control: a nanocomposite approach to optimized tribological behavior. Wear. Vol. 246, p. 1-11. 2000

MACHADO, A. R.; ABRÃO, A.; COELHO, R. T.; SILVA, M. B. **Teoria da usinagem dos materiais**. 1^a ed. Ed. Blucher, São Paulo, Brasil, 2009.

MANCOSU, R. D. Recobrimento Tribológico Cr-N e Nitretação a Plasma para Melhoria da Resistência à Erosão Cavitacional de um Aço Carbono ABNT 1045: Uma Abordagem Topográfica, 2005

MATTOX, D.M. Surface effects on the growth, adhesion and properties of reactively deposited hard coatings. Surface and coating technology, 81 pp. 8-15, 1996.

MATTOX, D.M., **Thin film adhesion and adhesive failure – a perspective, Adhesion Measurement of thin films, Thick films, and bulk coatings**, ASTM STP 640, K.L. Mittal, Ed., American Society for testing and materials p.54-62 1978 MATTOX, D.M., **Adhesion and surface preparation**. Deposition technologies for films and coatings cap.3 ed. Bunshah R.F. et al., Noyes Publications, 585p., Park Ridge, New Jersey, 1982

MENDES, M. A. R. S. Estudo do desgaste de ferramentas com e sem revestimentos de filmes finos utilizadas em operações de conformação a frio. 2009. 73 f. Dissertação (Mestrado) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, 2009.

MENEVE, J. VERCAMMEN, K. DEKEMPENER, E., SWEETS, J. **Thin tribological coatings: magic or design?**, Surface and Coatings Technology, v.94-95, pp.476-482, 1997

MENEVE, J.; RONKAINEN, H.; ANDERSSON et al. Scratch adhesion testing of coated surfaces – challenges and new directions. Adhesion measurement of films and coatings, v.2, p. 79-106. 2001.

MILETIC, A.;TEREK, P; KOVACEVIC, L;VILOTIC, M;KAKAS, D;SKORIC, B; KUKURUZOVIC, D., e. Influence of substrate roughness on adhesion of TiN coatings. J Braz. Soc. Mech. Sci. Eng. 36:293–299, 2014

MITTAL K.L., Adhesion Measurements of thin films, Electrocomponent science and technology, p21-42,1976

MITTAL, K.L. Adhesion Measurement of Films and Coatings: A Commentary VSP. P. 1-13 (1995)

MUBARAK A., HAMZAH, E. TOFF, M.R.M **Review of Physical Vapour Deposition** (PVD) Techniques for Hard Coating, Jurnal Mekanikal, No.20, 42-51, 2005

MUBARAK A., HAMZAH E., TOFF, M.R. Friction coefficient and surface roughness of TiN-coated HSS deposited using cathodic arc evaporation PVD technique, Industrial Lubrication and Tribology, Vol. 60 Iss: 3, pp.121 – 130, 2008

MUMMERY,L. **Surface Texture Analysis; The Hand Book**. 1.ed. West Germany: Hommelwerke GmbH, 105 p. 1992.

NOLAN, A. D., LESKOVSEK, B. V., & JENKO, M. Estimation of fracture toughness of nitride compound layers on tool steel by application of the Vickers indentation method. Surface & Coatings Technology 201 182–188, 2006

O MUNDO DA USINAGEM, **Como escolher a ferramenta de corte** ed 87. Junho 2012

O'BRIEN, J.M. **Plasma Nitriding**, em: ASM HANDBOOK; Heat treatment, 2 ed. Ohio: ASM International. Vol.4, p420-424, 1996

OHRING, M. **The materials science of thin films.** Academic Press, Harcourt Brace & Company Publishers, 704 p. San Diego, CA, EUA, 1992.

PERRY A. J., **Scratch adhesion testing of hard coatings**, em: Thin Solid Films, 107 p. 167-180, 1983

PINEDO, C. E. Tratamentos superficiais para aplicações tribológicas. Revista Metalúrgia e Materiais, ABM, vol. 60, n. 543, p 162-164, abril 2004.

PODGORNIK, B.; VIZINTIN, J.; WÄNSTRAND, O.; LARSSON, M.; HOGMARK, S. **Wear and friction behavior of duplex-treated AISI 4140 steel**. Surface and Coatings Technology, v. 120-121, p. 502-508. 1999.

B. PODGORNIK, S. HOGMARK, O. SANDBERG. Influence of surface roughness and coating type on the galling properties of coated forming tool steel, Surface and Coatings Technology 184 338–348, 2004

PONTON, C., & RAWLINGS, R. Vickers indentation fracture toughness test, part **1: application and evaluation of standardized indentation toughness equations**. Materials Science and Technology, v. 5, pp. 961-976, 1989

PREIZNER;NASCIMENTO, Influência do tratamento prévio de nitretação sob plasma de superfícies duplex revestidas com TiN em substrato de aço rápido AISI M2, XVII Seminário de iniciação científica e tecnológica da UTFPR, 2012

RAMAMOORTHY, B.; YELDOSE, B. C. An Investigation into the adhesion strength of diamond like carbon multilayer coating (DLC/TiN/Ti/Cu/Ni). Intellignet Information Management, v. 1, p. 179-194. 2009.

RAMOS, F. D. A influência das tensões sobre a difusão de nitrogênio no processo de nitretação a plasma. 2003. 96 f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGEM, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2003.

RICKERBY D.S., MATTHEWS, A. Advanced Surface Coatings: A Handbook Of Surface Engineering, 1ed. Blackie Glasgow and London, 1991

ROCHA, A.S., Influência do Estado superficial Prévio na Nitretação a Plasma do aço ABNT M2, Tese de doutorado ,UFRGS, Porto Alegre (RS), 2000

ROCHA, A.S., T.STROHAECKER, & T.HIRSCH. Effect of different surface states before plasma nitriding on properties and machining behavior of M2 high-speed steel, 2003

ROPER, H. J., & WEAVER, R. E. The Effect of Peak Count of Surface Roughness on Coating Performance, 2005

SATO,K. TAKAHASHI,Y.I.;YAMAZAKI,T.;NITOH,Y. Surface layers produced by ion nitriding of austenitic Fe-Mn-Al alloys and the effects on hardness and corrosion resistance, Journal of materials science, v.32, p.4445-4449, 1998

SHETTY, D., WRIGHT, I., MINCER, P., CLAUER, A., & MATER., J. Indentation Fracture of WC-Co Cermets. Journal of materials science 20 1873-1882, 1985

SOUZA, S. Ensaios Mecânicos de Materiais Metálicos: Fundamentos Teóricos e Práticos, 2000

SPALVINS,T. **Advances and directions of ion nitriding/carburizing**. ASM's 2nd International conference on ion nitriding/ion carburizing, 1989, Cincinati, Ohio, USA. 1-4, 1990

STEMMER C.E. Ferramentas de Corte I – 6ª.ed. editora da UFSC, 2005

STOUT,K.J; BLUNT,L. **Three-dimensional surface topography**. 2.ed. London: Penton Press. 285p., 2000

SUBRAMANIAN, C., STRAFFORD, K.N., WILKS, T.P., WARD, L.P., McMILLAN, W., Influence of Substrate Roughness on the Scratch Adhesion of Titanium Nitride Coatings, Surface Technology, v.62, pp.529-535, 1993

SUN Y.; BELL,T. **Plasma Surface engineering of low alloy steel**, Materials Science and engineering v.140, p419-434, 1991

TAKADOUM J. BENNANI H.H., Influence of substrate roughness and coating thickness on adhesion, friction and wear of TiN films. Surface and coating technology, pp. 5-11 1997

TAVARES, C. J. M. Caracterização Estrutural e Mecânica de Multicamadas de TiN/ZrN Depositadas por PVD. Dissertação (Mestrado, Universidade do Minho, Portugal) 1999.

Disponível em: https://repositorium.sdum.uminho.pt/handle/1822/3543 Acesso em: 21 de Julho de 2014.

TSCHIPTSCHIN, André P. **Relação estrutura-propriedades em recobrimentos duros**. Revista Metalúrgia e Materiais, ABM, vol. 60, n. 543, p 167-169, abril 2004.

VEREIN DEUTSCHER INGENIEURE NORMEN, **VDI 3198**, VDI – Verlag, Dusseldorf, 1991.

VIDAKIS, N. ANTONIADIS, A. BILALIS, N. The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds Journal of materials processing technology 143-144, (2003)

VILLARES METALS – Catálogo – **Aços rápidos: VWM2** disponível em:http://www.villaresmetals.com.br/portuguese/files/FT_11_VWM2.pdf acessado em 21/07/2014

WEISS, H. – Adhesion of Advanced Overlay Coatings: Mechanisms and Quantitative Assessment. Surface and Coatings Technology. 71 p201-207. 1995

YILBAS, B. S.; NIZAM, S. M. Wear behavior of TiN coated AISI H11 and AISI M7 twist drills prior to plasma nitriding. Journal of Materials Processing Technology, v. 105, p. 352-358. 2000.

APÊNDICE A – TABELA DAS MICRODUREZAS DA AMOSTRA

POLIDA NITRETADA

Ρ (μm)	M1	M2	M3	HVM	I.C.
20	1150	1170	1209	1176.3	36.4
30	1172	1121	1110	1134.3	40.1
40	1066	1056	1054	1058.7	7.8
50	962	966	950	959.3	10.1
60	898	902	912	904.0	8.7
70	880	875	881	878.7	3.9
80	863	874	928	888.3	42.2
90	825	833	848	835.3	14.2
100	866	812	835	837.7	32.9
120	848	846	853	849.0	4.4
140	819	822	835	825.3	10.3
160	821	842	795	819.3	28.6
200	821	798	771	796.7	30.4

Medições de Microdureza

P : Profundidade M1: Medição 1 M2: Medição 2 M3: Medição 3

HVM: Dureza Vickers Média I.C.: Intervalo de Confiança

APÊNDICE B – TESTE DE INDENTAÇÃO VDI 3198

220 - 1







600 - 1









Polida 1





Polida 2





APÊNDICE C – RELATÓRIO DE RUGOSÍMETRO 3D





TalyMap Platinum 6.1.0.6001



TalyMap Platinum 6.1.0.6001
ISO 25178								
Height Parameters								
Sq	0.3357	μm		Root mean square height				
Ssk	-0.3216			Skewness				
Sku	3.794			Kurtosis				
Sp	1.547	μm		Maximum peak height				
Sν	2.975	μm		Maximum pit height				
Sz	4.521	μm		Maximum height				
Sa	0.2622	μm						
Functional Parameters (Volume)								
Vm	1.51e-005	mm³/mm²		Material volume				
Vv	0.0004235	mm³/mm²		Void volume				
Vmp	1.51e-005	mm³/mm²		Peak material volume				
Vm.c	0.0002922	mm³/mm²		Core material volume				
Vvc	0.0003792	mm³/mm²		Care vaid volume				
Vvv	4.434e-005	mm³/mm²		Pit void volume				
Feature Parameters								
Spd	6245	1/m m²		Density of peaks				
Spc	248.4	1/mm						
S10z	2.152	μm		Ten point height				
S5p	1.036	μm		Five point peak height				
S5v	1.116	μm		Five point pit height				
Sda	0.0001734	m m²		Mean dale area				
Sha	0.0001575	m m²		Mean hill area				
Sdv	6.117e-009	m m³		Mean dale volume				
Shv	6.133e-009	m m³		Mean hill volume				
Hybrid Parameters								
Sdq	0.1862			Root mean square gradient				
Sdr	1.710	%		Developed interfacial area ratio				
EUR 15178N								
Functional Parameters								
Sk	0.7799	μm	Gaussian filter, 0.25 mm	Care roughness depth				
Spk	0.2681	μm	Gaussian filter, 0.25 mm	Reduced summit height				
Svk	0.3767	μm	Gaussian filter, 0.25 mm	Reduced valley depth				
Sr1	8.534	%	Gaussian filter, 0.25 mm	Upper bearing area				
Sr2	88.18	%	Gaussian filter, 0.25 mm	Lower bearing area				
Area and Volume Parameters								
Smr	4.261	%	c = 1 μm under the highest peak					
Sdc	0.6714	μm						

ISO 42	287					
Amplitude parameters - Roughness profile						
Rq	0.3069	μm	Gaussian filter, 0.25 mm	Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.		
Rsk	-0.3433		Gaussian filter, 0.25 mm	Skewness of the roughness profile.		
Rku	4.038		Gaussian filter, 0.25 mm	Kurtosis of the roughness profile.		
Rp	0.8899	μm	Gaussian filter, 0.25 mm	Maximum Peak Height of the roughness profile.		
Rv	0.9731	μm	Gaussian filter, 0.25 mm	Maximum Valley Depth of the roughness profile.		
Rz	1.863	μm	Gaussian filter, 0.25 mm	Maximum Height of roughness profile.		
Ra	0.2296	μm	Gaussian filter, 0.25 mm			
ISO 13	3565					
ISO 13565-2						
Rk	0.6772	μm	Gaussian filter, 0.25 mm	Kernel Roughness Depth.		
Rpk	0.2958	μm	Gaussian filter, 0.25 mm	Reduced Peak Height.		
Rvk	0.4401	μm	Gaussian filter, 0.25 mm	Reduced Valley Depth.		
Mir1	12.05	%	Gaussian filter, 0.25 mm	Upper Material Ratio.		
Mr2	87.50	%	Gaussian filter, 0.25 mm	Lower Material Ratio.		

TalyMap Platin