PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO PARANÁ ESCOLA POLITÉCNICA CURSO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

CARLOS BERNARDO GOUVÊA PEREIRA

EFEITO DA TEMPERATURA NO COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO DO REVESTIMENTO TISIN/AICrN

CURITIBA 2015

CARLOS BERNARDO GOUVÊA PEREIRA

EFEITO DA TEMPERATURA NO COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO DO REVESTIMENTO TISIN/AICrN

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. Área de concentração: Processos de Fabricação da Escola Politécnica da Pontifícia Universidade Católica do Paraná, como requisito parcial à obtenção do título de mestre em Engenharia Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. Ricardo Diego Torres

CURITIBA 2015

CARLOS BERNARDO GOUVÊA PEREIRA

EFEITO DA TEMPERATURA NO COMPORTAMENTO TRIBOLÓGICO DO REVESTIMENTO TISIN/AICrN

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, da Estola Politécnica, da Pontifícia Universidade Católica do Paraná, como requisito parcial à obtenção do título de mestre em Engenharia Mecânica.

COMISSÃO EXAMINADORA

Dr. Ricardo Diego Torres Dr. Paulo Cesar Soares Junior Pontifícia Universidade Católica do PR Pontifícia Universidade Católica do PR

Dr. Luis César Fontana Dr. Carlos Augusto H. Laurindo Universidade Estadual de Santa Catarina Pontifícia Universidade Católica do PR

> Dr. Michele S. Meruvia Pontifícia Universidade Católica do PR

Curitiba, _____ de _____ 2015

Dedico este trabalho à minha família que tanto me apoiou para a sua realização.

AGRADECIMENTOS

Agradeço à minha esposa e à minha filha pela dedicação e apoio, bem como pela paciência com a minha ausência, devido às viagens constantes e tempo dedicado aos estudos e na execução deste trabalho. Também agradeço aos meus pais, pelo apoio e suporte para realização deste trabalho. Agradeço também ao meu orientador, professor Dr. Ricardo Diego Torres, por auxiliar na caminhada para elaboração deste trabalho, agradeço também aos professores Paulo Cesar Soares Junior, Carlos Augusto Henning Laurindo e Michele S. Meruvia que tornaram possível a realização deste trabalho. Agradeço também as empresas Fecial Indústria e Comércio de Araucária-PR e da Oerlikon Balzers Revestimentos Metálicos Ltda. Unidade de São José dos Pinhais-PR que produziram as amostras que foram objeto de estudo deste trabalho, e Pontifícia Universidade Católica do PR (PUC-PR) e a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo suporte financeiro que tornaram possível a sua realização.

"Talvez não tenha conseguido fazer o melhor, mas lutei para que o melhor fosse feito. Não sou o que deveria ser, mas Graças a Deus, não sou o que era antes". (Martin Luther King)

RESUMO

O presente trabalho visa avaliar os efeitos da temperatura no comportamento tribológico do revestimento de TiSiN/AICrN comercialmente conhecido como Helica produzido pela empresa Oerlikon Balzers Revestimentos Metálicos Ltda, quando submetido ao desgaste nas condições de temperatura ambiente (25°C), 500°C e 800°C. Durante o processo de usinagem a geração de calor na região de corte devido ao cisalhamento do material, pode elevar a temperatura do gume de corte para valores próximos a 1000°C. Sendo assim os revestimentos aplicados a ferramentas como o que é objeto deste trabalho ficam sujeitos a estas temperaturas, e entender os mecanismos de desgaste que o revestimento apresenta pode auxiliar no desenvolvimento de novos materiais e tecnologias. Para realização do trabalho foi depositado revestimento de TiSiN/AICrN pelo processo de CAE/PVD sobre substrato de Metal Duro (WC/Co). O revestimento teve sua dureza e adesão ao substrato avaliados visando garantir a confiabilidade dos resultados do teste tribológico. Foram produzidas trilhas desgaste no revestimento nas temperaturas ambiente (25°C), 500°C e 800°C. Os resultados obtidos mostram que o revestimento apresenta uma baixa taxa de desgaste com predominância do mecanismo de desgaste abrasivo na temperatura ambiente, porem na temperatura de 800°C, o revestimento apresentou desgaste oxidativo, o que foi identificado pela formação de óxidos no revestimento e na trilha de desgaste. Em virtude da mudança do mecanismo de desgaste de abrasivo para desgaste corrosivo, o revestimento apresentou uma maior taxa de desgaste que a apresentada nas temperaturas mais baixas.

Palavras-chave: TiSiN/AlCrN, Analise Tribológica, Helica.

ABSTRACT

The aim of this work is the investigation of high temperature tribological behavior of the TiSiN / AlCrN system produced by Oerlikon Balzers Coating Metal Ltda. The coating was deposited on cemented carbide substrate by CAE/PVD. The tribological behavior was tested through a pin-on-disc test at room temperature, 500 °C and 800 °C. At room temperature, the wear mechanism is mainly abrasive. At 500 °C the wear is a competition between wear and lubrication provided by a film of titanium oxide. At 800 °C the wear is mainly corrosive. This change in the wear mode happen because of oxidation of coating, that can be identify by EDS and DRX analyses made in the samples after the test was done.

Key words: TiSiN/AlCrN, Tribological Evaluation, Helica.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Espessura do revestimento versus temperatura de aplicação do revestimento versus metodologia de aplicação/produção do revestimento21 Figura 2 – Desenho esquemático de uma câmara de revestimento pelo processo de Figura 3 – Gráfico comparativo da variação dos valores de microdureza dos revestimentos de TiAIN e AICrN com a variação da temperatura até 500°C24 Figura 4 - Resultado do teste de penetração por impacto para revestimentos de TiAIN, onde verifica-se um comportamento frágil do revestimento pois trincas e deformações produzidas inicialmente propagam-se rapidamente até a falha total do revestimento após poucos impactos......25 Figura 5 – Resultado do teste de penetração por impacto para revestimentos de AlCrN, onde verifica-se um comportamento dúctil do revestimento com maior resistência a propagação de trincas decorrendo maior número de golpes e maior tempo de ensaio Figura 6 – Gráfico comparativos do desgaste do flanco versus comprimento de corte Figura 7 - Difração de raio X do revestimento de Al_{0.67}Ti_{0.33}N depositado por PVD após Figura 8 - Variação da microdureza com a variação da temperatura para o revestimento de Al0.67Ti0.33N depositado por PVD após o recozimento medido em Figura 9 - Variação da MDP com a variação da temperatura para o revestimento de AI0.67Ti0.33N depositado por PVD após o recozimento em diferentes temperaturas. Figura 10 – Comparação dos coeficiente de atrito do revestimento multicamada Figura 11 – Imagem de Microscopia Eletrônica da trilha de desgaste do revestimento multicamada TiAIN (amostra S3) contra uma esfera de aço como contra corpo......34 Figura 12 – EDS da Trilha de Desgaste da trilha de desgaste do revestimento multicamada TiAIN (amostra S3) contra uma esfera de aço como contra corpo......35

Figura 13 – Comparativo do desgaste do flanco x comprimento de usinado para os
revestimentos TiAlN/TiN, AlCrN e TiSiN/AlCrN
Figura 14 - Esquema ilustrativo do ensaio de adesão
Figura 15 – Modos de Falha Frágeis e Tenaz do Revestimento
Figura 16 – Digrama de emissão acústica gerado pelas diferentes falhas40
Figura 17 - Desenho esquemático dos quatro mecanismos representativos de
desgaste41
Figura 18 – Identificação dos Processos de Desgaste42
Figura 19 - Coeficiente de atrito médio para revestimento de TiAIVN com diferentes
percentuais de V e temperatura testados contra esfera de alumina Detalhe: evolução
do coeficiente de atrito para revestimento com 5% V a 700°C e distancia de
deslocamento de 1000m44
Figura 20 - Imagens 2D e 3D do desgaste do revestimento de TiAIVN com 5% de V
após teste pino-no disco com esfera de alumina em diferentes temperaturas, a)
temperatura ambiente, b) 500°C c) 700°C45
Figura 21 – Taxas de desgaste e deposição para revestimento de Ti-Al-V-N com
diferentes percentuais de V ensaiados em diferentes temperaturas; Temperatura
Ambiente(RT), 500 °C e 700 °C (TILLMANN, <i>et al.</i> , 2013)45
Figura 22 - Coeficiente de Atrito x Distância x Velocidade de Deslocamento do
revestimento AICrN
Figura 23 – Perfil de Desgaste em função da velocidade do teste para revestimento
AICrN
Figura 24 - a) imagem trilha de desgaste b) EDX da superfície do ponto C ao D com
velocidade de deslocamento de 0,48 m/min48
Figura 25 - a) imagem pista de desgaste b) EDX da superfície do ponto E ao F com
velocidade de deslocamento de 5,0 m/min48
Figura 26 - Coeficiente de Atrito x Distancia do teste – para CrN, AlCrN e TiAlN49
Figura 27 - Perfil de desgaste dos revestimentos CrN, AICrN e TiAIN
Figura 28 - Comportamento dos detritos de AlCrN durante o ensaio tribológico51
Figura 29 - Comportamento dos detritos de TiAIN durante o ensaio tribológico51
Figura 29 - Comportamento dos detritos de TiAIN durante o ensaio tribológico51 Figura 30 - Coeficiente de Atrito do TiAIN com variação da composição e temperatura
Figura 29 - Comportamento dos detritos de TiAIN durante o ensaio tribológico51 Figura 30 - Coeficiente de Atrito do TiAIN com variação da composição e temperatura 53
Figura 29 - Comportamento dos detritos de TiAlN durante o ensaio tribológico51 Figura 30 - Coeficiente de Atrito do TiAlN com variação da composição e temperatura

Figura 32– Amostras Metal Duro sem revestimento	.54
Figura 33 – Amostras de Metal Duro revestidas com Helica	.55
Figura 34 - Tribômetro CSM	.56
Figura 35 – Imagem das trilhas de desgaste produzidas nas amostras após ensa	ios
tribológicos nas temperaturas de 25 °C, 500 °C e 800 °C	.58
Figura 36 – Imagem de MEV da seção transversal do revestimento para amos	stra
ensaiada à temperatura ambiente (25 °C)	.59
Figura 37 - Imagem de MEV da seção transversal do revestimento para amos	stra
ensaiada à temperatura de 500°C	.59
Figura 38 - Imagem de MEV da seção transversal do revestimento para amos	stra
ensaiada à temperatutra 800°C	.60
Figura 39 – Comparação da variação da dureza do revestimento, medida	ı a
temperatura ambiente, com a profundidade da indentação após a realização o	dos
ensaios tribológicos nas temperaturas de 25°C, 500ºC e 800 ºC	.61
Figura 40 - Comparação da variação da dureza do revestimento do revestimento	na
trilha de desgaste e fora da trilha de desgaste, com a profundidade da indentaç	ção
após a realização dos ensaios tribológicos nas temperaturas de 500°C e 800 °C	.62
Figura 41 – Scratch Test Amostra Temperatura Ambiente	.63
Figura 42 – Linha de Tensão Scratch Test	.64
Figura 43 - Scratch Test nas amostras submetidas a diferentes temperaturas	.64
Figura 44 – Variação do coeficiente de atrito durante os ensaios tribológicos r	าลร
temperaturas de 25°C, 500°C e 800°C	.65
Figura 45 - Imagem microscópio ótico das trilha de desgaste das amostras ar	oós
ensaio tribologicio nas temperaturas de 25ºC, 500ºC e 800ºC	.66
Figura 46 – Perfil de desgaste das trilhas produzidas durante o ensaio tribológico	na
temperatura de 25°C, 500°C e 800°C	.67
Figura 47 – Imagem de microscopia eletrônica da trilha e diagrama EDS realizado	ao
lingo da linha na amostra ensaiada a temperatura ambiente (25 °C)	.68
Figura 48 – Espectro de EDS com percentual de massa de cada componente –	ΤA
	.68
Figura 49- Imagem de microscopia eletrônica da trilha e diagrama EDS realizado	ao
lingo da linha na amostra ensaiada a temperatura de 500 °C	.69
Figura 50 - Espectro de EDS com percentual de massa de cada componente – 500)°C
	.69

Figura 53 - DRX Comparativo para revestimento Helica com ângulo de incidência de 0,5°, realizado nas amostras submetidas a temperatura de 25 °C, 500 °C e 800 °C 72 Figura 54 - DRX Comparativo para revestimento Helica com ângulo de incidência de 2°, realizado nas amostras submetidas a temperatura de 25 °C, 500 °C e 800 °C...73 Figura 55 - DRX Comparativo para revestimento Helica, realizado na amostra submetida a temperatura de 800 °C, com variação do ângulo de incidência do feixe de 0,5°, 1° e 2°.

LISTA DE TABELAS

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
AI	Alumínio
Al ₂ O ₃	Oxido de Alumínio
AlCrN	Nitreto de Cromo Alumínio
ASTM	American Society for Testing and Materials
BSE	Backscattering Eléctron (Elétrons Retroespalhados)
CAE	Cathodic Arc Evaporation
CPR	Resistência de Propagação de Trinca
Со	Cobalto
Cr	Cromo
DRX	Difração de Raio-X
E	Modulo de Elasticidade
EDS	Energy Dispersive x-ray Spectrometer (Espectroscopia de raios X
	por Energia Dispersa)
GPa	Giga Pascal (10 ⁹ N/m ²)
Н	Dureza
HB	Dureza Brinell
Hf	Dureza do filme de revestimento
Hs	Dureza do Substrato
HV	Dureza Vickers
HSS	High Speed Steel (Aço Rápido)
Lc	Carga critica
MDP	Parâmetro de Dissipação de Microdureza
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
Ν	Nitrogênio
NBR	Norma Brasileira Regulamentar
nm	Nanômetro
PUCPR	Pontifícia Universidade Católica do Paraná
PVD	Deposição Física de Vapor
PACVD	Deposição química de vapor assistida por plasma
P3e	Pulse Enhanced Electron Emission

rpm	Rotação por minuto
Si	Silício
ТА	Temperatura Ambiente
Ti	Titânio
TiAIN	Nitreto de Alumínio Titânio
TiN	Nitreto de Titânio
TiO ₂	Óxido de Titânio
TiSiN	Nitreto de Titânio dopado com Silício
V	Vanádio
WC	Carbeto de Tungstênio
μm	Micrômetro

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	.17
2	OBJETIVOS	.19
2.1	OBJETIVO GERAL	.19
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	.19
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	.20
3.1	PROPRIEDADE DAS FERRAMENTAS DE CORTE	.20
3.2	DEPOSIÇÃO FISÍCA À VAPOR (PVD)	.21
3.3	REVESTIMENTOS TIALN E ALCRN	.23
3.4	REVESTIMENTO TISIN/ALCRN	.30
3.5	ADESÃO DO REVESTIMENTO	.36
3.6	TRIBOLOGIA	.40
4	METODOLOGIA	.54
4.1	TESTE DE ADESÃO (SCRATCH TEST)	.55
4.2	MICRODUREZA	.55
4.3	ENSAIO TRIBOLÓGICO	.56
4.4	MICROSCOPIA ÓTICA, ELETRÔNICA E EDS	.56
4.5	DRX	.57
5	RESULTADOS	.58
6	CONCLUSÃO	.74
7	SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS	.75
8	REFERÊNCIAS	.76

1 INTRODUÇÃO

Durante o processo de usinagem parte da potência aplicada ao processo é consumida para deformação plástica do material a ser usinado e geração do cavaco, grande parte desta energia é convertida em calor na região próxima ao gume de corte, a elevação da temperatura nesta região apresentam grande influência no desgaste da ferramenta e no coeficiente de atrito entre a ferramenta e o cavaco gerado. (GRZESIK, 2008)

Materiais com boa resistência ao desgaste, abrasão, erosão e também à corrosão nestas condições são desejados pela indústria de usinagem, o que tem promovido nos últimos anos a pesquisa por novos materiais e/ou revestimentos, com o objetivo de melhorar a resistência da superfície dos componentes.

Para melhorar as características das ferramentas, estudos vêm sendo realizados há anos na utilização de revestimentos cerâmicos aplicados às ferramentas. (STAPPEN, *et al.*, 1995)

Estes revestimentos possibilitam também outros ganhos quando aplicados nas ferramentas de corte, tais como:

- Menor coeficiente de atrito,
- Redução dos esforços de corte,
- Proteção térmica,
- Menor desgaste por oxidação,
- Alta dureza superficial,
- Melhor resistência ao desgaste.

Ferramentas revestidas apresentam desempenho superior ao das ferramentas não revestidas, isto permite a utilização de parâmetros de corte tais como velocidade de corte e avanço superiores durante o processo de usinagem, explorando de forma mais eficaz o potencial das máquinas de corte modernas. (BALZERS, 2015)

Entre os materiais mais utilizados para o revestimento de ferramentas de corte tem-se os nitretos e suas combinações, sendo os materiais mais amplamente utilizados o TiN, TiAIN e o AICrN.

Variações destes revestimentos na forma de deposição e na composição química vem sendo desenvolvidas visando melhorar o desempenho dos revestimentos, entre estas variações temos o TiSiN/AlCrN, produzido pela empresa Oerlikon Balzer, e comercializado com o nome de Helica.

A presente pesquisa visa avaliar os efeitos da temperatura sobre o comportamento tribológico do revestimento de TiSiN/AlCrN analisando o seu comportamento em temperatura ambiente, 500°C e 800°C.

2 **OBJETIVOS**

2.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar o efeito da temperatura no comportamento tribológico do revestimento TiSiN/AlCrN quando submetido a uma condição de desgaste sem lubrificação nas temperaturas ambiente, 500°C e 800°C.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Para atingir o objetivo geral acima, foram estabelecidos alguns objetivos específicos:

- Avaliar a adesão dos revestimentos testados ao substrato de metal duro, a fim de garantir que a análise tribológica não seja comprometida pela baixa adesão do revestimento.
- Avaliar a dureza da superfície do revestimento.
- Identificar os mecanismos de falha apresentados pelo revestimento quando submetido a uma condição de desgaste sem lubrificação nas temperaturas ambiente, 500°C e 800°C.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 PROPRIEDADE DAS FERRAMENTAS DE CORTE

As ferramentas de corte constituem um grupo especial de materiais pois devem atender uma série muito específica de condições de aplicação afim de cumprirem as sua função, em, altas temperaturas, com tensões de contato elevadas, etc. Portanto os materiais utilizados na confecção da ferramentas de corte devem possuir certas propriedades dependendo do tipo de operação realizada e das condições ou parâmetros aplicados durante o processo de usinagem, conforme relacionado abaixo: (GRZESIK, 2008)

1. alta dureza à temperatura elevada (dureza quente) para resistir ao desgaste abrasivo.

 alta resistência à deformação, para garantir a estabilidade dimensional da ferramenta quando sujeita as altas tensões e temperaturas que surgem na ferramenta durante a formação do cavaco.

3. alta tenacidade à fratura na borda da ferramenta para resistir ao microlascamento e quebra especialmente em corte interrompido.

4. inércia química (baixa afinidade química ou estabilidade química elevada) em relação ao material da peça, bem como resistência contra tipos de desgaste que são termicamente afetados, tais como, difusão ou desgaste por corrosão e oxidação.

5. alta condutividade térmica para reduzir as temperaturas perto da borda de corte.

6. alta resistência a fadiga para ferramentas sujeitas a picos de carga mecânica durante o processo de usinagem.

7. alta resistência ao choque térmico que, naturalmente, segue aos choques mecânicos.

8. alta rigidez necessária para manter a precisão dimensional

Nota-se que todas estas propriedades referem-se a um material ideal, porém na prática não há como um único material seja capaz de apresentar todas estas propriedades desejadas. Além disto algumas destas propriedades são mutuamente exclusivas, como dureza versus tenacidade. As principais classes de materiais para ferramentas em uso incluem aços rápidos (HSS) e aços de rápidos enriquecidos como Cobalto (HSS-CO), carbetos de tungstênio (WC), cerâmicas (alumina e nitretos de silício), materiais super e ultraduros como nitretos de boro cúbico policristalino (PCBN) e diamante policristalino (PCD). (GRZESIK, 2008)

3.2 DEPOSIÇÃO FISÍCA À VAPOR (PVD)

Muitos processos podem ser empregados para melhorar as superfícies de ferramentas e componentes de precisão, possibilitando com isto incrementar seu comportamento e rendimento. Comparando-se as propriedades dos processos de revestimento normalmente empregadas com as aplicadas nos processos PVD e PACVD verifica-se as seguintes relações entre espessura do revestimento e temperatura de deposição conforme Figura 1. (BALZERS, 2015)



Figura 1 - Espessura do revestimento versus temperatura de aplicação do revestimento versus metodologia de aplicação/produção do revestimento. (BALZERS, 2015)

O processo de PVD vem sendo utilizado para o revestimento cerâmico desde o início dos anos de 1980, atualmente o processo de PVD tem atingido um bom nível de qualidade como boa taxa de deposição, adesão do revestimento ao substrato e atendimento aos padrões de composição do revestimento de acordo com o material a ser depositado, em geral quase todos os fabricantes que aplicam este tipo de técnica conseguem manter um bom nível de qualidade dos revestimentos produzidos, demonstrando um bom conhecimento e domínio do processo produtivos deste tipo de revestimento. (STAPPEN, *et al.*, 1995)

O processo de PVD é feito sob alto vácuo em temperaturas que variam na entre 150° e 500 °C. O material sólido a ser depositado como revestimento deve possuir alta pureza (metais como titânio, cromo e alumínio) pode ser evaporado pelo calor ou então bombardeado com íons (pulverização catódica). Simultaneamente ao processo de evaporação é introduzido na câmara de revestimento um gás reativo (por exemplo, nitrogênio ou um gás que contenha carbono), formando um composto com o vapor metálico que se deposita nas ferramentas ou nos componentes na forma de um revestimento fino e altamente aderente. A fim de obter uma espessura de revestimento uniforme, as peças a serem revestidas devem rotacionar a uma velocidade constante (Figura 2). Desta forma a espessura e as propriedades do revestimento (como dureza, estrutura, resistência química e resistência à temperatura, aderência) podem ser controladas com rigor. (BALZERS, 2015)



Figura 2 – Desenho esquemático de uma câmara de revestimento pelo processo de PVD. (Autor)

Os principais tipos de revestimentos utilizados pelas indústrias no processo de PVD são os revestimentos a base de Ti tais como TiN, TiCN, TiAIN e os revestimentos a base de Cr como CrN e AICrN. Os revestimentos cerâmicos podem ser desenvolvidos e avaliados segundo uma relação entre parâmetros de processo, propriedades estruturais e propriedades funcionais do revestimento. A definição correta da importância de cada parâmetro para o revestimento a ser produzido auxilia

na correta especificação do mesmo para atender as necessidades da indústria. (STAPPEN, *et al.*, 1995)

3.3 REVESTIMENTOS TIAIN E AICrN

Os revestimentos à base de TiAIN foram muito estudados nas últimas décadas, na tentativa de aplicações em ferramentas de usinagem com alta velocidade de corte e em condições de corte à seco, onde lubrificações sólidas e líquidas geralmente apresentam falhas. Nestas condições de trabalho este material revestimento apresenta um desempenho superior às ferramentas sem revestimento, porém, com desempenho aquém do desejado pela indústria, exigindo mais pesquisa e desenvolvimento dos fabricantes. (KUTSCHEJ, *et al.*, 2004)

Outras composições de revestimentos tais como as ligas a base de Cr e N vêm sendo estudadas, visando um melhor desempenho em condições de usinagem com altas temperaturas. Assim como ocorre com as ligas de Ti e N, ganhos obtidos pela adição de Al promoveram uma melhora nas propriedades tribológicas dos revestimentos. Em função desta característica, estudos sobre as propriedades mecânicas de compostos de AlCrN também vêm sendo desenvolvidos.

Em 2006, Fox-Rabinovich et al. realizaram estudos comparando as propriedades mecânicas dos revestimentos de TiAIN e AlCrN em temperatura ambiente e em temperatura de 500°C. Em seu estudo, foram identificadas variações significativas do comportamento dos materiais com a elevação da temperatura. Uma característica apresentada pelos revestimentos em seu trabalho é que, apesar de apresentar valores mais elevados de microdureza e módulo de elasticidade reduzido em temperatura ambiente, o TiAIN apresenta uma redução mais acentuada nestes valores em temperatura elevada quando comparado ao AlCrN, chegando o revestimento AlCrN a valores superiores ao TiAIN em temperatura de 500°C, conforme Figura 3, esta redução da microdureza do revestimento é mais acentuada a partir de 250°C, onde ocorre uma mudança significativa na inclinação da curva de microdureza versus temperatura, porém para o revestimento de AlCrN o mesmo comportamento não é identificado apresentando portanto um comportamento mais linear da quede de microdureza com o aumento da temperatura. (FOX-RABINOVICH, *et al.*, 2006)



Figura 3 – Gráfico comparativo da variação dos valores de microdureza dos revestimentos de TiAlN e AlCrN com a variação da temperatura até 500°C. (FOX-RABINOVICH, *et al.*, 2006)

Outra propriedade que foi avaliada por Fox-Rabinovich et al. (2006) foi a variação na resistência do revestimento no teste penetração por impacto. O teste apresentou resultados conforme descrito nas Figura 5 e Figura 5, verifica-se que o TiAIN apresenta uma característica de falha mais frágil, no teste de penetração por impacto pois trincas e deformações produzidas inicialmente propagam-se rapidamente até a falha total do revestimento após poucos impactos, ou seja o revestimento apresenta uma menor variação entre os valores de carga para o surgimento da primeira trinca e a falha geral do revestimento.

O revestimento de AlCrN apresenta uma característica de falha dúctil, pois o revestimento absorve mais a energia, apresentando uma resistência maior a propagação de trincas e por consequência, resiste a um número maior de impactos entre os a ocorrência da primeira trinca e a falha geral do revestimento.

Para quantificar estas características Fox-Rabinovich, et al. estabelece o índice CPR (Crack Propagation Resistance) da Tabela 1, este parâmetro é apresentado como uma resistência à propagação das trincas, e é calculado como CPR = $L_{C1}(L_{C2}-L_{C1})$, no qual L_{C1} é o valor da carga onde ocorre a primeira trinca, e L_{C2} o valor da carga de ruptura do revestimento ambos os valores são obtidos do ensaio de risco.

Aplicando-se este parâmetro na comparação dos revestimentos de TiAIN e AICrN, verifica-se que os valores de CPR aumentam para o AICrN com o aumento da temperatura, porém este valor decai para o TiAIN com a mesma variação na temperatura, ou seja, o revestimento de AICrN torna-se mais dúctil com o aumento da

temperatura ao passo que o revestimento de TiAIN torna-se mais frágil com o aumento da temperatura. (FOX-RABINOVICH, *et al.*, 2006)

Revestimento	Temperatura	Carga da	Carga da	CPR
	(°C)	primeira	Falha do	LC1(LC2-LC1)
		Trinca LC1	Revestimento	
		(N)	LC2 (N)	
AICrN	25	2,8±0,2	5,7±0,2	8,1
	500	2,3±0,4	6,0±0,4	8,5
TIAIN	25	2,1±0,4	4,2±0,5	4,4
	500	1,5±0,2	3,7±0,2	3,3

Tabela 1 – Variação dos valores das cargas crítica para scratch test dos revestimentos de TiAIN e AICrN para temperaturas de 25°C e 500°C.

(FOX-RABINOVICH, et al., 2006)



Figura 4 - Resultado do teste de penetração por impacto para revestimentos de TiAIN, onde verificase um comportamento frágil do revestimento pois trincas e deformações produzidas inicialmente propagam-se rapidamente até a falha total do revestimento após poucos impactos. (FOX-RABINOVICH, *et al.*, 2006)



Figura 5 – Resultado do teste de penetração por impacto para revestimentos de AlCrN, onde verificase um comportamento dúctil do revestimento com maior resistência a propagação de trincas decorrendo maior número de golpes e maior tempo de ensaio até a total falha do revestimento. (FOX-RABINOVICH, *et al.*, 2006)

No mesmo trabalho Fox-Rabinovich et al. (2006) avaliou comparativamente o comportamento dos revestimentos de TiAIN e AICrN em um processo de fresagem de um aço recozido 1040 com dureza HB 220. Os parâmetros de corte utilizados durante o teste foram: usinagem com fluído refrigerante, rotação da ferramenta de 560 rpm, profundidade de corte de 3 mm, largura do corte de 10 mm e velocidade de avanço da ferramenta de 63 m/min. Com estes parâmetros de usinagem, foram obtidos os resultados de comprimento de corte versus desgaste de flanco para ferramentas com os dois revestimentos conforme Figura 6.

Verifica-se um desempenho superior para a ferramenta com revestimento de AICrN se comparado ao revestimento de TiAIN, onde os valores finais de comprimento de corte para o mesmo nível de desgaste do flanco, para a ferramenta com revestimento de AICrN são superiores ao da ferramenta revestida com TiAIN, chegando este a valores próximos de 800 m, para um desgaste do flanco de 0,3 mm. (FOX-RABINOVICH, *et al.*, 2006)



Figura 6 – Gráfico comparativos do desgaste do flanco versus comprimento de corte para ferramentas com revestimento de TiAIN e AlCrN. (FOX-RABINOVICH, *et al.*, 2006)

Em 2008, a análise feita por Fox-Rabinovich et al (2008) com o TiAIN consistia em uma amostra de metal duro, que foi revestida com TiAIN e depois recozida à temperaturas de até 900°C. Após o processo, foram avaliadas quanto à performance no processo de usinagem, dureza e microestrutura após o recozimento.

Na Figura 7 verifica-se que o TiAIN que compõe o revestimento, quando submetido à temperatura elevada, tende a se rearranjar devido ao efeito da temperatura, formando TiN e AIN. Isto é verificado pela redução da intensidade dos picos do TiAIN e pelo surgimento de picos nos ângulos específicos dos revestimentos TiN e AIN, à medida que a amostra é analisada por difração de Raios-X. (FOX-RABINOVICH, *et al.*, 2008)



Figura 7 - Difração de raio X do revestimento de Al_{0.67}Ti_{0.33}N depositado por PVD após o recozimento em diferentes temperaturas. (FOX-RABINOVICH, *et al.*, 2008)

No mesmo trabalho, Fox-Rabinovich et al (2008) analisaram o tamanho do grão apresentado pelo revestimento TiAIN, utilizando um microscópio de transmissão de alta resolução. Assim, foi possível constatar, que ocorreu o crescimento dos grãos do revestimento após o recozimento a alta temperatura, e que a variação do tamanho do grão é proporcional à elevação da temperatura. (FOX-RABINOVICH, *et al.*, 2008)

Ensaios de microdureza realizados nas amostras com revestimento de TiAIN que sofreram recozimento a temperaturas de 700°C e 800°C apresentaram um comportamento de manutenção da dureza quando medidas em temperatura elevada, se comparada à dureza medida à temperatura ambiente.

As amostras com revestimento que não passaram pelo processo de recozimento quando submetido ao ensaio de dureza à temperatura ambiente apresentou valores próximos aos obtidos pelas amostras que sofreram o recozimento. Porém, quando a medição de microdureza foi realizada à temperatura de 500 °C, a amostra que não passou pelo recozimento apresentou uma queda acentuada no valor de microdureza, ao passo que para as amostras que passaram pelo processo de

recozimento os valores de dureza obtidos a 500 °C são próximos dos valores obtidos a temperatura ambiente.

Os valores de microdureza obtidos em cada temperatura e para cada amostra são apresentados na Figura 8. (FOX-RABINOVICH, *et al.*, 2008)



Figura 8 - Variação da microdureza com a variação da temperatura para o revestimento de Al0.67Ti0.33N depositado por PVD após o recozimento medido em diferentes temperaturas. (FOX-RABINOVICH, *et al.*, 2008)

Outra propriedade analisada por Fox-Rabinovich et al. (2008) foi o Parâmetro de Dissipação da Microdureza (Microhardness Dissipation Parameter – MDP). Este parâmetro relaciona a deformação plástica com a deformação total do revestimento durante o teste de dureza. O MDP está relacionado à plasticidade do revestimento, e apresentou um crescimento geral para as três amostras. Porém, a amostra que apresentou maior crescimento neste parâmetro foi a amostra sem recozimento conforme verificado na Figura 9. Isto pode ocorrer pela redução da dureza do revestimento com o aumento da temperatura, conforme verificado no item anterior. Este parâmetro está diretamente relacionado à dureza do revestimento, e pode ser usada para uma estimativa da tenacidade à fratura. (FOX-RABINOVICH, *et al.*, 2008)



Figura 9 - Variação da MDP com a variação da temperatura para o revestimento de Al0.67Ti0.33N depositado por PVD após o recozimento em diferentes temperaturas. (FOX-RABINOVICH, *et al.*, 2008)

3.4 REVESTIMENTO TISIN/ALCRN

:

O revestimento de TiSiN/AlCrN que atualmente vem sendo estudado e comercializado é constituído por uma liga que tenta unir os dois materiais que vinham sendo estudados separadamente TiAlN e AlCrN.

A empresa Oerlikon Balzers, que comercializa o revestimento TiSiN/AlCrN com o nome comercial de BALINIT® HELICA, recomenda o revestimento para utilização em ferramentas de furação e furação profunda, bem como informa os dados do material aplicado conforme Tabela 2.

Propriedades do revestimentos						
Material dos revestimentos	Com base em AlCrN					
Microdureza (HV 0.05)	3.000					
Coeficiente de atrito no aço (seco)	0,25					
Temperatura máxima de serviço (°C)	1.100					
Cor do revestimento	Cobre					

Tabela 2 - Dados revestimento BALINIT® HELICA

(BALZERS, 2014)

A caracterização deste revestimento realizada por Bourhis et al. (2009) investiga a variação nas propriedades mecânicas dos revestimentos a base de Nitreto de Cromo (CrN) com adições de Alumínio (Al) e suas variações em função dos parâmetros de deposição adotados. Este estudo compara as características dos revestimentos TiSiN/AlCrN, CrN e AlCrN. No estudo foram consideradas amostras comerciais da empresa Oelikon Balzers Inc. (USA) em substratos de WC e Aço ferramenta D2, sendo obtidos os valores de resistência conforme Tabela 3. (BOURHIS, *et al.*, 2009)

Revestimento	Espessura(mm)	Composição	Hf	Hs	b0	h	Н
			(GPa)	(GPa)			(GPa)
Balinit® D	3,1	CrN	21,4	5,9	0,86	1,51	22±2
Balinit®	4,0	$AI_{0,4}Cr_{0,6}N$	27,6	5,9	0,53	1,75	30±5
Alcrona							
Balinit®	4,0	Al _{0,6} Cr _{0,4} N/Ti _{0,86} Si _{0,14} N	34,4	5,9	0,5	1,04	31±5
Helica		Multicamada					

Tabela 3 – Dureza dos Revestimentos de CrN, AlCrN e AlCrN/TiSiN.

(BOURHIS, et al., 2009)

Os parâmetros de dureza Hf, Hs, $\beta \in \beta 0$, conforme proposto por Puchi-Cabrera, determina que a dureza do composto pode ser definida em função da dureza do substrato (Hs) e da dureza do filme de revestimento (Hf) e $\beta \in \beta 0$, na qual β é a relação entre a profundidade da indentação e a espessura do filme de revestimento, e o parâmetro $\beta 0$ é o ponto de transição onde a influência do substrato na dureza medida é maior que a dureza do filme de revestimento, o parâmetro n da equação determina como ocorre esta transição, ou seja, quanto maior o valor de n mais rápida é esta transição. Com estes parâmetros Bourhis et al (2009), propuseram a seguinte expressão para cálculo da dureza de uma superfície revestida:

H = Hs + (Hf - Hs) exp
$$\left[-\left(\frac{\beta}{\beta 0}\right)^n\right]$$
 (BOURHIS, *et al.*, 2009)

Assim, conforme apresentado na Tabela 3 a dureza estimada para a revestimento de TiSiN/AlCrN apresenta uma dureza de 31±5 GPa (BOURHIS, GOUDEAU, *et al.*, 2009) Além dos valores de dureza Le Bourhis, et al (2009), apresentam outras propriedades mecânicas dos revestimentos a base de AlCrN conforme apresentado na Tabela 4, assim como Mo, et al (2007) apresenta mais informações comparativas sobre este revestimento conforme Tabela 5.

Revestimento	Fase Identificada	Tamanho	(hkl)	E (hkl)	Parâmetro de	Tensão Residual
		de Grão		(GPa)	Rede (nm)	(GPa)
		(nm)				
CrN	Cr	10	110	268	0,2897±0,0002	+0,45±0,05
	Cr ₂ N	10	111	394	Х	+0,32±0,03
AICrN	Al _{0,43} Cr _{0,62} N	13	222	394	0,4099±0,0002	-4,0±0,4
AICrN/	Al _{0,64} Cr _{0,46} N	15	200	315	0,4106±0,0002	-10,0±0,1
TiSiN						
TiN	TiN	15	200	452	0,4213±0,0002	-5,2±0,5
						(BOURHIS, et al., 2

Tabela 5 – Propriedades Mecânicas dos revestimentos de AlCrN e TiAIN.

Revestimento	Rugosidade	Microdureza	Nanodureza (GPa)	Módulo de	Carga Critica (Lc) (N)
	Superficial	(HV50g)		Elasticidade (E)	
	(Ra) (mm)			(GPa)	
AlCrN	0,12±0,01	3106±48	32,48±6,51	568,42±68,12	1,208±0,103
TIAIN	0,14±0,02	3331±70	35,72±9,84	460,35±80,33	1,847±0,026
-					(110 () 0007)

(MO, et al., 2007)

Todos os dados referentes à ao revestimento de TiSiN/AlCrN foram estabelecidos em estudos realizados a temperatura ambiente.

Chang et al. (2007) produziram amostras com diferentes características do revestimento TiSiN/TiAIN, as amostras S1 a S5 foram produzidas variando-se a rotação do substrato que recebeu a deposição do revestimento no processo

conhecido como *Dual Target Cathodic Arc Evaporation* (CAE), onde dois eletrodos um de TiSi (80:20) e outro de TiAI (50:50) foram utilizados para a deposição no substrato de WC-Co em uma atmosfera de N₂, com a variação dos processos de deposição obteve-se diferentes espessuras de revestimento, conforme Tabela 6.

O referido estudo comparou as variações nas propriedades mecânicas dos revestimentos de TiSiN/TiAIN em função da espessura de cada camada de TiSiN e TiAIN que constitui o revestimento e da espessura total do filme. Os valores intermediários foram comparados com os valores dos revestimentos de simples camada de TiSiN e TiAIN conforme Tabela 6.

Amostra	Velocidade de Rotação	Espessura da	Espessura do	Dureza (GPa)	Taxa de Desgaste
	da Amostra (rpm)	Camada (nm)	filme (µm)		(mm3/N.m)
S1	6	~6	~1,4	~38	3,73x10-7
S2	2	~18	~2,1	~33	2,84x10-7
S4	1	~32	~2,2	~32	2,37x10-7
S4	0,7	~80	~2,2	~33	2,61x10-7
S5	0,5	~170	~2,3	~34	2,79x10-7
TISIN			~2,0	~35	
TIAIN			~4,0	~29	

Tabela 6 – Propriedades mecânicas do TiSiN/TiAIN produzido com diferentes espessuras de camadas

(CHANG, et al., 2007)

Em seu trabalho Chang et. al (2007) realizaram também a análise tribológica dos revestimentos TiSiN/TiAIN, sendo obtido os resultados para os coeficientes de atrito dos revestimentos conforme apresentados na Figura 10.

Os parâmetros utilizados na realização dos testes tribológicos foram: metodologia pino no disco, material do contra-corpo uma esfera de rolamento de 6 mm de diâmetro, carga de 10N, velocidade linear de 30 cm/s e distância percorrida de 2000 m. Os valores de coeficiente de atrito para as amostras multicamadas foram menores que aqueles obtidos pelos revestimentos puros TiSiN ou TiAIN, e os modos de desgaste apresentados na trilha caracteriza-se por um desgaste adesivo, este fenômeno deve-se principalmente a transferência de material da esfera de aço, que é relativamente macia em relação ao revestimento. Este comportamento é identificado pela presença de Fe no ensaio de EDS da trilha, Figura 11 e Figura 12. (CHANG, *et al.*, 2007)



Figura 10 – Comparação dos coeficiente de atrito do revestimento multicamada TiSiN/TiAIN depositados com várias espessuras de camada. (CHANG, *et al.*, 2007)



Figura 11 – Imagem de Microscopia Eletrônica da trilha de desgaste do revestimento multicamada TiAIN (amostra S3) contra uma esfera de aço como contra corpo. (CHANG, *et al.*, 2007)



Figura 12 – EDS da Trilha de Desgaste da trilha de desgaste do revestimento multicamada TiAlN (amostra S3) contra uma esfera de aço como contra corpo. (CHANG, *et al.*, 2007)

Estudo realizado por Paiva et al. (2013) avaliaram a vida útil do revestimento TiSiN/AICrN comparando-o aos revestimentos AICrN e TiAIN no processo de furação de ferro fundido vermicular, em duas velocidades de 80 m/min e 150 m/min. Um dos parâmetros analisados no trabalho foi o desgaste da ferramenta com os diferentes revestimentos, o resultado obtido demonstra que a ferramenta revestida com TiSiN/AICrN apresenta um menor desgaste em velocidade mais elevada que as ferramentas revestidas com TiAIN ou AICrN, sendo esta uma característica interessante do revestimento para sua aplicação na produção em série. Os resultados de desgaste obtidos são apresentados na Figura 13. (PAIVA JR., *et al.*, 2013)



Figura 13 – Comparativo do desgaste do flanco x comprimento de usinado para os revestimentos TiAIN/TiN, AlCrN e TiSiN/AlCrN. (PAIVA JR., *et al.*, 2013)

3.5 ADESÃO DO REVESTIMENTO

A adesão do revestimento ao substrato é um item importante quando se avalia a qualidade de um revestimento de filme fino como o estudado neste trabalho. Para isto é necessário a utilização de um método que possa fornecer corretamente informações para avaliação desta adesão. Existem vários testes propostos na literatura para a realização desta avaliação, porém os ensaios por riscamento vem sendo amplamente utilizados pela sua confiabilidade e facilidade de reprodução e também pela existência de vários fornecedores de equipamentos para realização destes testes. (HEDENQVIST e HOGMARK, 1997)

O ensaio consiste um indentador de diamante que e desloca sobre a superfície revestida realizando um risco na mesma, a carga normal com que o indentador é pressionado sobre a superfície é incrementada de forma linear ou escalonada, enquanto o indentador é deslocado sobre o revestimento, até que seja atingida o valor de carga máximo estabelecido para o ensaio.

Após o ensaio a superfície produzida é analisada buscando identificar os pontos de surgimento das primeiras trincas no revestimento e da falha total do
revestimento, este pontos são relacionados com a caga que estava sendo aplicado sobre o revestimento no momento da falha estas cargas são definidas como cargas críticas (Lc) para o revestimento onde Lc1 é a carga onde ocorre as primeiras trincas e Lc2 carga em que ocorre a falha total do revestimento (Figura 14).

Esta carga em que ocorreu a falha do revestimento é considerada como a medida da adesão do revestimento ao substrato. O surgimento da falha no revestimento pode ser monitorado por microscopia ótica, emissão acústica e pela medida da força de atrito gerada com o incremento da carga, onde um aumento repentino nos níveis de emissão acústica e da força de atrito estão relacionadas com a falha do revestimento. (HEDENQVIST e HOGMARK, 1997)



Figura 14 - Esquema ilustrativo do ensaio de adesão. (Autor)

Bull (1991) demonstrou em seu estudo que a configuração dos defeitos apresentados pelo filme durante os testes de adesão podem contribuir para a identificação do modo de falha dos materiais do filme e do substrato. (BULL, 1991).

Neste trabalho Bull (1991) foram analisados separadamente os efeitos do substrato no comportamento dos defeitos apresentados pelos revestimentos, e posteriormente foram verificados os efeitos dos diferentes revestimentos para um mesmo substrato, onde foram estabelecidos alguns parâmetros de acordo com o tipo de defeito apresentado no teste, para os modos de falhas os materiais foram

agrupados em 2 grandes grupos: Materiais Dúcteis e Materiais Frágeis e com a variação desta combinação de comportamento foi definida a Tabela 7.

Tensão	Filme	Substrato	Interface de	Mecanismo de separação	
			ligação		
Tração	Frágil	Dúctil	Boa	Trinca no filme sem separação do substrato	
Tração	Frágil	Dúctil	Ruim	Trinca no filme com separação do substrato	
Compressão	Frágil	Dúctil	Boa	Propagação da deformação no filme	
Compressão	Frágil	Dúctil	Ruim	Propagação da deformação na interface	
Tração	Frágil	Frágil	Boa	Trincas no filme com separação na interface	
Tração	Frágil	Frágil	Ruim	Separação na extremidade da interface	
Compressão	Frágil	Frágil	Boa	Separação do substrato	
Compressão	Frágil	Frágil	Ruim	Propagação da deformação na interface	

(BULL, 1991)

Exemplos dos modos de falhas apresentados na tabela acima podem ser verificados na Figura 15.

Os valores de emissão acústica são muito utilizados para identificação de falhas no revestimento, uma vez que os valores de emissão são proporcionais as falhas verificadas, este parâmetro auxilia na identificação das cargas críticas Lc, pois em determinadas condições a identificação visual dos valores de Lc são extremamente difíceis principalmente quando se tem problemas de adesão do revestimento ao substrato.

Bull (1991) também avaliou os diagramas de emissão acústica para cada tipo de material apresentado, dúctil ou frágil, e comparou as configurações das curvas obtidas para este parâmetro com os as imagens obtidas para cada tipo de falha apresentado pelo revestimento conforme Figura 16

Esta análise conjunta dos valores de emissão acústica e das imagens obtidas da trilha de teste podem auxiliar na correta identificação das falhas do revestimento.



Figura 15 – Modos de Falha Frágeis e Tenaz do Revestimento. (BULL, 1991)



Figura 16 – Digrama de emissão acústica gerado pelas diferentes falhas. (BULL, 1991)

3.6 TRIBOLOGIA

A tribologia é o estudo da interação entre superfícies em movimento relativo, este estudo envolve várias áreas da ciência tais como física, química, engenharia mecânica e de materiais ente outras. Os estudos dos fenômenos de lubrificação, atrito e desgaste também podem ser analisados e parametrizados pela tribologia. (ABEL e FERRANTE, 2001)

Um dos principais focos de estudo da tribologia é identificar os mecanismos que ocasionam o desgaste de uma superfície. Usualmente este desgaste pode ocorrer basicamente de quatro mecanismos, conforme apresentado na Figura 17 (KATO e ADACHI, 2001) (BHUSHAN, 2001)



Figura 17 - Desenho esquemático dos quatro mecanismos representativos de desgaste. (KATO e ADACHI, 2001) (BHUSHAN, 2001)

Os mecanismos de falha ou desgaste podem ser resumidos em:

Adesivo - Ocorre quando surge uma ligação adesiva entre as superfícies sendo esta ligação forte o suficiente para resistir ao deslizamento, ocasionando a uma deformação plástica na região de contato, ocasionando a geração uma trinca que pode se propagar levando ao surgimento de um terceiro corpo e a uma transferência completa de material.

Abrasivo – é uma função do formato e da dureza dos dois materiais em contato levando a remoção de material da superfície.

Fadiga – é o desgaste ocasionado pelo alto número de repetições do movimento sobre a superfície, este tipo de desgaste ele é chamado de desgaste por fadiga de contato. Este movimento repetitivo pode ocasionar o surgimento de trincas que se propagam até a completa remoção de parte do material.

Corrosivo - ocorre devido à formação de produtos gerados por interações químicas e eletroquímicas, em um meio corrosivo líquido ou gasoso. As reações geradas são conhecidas como reações triboquímicas e produzem uma intercamada na superfície que depois é removida pelo movimento relativo das superfícies. Este processo ocorre repetidamente ocasionando o desgaste da superfície.

Kato (2001) também estabelece que cada mecanismo de falha apresentado anteriormente pode ocorrer quando as peças analisadas estão sujeitas a um modo de falha e um mecanismo de falha pode ser gerado por mais de um modo de falha. Uma síntese destes modos de falha pode ser verificada na Figura 18.

De forma resumida definem-se os modos de falha em duas grandes famílias:

- Em função do tipo de movimento relativo entre as superfícies
- Em função do número de corpos envolvidos no movimento interfacial.

Com relação ao tipo de movimento, esta família pode ser subdividida em movimento de deslizamento, rolamento, impacto, oscilação e erosão, sendo ainda o movimento de erosão classificado de acordo com o material erosivo: partículas, gotas, fluídos, com alto ou baixo ângulo de incidência sobre a superfície.



Figura 18 – Identificação dos Processos de Desgaste. (KATO e ADACHI, 2001)

Com relação aos mecanismos de desgaste de acordo com o número de corpos envolvidos eles se subdividem em abrasão 2-corpos, quando apenas os dois corpos envolvidos no desgaste estão em contato, ou abrasão por 3-corpos, onde um terceiro corpo participa do processo de abrasão, este terceiro corpo pode ser um corpo estranho ao par analisado ou um fragmento de um dos corpos que se desprende e permanece entre as superfícies gerando um desgaste mais acentuado. (KATO e ADACHI, 2001) Um das normas internacionais que estabelece parâmetros e procedimentos a serem adotados durante os testes tribológicos é a (ASTM - G99-05 - Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus, 2010) . A norma citada estabelece os parâmetros e procedimentos a serem utilizados na realização dos testes tribológicos do tipo Pino-no-Disco, onde o teste é realizado pela rotação de uma amostra a determinada velocidade com uma carga aplicada sobre um pino para gerar o desgaste na amostra, este tipo de ensaio também é classificado como unidirecional visto que o desgaste ocorre somente em uma direção, direção de rotação do disco, e não de forma oscilante como em outro tipo de teste que é conhecido como bidirecional ou recíproco, existem também ensaios tribológicos onde o corpo de desgaste são esferas, normalmente três, as quais são pressionadas sobre a amostra analisada.

Cada tipo de teste se aplica a um tipo de análise desejada, normalmente relacionado às condições de operação/utilização do material. Para os testes previstos para este trabalho utilizou-se o método de pino-no-disco, visando reproduzir o desgaste unidirecional que ocorre normalmente nas ferramentas de usinagem, visto que o deslocamento do gume se dá em uma única direção em relação a peça e não de forma recíproca.

Tentativas de obtenção de compostos com melhores propriedades tribológicas e com menores coeficientes de atrito em elevadas temperaturas ocasionaram a tentativa de introdução de outros materiais como o V, na matriz inicial de TiAIN, obtendo um novo composto TiAIN/VN.

Os óxidos de V podem prover melhor desempenho tribológico para o revestimento, onde a formação de óxidos de Vanádio promove a lubrificação em elevada temperatura (superior a 500°C), o surgimento destes óxidos promoveu uma significativa redução no coeficiente de atrito e melhoria nas propriedades mecânicas do revestimento, porém a formação destes óxidos que ocorre somente em altas temperaturas limita a viabilidade do efeito de redução do coeficiente de atrito obtido. (KUTSCHEJ, *et al.*, 2004) e (TILLMANN, *et al.*, 2013).

Estudos realizados com uma variação da relação entre Al/Ti e variação no percentual de Vanádio (V) indicam uma variação no coeficiente de atrito da amostra analisada com a temperatura, sendo a variação no percentual de Vanádio também significativa para o comportamento da amostra, conforme Figura 19.



Figura 19 - Coeficiente de atrito médio para revestimento de TiAlVN com diferentes percentuais de V e temperatura testados contra esfera de alumina Detalhe: evolução do coeficiente de atrito para revestimento com 5% V a 700°C e distancia de deslocamento de 1000m. (TILLMANN, *et al.*, 2013)

Este mesmo estudo demonstra que o comportamento tribológico da amostra no ensaio de pino-no-disco utilizando-se como material de contra corpo uma esfera alumina e realizado em diferentes temperaturas apresentam comportamento diferenciados no que se refere ao perfil de desgaste da amostra. Em temperatura ambiente o desgaste é pequeno e praticamente não há formação de óxidos, a temperatura de 500°C, o desgaste é menor e ocorre menor formação de material adesivo, quando o ensaio é realizado a 700°C ocorre uma grande formação de óxidos adesivos na borda da trilha de desgaste, este material surge por reações de oxidação na trilha de desgaste, conforme aprestando na Figura 20.

Os testes foram repetidos com amostras com diferentes percentuais de V adicionado à matriz de TiAIN, e os valores de desgaste obtidos demonstram um participação significativa do percentual de V no tipo de desgaste apresentado pela amostra quando analisado a 700°C, porém praticamente insignificante se analisado a temperatura ambiente, conforme verificado na Figura 21, a medida que o percentual de Vanádio aumenta para as amostra analisada a 700°C ocorre uma mudança no perfil de desgaste apresentado, passando de um desgaste abrasivo com percentuais de 2% de V, a um perfil de desgaste por oxidação da amostra onde o desgaste positivo é muito acentuado para a amostra com 25% de Vanádio. Este fato ocorre principalmente pela formação de VO₂, TiO₂ e Al₂O₃ (KUTSCHEJ, *et al.*, 2004) e (TILLMANN, *et al.*, 2013)



Figura 20 - Imagens 2D e 3D do desgaste do revestimento de TiAIVN com 5% de V após teste pinono disco com esfera de alumina em diferentes temperaturas, a) temperatura ambiente, b) 500°C c) 700°C.



Figura 21 – Taxas de desgaste e deposição para revestimento de Ti–Al–V–N com diferentes percentuais de V ensaiados em diferentes temperaturas; Temperatura Ambiente(RT), 500 °C e 700 °C. (TILLMANN, *et al.*, 2013)

Estudos tribológicos realizados por Mo e Zhu (2008) em amostras de AlCrN a temperatura ambiente utilizando os processos de análise unidirecional (pino-no-disco) e bidirecional (oscilante) apresentaram uma variação diferente no coeficiente de atrito ao longo do teste em função do teste adotado.

Para análise de pino-no-disco, similar à adotada neste trabalho, Mo e Zhu adotaram duas velocidades para execução dos testes 0,48 m/min e 5 m/min e uma distância de 300 m, e foi utilizado como contra corpo uma esfera de Si₃N₄ para avaliação do comportamento do desgaste, onde os valores para o coeficiente de atrito (µ) obtido apresentarem o comportamento descrito na Figura 22, onde para uma velocidade mais baixa (0,48 m/min) os valores variaram de 0,3 inicialmente até o valor máximo de 0,65 após o deslocamento de 10 metros, e na velocidade mais alta (5 m/min) o coeficiente de atrito passou de 0,3 iniciais para 0,85 após apenas 4 metros de deslocamento, isto aconteceu devido a mudança no mecanismo de desgaste apresentado passando de um desgaste de 2-corpos para um desgaste de 3-corpos devido a quantidade de detritos acumulados entre as superfícies de contato. (MO e ZHU, 2008)



Figura 22 - Coeficiente de Atrito x Distância x Velocidade de Deslocamento do revestimento AlCrN. (MO e ZHU, 2008)

Os perfis da trilha de desgastes também variaram em função das velocidades adotadas, o desgaste aumentou à medida que aumentou a velocidade de desgaste, porém o perfil apresentado na região de desgaste foi mais suave, isto pode ter ocorrido devido à diferença na remoção dos detritos gerados em função da velocidade adotada, onde uma maior velocidade promove uma maior limpeza da superfície pela maior força centrífuga gerada, reduzindo a quantidade de material na interface de contato, Figura 23, (MO e ZHU, 2008) e (MO e ZHU, 2009).



Figura 23 – Perfil de Desgaste em função da velocidade do teste para revestimento AlCrN. (MO e ZHU, 2008)

Outro aspecto analisado por Mo e Zhu foi a morfologia da superfície e sua composição química após o ensaio, os resultados obtidos foram a ocorrência de grande quantidade de óxidos na região de desgaste e na lateral da pista de desgaste, e o acúmulo destes óxidos na lateral da pista de desgaste foi inversamente proporcional a velocidade da amostra, isto também pode ser visto no perfil de desgaste, conforme verifica-se na Figura 24 e Figura 25, ocorre uma formação de óxidos na trilha de desgaste que se acumula na lateral da pista quando a velocidade do ensaio é mais baixa, tornando o aspecto da superfície mais irregular, porém com uma velocidade mais alta ocorre uma maior formação destes óxidos e alguns acabam sendo incorporados a pista de desgaste conforme pode ser verificado na imagem de Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDX), na qual verifica-se a presença de oxigênio na trilha de desgaste para uma velocidade de 5 m/min, retratando a existência de óxidos nesta região.



Figura 24 - a) imagem trilha de desgaste b) EDX da superfície do ponto C ao D com velocidade de deslocamento de 0,48 m/min. (MO e ZHU, 2008)



Figura 25 - a) imagem pista de desgaste b) EDX da superfície do ponto E ao F com velocidade de deslocamento de 5,0 m/min. (MO e ZHU, 2008)

Estudos comparativos do comportamento tribológico entre os revestimentos de TiAIN e AICrN, também foram conduzidos visando estabelecer parâmetros diretos de comparação entre os dois revestimento.

De acordo com o analisado por Mo e Zhu (2009), a diferença no comportamento destes revestimentos está relacionado à sua capacidade de formação de óxidos com melhor desempenho tribológico. Comparando-se os resultados do coeficiente de atrito

dos revestimentos CrN com os revestimentos TiAIN e AICrN, contra uma esfera de Si₃N₄, tem-se que os valores iniciais para a amostra de TiAIN apresentam um valor mais baixo do coeficiente de atrito se comparado aos revestimentos AICrN e CrN, porém após atingir certa estabilidade verifica-se que o coeficiente de atrito do CrN mantém uma tendência de alta, ao passo que os revestimentos TiAIN e AICrN apresentam uma tendência de queda no coeficiente de atrito, conforme Figura 26. Este resultado pode ser atribuído ao tipo de comportamento dos detritos produzidos durante o teste. (MO e ZHU, 2009)



Figura 26 – Comparativo do Coeficiente de Atrito x Distancia do teste – para os revestimentos de CrN, AlCrN e TiAlN. (MO e ZHU, 2009)

Comparando-se também o perfil da trilha de desgaste dos três revestimento observa-se que, o revestimento CrN mesmo apresentando a menor dureza no revestimento se comprado ao revestimentos AICrN e TiAIN (Tabela 8), o mesmo apresenta um excelente desenho no quesito desgaste, um pouco melhor que o revestimento de AICrN porém muito superior ao revestimento TiAIN, Figura 27.Figura 27 - Perfil de desgaste dos revestimentos CrN, AICrN e TiAIN (MO e ZHU, 2009).

Revestimento	Rugosidade	Microdureza(HV _{50g})	Nanodureza	Módulo de
	Superf. (Ra) (mm)	(kgf/mm²)	(GPa)	Elasticidade (E)
				(GPa)
CrN	0,21±0,11	1700±60	20,7±5,3	485,4±85,50
AICrN	0,12±0,01	3106±48	32,5±6,5	568,4±68,1
TIAIN	0,14±0,02	3331±70	35,7±9,8	460,4±80,3
				(MO e ZHU, 2009)

Tabela 8 - Propriedades Mecânicas dos Revestimento CrN, AlCrN e TiAIN.



Figura 27 - Perfil de desgaste dos revestimentos CrN, AlCrN e TiAlN. (MO e ZHU, 2009)

Com base neste comportamento Mo e Zhu afirmam que apenas a dureza do revestimento não pode ser utilizada como parâmetro para medir o desempenho do mesmo com relação ao desgaste. O revestimento CrN mesmo tendo uma dureza menor que os demais, apresentou uma superfície da trilha mais suave, com menor desgaste, e apresentando uma boa remoção dos detritos. Para o revestimento AICrN o comportamento foi intermediário onde apresentou um desgaste mais acentuado que o CrN, porém bem inferior ao TiAIN, já o revestimento TiAIN apresentou um desgaste muito mais acentuado que as outras duas amostras, isto se deve principalmente ao tipo de desgaste apresentado, uma vez que o TiAIN, não apresentou a mesma

capacidade para remoção dos detritos apresentada pelo AlCrN e tendo os dois revestimentos durezas similares, esta grande diferença no desgaste pode ser característica de uma mudança no mecanismo de desgaste a que cada revestimento está sujeito, o AlCrN em função de sua boa remoção de resíduo, para isto deve ser considerado nesta análise os óxidos produzidos pelo desgaste que poderiam contribuir para este comportamento dos detritos, Figura 28 e Figura 29 (BUCHNER, *et al.*, 2011) (MO e ZHU, 2009)



Figura 28 - Comportamento dos detritos de AlCrN durante o ensaio tribológico. (MO e ZHU, 2009)



Figura 29 - Comportamento dos detritos de TiAIN durante o ensaio tribológico. (MO e ZHU, 2009)

Desta forma, conforme apresentado por Mo e Zhu (2009) o comportamento tribo-químico dos revestimentos e os óxidos formados por estes revestimentos

justificariam o comportamento diferenciado em relação ao desgaste. O revestimento AlCrN apresenta uma maior resistência a oxidação se comparado ao revestimento TiAIN, os óxidos de Cr e Al são formados em temperaturas elevadas e se comportam como uma camada de lubrificante reduzindo o atrito e o desgaste do revestimento, ao passo que os óxidos de Titânio TiO₂ são formados a temperatura ambiente e apresentam um coeficiente de atrito maior a temperatura ambiente. A partir daí, conclui-se que o comportamento diferenciado entre os revestimentos AlCrN e TiAIN, são decorrentes do comportamento tribo-químico de oxidação destes revestimentos, mais que de suas propriedades mecânicas, pois os óxidos de titânio. (MO e ZHU, 2009)

Outro trabalho apresentado por Li e Li et al. (2010) os autores realizam uma comparação do desempenho tribológico do revestimento TiAIN com diferentes percentuais de AI em diferentes temperaturas (400°C, 600°C e 800°C). Neste trabalho verifica-se que a composição química do revestimento Ti_{1-x}Al_xN com x variando de 0,18 a 0,88, conforme amostras produzidas, tem um importante papel no comportamento mecânico e tribológico do revestimento, pois conforme demonstrado no estudo valores na faixa de 0,57 < x < 0,65 apresentaram menor coeficiente de atrito, menor taxa de desgaste e também maior dureza superficial e estes valores repetirem-se para as temperaturas elevadas, porem tem-se uma redução da diferença entre o melhor e de mínimo e máximo apresentados pelo revestimento a medida que a temperatura da amostra é elevada, conforme Figura 30 e Figura 31. (LI, *et al.*, 2010)



Figura 30 - Coeficiente de Atrito do TiAIN com variação da composição e temperatura. (LI, *et al.*, 2010)



Figura 31 - Taxa de Desgaste do TiAIN com variação da composição e temperatura. (LI, *et al.*, 2010)

Segundo os autores o melhor desempenho tribológico é atribuído a uma combinação de fatores tais como a presença de uma fase dura de TiAIN e a formação de uma camada de transição durante o processo de desgaste e atrito sofrido pelo revestimento durante os ensaios. (LI, *et al.*, 2010)

4 METODOLOGIA

As amostras avaliadas são constituídas de disco de metal duro revestido com TiSiN/AICrN pelo processo de CAE/PVD.

Foram elaboradas inicialmente doze amostras de Metal Duro, que foram fornecidas pela empresa Fecial Industria e Comercio Ltda com as seguintes dimensões: diâmetro de 18,4 mm, e espessura de 5 mm (Figura 32). As amostras tiveram sua superfície retificada e posteriormente polidas com pasta diamantada de gramatura 6 µm para redução dos riscos do processo de retifica, não foi realizada a medição de rugosidade superficial das amostras porém as mesmas apresentavam uma superfície ausente dos riscos do processo anterior.

Estas amostras foram encaminhadas à empresa Oerlikon Balzers na unidade de São José dos Pinhais – PR, para aplicação do revestimento TiSiN/AlCrN comercialmente denominado Balinit Helica® que é produzido pelo processo de deposição física de vapor (CAE-PVD) pela empresa para aplicação em ferramentas de usinagem (Figura 33).

O revestimento obtido nas amostras apresenta uma configuração multicamada de TiSiN e AlCrN com espessura de referência informada pelo fornecedor de aproximadamente 3 µm sobre o substrato de Metal Duro.



Figura 32– Amostras Metal Duro sem revestimento.



Figura 33 – Amostras de Metal Duro revestidas com Helica.

4.1 TESTE DE ADESÃO (SCRATCH TEST)

Com o objetivo de avaliar a adesão do revestimento ao substrato, as amostras foram submetidas ao teste de adesão por riscamento, conforme ASTM C1624, realizado no equipamento CSM Revest Test-RST. O teste foi realizado nas amostras antes do ensaio tribológico e nas amostras após o ensaio tribológico a 500°C e 800°C.

Para obtenção dos resultados apresentados foi realizado um ensaio linear como carregamento progressivo sendo a carga inicial de 1 N e carga final de 150 N, o comprimento total do risco produzido foi de 3 mm com uma taxa de carregamento de 298 N/min e uma velocidade de deslocamento do indentador de 6 mm/min. O indentador utilizado nos testes foi do tipo Rockwell de diamante com um raio de 200 μ m

4.2 MICRODUREZA

Realizou-se medições de dureza com o microdurômetro Shimadzu modelo HMV-2T nos revestimentos analisados, sendo utilizado um indentador Knoop com geometria piramidal e ângulos de 172,5° e 130°. Foram realizadas várias medições com as seguintes cargas: 980,7 mN (100 gr), 1961 mN (200 gr), 2942 mN (300 gr), 4903 mN (500 gr), e 9807 mN (1000 gr). Tais medições com alteração de cargas foram realizadas para a identificação das variações da dureza do revestimento em função da penetração da indentação, pois a medida que o indentador penetra mais fundo no revestimento há uma redução da dureza do revestimento que começa a sofrer a influência do substrato. (OLIVER e PHARR, 2004)

4.3 ENSAIO TRIBOLÓGICO

Os testes tribológicos do revestimento foram realizados no tribômetro CSM High Temperature Tribometer (Figura 34) a metodologia adotada foi a denominada pino-no-disco, sendo utilizado como material no contra corpo uma esfera alumina de 6 mm de diâmetro e, no disco, as amostras objeto do estudo



Figura 34 - Tribômetro CSM.

Durante a realização do teste a amostra foi submetida a temperatura ambiente e as temperaturas de 500°C e 800°C para avaliação das mudanças nos mecanismos de desgaste apresentado. Os parâmetros utilizados no teste foram de velocidade linear de 5 m/min (8,33 cm/s), distância de 100 m e carga normal aplicada na esfera de 5 N.

4.4 MICROSCOPIA ÓTICA, ELETRÔNICA E EDS

Após a realização dos testes tribológicos as amostras foram analisadas no microscópio ótico Olympus modelo BX60F5.

Também foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura marca Tescan modelo Vega 3 para obtenção de imagens das trilhas bem como para realização dos ensaios de EDS para identificação dos elementos presentes na amostra e na pista de desgaste após os devidos ensaios

A microscopia eletrônica foi realizada primeiramente na superfície do revestimento onde foi identificada a trilha de desgaste nas diversas condições de execução dos testes tribológicos, sendo também realizada um ensaio de EDS, em linha de forma transversal à trilha de desgaste.

Também foi realizado a microscopia da seção transversal do revestimento onde utilizando-se o sinal de backscattering eléctron (BSE) verifica-se as diferentes camadas de deposição do revestimento

4.5 DRX

Foram realizados ensaios de Difração de Raio-X (DRX) afim de identificar os compostos presentes no revestimento bem como a estrutura cristalina do revestimento.

Os ensaios foram realizados no Difratômetro Shimadzu XRD-7000, sendo utilizado os seguintes parâmetros de varredura: Tensão do feixe – 40 kV; corrente de 30 mA, varredura do rasante, com faixa de leitura de 25 a 80 graus velocidade de deslocamento do leitor de 2 graus por minuto, as leituras foram realizadas utilizando-se ângulos de incidência do feixe de 0.5°, 1° e 2°.

5 RESULTADOS

A amostras revertidas foram ensaiadas no tribômetro CSM High Temperature Tribometer nas seguintes temperaturas: Temperatura Ambiente (TA), 500°C e 800°C, nas quais foram obtidos os gráficos de coeficiente de atrito para as diversas trilhas realizadas em cada temperatura, ver Figura 35.



Figura 35 – Imagem das trilhas de desgaste produzidas nas amostras após ensaios tribológicos nas temperaturas de 25 °C, 500 °C e 800 °C.

Após os testes tribológicos as amostras foram ensaiadas com relação a microdureza do revestimento, adesão do revestimento e medição do perfil de desgaste. Para finalizar, as amostras foram analisadas no microscópio eletrônico de varredura no qual foi realizada uma análise de EDS para identificação dos elementos presentes no revestimento e na trilha de desgaste em cada amostra submetida a cada temperatura.

Identifica-se nas imagens de microscopia eletrônica da seção transversal do revestimento, produzidas com uma ampliação de 20.000 vezes e no modo BSE, as linhas de separação das diferentes camadas do revestimentos fruto da deposição intercalada dos diferentes materiais TiSiN e AICrN que constituem o revestimento TiSiN/AICrN (multilayer). Imagens realizadas nas amostras que foram submetidas às temperaturas de 25°C, 500 °C e 800 °C não apresentaram uma mudança significativa nas diferentes camadas do revestimento, pois identifica-se claramente as linhas de separação das diferentes camadas depositadas para formação do revestimento. A espessura total do revestimento é de aproximadamente 3,5 µm e a espessura de cada

camada do revestimento é de aproximadamente 0,2 μm ou seja 200 nm, conforme Figura 36, Figura 37 e Figura 38



Figura 36 – Imagem de MEV da seção transversal do revestimento para amostra ensaiada à temperatura ambiente (25 °C).



Figura 37 - Imagem de MEV da seção transversal do revestimento para amostra ensaiada à temperatura de 500°C.



Figura 38 - Imagem de MEV da seção transversal do revestimento para amostra ensaiada à temperatutra 800°C.

Os ensaios de microdureza realizados nas amostras apresentam um comportamento similar para todas as amostras conforme apresentado na Figura 39. Tem-se uma redução da dureza em função da profundidade da indentação, isto é esperado, pois o substrato passa a ter cada vez mais influência na dureza do revestimento (BOURHIS, *et al.*, 2009). Os valores médios de dureza do revestimento na profundidade de um micrometro estão próximos a 25 GPa e a dureza do substrato na mesma profundidade está próxima a 13 GPa. Porem para a amostra que foram sujeitas e temperatura elevada a oxidação do revestimento principalmente do Ti com a formação de TiO₂ (Rutila), ocasiona um aumento da dureza do revestimento, este valor é atenuada à medida que o substrato passa a ter maior influência sobre a dureza do revestimento.

A análise comparativa entre os valores de dureza no revestimento e na trilha de desgaste, não demonstraram ter ocorrido mudança significativa na estrutura ou comportamento do revestimento em relação a dureza, visto que os valores de dureza obtidos na trilha estão muito próximos dos valores obtidos no revestimento fora da trilha de desgaste, pois poderia ter ocorrido alterações no revestimento provocadas

para aplicação da carga e temperatura durante os ensaios tribológicos, conforme Figura 40



Figura 39 – Comparação da variação da dureza do revestimento, medida a temperatura ambiente, com a profundidade da indentação após a realização dos ensaios tribológicos nas temperaturas de 25°C, 500°C e 800 °C.



Figura 40 - Comparação da variação da dureza do revestimento do revestimento na trilha de desgaste e fora da trilha de desgaste, com a profundidade da indentação após a realização dos ensaios tribológicos nas temperaturas de 500°C e 800 °C.

As amostras foram também ensaiadas com relação a adesão do revestimento ao substrato. Este ensaio foi realizado em todas as todas as amostras que foram submetidas a desgaste, com o objetivo de analisar possíveis mudanças na adesão do revestimento após as amostras terem sido submetidas a temperaturas elevadas durante a realização dos testes tribológicos. Os parâmetros de adesão obtidos nas amostras submetidas a temperaturas de 500°C e 800°C sofreram alguma variação se comparados aos valores de referência obtidos com a amostra em temperatura ambiente, porém não comprometeram a adesão do revestimento ao substrato a ponto de comprometer os resultados tribológicos. Esta variação deve ser melhor estudada em trabalhos futuros e com foco na adesão do revestimento ao substrato o que não é objetivo deste trabalho.

Os valores de LC obtidos para a indicação da falha do revestimento nos testes de risco para as diferentes amostras, verifica-se uma pequenas variação entre os valores obtidos das amostras que foram ensaiadas a temperatura ambiente (25°C) e as amostras que foram aquecidas a 500°C e 800°C

Conforme verifica-se nas figuras a seguir, o comportamento da curva de emissão acústica para o revestimento de Helica sobre metal duro é similar ao de um

material frágil conforme apresentado por Bull (1991), o revestimento apresenta trincas tensionais conforme Figura 15, Figura 16 e Figura 42, e não apresenta descolamento ou desplacamento, conforme Figura 41. (BULL, 1991)

A Figura 43 apresenta a imagem dos riscos produzidos pelo teste de riscamento nas amostras de acordo com a temperatura a que foram submetidas.

Verifica-se que não houve uma mudança significativa do comportamento do revestimento com relação a adesão ao substrato. A única mudança significativa observada entre os riscos realizados nas amostras após as mesmas serem submetidos a temperaturas elevadas foi a variação na carga crítica para falha total do revestimento.



Figura 41 – Scratch Test Amostra Temperatura Ambiente.



Figura 42 – Linha de Tensão Scratch Test.



Temp 800°C

Figura 43 - Scratch Test nas amostras submetidas a diferentes temperaturas.

Os resultados dos coeficientes de atrito e perfil desgaste das amostras apresentaram um comportamento diferente para as ostras ensaiadas a temperatura ambiente e 500°C se comparados com as amostras ensaiadas a 800°C.

O coeficiente de atrito (μ) das amostras a temperatura ambiente e a temperatura de 500°C, apresentaram um comportamento similar conforme verificado na Figura 44, a qual apresenta os valores médios dos coeficientes de atrito para as trilhas realizadas, onde tem-se um valor inicial de aproximadamente 0,15 e após percorrer aproximadamente 10 metros atingiu um valor praticante estável entre 0,50 e 0,55.

A amostra que foi submetida à temperatura de 800°C teve um comportamento diferenciado para o coeficiente de atrito, atingindo o valor próximo a 0,28 nos metros iniciais e permaneceu neste patamar, entre 0,25 e 0,30 durante o restante do teste.



Figura 44 – Variação do coeficiente de atrito durante os ensaios tribológicos nas temperaturas de 25°C, 500°C e 800°C.

A Figura 45 apresenta as imagens realizadas com microscópio ótico da trilha de desgaste.

Verifica-se que a amostra que foi ensaiada a temperatura ambiente praticamente não sofreu desgaste nem oxidação do revestimento tornando a identificação visual da trilha de desgaste mais difícil. As amostras que foram submetidas as temperaturas de 500°C e 800°C a identificação da trilha de desgaste pode ser feita mais facilmente em virtude da oxidação sofrida pela superfície quando submetida à estas temperaturas.

A amostra que foi submetida a temperatura de 800°C apresenta uma característica de remoção de material na trilha de desgaste, o que não foi identificado nas amostras sujeitas a temperaturas inferiores a esta.



Temp Amb

500°C

800°C

Figura 45 - Imagem microscópio ótico das trilha de desgaste das amostras após ensaio tribologicio nas temperaturas de 25°C, 500°C e 800°C.

Ao analisar os perfis das trilhas produzidas no ensaio verifica-se que o comportamento diferenciado entre as amostras ensaiadas em temperatura ambiente, 500°C e a 800°C. As amostras ensaiadas a temperatura ambiente e 500°C não sofreram desgaste significativo ficando a identificação da trilha muito mais visual em função das marcas produzidas na superfície da amostra do que pela remoção de material, ao passo que a amostra sujeita a temperatura de 800°C teve a formação de uma trilha onde identifica-se o desgaste da amostra, porém a profundidade não foi suficiente para comprometer o revestimento conforme verificado na Figura 46, na qual a profundidade máxima desgastada foi de aproximadamente 0,8 µm e o revestimento possui espessura de aproximadamente 3,5 µm.



Figura 46 – Perfil de desgaste das trilhas produzidas durante o ensaio tribológico na temperatura de 25°C, 500°C e 800°C.

Verifica-se que na trilha produzida no ensaio em temperatura ambiente não é identificada a presença de oxigênio nos diagramas de EDS ao longo da trilha conforme apresentado nas Figura 47 e Figura 48, também verifica-se que na trilha apresentada o tipo de desgaste é puramente abrasivo não apresentando outro tipo de falha ao longo da trilha que é identificada apenas pela mudança de sentido dos marcas apresentados na superfície no ponto onde foi realizado o ensaio tribológico, não se identifica presença de partículas de desgaste ao lado da trilha demonstrando a boa resistência do revestimento nestas condições desgaste.





Figura 47 – Imagem de microscopia eletrônica da trilha e diagrama EDS realizado ao lingo da linha na amostra ensaiada a temperatura ambiente (25 °C).



Figura 48 – Espectro de EDS com percentual de massa de cada componente – TA.

Para a amostra sujeita a temperatura de 500°C verifica-se a incorporação de oxigênio conforme apresentado no diagramas EDS (Figura 49 e Figura 50), visualizase o surgimento de algumas partículas de desgaste ao lado da trilha, porém o desgaste da trilha é praticamente nulo conforme Figura 46, e também verifica-se que não há uma grande mudança da composição do revestimento ao longo da trilha, conforme apresentado no ensaio de EDS Figura 49. Nesta condição verifica-se um aumento do AI e uma redução do Ti, isto deve-se ao pequeno desgaste apresentado pelo revestimento na região da trilha de desgaste, por se tratar de um revestimento Multicamada TiSiN/AICrN com espessura de camada de aproximadamente 0,2 µm, o desgaste na camada superficial de TiSiN não foi suficiente para expor a camada inferior mas foi suficiente para alterar a leitura realizada pelo EDS da composição do revestimento.



Figura 49- Imagem de microscopia eletrônica da trilha e diagrama EDS realizado ao lingo da linha na amostra ensaiada a temperatura de 500 °C.



Figura 50 - Espectro de EDS com percentual de massa de cada componente – 500°C.

Para a amostra ensaiada a temperatura de 800°C verifica-se que a mesma apresenta uma maior taxa de desgaste conforme verificado pelo perfil da trilha (Figura 46). Na imagem de microscopia eletrônica identifica-se uma maior presença de partículas de desgaste na lateral da trilha, o que confirma o perfil da trilha apresentado anteriormente. Analisando-se os diagramas de EDS verifica-se uma maior participação do elemento Al na trilha, isto deve-se principalmente ao desgaste da camada superficial do revestimento que é composta pelo revestimento TiSiN, comparando-se a espessura das camadas identificadas na imagem microscopia eletrônica da seção transversal que são de aproximadamente 0,2 µm (Figura 38), com valores de desgaste apresentados pelo revestimento quando submetido a uma temperatura de 800 °C e identificados na Figura 46. Verifica-se que o desgaste de 0,6 µm apresentado na trilha seria suficiente para a remoção da primeira camada o revestimento de TiSiN expondo a camada subsequente de AlCrN, isto justificaria o comportamento indicado pelo diagrama de EDS da composição química do revestimento em um seção transversal a trilha de desgaste. Também não se descarta a incorporação do material do contra corpo utilizado no ensaio tribológico que é uma esfera de Alumina (Al₂O₃) a trilha de desgaste, esta incorporação auxiliaria na alteração dos percentuais de Ti e Al verificados ao longo da linha transversal da trilha. De forma semelhante a verificada na amostra submetida a temperatura de 500°C temse a presença de oxigênio na trilha e no revestimento e os valores percentuais em massa de oxigênio são semelhantes nas duas amostras (500°C e 800°C) aproximadamente 20%, conforme Figura 50 e Figura 52.





Figura 51 - Imagem de microscopia eletrônica da trilha e diagrama EDS realizado ao lingo da linha na amostra ensaiada a temperatura de 800 °C.



Figura 52 - Espectro de EDS com percentual de massa de cada componente – 800°C.

Foram realizadas análises por DRX das amostras, conforme apresentado no capitulo 4.5 - DRX, onde é possível identificar os principais compostos e estruturas apresentadas pelo revestimento. Identifica-se principalmente a formação de TiO2 (Rutila) nas amostras que foram submetidas as temperaturas de 500 °C e 800 °C, conforme observa-se nas Figura 53 e Figura 54, onde há formação de novos compostos à medida que a amostra é submetida a temperaturas mais elevadas. Verifica-se também que com o aumento do ângulo de incidência uma maior intensidade dos sinais é obtida revelando melhor as estruturas presentes no

revestimento isto pode ser verificado analisando-se gráfico comparativo para a condição de 800 °C com a variação do ângulo de incidência conforme Figura 55.



Figura 53 - DRX Comparativo para revestimento Helica com ângulo de incidência de 0,5°, realizado nas amostras submetidas a temperatura de 25 °C, 500 °C e 800 °C.


Figura 54 - DRX Comparativo para revestimento Helica com ângulo de incidência de 2°, realizado nas amostras submetidas a temperatura de 25 °C, 500 °C e 800 °C.



Figura 55 - DRX Comparativo para revestimento Helica, realizado na amostra submetida à temperatura de 800 °C, com variação do ângulo de incidência do feixe de 0,5°, 1° e 2°.

6 CONCLUSÃO

Com base na revisão da literatura e nos dados obtidos dos ensaios conclui-se que, o revestimento de multicamada TiSiN/AICrN, apresenta um excelente desempenho a temperatura ambiente onde nas condições de realização dos testes o mesmo praticamente não apresentou desgaste e sua estrutura não sofreu alteração durante os teses tribológicos.

As amostra que foram submetidas a temperaturas mais elevadas tais como 500 °C e 800 °C tem-se como principal efeito a oxidação da superfície do revestimento, que na sequência de deposição conforme identificado pelo ensaio de EDS (Figura 52) sugere que esta camada inicial seja de TiSiN, este composto oxida com maior facilidade que o composto de AlCrN conforme descrito na bibliografia. Desta forma, principalmente na condição extrema de 800 °C ocorre formação de TiO2 (Figura 53 a Figura 55) que é removido da trilha de desgaste pelo contra corpo, promovendo um desgaste tribo-químico do revestimento (KATO e ADACHI, 2001). Isto é confirmado pelo perfil de desgaste que apresenta uma maior taxa de desgaste nestas condições se comparado ao desgaste nas condições de Temperatura ambiente e 500 °C onde praticamente não ocorreu desgaste do revestimento conforme apresentado na Figura 46.

O revestimento apresenta apenas uma oxidação superficial não ocorrendo aparentemente alteração ou difusão significativa nas camadas depositadas pois podese identificar claramente nas imagens realizadas no MEV a existência das diferentes camadas de composição do revestimento que são praticamente inalteradas com a variação da temperatura do ensaio.

Analisando-se os resultados dos ensaios de DRX também podemos verificar que ocorre a segregação do revestimento com o surgimentos de compostos de AIN, CrN e TiN, Si, além do TiO₂ (Rutila) citado anteriormente.

A redução do coeficiente de atrito para a amostra sujeita a temperatura de 800 °C em comparação as outras duas amostras, deve-se a formação de óxidos que atuam como lubrificantes sólidos na trilha de desgaste, reduzindo o coeficiente de atrito porém promovendo um maior desgaste dos corpos pela remoção destes óxidos da trilha de desgaste.

7 SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS

- Estudar o comportamento tribológico e de outros revestimentos comerciais nas mesmas condições de temperatura estudo realizado para o revestimento de TiSiN/AICrN.
- Estudar as causas da mudança do comportamento dos parâmetros dos teste de riscamento com a variação da temperatura a que o revestimento está submetido.
- Avaliar a possível difusão entre as camadas do revestimento após o mesmo ser submetidos a temperaturas elevadas e mudança da estrutura cristalina na seção transversal do revestimento em função desta possível difusão.

8 REFERÊNCIAS

ABEL, P. B.; FERRANTE, J. Surface Physics in Tribology. In: BHUSHAN, B. **Modern Tribology Handbook**. 1^a. ed. Boca Raton: CRC Press LLC, v. I, 2001. Cap. 1, p. 1728. ISBN 0-8493-8403-6.

ASTM - G99-05 - Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus. **American Society for Test Material**, 2010.

BALZERS, O. BALINIT® HELICA. **Oerlikon Balzers**, 2014. Disponivel em: http://www.oerlikonbalzerscoating.com/bbr/por/01-products-services/02-balinit-coatings/151-balinit-helica. Acesso em: mar. 2014.

BALZERS, O. Revestimentos BALINIT® - mais vantagem competitiva ao seu negócio.OerlikonBalzers,2015.Disponivelem:<http://www.oerlikonbalzerscoating.com/bbr/por/01-products-services/01-</td>advantages/indexW3DnavidW261.php>. Acesso em: 22 jan. 2015.

BALZERS, O. Tecnologia de Revestimento. **Oerlikon Balzers**, 2015. Disponivel em: http://www.oerlikonbalzerscoating.com/bbr/por/01-products-services/03-coating-technology/indexW3DnavidW261.php>. Acesso em: 22 jan. 2015.

BHUSHAN, B. (Ed.). Modern Tribology Handbook. [S.I.]: CRC Press LLC, v. 1, 2001.

BOURHIS, E. L.; GOUDEAU, P.; STAIA, M. H.; CARRASQUERO, E.; PUCHI-CABRERA, E. S. Mechanical properties of hard AlCrN-based coated substrates. **Surface & Coatings Technology**, 2009. 2961-2968.

BUCHNER, S.; MIKOWSKI, A.; LEPIENSKI, C. M.; FERREIRA, E. B.; ZANOTTO, E. D.; TORRES, R. D.; SOARES, P. Mechanical and tribological properties of a sintered glass-ceramic compared to granite and porcelainized stoneware. **Wear**, 2011. 875–880.

BULL, S. J. Failure Modes in Scratch Adhesion Testing. **Surface and Coating Technology**, n. 50, p. 25-32, July 1991.

CHANG, C. L.; CHEN, W. C.; TSAI, P. C.; HO, W. Y.; WANG, D. Y. Characteristics and performance of TiSiN/TiAIN multilayers coating synthesized by cathodic arc plasma evaporation. **Surface & Coatings Technology**, v. 202, p. 987–992, June 2007.

FOX-RABINOVICH, ; BEAKE, ; ENDRINO, J. L.; VELDHUIS, S. C.; PARKINSON, ; SHUSTER, ; MIGRANOV,. Effect of mechanical properties measured at room and elevated temperatures on the wear resistance of cutting tools with TiAIN and AlCrN coatings. **Surface & Coatings Technology**, p. 5738-5742, 2006.

FOX-RABINOVICH, ; ENDRINO, ; BEAKE, ; AGUIRRE, ; VELDHUIS, ; QUINTO, ; BAUER, C. E.; KOVALEV, ; GRAY,. Effect of temperature of annealing below 900 °C on structure, properties and tool life of an AITIN coating under various cutting conditions. **Surface & Coatings Technology**, p. 2985–2992, 2008.

GRZESIK, W. Advanced Machining Processes of Metallic Materials. 1°. ed. [S.I.]: Elsevier B.V., 2008. ISBN 978-0-08-044534-2.

HEDENQVIST, P.; HOGMARK, S. Experiences from scratch testing of tribological PVD coatings. **Trihology Internutional**, Great Britain, v. 30, p. 507-516, 1997.

KATO, K.; ADACHI, K. Wear Mechanisms. In: KATO, K.; ADACHI, K. **MODERN TRIBOLOGY HANDBOOK**. [S.I.]: Ed. CRC Press LLC, v. 2, 2001. Cap. 22.

KUTSCHEJ, K.; MAYRHOFER, P. H.; KATHREIN, M.; POLCIK, P.; MITTERER, C. A new low-friction concept for Ti1-xAlxN based coatings in high-temperature applications. **Surface & Coatings Technology**, 2004. 358–363.

LI, X.; LI, C.; ZHANG, Y.; TANG, H.; LI, G.; MO, C. Tribological properties of the Ti– Al–N thin films with different components fabricated by double-targeted co-sputtering. **Applied Surface Science**, v. 256, p. 4272–4279, 2010.

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

MO, J. L.; ZHU, M. H. Tribological oxidation behaviour of PVD hard coatings. **Tribology International**, n. 42, p. 1758–1764, 2009.

MO, J. L.; ZHU, M. H.; LEI, B.; LENG, Y. X.; HUANG, N. Comparison of tribological behaviours of AlCrN and TiAlN coatings—Deposited by physical vapor deposition. **Wear**, 2007. 1423–1429.

OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. Measurement of Hardness and Elastic Modulus by Instrumented Indentation: advances in Undeestanding and Refinements to Methodology. **Jornal of Material Research**, v. 19, Jan 2004.

PAIVA JR., J. M. F. D.; AMORIM, F. L.; TORRES, R. D.; SOARES, P. Evaluation of Hard Coating Performance in Drilling Compacted Graphite Iron (CGI). **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 22 (10), p. 3155–3160, October 2013.

STAPPEN, M. V.; STALS, L. M.; KERKHOFS, M.; QUAEYHAEGENS, C. State of Art for Industrial Use of Ceramic PVD Coating. **Surface and Coating technology**, 1995. 629-633.

TILLMANN, W.; MOMENI, S.; HOFFMANN, F. A study of mechanical and tribological properties of self-lubricating TiAIVN coatings at elevated temperatures. **Tribology International**, 2013. 324-329.

ZHOUA, Z.; LI, Z.; WANG, ; LIU, Y.; WU, Y.; ZHAO, M.; YIN, F. 700°C Isothermal Section of Al–Cr–Si Ternary Phase Diagram. **Thermochimica Acta**, 2014. 59– 65.