



UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA, INOVAÇÃO E
DESENVOLVIMENTO TECNOLÓGICO

COORDENADORIA DE PESQUISA E PÓS-
GRADUAÇÃO *STRICTO SENSU*

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA
E CIÊNCIAS DOS MATERIAIS

ANÁLISE DOS MODOS DE FALHA DO REVESTIMENTO
DE AlCrN DEPOSITADO POR PVD SOBRE H13

CAROLINE LUVISON

Caxias do Sul

2012

UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA, INOVAÇÃO E
DESENVOLVIMENTO TECNOLÓGICO
COORDENADORIA DE PESQUISA E PÓS-
GRADUAÇÃO *STRICTO SENSU*
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA
E CIÊNCIAS DOS MATERIAIS

ANÁLISE DOS MODOS DE FALHA DO REVESTIMENTO DE
AlCrN DEPOSITADO POR PVD SOBRE H13

CAROLINE LUVISON

Caxias do Sul

2012

CAROLINE LUVISON

**ANÁLISE DOS MODOS DE FALHA DO REVESTIMENTO
DE AlCrN DEPOSITADO POR PVD SOBRE H13**

“Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais da Universidade de Caxias do Sul, visando à obtenção do grau de Mestre em Engenharia e Ciência dos Materiais”.

Orientador: Prof. Dr. Carlos A. Figueroa

Co-orientador: Dr. Cesar Aguzzoli

Caxias do Sul, 12 de setembro de 2012.

Trabalho financiado pelo Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio Grande do Sul (FAPERGS).

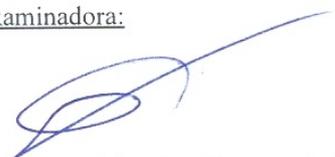
"Análise dos modos de falha do revestimento de AlCrN depositado por PVD sobre H13".

Caroline Luvison

Dissertação de Mestrado submetida à Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em Materiais da Universidade de Caxias do Sul, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência dos Materiais, Área de Concentração: Processamento e Simulação de Materiais.

Caxias do Sul, 21 de agosto de 2012.

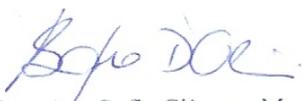
Banca Examinadora:



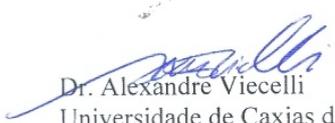
Prof. Dr. Carlos Alejandro Figueroa (orientador)
Universidade de Caxias do Sul



Prof. Dr. Cesar Aguzzoli (co-orientador)
Universidade de Caxias do Sul



Profa. Dra. Ana Sofia Climaco Monteiro de Oliveira
Universidade Federal do Paraná



Dr. Alexandre Viecelli
Universidade de Caxias do Sul



Profa. Dra. Maria Cristina Moré Farias
Universidade de Caxias do Sul

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Universidade de Caxias do Sul
UCS - BICE - Processamento Técnico

L976a Luvison, Caroline
Análise dos modos de falha do revestimento de AlCrN depositado por PVD sobre H13 / Caroline Luvison. 2012.
93 f. : il. ; 30 cm.

Dissertação (Mestrado) – Universidade de Caxias do Sul, Programa de Pós-Graduação em Materiais, 2012.
“Orientação: Prof. Dr. Carlos Alejandro Figueroa e
Co-Orientação: Prof. Dr. Cesar Aguzzoli”

1. Materiais - Testes. 2. Ferramentas de corte. 3. Aço para ferramentas. 4. Abrasivos. I. Título.

CDU : 620.1

Índice para catálogo sistemático:

1. Materiais - Testes	620.1
2. Ferramentas de corte	621.9.02
3. Aço para ferramentas	621.9.025.5
4. Abrasivos	621.921

Catalogação na fonte elaborada pela bibliotecária
Kátia Stefani – CRB 10/1683

*Dedico aos meus pais Domingo e Margarete,
e a minha filha Maria Eduarda.*

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, por me proporcionar saúde, sabedoria e persistência na busca de meus objetivos.

Agradeço imensamente a meus pais Domingo e Margarete, pelo suporte que sempre proporcionaram em minha caminhada. Por terem acreditado em mim, e por estarem sempre ao meu lado, mesmo em jornadas difíceis.

Agradeço a minha filha Maria Eduarda pelo amor incondicional, carinho, compreensão de minha ausência. Por ter dividido comigo momentos importantes apesar da distância.

Aos familiares e amigos pelas palavras de apoio, incentivo, carinho e dedicação.

Ao professor Dr. Carlos Alejandro Figueroa pela, orientação e oportunidade de compartilhar de seu conhecimento científico ao realizar este trabalho.

Agradeço a Professora Dr. Maria Cristina Moré Faria, Dr. Santiago Gorujeira Gallo e a Dr. Cíntia Lugnani Gomes de Amorim por suas amizades e ensinamentos, assim como os demais professores e funcionários que de uma forma ou outra contribuíram para meu crescimento acadêmico e pessoal.

Aos colegas de pós – graduação e bolsistas de iniciação científica, por suas amizades, companheirismo, em especial a Laricy.

A todos que direta ou indiretamente me ajudaram no desenvolvimento deste trabalho.

Finalmente, agradeço a FAPERGS e o CNPQ pelo apoio financeiro.

SUMÁRIO

1	Introdução.....	13
2	Revisão Bibliográfica.....	16
2.1	USINAGEM DE DESBASTE.....	16
2.1.1	<i>Retífica</i>	16
2.1.2	<i>Fresamento</i>	17
2.1.3	<i>Eletroerosão</i>	17
2.2	INTEGRIDADE SUPERFICIAL.....	19
2.2.1	<i>Textura superficial</i>	20
2.3	ACABAMENTO SUPERFICIAL.....	22
2.4	REVESTIMENTO DE ALCrN.....	23
2.5	MODOS DE FALHA.....	25
3	Técnicas de caracterização.....	30
3.1	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROSCOPIA DE RAIOS X POR DISPERSÃO EM ENERGIA (EDS).....	30
3.2	DIFRAÇÃO DE RAIOS X (DRX).....	32
3.3	DUREZA.....	35
3.3.1	<i>Microdureza - Vickers</i>	35
3.3.2	<i>Nanoindentação</i>	36
3.4	RUGOSIDADE.....	38
3.5	ADESÃO.....	40
3.6	ESPECTROSCOPIA DE FOTOELÉTRONS INDUZIDOS POR RAIOS X (XPS).....	40
3.6.1	<i>Características gerais</i>	40
3.6.2	<i>Medida da concentração atômica</i>	42

4	Métodos e técnicas	45
4.1	OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS	45
4.2	USINAGEM DAS AMOSTRAS: DESBASTE E ACABAMENTO	45
4.3	DEPOSIÇÃO DO REVESTIMENTO AlCrN	47
4.4	CARACTERIZAÇÃO DO SUBSTRATO E REVESTIMENTO	47
4.4.1	<i>Microestrutura, morfologia e composição química</i>	47
4.4.2	<i>Estrutura Cristalina</i>	48
4.4.3	<i>Dureza do substrato e revestimento</i>	49
4.4.4	<i>Rugosidade</i>	49
4.5	ADESÃO DO REVESTIMENTO AO SUBSTRATO.....	50
4.6	COMPOSIÇÃO QUÍMICA NA REGIÃO DAS FALHAS COESIVAS E ADESIVAS	50
5	Resultados e Discussões	51
5.1	CARACTERIZAÇÃO DO SUBSTRATO E DO REVESTIMENTO	51
5.1.1	<i>Microestrutura, morfologia e composição química</i>	51
5.1.2	<i>Difração de raios X</i>	52
5.1.3	<i>Dureza</i>	54
5.1.3.1	Substrato – H13	54
5.1.3.2	Revestimento - AlCrN	55
5.2	RUGOSIDADE.....	57
5.3	ADESÃO.....	61
5.3.1	<i>Modos de Falha – Ensaio de adesão Rockwell C</i>	61
5.3.2	<i>Cargas críticas – L_{C1} e L_{C2}</i>	65
5.3.3	<i>Composição química elementar nas regiões das falhas</i>	69
5.3.4	<i>Estrutura química das superfícies retificadas antes e após polimento com pedra enxofrada</i>	74

5.3.5	<i>Sequência de etapas que levam à falha do revestimento devido à contaminação por enxofre.....</i>	78
6	Conclusões.....	80
	Trabalhos Futuros.....	81
7	Referências Bibliográficas	82
8	Apêndice.....	89
	APÊNDICE A.I.....	89
9	Anexo	91
	PRODUTIVIDADE CIENTÍFICA.....	91

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Definição de erro de forma, ondulação, rugosidade e trinca. “adaptado de [14]” ..21	21
Figura 2 – Difratoogramas de AlCrN em diferentes concentrações de Alumínio [30].....24	24
Figura 4 – Padrão de trincamento para o teste de adesão Rockwell C [39].28	28
Figura 5 – Detalhes dos modos de falha: trincas e delaminação [o autor].29	29
Figura 6 – Representação esquemática da região de ionização gerada na interação do feixe de elétrons com a superfície “ adaptado de [50]”31	31
Figura 7 – Representação esquemática da difração [52].34	34
Figura 8 – Arranjo de um equipamento de difração de raios X [53].34	34
Figura 9 - Esquemas do penetrador Vickers e impressão provocada [57].36	36
Figura 10 - Representação esquemática da seção (em dois momentos de uma penetração) e a interpretação gráfica da profundidade do contato [59].37	37
Figura 11 - Representação esquemática da curva típica de carga (P) versus profundidade de penetração (h), e as interpretações gráficas. A grandeza S indica a rigidez [59].37	37
Figura 12 - Definição da rugosidade média, R_a [61].38	38
Figura 13 - Esquema de medição R_z [61]39	39
Figura 14 - Esquema de medição R_y [61]39	39
Figura 15 – Ilustração do efeito fotoelétrico.41	41
Figura 16 – Esquema do aparato experimental utilizado para XPS [63].42	42
Figura 17 – (a) Imagem de MEV em seção transversal do filme de AlCrN e substrato; (b) EDS do filme e (c) EDS do substrato.52	52
Figura 18 – Difratoograma de raios X das amostras de aço H13 usinadas por EDM, fresagem (FRE) e retífica (RET).53	53
Figura 19 – Difratoograma de raios X do revestimento de AlCrN.54	54
Figura 20 – Dureza Vickers do aço H13 para diferentes processos de usinagem de desbaste.55	55
Figura 21 - Curvas características de carga-descarga em uma profundidade de aproximadamente.....56	56
Figura 22 – Gotículas ocasionadas pela deposição por arco catódico analisando por MEV a superfície do revestimento.....56	56

Figura 23 – Comparação da rugosidade para o substrato com usinagem de desbaste (EDM), pra a amostra usinada e polimento com jato de granalha (EDM_5) e para a amostra usinada, com polimento e revestimento (EDM_5_revestimento).	57
Figura 24 – Gráficos de rugosidade referentes aos diferentes processos de usinagem de desbaste e seus respectivos polimentos + revestimento; a) EDM; b) RET e c) FRE.	60
Figura 25 – Imagens de microscopia eletrônica para os filmes depositados sobre o as amostras usinadas por eletroerosão.	62
Figura 26 – Imagens de microscopia eletrônica para os filmes depositados sobre as amostras usinadas por retífica.	63
Figura 27 – Imagens de microscopia eletrônica para os filmes depositados sobre as amostras usinadas por processo de fresamento.	64
Figura 28 – Valores da Carga crítica para as amostras usinadas por EDM, retífica e fresamento.	68
Figura 29 – Amostra usinada por EDM e polida com jato de granalha (EDM_5) mostrando o modo de falha do revestimento após ensaios com 45 kgf.	69
Figura 30 – (a) Amostra retificada com polimento eletrolítico (RET_1) mostrando o modo de falha do revestimento após ensaio com 200 kgf; (b) Espectro de EDS.	70
Figura 31 – (a) Imagem de MEV da amostra RET_1 após a indentação, onde foi realizado o mapeamento de EDS. (b), (c) e (d) mapas de EDS para, Cr, Al e Fe, respectivamente.	71
Figura 32 – (a) Amostra retificada polida com pedra enxofrada (RET_2) mostrando o modo de falha do revestimento após indentação com carga de 30 kgf; (b) Espectro de EDS.	72
Figura 33 – a) Amostra retificada polida com pedra enxofrada (RET_2) mostrando os modos de falha do revestimento após indentação com carga de 200 kgf; b) Espectro de EDS.	73
Figura 34 – (a) Imagem de MEV onde foi realizado o mapeamento de EDS. (b), (c), (d) e (e) mapas de EDS para S, Al, Cr, e Fe, respectivamente.	74
Figura 35 – Espectro de XPS da amostra usinada (retificada) da região 2p do S.	75
Figura 36 – Espectro de XPS da amostra usinada (retificada) polida com pedra enxofrada, da região 2p do S.	75
Figura 37 – Espectro de XPS da amostra usinada (retificada), da região 2p do Fe.	77
Figura 38 – Espectro de XPS da amostra usinada (retificada) polida com pedra enxofrada da região 2p do Fe.	77
Figura 39 – Sequência de etapas que levam à falha do revestimento devido à contaminação por enxofre. “*Adaptado de [7]” e [14].	79

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Desvios de formas da superfície técnica “adaptado de [19]”	22
Tabela 2 – Composição química do aço AISI H13.	45
Tabela 3 – Nomenclatura das amostras utilizadas para desenvolvimento deste trabalho.	46
Tabela 4 – Parâmetros de deposição do revestimento	47
Tabela 5 – Rugosidades das amostras usinadas e após polimento + revestimento.	59
Tabela 6 – Resultados dos ensaios de adesão por Rockwell C.....	65
Tabela 7 – Capacidade de suportar carregamento	66

RESUMO

Moldes, matrizes e ferramentas de corte estão sujeitos a altos esforços mecânicos e/ou tensões térmicas que, ao longo do tempo, produzem falhas nestes ferramentais. No processo de fabricação destas ferramentas, existem diversas etapas e, dentre elas, o acabamento superficial da peça influencia na adesão e pode colaborar na incidência de falhas nos revestimentos protetores, que geralmente são aplicados para condições de trabalho extremas. O objetivo deste estudo é analisar o efeito de diferentes abrasivos (lixas de papel e pedras abrasivas) e processos de preparação de superfície (decapagem por esferas de vidro e eletropolimento) nos mecanismos de falhas do revestimento. Amostras de aço AISI H13 foram submetidas a tratamento térmico de têmpera a vácuo e as suas superfícies foram preparadas com diferentes técnicas de polimento e finalmente revestidas com AlCrN por deposição física de vapor (PVD). Os filmes foram caracterizados por difração de raios X (DRX), nanoindentação, ensaios Rockwell, microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS) e espectroscopia de fotoelétrons induzidos por raio X (XPS). Os resultados de DRX mostraram picos de difração típicos do revestimento, sem vestígios do substrato. As indentações Rockwell revelaram diferenças nos modos de falhas do revestimento. As cargas críticas de ensaio (L_C) foram avaliadas após o trincamento do revestimento (L_{C1}) e após a delaminação (L_{C2}). Os substratos polidos com a pedra enxofrada apresentaram os valores de L_{C2} mais baixos quando comparados aos demais sistemas. A análise de EDS, realizada em regiões onde a delaminação ocorreu, revelou a presença de enxofre. O uso da técnica de XPS permitiu corroborar a presença de enxofre e estimar que o conteúdo deste elemento na superfície é de aproximadamente de 16% at. Portanto, a utilização de pedras de enxofradas antes da aplicação de revestimentos PVD não é recomendada e um mecanismo de delaminação é proposto.

ABSTRACT

Moulds, dies and cutting tools are subject to high mechanical stress and/or thermal stress that, over time, result in failure in such tooling. In the manufacturing process of such tools there are several steps and, among them, surface finishing has an influence in adherence and can generate failures in protective coatings that are generally used under heavy duty conditions. Consequently, the aim of this study is to evaluate the effect of different abrasives (sandpaper and abrasive stone) and different surface preparation processes (glass bead stripping and electropolishing) in the failure mechanisms of the coatings. AISI H13 steel samples were subject to vacuum quenching thermal treatment and the surfaces were prepared with different polishing techniques and finally coated with AlCrN by physical vapour deposition (PVD). The films were characterized by X-ray diffraction (XRD), nanoindentation tests, Rockwell tests, scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS) and X-ray induced photoelectron spectroscopy (XPS). XRD results evinced typical diffraction peaks for this coating without traces from the substrate. Rockwell indentations revealed differences in the coating failures modes. The critical loads (L_C) in the test were evaluated after coating cracking (L_{C1}) and after delamination (L_{C2}). The substrates polished by sulphur-impregnated grinding stone presented the lowest L_{C2} values when compared to the other systems. EDS analysis performed in the regions where delamination occurred revealed the presence of sulphur. The XPS technique corroborated the presence of sulphur and was used to estimate that the content of that element in the surface is about 16% at. Thus, the use of sulphur-impregnated grinding stone before the application of PVD coatings is not recommended and a delamination mechanism is proposed.

1 INTRODUÇÃO

O crescente desenvolvimento tecnológico gera uma constante busca por materiais com melhores propriedades e maior vida útil. Ao mesmo tempo, a prevenção de falhas de materiais em serviço é muito importante para evitar perdas catastróficas e definir a manutenção programada de componentes [1]. Para esta prevenção, além das características básicas do material, são necessários conhecimentos referentes ao processo de fabricação e às exigências das prioridades mecânicas do componente. O acabamento superficial é um parâmetro relevante que influencia nas propriedades mecânicas de sistemas substrato/revestimento e na aderência de filmes finos [2,3].

A maioria dos componentes mecânicos encontra-se sob ação de tensões que oscilam com o tempo, ou seja, as estruturas são submetidas a esforços cíclicos. Devido à oscilação da tensão, com o tempo, normalmente, essas estruturas se rompem com valores de tensão muito abaixo dos valores de limite de resistência (carregamento estático) suportados. Para este tipo de ocorrência dá-se o nome de falha por fadiga, sendo esta, uma das principais causas de falhas de componentes mecânicos. Além de depender diretamente do tipo de material, a fadiga dependerá fundamentalmente do processo de fabricação utilizado e da integridade superficial do componente [4,5].

A falha por fadiga se divide em dois estágios: nucleação e propagação de trincas. A maior parte da vida de um componente é consumida durante a nucleação da trinca. Depois de nucleada, a trinca tende a se propagar, inicialmente de forma estável e depois de forma instável, com a falha ocorrendo repentinamente. A resistência à fadiga de um componente pode ser alterada por fatores como integridade superficial, composição química, carregamento ao qual o componente está submetido e condições do ambiente de trabalho [6]. Um dos aspectos fundamentais na vida de componentes que trabalham sob tensões cíclicas é a sua

condição superficial. Vários estudos relacionam os processos de usinagem ao acabamento superficial [1-3]. Em geral, este acabamento é caracterizado pela rugosidade superficial, pela dureza e pela tensão residual superficial. Em função disso, as normas exigem acabamentos superficiais dentro de certos limites.

Um grande esforço, de muitos grupos de pesquisas da área de ciência e engenharia de superfícies, tem sido melhorar e controlar a aderência entre a camada depositada e o substrato. Na maioria das aplicações, a aderência do revestimento ao substrato é fundamental para o desempenho dos componentes e o tempo de vida das peças. A presença de camadas de material refundido ou de impurezas facilita a nucleação e propagação de trincas e diminui a aderência dos revestimentos podendo provocar a delaminação [7,8].

Este trabalho tem como objetivo geral analisar os modos de falha do revestimento de AlCrN depositado sobre o aço AISI H13. E tem como objetivos específicos:

- 1) Avaliar a micro estrutura, composição química e dureza do sistema substrato/revestimento.
- 2) Avaliar a influência dos processos de usinagem de desbaste e de acabamento na rugosidade das amostras.
- 3) avaliar a adesão do revestimento de AlCrN no substrato de AISI H13, por modos de falhas e cargas críticas, em função dos diferentes processos de usinagem.

As amostras revestidas, obtidas neste trabalho, foram analisadas pelas técnicas de difração de raios X (DRX) para identificar as fases cristalinas formadas na superfície do material e ensaios de nanoindentação para avaliação da nanodureza do revestimento. Ensaio de indentação usando uma ponta do tipo Rockwell C foram executadas, visando criar falhas nas superfícies revestidas. A microestrutura, morfologia, análise química, modos de falhas e cargas críticas resultantes no sistema revestimento-substrato, foram avaliados após ensaios de indentação, por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de raios X por

dispersão em energia (EDS). A estrutura química das superfícies antes e após polimento com pedra enxofrada, em particular dos elementos químicos S e Fe, foi estudada através da espectroscopia de fotoelétrons induzidos por raios X (XPS), sendo proposto um mecanismo de delaminação.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Usinagem de desbaste

A usinagem é um dos mais antigos e utilizados processos de fabricação de peças. Sua finalidade é atender às exigências de qualidade e precisão cada vez maiores em componentes. São considerados processos de usinagem, aqueles que envolvem a transformação de uma peça em um produto, através da remoção de material sob a forma de cavaco (porção de material da peça retirada pela ferramenta, caracterizando-se por apresentar formas irregulares) [9].

O processo de usinagem é dividido em dois grandes grupos: usinagem de desbaste, utilizada para confeccionar a peça, e usinagem de acabamento, responsável por obter as dimensões finais, o acabamento fino da peça. A maioria dos materiais metálicos pode ser usinado, independente de suas características estruturais.

Torneamento, fresamento, furação, brunimento, lapidação, retífica, são exemplos de processos de usinagem de desbaste convencionais; usinagem com jato d'água, eletroquímica, por laser e eletroerosão são processos especiais de usinagem de desbaste, os quais surgiram para suprir necessidades específicas, e ao longo dos anos tornaram-se mais competitivos.

2.1.1 Retífica

A retífica é um processo de usinagem que consiste na remoção de material da peça mediante abrasivo. O abrasivo é constituído de grãos duros e cortantes. Cada grão abrasivo da superfície do rebolo funciona como uma ferramenta de corte. Quando uma superfície abrasiva em movimento entra em contato com a peça, sendo a força alta o bastante, o material é removido da peça e o rebolo se desgasta [10]. Estes dois fatores sempre irão ocorrer, contudo,

o nível da força determina o quão rápido serão as taxas de remoção de material, qual será a rugosidade resultante, e se a peça será metalurgicamente danificada ou não [11].

Ao contrário dos processos de fabricação com ferramenta de geometria definida, na retífica a remoção do cavaco é realizada por uma infinidade de arestas de corte geometricamente não definidas, que removem cavacos muito pequenos de material, motivo pelo qual o acabamento superficial da peça é geralmente melhor que o obtido por outros processos de usinagem, tais como torneamento e fresamento [11].

2.1.2 Fresamento

O fresamento se caracteriza por ser uma operação, em que a ferramenta cortante é denominada de fresa e é provida de gumes cortantes dispostos simetricamente em torno de um eixo, O movimento de corte é proporcionado pela rotação em torno deste eixo. Já o movimento de avanço, geralmente, é feito pela peça em usinagem, que está fixada na mesa da máquina e obriga a peça a passar sobre a ferramenta em rotação, que lhe confere as formas e dimensões desejadas [9,12].

Além disso, pode se caracterizar por ser um processo de usinagem no qual a remoção de material da peça se realiza de forma intermitente, pelo movimento rotativo da ferramenta, geralmente multicortante (isto é, com múltiplos gumes de corte), gerando superfícies das mais variadas formas [11-14]. Este tipo de usinagem é predominante na maioria dos moldes em função de sua abrangência e características de forma dos produtos a serem injetados.

2.1.3 Eletroerosão

A usinagem por eletroerosão, *Electro Discharge Machining* (EDM), se caracteriza por ser um processo não convencional de usinagem. Este processo é utilizado em situações em

que geometrias complexas têm que ser usinadas em materiais de elevada dureza. No entanto, ele gera uma superfície pobre em propriedades mecânicas com altas tensões residuais, alta rugosidade, presença de microtrincas e trincas. Estas características podem variar de acordo com os parâmetros de processo [15,16].

Milhares de descargas elétricas são produzidas em uma fração de segundos, entre o eletrodo (cátodo) e a peça (anodo), para erodir certo volume de metal. Cada descarga elétrica produz uma pequena cratera pela fusão e vaporização do material, reproduzindo desta forma, a geometria do eletrodo na peça [16]. Quando o espaço entre a peça e a ferramenta é diminuído até uma distância determinada, o dielétrico passa a atuar como condutor, formando uma “ponte” de íons entre o eletrodo e a peça. Produz-se, então, uma centelha que superaquece a superfície do material dentro do campo de descarga, fundindo-a. Uma pequena quantidade de material é expelida violentamente da superfície fundida e o restante líquido resolidifica [17].

O processo de erosão ocorre simultaneamente na peça e no eletrodo. Com ajustes convenientes da máquina, é possível controlar a erosão, de modo que se obtenha até 99,5% de erosão na peça e 0,5% no eletrodo. A distância mínima entre a peça e a ferramenta, na qual é produzida a centelha, é chamada de GAP (gap = folga) e depende da intensidade da corrente aplicada. O GAP é o comprimento da centelha. O tamanho do GAP pode determinar a rugosidade da superfície da peça. Com um GAP alto, o tempo de usinagem é menor, mas a rugosidade é maior. Já um GAP mais baixo implica maior tempo de usinagem e menor rugosidade de superfície [15].

As partículas fundidas, desintegradas na forma de minúsculas esferas, são removidas da região por um sistema de limpeza e, no seu lugar, fica uma pequena cratera. O dielétrico, além de atuar como isolante participa desta limpeza e ainda refrigera a superfície usinada [16]. A duração da descarga elétrica e o intervalo entre uma descarga e outra são medidos em

microssegundos e controlados por comandos eletrônicos. Descargas sucessivas, ao longo de toda a superfície do eletrodo resultam na usinagem da peça [15,17]. A frequência das descargas pode alcançar até 200 mil ciclos por segundo. Na peça fica reproduzida uma matriz, que é uma cópia fiel do eletrodo, porém invertida.

2.2 Integridade superficial

A integridade superficial é descrita como uma medida da qualidade da superfície usinada, vinculada às alterações produzidas numa camada superficial durante a fabricação e ao acabamento da peça que é dimensionada pela rugosidade, tolerância dimensional, entre outros [18]. Conseguir-se a integridade superficial desejada através da seleção e do controle dos processos de fabricação, estimando os seus efeitos sobre as propriedades dos materiais utilizados e o comportamento da superfície em serviço.

O processo de fabricação, em especial o de usinagem, é determinante na integridade superficial que se deseja alcançar. Alguns problemas têm sido identificados em função do processo de usinagem: superaquecimento, queima, microtrincas, irregularidades superficiais, alterações metalúrgicas incluindo distorções microestruturais, tensões residuais e redução da vida em fadiga. Tais alterações ocorrem devido ao ciclo térmico mecânico. Já transformações da microestrutura e deformações mecânicas ocorrem durante o corte. Os efeitos térmicos podem produzir tensão residual de tração, enquanto os efeitos mecânicos, uma tensão residual de compressão. Em condições críticas de corte, camadas superficiais alteradas mais espessas são geradas; condições mais suaves geram uma pequena camada alterada. Cada parâmetro de corte influencia na integridade superficial de uma maneira diferente [9,11].

Praticamente todos os processos de fabricação por arranque de material são responsáveis pelo surgimento de danos na integridade superficial das peças. Os danos mais comuns, geralmente são produzidos por uma retífica muito severa, ocasionando uma queima

na superfície da peça. Entretanto, outros processos de arranque como o fresamento, por exemplo, também geram danos nas peças usinadas [9].

As condições de formação do cavaco têm grande influência no grau de deformação e endurecimento da superfície usinada. Alguns pesquisadores demonstraram também que a camada superficial das peças usinadas apresenta tensões residuais, provavelmente devido ao efeito combinado do calor com a deformação plástica do material sob a ação da ferramenta de corte. Estas tensões residuais, que em casos extremos, podem ir até a tensão de ruptura do material, afetam a resistência à fadiga das peças usinadas [18,19].

As camadas logo abaixo da superfície são as que se relacionam com a integridade superficial. As alterações físicas geram diferentes propriedades tecnológicas que naturalmente exercem grande influência no desempenho funcional de uma peça técnica, principalmente relacionada à vida de um componente [20].

2.2.1 Textura superficial

Todas as peças usinadas apresentam irregularidades superficiais que têm origem durante o processo de fabricação. Estas irregularidades estão relacionadas ao processo de formação do cavaco e das deformações ocorridas devido à ação do gume da ferramenta, como as marcas de avanço. A diferença entre essas irregularidades se dá, pela relação da distância entre elas e a sua profundidade. A Figura 1 mostra essa relação:

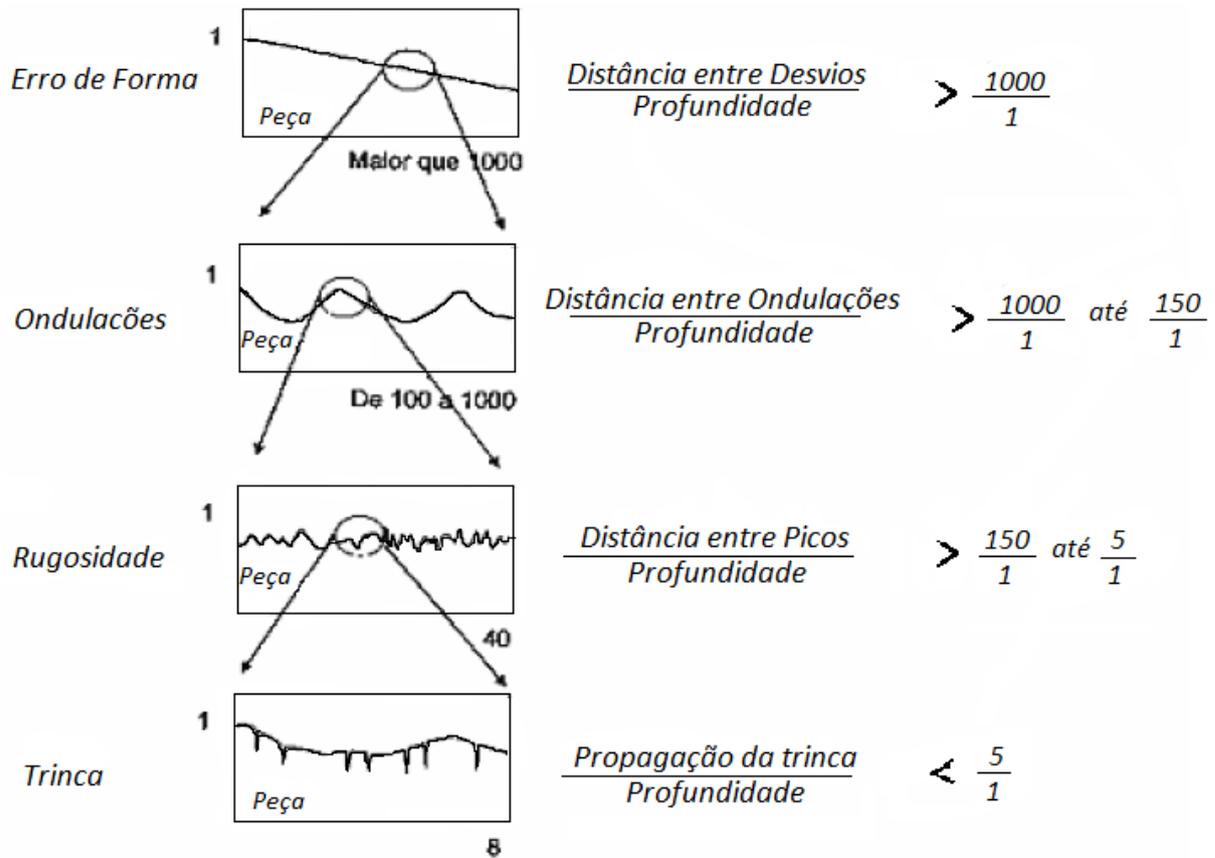


Figura 1 - Definição de erro de forma, ondulação, rugosidade e trinca. “adaptado de [14]”

A qualidade da superfície influi diretamente sobre a capacidade de resistência à corrosão, à fadiga, ao desgaste e ainda define o atrito. Para as peças submetidas a esforços ou condições de trabalho crítico, o acabamento deverá ser melhor do que para as peças auxiliares. Os engenheiros de fabricação podem estimar aproximadamente o acabamento que o processo irá fornecer, conhecendo o material, a máquina-ferramenta, a ferramenta de corte, o fluido e os parâmetros de corte [20]. Por esse motivo, a medição do acabamento por meio da rugosidade, tem sido essencialmente usada para monitorar a estabilidade do processo. [20,21].

A rugosidade não pode ser o único critério para avaliar a qualidade superficial, tampouco ser o único critério para a seleção dos parâmetros de corte. É necessário levar em consideração os efeitos provocados pela usinagem na integridade da superfície manufaturada [21]. Na Tabela 1, estão relacionados os desvios de forma apresentados pelas superfícies

técnicas, bem como exemplos de onde são encontradas tais superfícies [19]. Em todos os casos, as superfícies resultantes são provenientes de seu processo de fabricação.

Tabela 1 – Desvios de formas da superfície técnica “adaptado de [19]”.

Desvios de forma (representado numa seção do perfil)	Exemplos para tipos de desvios	Exemplos para origem de desvios
1ª ordem: Erro de forma 	Não plano Ovalado	Defeitos nas guias das máquinas ferramentas; deformação por flexão da máquina ou da peça; fixação errada da peça; deformações devido à temperatura, desgaste.
2ª ordem: Ondulação 	Ondas	Fixação excêntrica ou defeito de forma de uma fresa; vibrações da máquina ferramenta, da ferramenta ou da peça.
3ª ordem: Rugosidade 	Ranhuras	Forma do gume da ferramenta; avanço ou profundidade de corte.
4ª ordem: Rugosidade 	Estrias Escamas Ressaltos	Processo de formação do cavaco (cavaco de arrancado, cavaco de cisalhamento, gume postiço); jateamento de areia; tratamento galvânico.
5ª ordem: Rugosidade Não mais representável graficamente em forma simples.	Estrutura	Processo de cristalização, modificação da superfície por ação química (ex. decapagem), processos de corrosão.
6ª ordem: Rugosidade Não mais representável graficamente em forma simples.	Estrutura Reticulada do Material	Processos físicos e químicos da estrutura do material; tensões e deslizamentos da rede cristalina.

2.3 Acabamento superficial

Normalmente, as peças mecânicas possuem especificações de projeto que definem o tipo de acabamento superficial que precisam ter para trabalhar, oferecendo o nível de qualidade necessário à operação [22]. Processos de usinagem de acabamentos, geralmente são realizados após os processos de usinagem de desbaste para atender a estas especificações. Existem inúmeros processos de acabamento superficial: polimentos, esmerilhamento,

jateamento, são alguns exemplos. Por esse motivo, é de fundamental importância a medição dos acabamentos superficiais, no entanto, há poucos estudos sobre a influência do mesmo nas propriedades mecânicas dos produtos [12,20]. Neste trabalho alguns processos de acabamento são abordados.

O processo de lixamento trata-se de uma usinagem com grãos abrasivos, fixos por um adesivo a um substrato. O alto nível de habilidade e destreza necessárias para executar essa operação, a falta de dados sobre os parâmetros, bem como as características da superfície polida, tornam esse procedimento difícil de ser automatizado. Após o lixamento, a amostra deve ser polida para a obtenção de uma superfície com baixa rugosidade. Para o polimento dos metais em geral, recomenda-se como abrasivo a alumina (óxido de alumínio (Al_2O_3)), ou a pasta de diamante [22].

O polimento eletrolítico ocorre por dissolução anódica de um metal em um eletrólito. Uma corrente elétrica faz com que uma camada muito fina da amostra seja retirada pelo eletrólito, resultando numa superfície espelhada. Os eletrólitos mais utilizados em metais são compostos de ácidos fortes misturados [23].

O jateamento é um processo de trabalho a frio que deforma plasticamente a superfície da peça, através do impacto de pequenas partículas (metálica, esferas de vidro, areia) projetadas por um jato. A deformação plástica provocada pelo processo melhora o acabamento superficial, eliminando possíveis imperfeições [24].

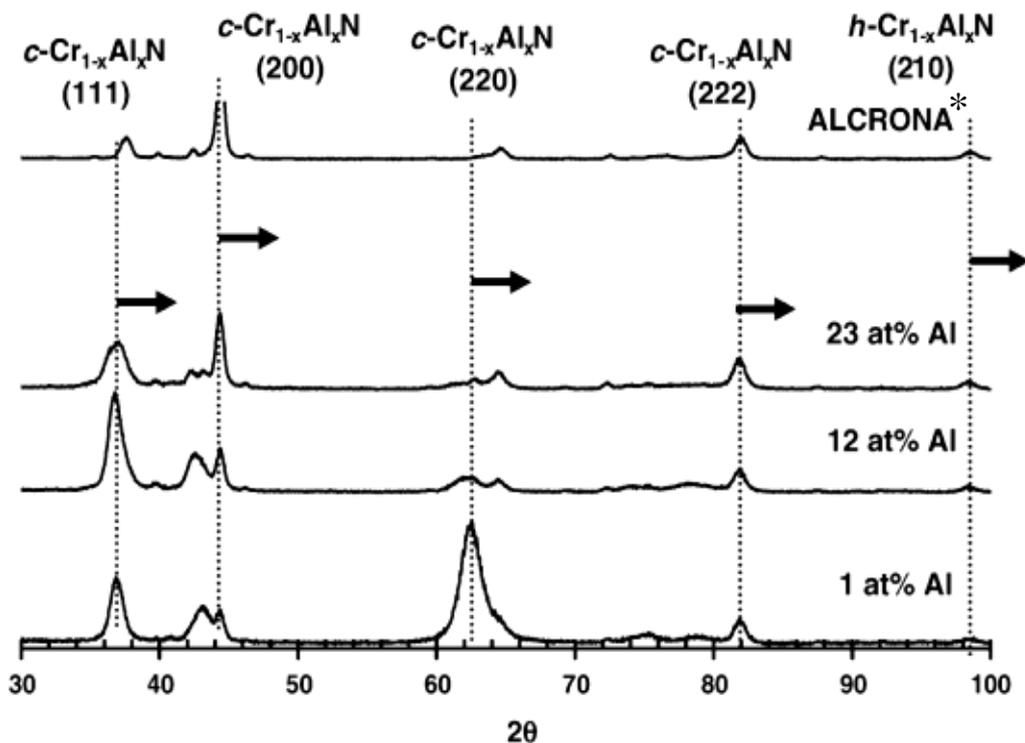
2.4 Revestimento de AlCrN

Revestimentos protetores baseados em filmes finos de nitretos têm sido extensivamente empregados em diversas aplicações tribológicas, aumentando o desempenho de ferramentas de corte e conformação frente à corrosão, desgaste e abrasão [25,26]. A adição de um segundo metal a nitretos binários tem sido investigada, pois interferem na dureza,

estrutura cristalina, parâmetro de rede e microestrutura dos revestimentos. O alumínio, em particular, tem se mostrado um metal promissor [27].

A adição de alumínio em revestimentos CrN aumenta a dureza e a resistência ao desgaste em relação ao revestimento convencional. Além das propriedades mecânicas, a estabilidade térmica e o comportamento frente à corrosão também são melhorados [28,29].

A estrutura cristalina dos filmes AlCrN sofre modificações de acordo com o teor de alumínio do revestimento. Para teores de alumínio variando de 0 a 60% at. a estrutura é *cfc*- $\text{Al}_x\text{Cr}_{1-x}\text{N}$. Entre 60 e 70% at. ocorre a mudança da estrutura cristalina cúbica para uma estrutura hexagonal, com composição química correspondente a *hcp*- $\text{Al}_x\text{Cr}_{1-x}\text{N}$, como pode-se observar na Figura 2 [30-32]. Uma das vantagens dos revestimentos ternários AlCrN é a estabilização estrutural da fase cúbica (*cfc*- $\text{Al}_x\text{Cr}_{1-x}\text{N}$) em altas concentrações de alumínio. Com aproximadamente 60% at. Al as fases cúbicas e hexagonal coexistem [30].



*ALCRONA: nome dado ao revestimento industrial de AlCrN, com 70% at. Al.

Figura 2 – Difratomogramas de AlCrN em diferentes concentrações de Alumínio [30].

2.5 Modos de falha

Todo componente ou elemento mecânico é projetado para resistir a esforços decorrentes das condições normais de operação. Se as condições reais de uso forem mais severas do que as consideradas no projeto ou ocorrer alguma alteração durante o processo de fabricação, o componente poderá falhar.

Falha, (defeito, desarranjo, ato ou efeito de falhar) é a perda de função ou desempenho de um equipamento. Modo é a forma ou maneira de ser ou manifestar-se uma coisa. Assim, pode-se definir modo de falha como sendo: “a forma de defeito”, “maneira com que o item falha ou deixa de apresentar o resultado desejado ou esperado”, é um estado anormal de trabalho, a forma que o componente deixa de executar sua função ou desobedece as especificações, resultando em uma perda funcional sobre um sistema [33].

Logo, as falhas apresentadas pelas matrizes não apenas reduzem a vida útil das ferramentas, mas podem resultar em produtos com condições superficiais intoleráveis. A crescente demanda da indústria por menores custos, maior produtividade e melhor qualidade estão entre as justificativas para buscar maneiras de incrementar o desempenho de matrizes [34]

Do ponto de vista funcional, a capacidade de um revestimento permanecer unido ao substrato em determinadas condições de serviço é fundamental. Segundo o dicionário Aurélio, a adesão é definida como “a atração entre dois corpos sólidos ou plásticos, com superfícies de contato comuns, e produzida pela existência de forças atrativas intermoleculares de ação a curta distância”. Do ponto de vista físico-químico, de acordo com a ASTM (American Society for Testing and Materials), a adesão é definida como a condição pela qual duas superfícies estão unidas por forças de valência, como também de fatores mecânicos relativos à morfologia da interface revestimento-substrato, que determinam macroscopicamente uma força de união entre o revestimento e o substrato ou por ambos [35-38].

O conjunto revestimento-substrato comporta-se como um único sistema mecânico que reage sob deformações produzidas por solicitações externas em condições de serviço. Tornando possível, a ocorrência de falhas mecânicas no sistema do tipo coesiva (falhas no revestimento ou no substrato) ou falhas do tipo adesiva (falhas na interface) [7,38].

Embora seja de extrema importância, a adesão é uma das propriedades menos entendidas. Em parte, isso ocorre pela falta de métodos adequados para medi-la quantitativamente, o que dificulta a verificação de modelos teóricos para a sua análise [39].

A Esclerometria linear (“scratch test”) é um ensaio mecânico quantitativo muito utilizado para medir a adesão. O ensaio consiste no deslizamento de um indentedor (penetrador ou ponta, normalmente de diamante), pressionado com uma determinada força normal (constante ou crescente) à superfície da amostra, como indicado na Figura 3. **Erro! Fonte de referência não encontrada.** O deslizamento da ponta pode produzir ou não trincamento ou delaminação do material, dependendo dos níveis de força normal aplicados [40]. A força que se opõe ao movimento tangencial da ponta (força de atrito) e a força normal são medidas por meio de seus respectivos sensores.

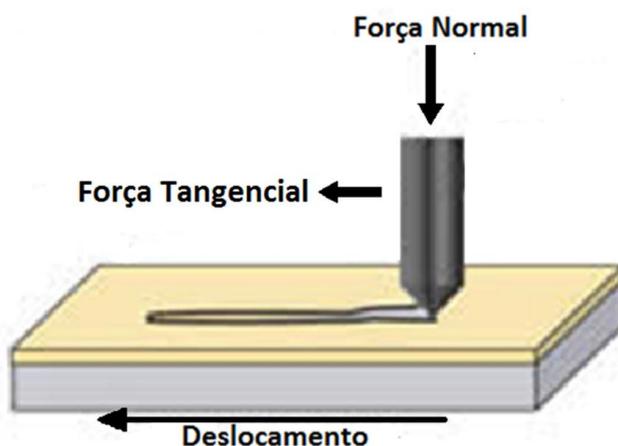


Figura 3 – Representação do ensaio de nanoesclerometria instrumentada.”adaptado de [41]”.

Após os ensaios, com o auxílio de um microscópio determina-se a carga crítica para a falha coesiva (L_{C1}) e a carga crítica para a falha adesiva (L_{C2}) dos revestimentos. Para L_{C1} , a falha coesiva ocorre devido ao surgimento de trincas nos revestimentos e ou falha adesiva entre os filmes monocamadas que compõem os revestimentos multicamadas. Para L_{C2} a falha adesiva corresponde à delaminação do substrato[39,40].

A indústria necessita de testes de adesão quantitativos cada vez mais simples, reprodutíveis. Estudos mencionam a possibilidade da avaliação qualitativa da adesão de um filme através de testes de indentação [39, 42,43]. Em um estudo realizado por Heike et al. (1995), comparou-se diferentes teste de adesão: esclerometria linear, o teste de impacto e o ensaio de adesão Rockwell C e verificou-se que todos os testes apresentaram resultados semelhantes.

A adesão do revestimento tem sido avaliada industrialmente por uma técnica conhecida com “ensaios de adesão Rockwell C” [39]. Neste método, é utilizado um indentedor cônico (padrão Rockwell C), que após aplicação de uma carga máxima de 150 kgf (1471 N), pode gerar microtrincas laterais ao contorno da impressão de indentação, que podem ser visualizadas por microscopia ótica. A adesão do filme ao substrato é classificada de acordo com um estudo comparativo dessas trincas e os padrões, indicados na Figura 4. Os padrões HF1 a HF4 representam morfologias típicas de revestimentos com boa adesão. Já os padrões HF5 e HF6 evidenciam um aspecto de delaminação do filme, sendo considerada adesão insuficiente [39,44].

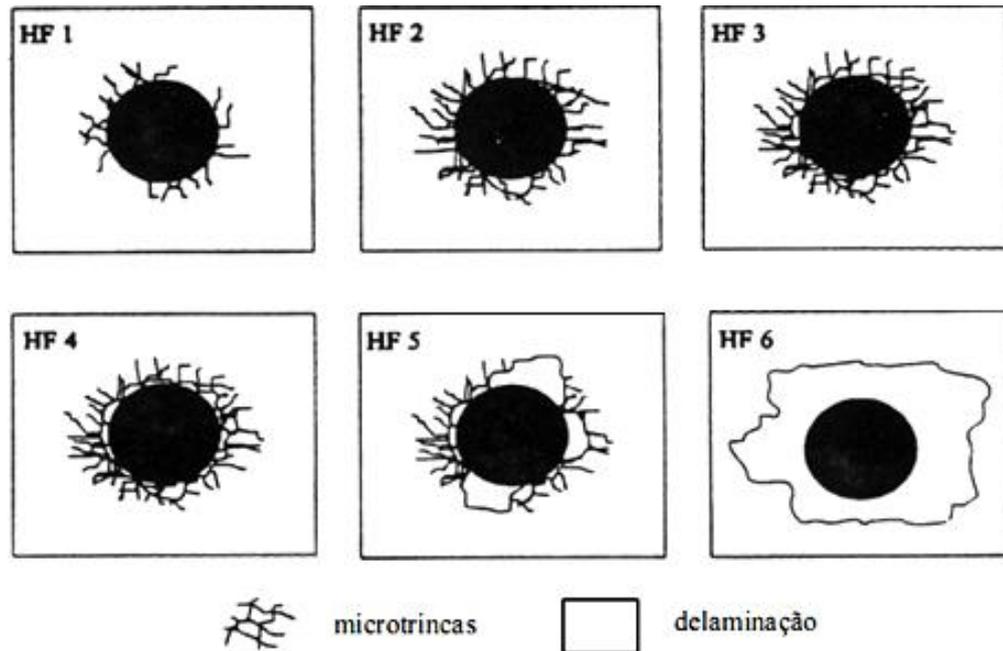


Figura 3 – Padrão de trincamento para o teste de adesão Rockwell C [39].

As grandes vantagens da aplicação deste método são o baixo custo e a facilidade operacional, sendo o método preferencialmente utilizado no controle de qualidade de revestimentos na indústria. Este teste de adesão por indentação foi desenvolvido na Alemanha e padronizado na VDI guidelines 3198 (1991) e pela Associação de Normas DIN [39].

Recco et al. (2006) e Franco J. et al. (2009) ainda determinaram a adesão do revestimento sobre o substrato pelo método de indentação Daimeler-Benz utilizando um indentador Rockwell C. Diferentes cargas de indentação foram aplicadas (entre 15 kgf e 250 kgf). E as cargas críticas (L_C) foram avaliadas para o trincamento (L_{C1}) e para a delaminação (L_{C2}) do revestimento, da mesma forma como é realizada na esclerometria linear [45,46].

A Figura 5 resume os três modos de falhas mais importantes que podem ser observados após ensaios Rockwell: trincas radiais, trincas circulares e delaminação. Em alguns casos, a dureza do substrato é usada como indicador do tipo de trinca que se propagará após o teste de indentação. Vários estudos mostram que substratos macios, isto é, de baixa

dureza, favorecem a propagação de trincas circulares nos filmes, enquanto trincas radiais ocorrem principalmente quando se tem substratos de maior dureza [47,48].

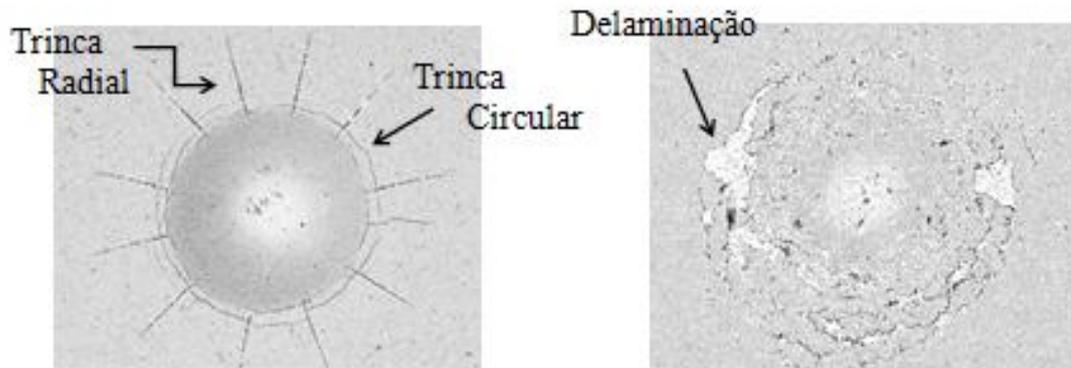


Figura 4 – Detalhes dos modos de falha: trincas e delaminação [o autor].

3 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

Neste trabalho foram utilizadas diversas técnicas de análises, destrutivas e não destrutivas. Por conseguinte, nesta seção do trabalho são descritos os mecanismos de funcionamento das técnicas usadas para a caracterização das amostras realizadas.

3.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS)

O uso da técnica de microscopia eletrônica de varredura vem se tornando mais frequente por fornecer informações de detalhe, com aumentos de até 300.000 vezes. A imagem é formada pela incidência do feixe de elétrons na amostra, que promove a emissão de elétrons secundários, retroespalhados, Auger e absorvidos, assim como de raios X característicos e de catodoluminescência. A imagem eletrônica de varredura representa, em tons de cinza, o mapeamento, e a contagem, dos elétrons secundários (SE) e elétrons retroespalhados (BSE), emitidos pelo material analisado [49].

A resolução obtida em imagens de SE corresponde ao diâmetro do feixe de elétrons incidente (Figura 6), e que pode variar de acordo com as especificações do equipamento utilizado na análise. Outro condicionante de resolução para imagem de SE são as condições de calibração do aparelho, tal como a intensidade de corrente e condições de vácuo [50].

A imagem de BSE é gerada pela emissão de elétrons retroespalhados e demonstra diferenças composicionais na região ionizada do material. Esta região possui o formato de “pêra” e se estende desde a superfície até alguns micrometros no interior do material (Figura 6). O volume da região ionizada depende do número atômico (Z) médio da zona de interação do material com o feixe de elétrons.

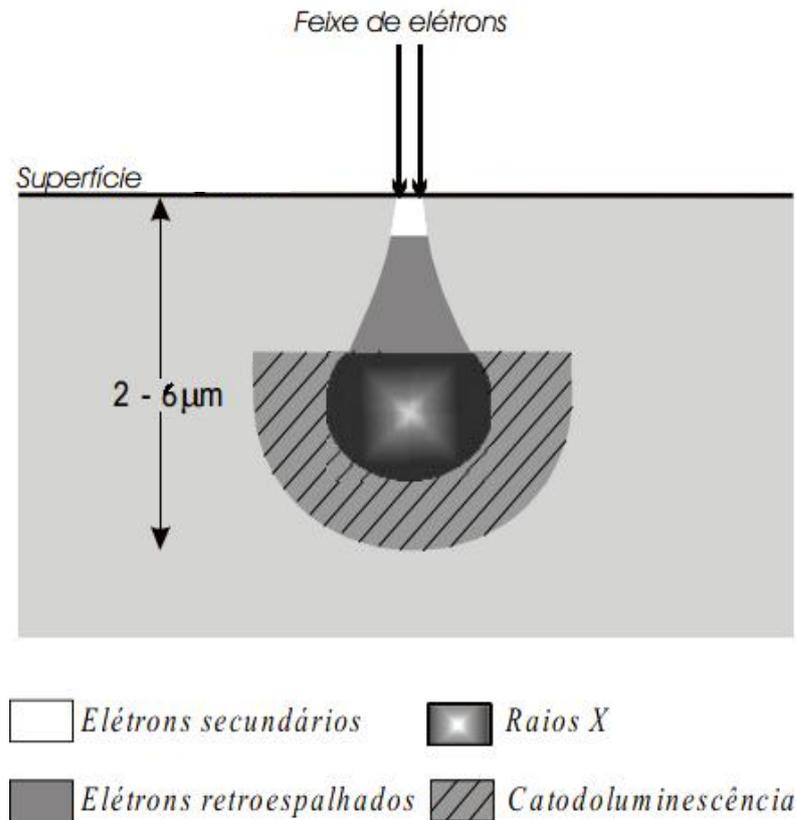


Figura 5 – Representação esquemática da região de ionização gerada na interação do feixe de elétrons com a superfície “adaptado de [50]”.

Nas imagens de BSE, os tons representados por cinza claro, correspondem às porções constituídas por elementos com Z médio relativamente maior do que aquelas com tons mais escuros. Contudo, a resolução da imagem de BSE é menor que a de SE, pois as regiões de back-scattering abrangem uma área maior que aquelas de liberação de elétrons secundários na superfície analisada [49,50].

Ao MEV pode ser acoplado o sistema de EDS (Espectroscopia de raios X por dispersão em energia), que possibilita a análise composicional dos materiais. Esta técnica de microanálise eletrônica consiste na medida de raios X característicos, emitidos de uma região microscópica da amostra bombardeada pelo feixe de elétrons. Como as linhas de raios X característicos são específicas para cada estrutura da amostra e cada elemento possui uma

única estrutura atômica, o seu comprimento de onda, ou sua energia, podem ser utilizados para identificar o elemento que está emitindo a radiação [50].

A emissão de raios X é estimulada através da incidência de um feixe com alta energia de elétrons secundários sobre a amostra, pois em repouso, um átomo dentro da amostra tem seus elétrons em estado não excitado, em níveis de energia discretos. Então, quando o elétron do feixe incidente interage com os elétrons de camadas mais internas, causa a ejeção do mesmo, deixando uma vacância, e a diferença de energia entre a camada de maior energia e da camada de menor energia pode ser liberada na forma de raios X [49,50].

A quantidade e a energia dos raios X emitidos a partir da amostra são medidas por um espectrômetro de energia dispersiva. Desta forma, pode-se obter a composição química da amostra pela diferença de energia entre as duas camadas e pela estrutura atômica do elemento a partir do qual foram emitidas, sendo estas características da energia dos raios X.

A interpretação dos espectros é facilitada por uma base de dados que contém, para cada elemento, as energias e a intensidade das raias que a produziram. É possível localizar, para cada energia do espectro, a lista dos elementos que possuem uma raia em determinado domínio energético. O limite de detecção é da ordem de 1%, mas pode variar de acordo com as especificações utilizadas durante a análise, como o tempo de contagem, por exemplo. Dentre as vantagens do sistema de EDS, destacam-se os perfis e mapas químicos [50]. O perfil químico determina a variação da composição da amostra ao longo de uma linha preestabelecida, enquanto que o mapeamento químico permite visualizar a distribuição dos elementos desejados, gerando mapas composicionais.

3.2 Difração de raios X (DRX)

A difratometria de raios X é uma técnica amplamente utilizada em ciência dos materiais, pela sua grande versatilidade e precisão. Este método auxilia na identificação da

estrutura cristalina de compostos, quando há ordem de longo alcance, bem como medir diversas propriedades estruturais, como tamanho de grão, tensões, entre outras [51].

A difração depende da estrutura cristalina do material e do comprimento de onda da radiação incidente, que no caso dos raios X apresenta comprimento de onda da ordem 1 Å. Devido ao seu campo elétrico associado, há interação com partículas carregadas, por exemplo, elétrons em um sólido. Essa interação faz com que os elétrons emitam radiação e quando essas radiações interagem umas com as outras de forma construtiva, ocorre difração [52,53].

Para que ocorra interação construtiva, dois critérios devem ser satisfeitos: i) satisfazer a lei de Bragg e ii) posicionamento dos átomos na célula unitária permitir que ocorra interferência construtiva [51,52]. Para a identificação do composto, há padrões de espectros que são comparados com a amostra analisada.

O método difratométrico em baixo ângulo consiste na difração de raios X monocromáticos pelos planos cristalinos das amostras compostas de um filme sobre um substrato. O ângulo de difração da radiação incidente está relacionado com o espaçamento interplanar da amostra de acordo com a Lei de Bragg:

$$n\lambda = 2d \operatorname{sen} \theta \quad \text{III-I}$$

Onde:

d é a distância interplanar;

θ é o ângulo de difração;

n é um número inteiro, correspondente à ordem de difração;

λ é o comprimento de onda dos raios X incidente.

Um esquema da difração pode ser visto na Figura 7.

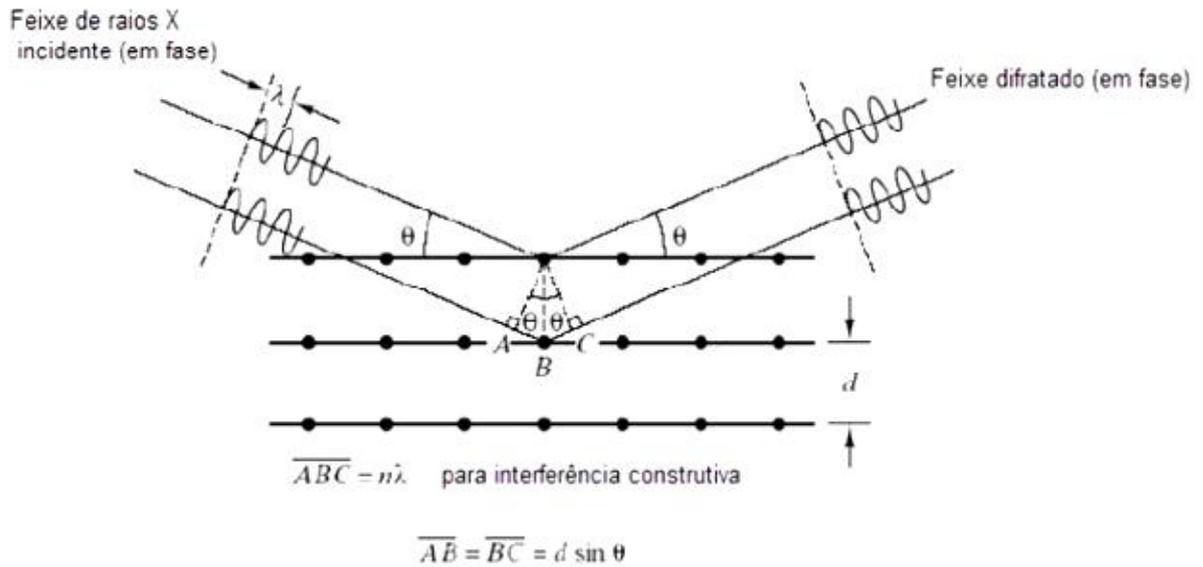


Figura 6 – Representação esquemática da difração [52].

A Figura 8 mostra o arranjo de um equipamento de DRX, onde pode ser visto o feixe de raios X incidindo na amostra em um ângulo θ e o feixe difratado que é detectado pela varredura do ângulo 2θ .

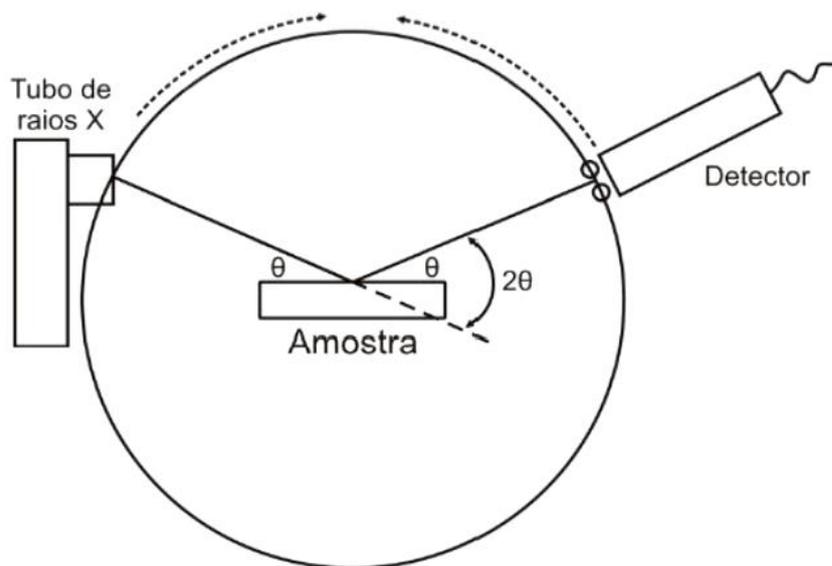


Figura 7 – Arranjo de um equipamento de difração de raios X [53].

3.3 Dureza

Dureza é a propriedade mecânica de um material e, sua medida indica a resistência do material à deformação localizada através de uma pequena penetração [41]. A indentação é uma ferramenta muito útil, para medir propriedades mecânicas (elásticas e plásticas) de materiais com superfícies modificadas, filmes finos, revestimentos e materiais em geral em escala de força ou profundidade [55,56].

3.3.1 Microdureza - Vickers

Este ensaio de dureza foi proposto em 1925 por Smith e Sandland [57]. Nesta técnica, a determinação da microdureza está baseada no tamanho da impressão causada na superfície do material pela carga aplicada no penetrador de diamante (Figura 9). O penetrador tem formato piramidal de base quadrada, com um ângulo de 136° entre as faces opostas.

A microdureza do material é calculada através da Equação III-II:

$$HV = \frac{2P \operatorname{sen} T / 2}{a^2} \quad \text{III-II}$$

onde:

HV = dureza Vickers (GPa)

P = carga aplicada pelo penetrador (Kgf)

T = ângulo de inclinação do penetrador

a = comprimento médio da diagonal da impressão (cm)

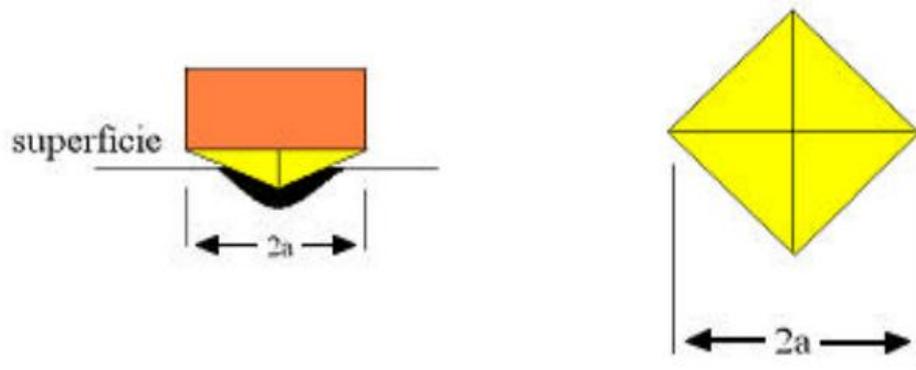


Figura 8 - Esquemas do penetrador Vickers e impressão provocada [57].

3.3.2 Nanoindentação

A técnica de nanoindentação é comumente utilizada para determinar a dureza e o módulo de elasticidade de filmes finos, na escala nanométrica com profundidades de penetração de alguns décimos de micrometros (10 nm até 1800 nm), permitindo medidas de camadas superfícies sem ou com pouca influência do substrato [58]

O ensaio de nanoindentação consiste em penetrar uma ponta (ou penetrador/indentador) de diamante no material, enquanto a força e a profundidade de penetração são controlados e registrados em função do tempo de ensaio.

Como ilustrado na Figura 10, a superfície do material é penetrada com uma ponta carregada com uma força P , com o indetador dirigido para dentro do material resultando numa profundidade de penetração h , sendo esta igual à soma de h_s e de h_c . Nessa profundidade ocorrem deformações elásticas e plásticas [59].

Após a retirada total da carga aplicada recupera-se a deformação elástica e devido à utilização do penetrador durante o teste de indentação, a deformação residual permanece no material. Ainda na mesma figura, observa-se h_f , que é a profundidade deixada pela deformação plástica do penetrador.

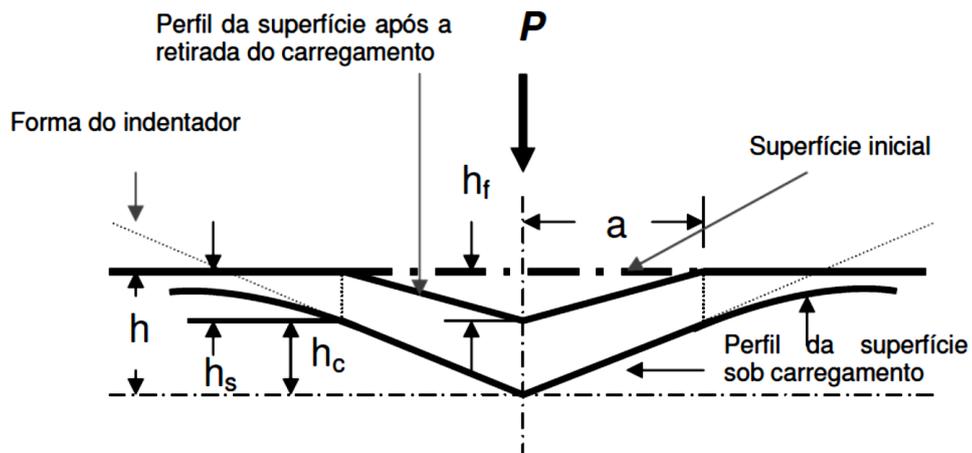


Figura 9 - Representação esquemática da seção (em dois momentos de uma penetração) e a interpretação gráfica da profundidade do contato [59].

As propriedades mecânicas das amostras são obtidas a partir da análise de uma curva (Figura 11) de carga aplicada (P) versus deslocamento (h), utilizando, comumente, o método desenvolvido por Oliver e Pharr [60].

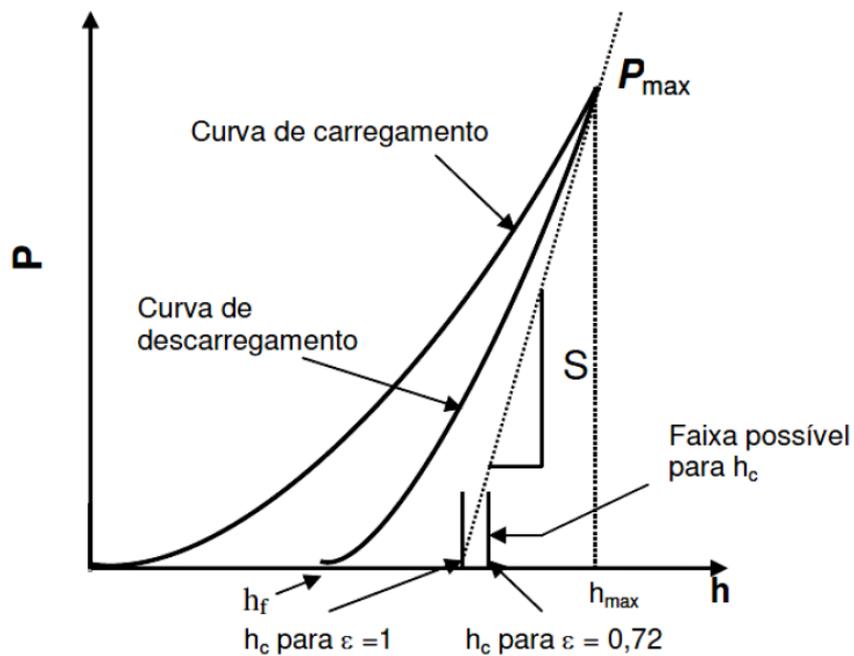


Figura 10 - Representação esquemática da curva típica de carga (P) versus profundidade de penetração (h), e as interpretações gráficas. A grandeza S indica a rigidez [59].

Geralmente, um registro de experimento da indentação se baseia de um único ciclo de carregamento-descarregamento. Quando a amostra é carregada a uma carga máxima P_{max} , a profundidade da indentação aumenta até um máximo h_{max} (curva de carregamento) e a medida que a carga vai sendo retirada, uma curva é registrada até o final do descarregamento. A profundidade final não será zero, mas algum valor finito h_f , devido à deformação plástica do material durante a realização da indentação.

3.4 Rugosidade

Geralmente os perfis de rugosidade analisados em operações de engenharia são obtidos por contato direto, através de um apalpador de um perfilômetro ou de um rugosímetro. Também se pode obter os perfis sem o contato físico, de maneira ótica, com microscópios de varredura eletrônica, interferometria ótica ou com rugosímetros com sensores óticos (Nussbaum 1998). A rugosidade superficial pode ser definida por vários parâmetros de rugosidade, dentre os quais, R_a , R_q , R_z , e R_y , sendo [40]:

- R_a (Rugosidade Média) é definido como a média aritmética dos valores absolutos das ordenadas de afastamentos (y_i) medidas a partir da linha média ao longo do comprimento de medição (l). Na Figura 12, apresenta-se um esquema deste parâmetro.

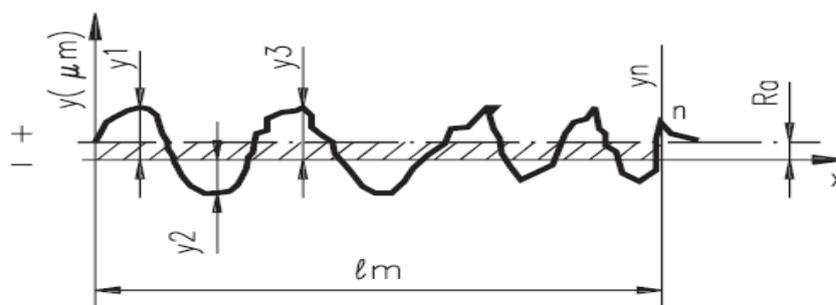


Figura 11 - Definição da rugosidade média, R_a [61].

- R_q está definido como o valor da rugosidade média quadrática de R_a .

- R_z corresponde à média aritmética dos cinco valores de rugosidade parcial.

Rugosidade parcial (Z_i) é a soma dos valores absolutos das ordenadas dos pontos de maior afastamento, acima e abaixo da linha média, existentes no comprimento de amostragem (cut-off), representado na Figura 13.

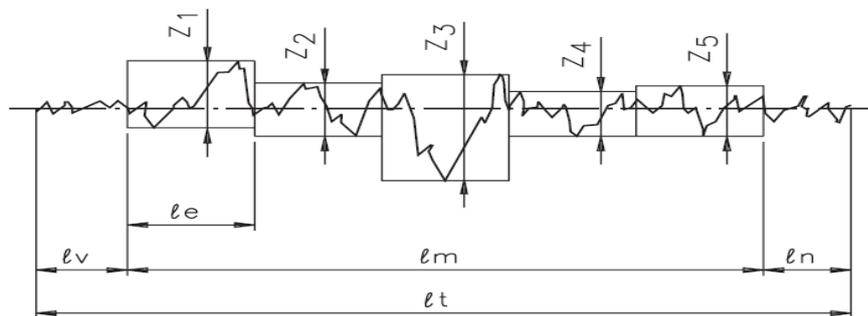


Figura 12 - Esquema de medição R_z [61]

- R_y (rugosidade máxima): é o maior valor das rugosidades parciais (Z_i) apresentado no percurso de medição (l_m), isto é, R_y é o somatório da máxima altura e máxima profundidade de rugosidade dentro de l_m , conforme mostra a figura 14.

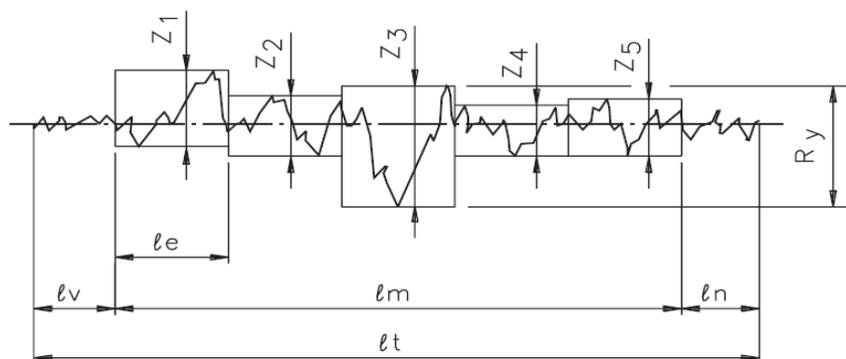


Figura 13 - Esquema de medição R_y [61]

3.5 Adesão

A avaliação qualitativa da adesão e os modos de falha de revestimentos tem sido realizada industrialmente por uma técnica conhecida como “Ensaio de adesão Rockwell C”. Neste método, é utilizado um penetrador cônico padrão Rockwell C, que após aplicação de uma força máxima de 1471N (150kgf), pode gerar trincas laterais ao contorno da impressão, as quais podem ser visualizadas por microscopia ótica. A adesão do filme ao substrato é classificada de acordo com um estudo comparativo dessas trincas e os padrões, indicados na Figura 4. De acordo com Heinke et al. (1995), os padrões de trincas mostrados de HF1 a HF4 representam morfologias típicas de recobrimentos com boa adesão e as trincas mostradas em HF5 e HF6, evidenciam um aspecto de delaminação do filme. Algumas das vantagens da aplicação deste método são o baixo custo e a facilidade operacional, sendo freqüentemente utilizado em controle de qualidade de revestimentos [39].

Segundo Recco et al. (2006) e Franco J. et al. (2009) a adesão do revestimento sobre o substrato, pode ser medida quantitativamente, utilizando-se diferentes cargas de indentação e avaliando as cargas críticas de trincamento (L_{C1}) e as carga críticas para delaminação (L_{C2}) [45,46].

3.6 Espectroscopia de fotoelétrons induzidos por raios X (XPS)

3.6.1 Características gerais

Espectroscopia de fotoelétrons induzidos por raios X (*XPS – X-ray Photoelectron Spectroscopy*) é uma técnica de fotoemissão largamente utilizada para examinar o estado químico de espécies próximas a superfícies sólidas e a distribuição da composição química em função da profundidade [62]. Nesta técnica, a amostra é inserida em um ambiente de ultra-alto vácuo (entre 10^{-8} e 10^{-12} mbar), e então é irradiada com fótons na faixa dos raios X. Esses

raios X incidentes arrancam elétrons de níveis de energia internos da amostra através do efeito fotoelétrico, representado na Figura 15.

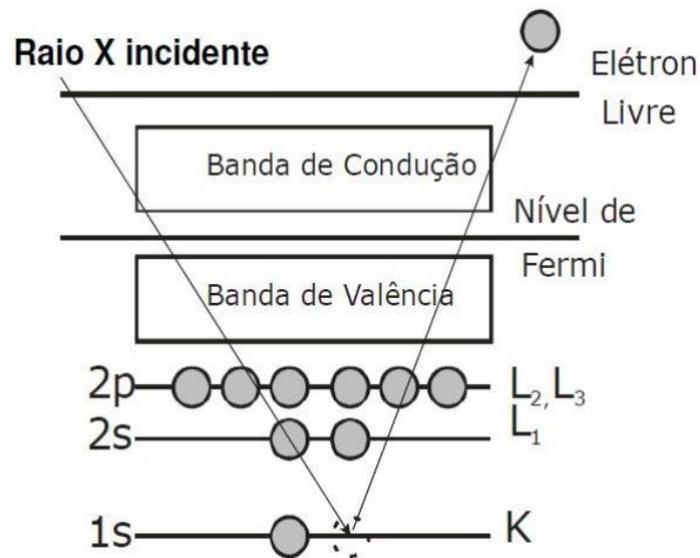


Figura 14 – Ilustração do efeito fotoelétrico.

Os elétrons (fotoelétrons) emitidos da superfície da amostra são coletados por um analisador hemisférico (duas cascas hemisféricas concêntricas). Aplicando-se uma diferença de potencial entre elas, permite-se a passagem de fotoelétrons com determinada energia, os quais serão contados em Channeltron® [63].

Uma representação do esquema experimental está mostrada na Figura 16. A energia dos fotoelétrons está relacionada com o átomo emissor e com o ambiente químico desse átomo na amostra. Já a quantidade de fotoelétrons é relacionada à concentração do átomo emissor na amostra.

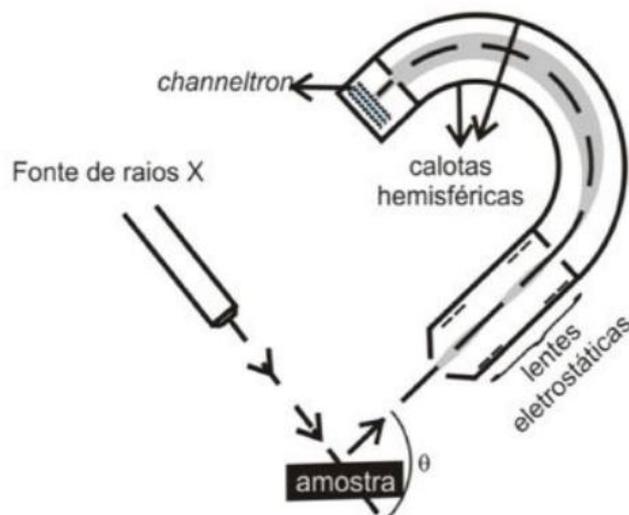


Figura 15 – Esquema do aparato experimental utilizado para XPS [63].

Se os elementos presentes na amostra estiverem presentes em concentrações atômicas iguais ou superiores a 1%, é possível utilizar essa técnica para identificá-los, com exceção do H e He, pois para ambos a seção de choque de ionização com raios X é muito baixa. Para entender melhor os princípios da técnica de XPS, deve-se analisar mais profundamente o processo de fotoemissão. Primeiramente, é necessário lembrar que os elétrons somente serão ejetados de um átomo, caso a radiação que incida sobre eles tenha uma frequência (energia) maior ou igual a certo valor característico [62,63].

3.6.2 Medida da concentração atômica

A área sob o pico é dada por sua distribuição espectral centrada em E_α (a energia da linha do elemento α), obviamente com a eliminação das contribuições secundárias como *background* e outras perturbações. As densidades atômicas, N_α , são proporcionais a estas áreas e uma equação de quantificação pode ser obtida através de uma relação de comparação

das intensidades (número de fotoelétrons registrados por unidade de área e unidade de tempo) dos picos dos elementos que constituem a amostra.

Podemos escrever a intensidade de um pico através da equação (III-III) [64]

$$I_{\alpha} = I_{\alpha}^0 \sigma_{\alpha}^j(h\nu) L_{\alpha}(\gamma) N_{\alpha} \lambda_{\alpha}(E_{\alpha}) T(E_{\alpha}) \quad (\text{III-III})$$

em que I_{α}^0 é a intensidade da radiação incidente, $\sigma_{\alpha}^j(h\nu)$ é a seção de choque de fotoionização de um nível caracterizado por j , $L_{\alpha}(\gamma)$ é a eficiência angular de detecção (dependente do ângulo formado entre a direção do fóton incidente e a normal do analisador, γ), λ_{α} é o caminho livre médio dos fotoelétrons descrito como $\lambda_{\alpha} = 0,41\alpha^{3/2} E_{\alpha}^{-1/2}$, e $T(E_{\alpha})$ representa a função de transmissão do analisador [64,65].

A área A_{α} definida pelo pico pode ser escrita como $\int I(E)dE$. Considerando que I_{α}^0 é proporcional ao número de varreduras, n_{ν}^{α} , que $L_{\alpha}(\gamma)$ é constante para todos os elementos, que $T(E_{\alpha}) \propto E_{\alpha}^{-0,8}$ e que o modo de operação do analisador é o mesmo em todas as condições de análise teremos:

$$N_{\alpha} \propto \frac{A_{\alpha} \cdot E_{\alpha}^{0,3}}{n_{\nu}^{\alpha} \cdot \sigma_{\alpha}^j(h\nu)} \quad (\text{III-IV})$$

A expressão para o cálculo das concentrações dos elementos é então:

$$C_x = \frac{N_x}{\sum_i N_i} = \frac{\left(\frac{A_x \cdot E_x^{0,3}}{n_{\nu}^x \cdot \sigma_x^j(h\nu)} \right)}{\sum_i \left(\frac{A_i \cdot E_i^{0,3}}{n_{\nu}^i \cdot \sigma_i^j(h\nu)} \right)} \quad (\text{III-V})$$

x é o índice do elemento a ter sua concentração determinada e a soma é estendida a todos os elementos do material estudado [66].

4 MÉTODOS E TÉCNICAS

4.1 Obtenção das amostras

As amostras foram extraídas de componentes de moldes de injeção de alumínio com discos de corte de SiC (fornecidas pela empresa Gama Indústria de Matrizes Ltda de Caxias do Sul – RS), produzidos com aço AISI H13 forjado e recozido, submetidas a tratamento térmico de têmpera a vácuo e revenimento. O aço foi aquecido à temperatura de 1030°C onde foi mantido até sua completa austenitização em vácuo e depois temperado com argônio.

O revenimento foi realizado primeiramente a 540°C e posteriormente a 575°C, resultando em uma dureza de 50 a 52 HRC. A composição química do aço AISI H13 especificada pelo fornecedor (Tabela 2) está de acordo com a norma.

Tabela 2 – Composição química do aço AISI H13.

Elemento	Cr	Mo	Si	V	C	Mn	P	S
% (peso)	5,420	1,290	1,070	0,810	0,380	0,270	0,012	0,001

4.2 Usinagem das amostras: desbaste e acabamento

As amostras foram divididas em três grandes grupos, de acordo com a usinagem de desbaste: fresamento, retificada e eletroerosão a fio. Cada grupo foi submetido a cinco diferentes técnicas de acabamento superficial: polimento eletrolítico, pedra enxofrada, pedra de óxido de alumínio, lixa de papel de SiC e jateamento, totalizando 15 amostras (Tabela 3).

Tabela 3 – Nomenclatura das amostras utilizadas para desenvolvimento deste trabalho.

Polimento	Usinagem		
	<i>EDM</i>	<i>Retificada</i>	<i>Fresada</i>
<i>Polimento Eletrolítico</i>	EDM_1	RET_1	FRE_1
<i>Pedra Enxofrada</i>	EDM_2	RET_2	FRE_2
<i>Pedra Óxido de Alumínio</i>	EDM_3	RET_3	FRE_3
<i>Lixa SiC</i>	EDM_4	RET_4	FRE_4
<i>Jato de Granalha</i>	EDM_5	RET_5	FRE_5

O polimento eletrolítico foi realizado nas dependências da Universidade de Caxias do Sul – UCS, no Laboratório de Metalografia. A amostra ficou submersa por 10 minutos, em uma solução de 240 mL H₂O, 420 mL H₃PO₄ (85%) e 340 mL de H₂SO₄, a uma corrente de 3 A, após foi retirada e submersa imediatamente em um becker com água, com a finalidade de interromper o ataque químico, removendo todo resíduo da solução ácida.

O polimento com pedras e lixas foram realizados por uma empresa especializada em polimentos industriais, Rikpe Polimentos – Caxias do Sul – RS. Utilizou-se abrasivos com diferentes granulometrias, #200, #400 e #600, seguindo esta ordem e alternado a rotação do polimento a cada troca de grão. As pedras e as lixas foram fabricadas pela empresa Arsystem.

O jateamento foi realizado em um gabinete de sucção da marca CMV, com esferas de vidro com diâmetro de 100 a 350 µm, a um ângulo de colisão aproximado de 70° e a distância de 10 cm, nas dependências da empresa Gama.

4.3 Deposição do revestimento AlCrN

Todas as amostras foram submetidas aos procedimentos de limpeza por bombardeamento de hidrogênio e argônio e revestidas com AlCrN por deposição física de vapor por arco catódico (PVD - *Physical Vapor Deposition*), na empresa Oerlikon Balzers – SP. A deposição do revestimento deve ser realizada em temperaturas inferiores as utilizadas nos processos de revenimento, para evitar a queda de dureza do núcleo dos aços após o processamento. Na tabela 4 são apresentados os parâmetros utilizados para a deposição.

Tabela 4 – Parâmetros de deposição do revestimento

Revestimento	Temperatura	Tempo	Gases	Alvos	Voltagem
AlCrN	450°C	65 min	Nitrogênio Argônio	Al 70% Cr 30%	-50 V a - 250 V

4.4 Caracterização do substrato e revestimento

4.4.1 Microestrutura, morfologia e composição química

Para analisar a microestrutura do substrato e a espessura dos filmes, assim como suas respectivas composições químicas, as amostras foram cortadas transversalmente e embutidas em resina epóxi, em seguida foram lixada e polidas de acordo com os procedimentos usuais de preparação metalográfica e atacadas com o reagente Nital 5%. As amostras foram observadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), com o auxílio de detectores de elétrons secundários e de elétrons retroespalhados. Utilizou-se um microscópio Shimadzu, SSX – 550 instalado no Laboratório de Caracterização de Materiais I – LCMAT/UCS.

Um dos recursos do MEV é a técnica de espectroscopia por dispersão de raios X (EDS), que permite a análise composicional dos materiais. Esta técnica de microanálise

eletrônica consiste na medida de raios X característicos e emitidos de uma região microscópica da amostra bombardeada por um feixe de elétrons. Como as linhas de raios X característicos são específicas pra cada estrutura da amostra e cada elemento possui uma única estrutura atômica, o seu comprimento de onda ou sua energia podem ser utilizados para identificar o elemento que está emitindo a radiação [47].

As análises de XPS foram realizadas para os elementos químicos S e Fe, no substrato usinado por retífica (RET) e no substrato usinado por retífica polido com pedra enxofrada (RET_2), utilizando um espectrômetro da marca Omicron SPHERA, pertence ao Instituto de Química da UFRGS – RS. Nas análises, a energia do feixe de raios X foi de 1486,6 eV, correspondente ao comprimento de onda Al – K α . O cálculo das concentrações dos elementos envolvidos nos espectros obtidos por XPS foi realizado, tendo em consideração que a porcentagem do Fe na amostra é de aproximadamente 92%. Despreza-se os outros elementos que compõem a liga, por efeitos de simplicidade, para obter a quantidade do enxofre, C_S, em relação à quantidade de ferro, C_{Fe}, na superfície da amostra, ou seja $C_S / C_{Fe} = R_{S/Fe}$.

As equações, para a obtenção das concentrações a partir das áreas definidas pela região dos elementos, foram apresentadas na seção 2.6.2. Utilizou-se as áreas definidas pelos picos nos espectros XPS emitidos por cada átomo e $\sigma_i^j (h\nu)$ determinados por Scofield [29,64].

4.4.2 Estrutura Cristalina

A análise cristalográfica do substrato e filmes foi realizada por difração de raios X (DRX) em um difratômetro Shimadzu, modelo XRD-6000 do Laboratório de Caracterização de Materiais I – LCMAT/UCS. Para obtenção dos difratogramas utilizou-se radiação de cobre K α ($\lambda = 1,542 \text{ \AA}$), com tensão de 40 kV e corrente de tubo de 30 mA. A avaliação do substrato foi realizada com configuração $\theta/2\theta$, passo de 0,05°, tempo de integração de 2 s e

intervalo de varredura de 2θ de 30° a 100° . Os padrões de difração dos revestimentos foram obtidos utilizando-se incidência rasante de 2° , passo de $0,02^\circ$, tempo de integração de 2 s e intervalo de varredura de 2θ de 30° a 100° . Em todas as análises as amostras foram mantidas em rotação de 30 rpm, para evitar orientação preferencial. A identificação dos picos de difração foi realizada com base em informações disponíveis na literatura.

4.4.3 Dureza do substrato e revestimento

A dureza do substrato foi determinada com uma carga de 2 kgf, utilizando um indentador de diamante piramidal com ângulo entre as faces opostas de 136° (indentador do tipo Vickers), acoplado ao equipamento de micro dureza da marca Shimadzu, HMV-2 instalado no Laboratório de Metalografia/UCS. Foram realizadas 5 indentações em cada amostra para a obtenção da dureza média.

Os valores de dureza do filme de AlCrN foram obtidos por nanoindentação com o equipamento NanoTest-600, MicroMaterials (Wrexham-UK), instalado no Laboratório de caracterização de Superfícies em Nano Escala – UCS. A ponta utilizada para o ensaio foi tipo Berkovich de diamante. As medições foram realizadas com controle da profundidade de penetração máxima, estabelecido para as amostras em 400 nm com medições preliminares. Foi utilizada uma taxa de carregamento de 1 mN/s, tempo de manutenção nas cargas máxima e mínima de 5 s e espaçamento entre as endentações de 20 μm . O método empregado para o cálculo da dureza foi o de Oliver e Pharr [60], que se baseia na análise das curvas força-deslocamento. Foram utilizadas oito medidas para a obtenção da dureza média.

4.4.4 Rugosidade

A rugosidade da superfície foi medida utilizando um rugosímetro de contato da marca Taylor Robson Precision, modelo Subtronic 2⁺. Foram adquiridos os parâmetros de

rugosidade R_a , R_q , R_z e R_y , com *cut-off* de 0,25 μm e 0,8 μm . Para cada amostra foram realizadas três medições para a obtenção dos valores médios dos parâmetros de rugosidade.

4.5 Adesão do revestimento ao substrato

Os modos de falha dos revestimentos foram avaliados por meio da técnica de ensaios de adesão Rockwell C. Utilizou-se um duromêtro da marca Testor, TS-1L instalado no Laboratório de Ensaios Mecânicos – LMEC/UCS, com indentador cônico de diamante de raio de curvatura 0,3 mm. Realizou-se 5 indentações para cada amostra aplicando-se uma pré-carga de 10 kgf e uma carga de 150 kgf. Para a avaliação dos modos de falha dos revestimentos, utilizou-se o critério proposto pela norma DIN (CEN/TS 1071-8) [39-43], que estabelece uma classificação das falhas pelo índice de qualidade de adesão HF (HF1-HF6).

Para avaliar a adesão dos revestimentos, foram realizadas medições em um equipamento de ensaio universal da marca EMIC, instalado no Laboratório de Polímeros – LPOL/UCS, ao qual foi acoplado um indentador cônico de diamante, com raio de curvatura de 0,3 mm. Em cada amostra foram aplicadas cargas de 15, 20, 30, 45, 60, 100, 150, 187,5 e 200 kgf e, para cada carga, três indentações.

Os valores das cargas críticas para falhas coesivas (L_{C1}) e para falhas adesivas (L_{C2}) dos revestimentos foram determinados por meio da análise das imagens das indentações obtidas por MEV.

4.6 Composição química na região das falhas coesivas e adesivas

A análise química dos filmes de AlCrN nas regiões das falhas, coesivas e adesivas, foram realizadas por EDS e por meio do mapeamento químico observou-se a distribuição dos seguintes elementos químicos, S, Fe, Cr e Al sobre a superfície da amostra.

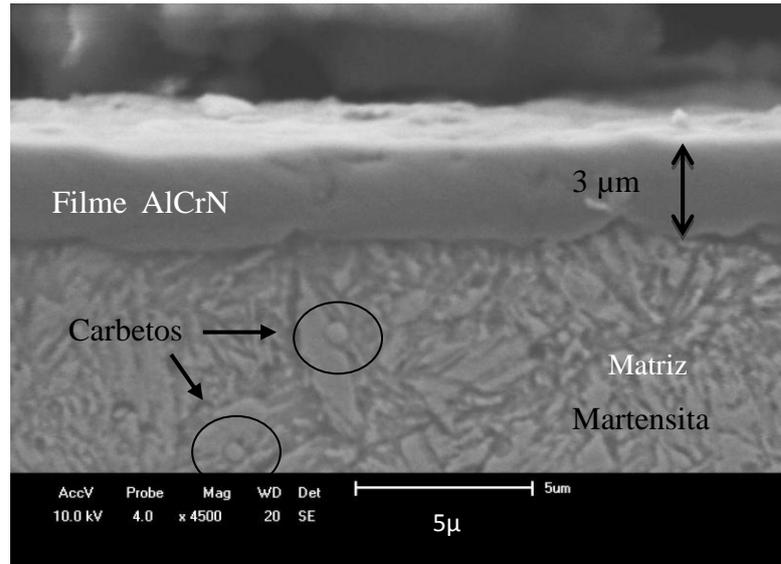
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Caracterização do substrato e do revestimento

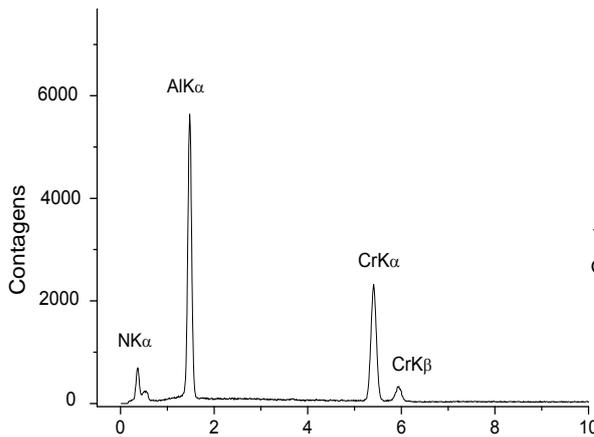
5.1.1 *Microestrutura, morfologia e composição química*

A Figura 17(a) apresenta uma imagem de MEV em seção transversal e as Figuras 17(b) e (c), os espectros de EDS do filme de AlCrN e do substrato AISI H13, respectivamente. A partir da imagem da Figura 17(a), foi obtida a espessura do filme de AlCrN, que é de aproximadamente 3 μm . Analisando o substrato, observa-se uma microestrutura típica do aço ferramenta AISI H13 temperado e revenido, com a presença de martensita revenida e pequenos carbonetos.

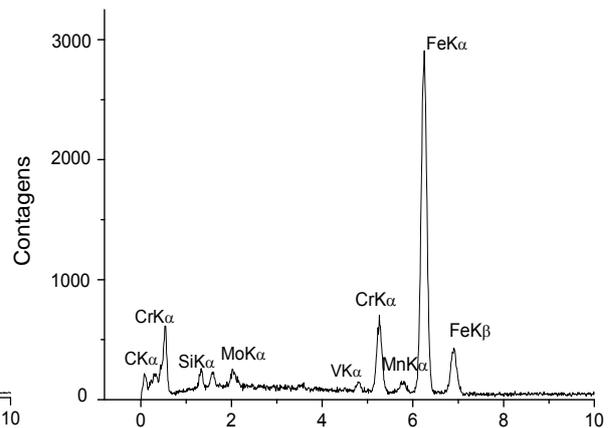
Na Figura 17(b), verifica-se a presença de N, Al e Cr no revestimento. Os picos de EDS da Figura 17(c), identificados de acordo com a sensibilidade da técnica, indicam a presença de Fe, Cr, Mo, Si, V, C e Mn no substrato de aço AISI H13, que estão de acordo com a composição química do aço fornecida pelo fornecedor (tabela 2).



(a)



(b)



(c)

Figura 16 – (a) Imagem de MEV em seção transversal do filme de AlCrN e substrato; (b) EDS do filme e (c) EDS do substrato.

5.1.2 Difração de raios X

A Figura 18 representa os difratogramas do substrato de aço AISI H13 das amostras usinadas pelos processos de EDM, retífica e fresamento. Nas amostras usinadas por EDM e fresamento, as análises de difração indicam a presença apenas da fase martensita revenida (α -Fe) conforme o padrão JCPDS 35-1375 [67]. No entanto, nos difratogramas da amostra

retificada foi identificada, além da martensita revenida, a fase austenita (retida), γ -Fe, resultante do processo de tratamento térmico, conforme o padrão JCPDS 33-0397 [67].

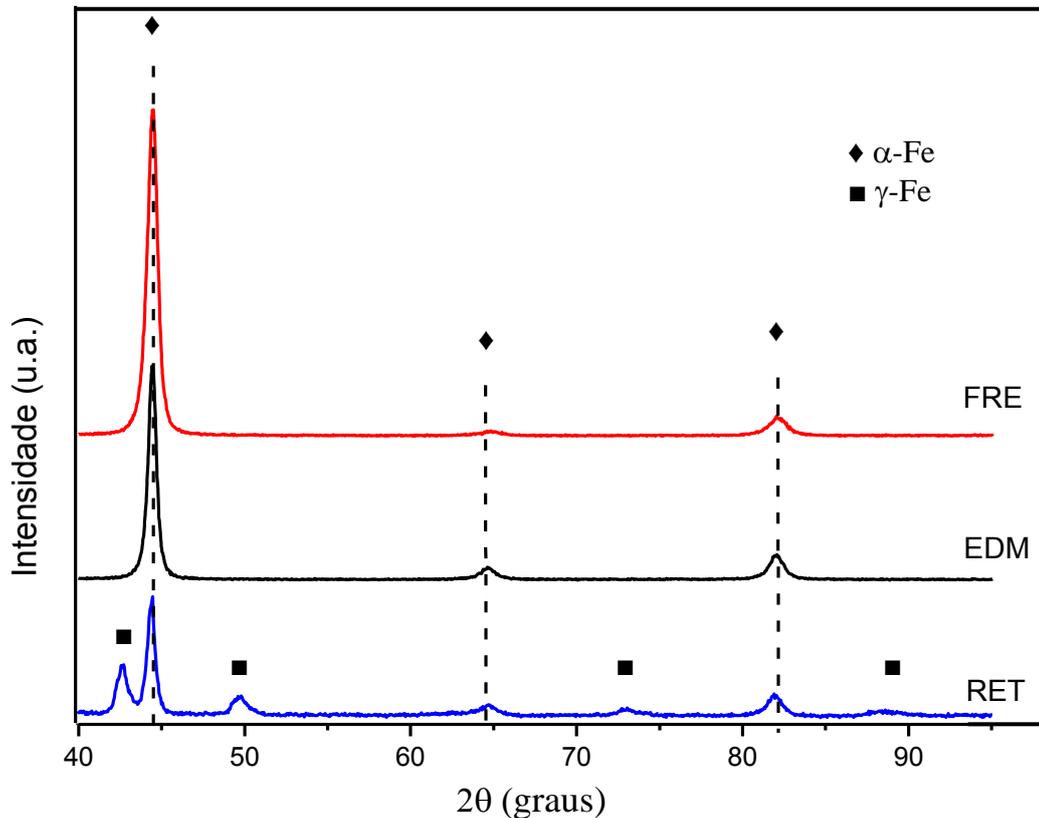


Figura 17 – Difratoograma de raios X das amostras de aço H13 usinadas por EDM, fresagem (FRE) e retífica (RET).

A Figura 19 apresenta o difratograma, obtido com incidência rasante, do revestimento de AlCrN depositado sobre aço H13 retificado com polimento eletrolítico (RET_1). Os picos de difração correspondem à estrutura cúbica de face centrada (cfc) do AlCrN, com traços da fase hexagonal h(210), conforme os padrões JCPDS 11-0065 e 25-1133 [67,68]. De acordo com a literatura, o revestimento ternário AlCrN contém apenas a fase cúbica para fração molar de Al abaixo de aproximadamente 0,7, estrutura mista cúbica+hexagonal para fração em torno de 0,75 e estrutura hexagonal para frações superiores a 0,83. [68-70]. Segundo Pulugurtha, o aumento do teor de alumínio, que provoca a mudança da fase cúbica para a

hexagonal, causa deslocamento dos picos de difração para ângulos maiores [30]. Os padrões de DRX obtidos neste trabalho são comparáveis, portanto, aos apresentados na Figura 2 para filmes de AlCrN com fração molar de Al de 70% [30]. Todas as amostras apresentaram difratogramas semelhantes. Os padrões de DRX das demais amostras encontram-se no Apêndice I.

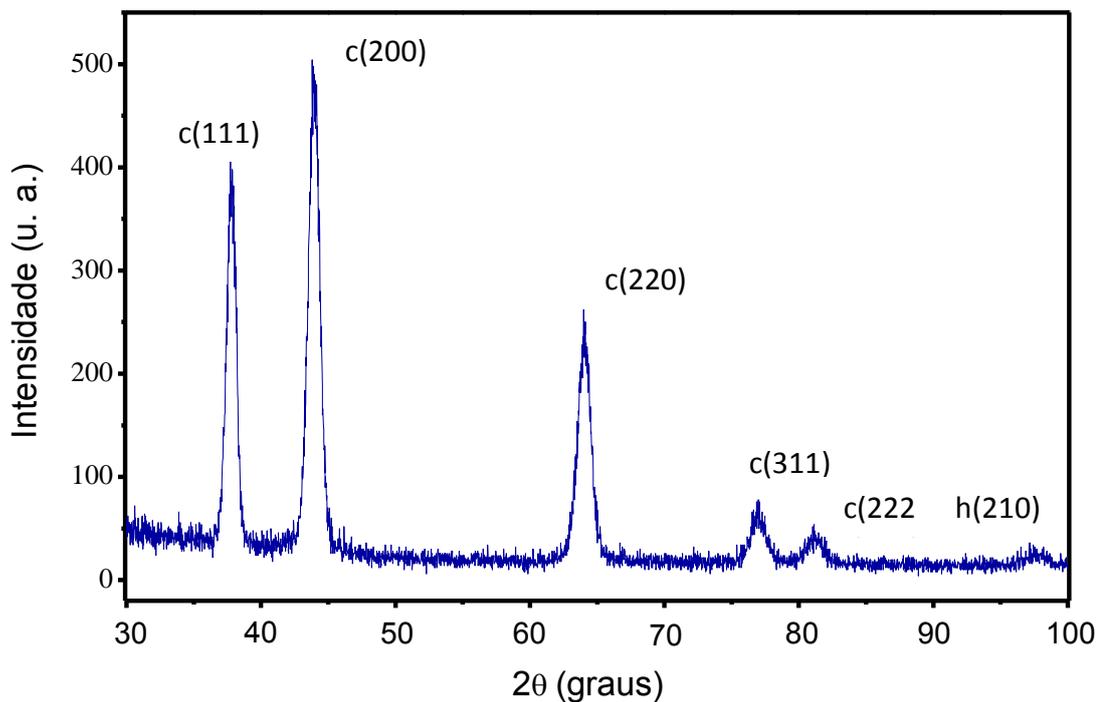


Figura 18 – Difratograma de raios X do revestimento de AlCrN.

5.1.3 Dureza

5.1.3.1 Substrato – H13

A Figura 20 apresenta os perfis de dureza do substrato H13 para os três processos de usinagem de desbaste: EDM, retífica e fresamento. Verifica-se que a amostra retificada (RET) apresentou menor valor da dureza, o que pode ser explicado, devido à presença da fase austenita retida, conforme observado nas análises de DRX.

As amostras usinadas por EDM e fresamento apresentaram valores de dureza maiores e, associado à ausência da fase austenita retida. Segundo Hwang, durante o processo de revenimento os elementos de liga presentes na austenita precipitam sob a forma de carbonetos secundários, diminuindo a quantidade de austenita retida, o que aumenta a dureza da liga [71]. Conforme a imagem de MEV (Figura 16), foi observada a presença de pequenos carboneto na microestrutura do substrato de aço AISI H13, o que justifica a maior dureza das amostras EDM e fresadas.

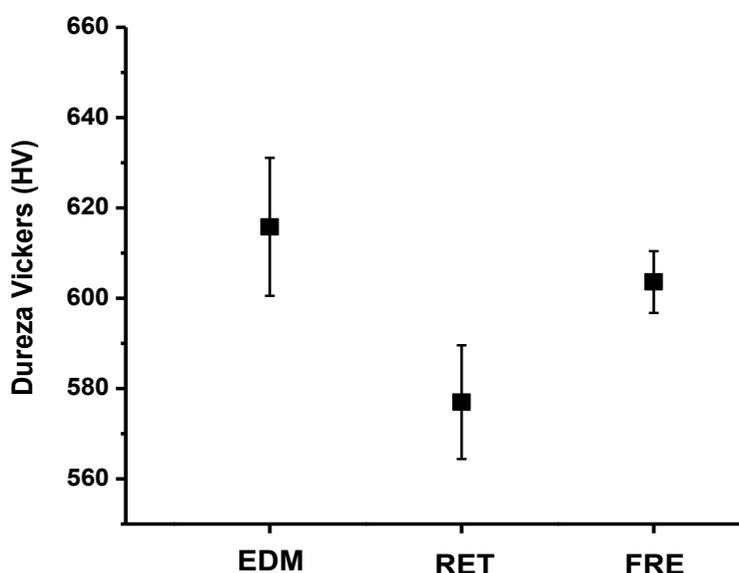


Figura 19 – Dureza Vickers do aço H13 para diferentes processos de usinagem de desbaste.

5.1.3.2 Revestimento - AlCrN

A Figura 20 mostra curvas de nanoindentação em uma profundidade aproximada de 400 nm, realizada na amostra usinada por EDM e polida com pedra de óxido de alumínio (EDM_3). A dispersão significativa observada nas curvas pode ser explicada pela irregularidade na topografia das superfícies dessas amostras, decorrentes dos processos de usinagem e de deposição do filme de AlCrN. Filmes depositados pela técnica de arco catódico

apresentam imperfeições conhecidas como “droplets” (gotículas) [50], indicados na Figura 21 pelas setas amarelas. Da análise dessas curvas obteve-se dureza de $(28,8 \pm 3,9)$ GPa.

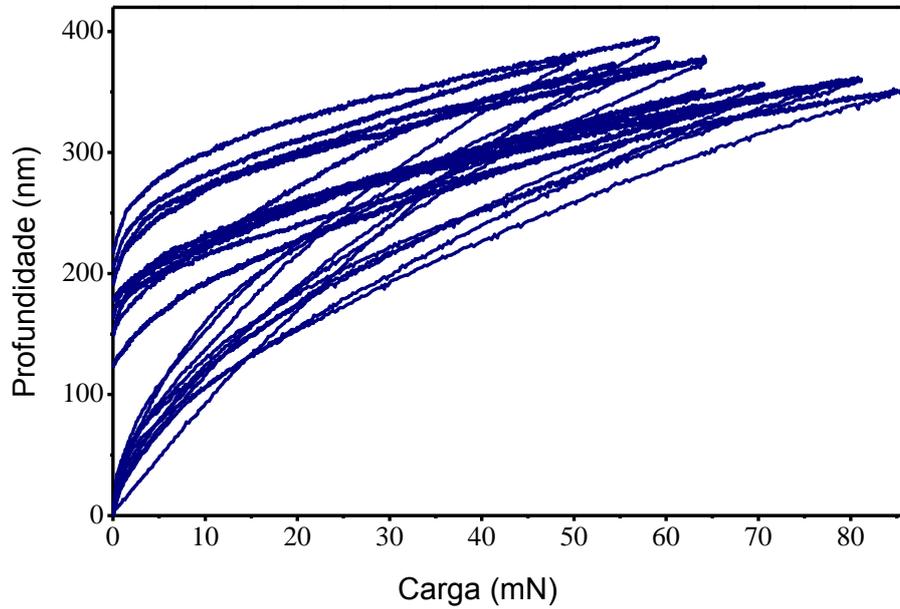


Figura 20 - Curvas características de carga-descarga em uma profundidade de aproximadamente 400 nm.

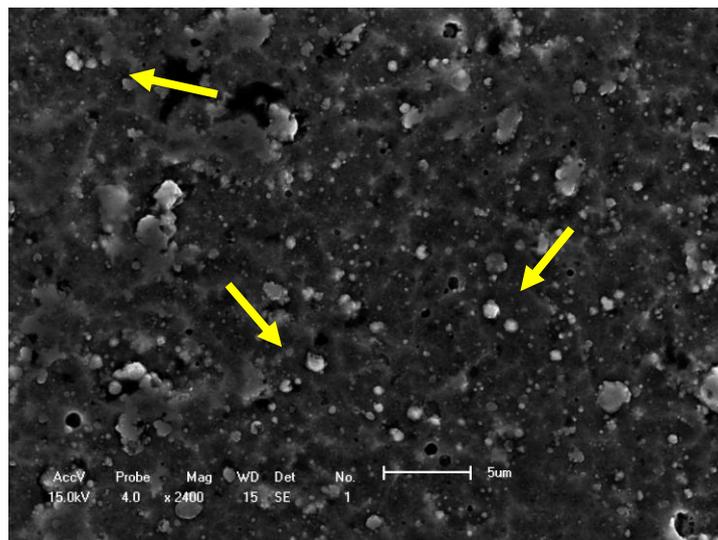


Figura 21 – Gotículas ocasionadas pela deposição por arco catódico analisando por MEV a superfície do revestimento.

5.2 Rugosidade

A Figura 23 apresenta a rugosidade de três amostras com usinagem de desbaste por EDM: sem polimento (EDM), com polimento com jato de granalha (EDM_5) e com revestimento de AlCrN depositado sobre o substrato usinado por EDM e polido com jato de granalha (EDM_5 + revestimento). Observa-se que não houve variação significativa nos valores de rugosidade das amostras usinadas por EDM e polidas com jato de granalha com e sem revestimento (EDM_5 e EDM_5 + revestimento). Esses resultados indicam que a deposição do revestimento de AlCrN copiou a topografia da amostra usinada por EDM e polida com jato de granalha. A partir desse resultado, os valores de rugosidade obtidos, nas diferentes condições de usinagem, foram medidos nas superfícies das amostras com o revestimento de AlCrN.

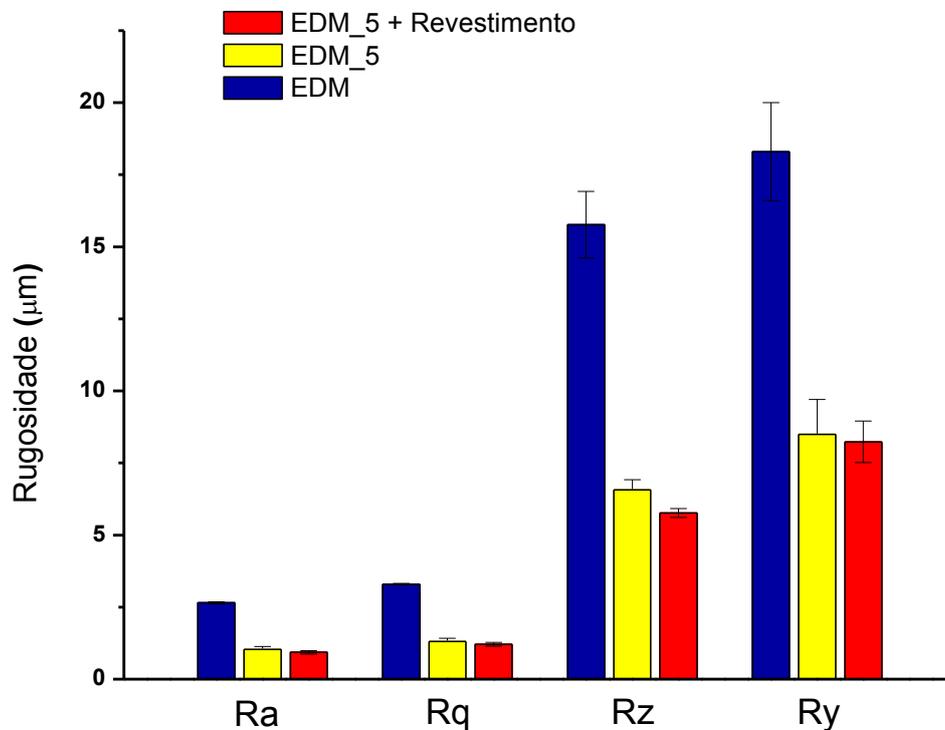


Figura 22 – Comparação da rugosidade para o substrato com usinagem de desbaste (EDM), pra a amostra usinada e polimento com jato de granalha (EDM_5) e para a amostra usinada, com polimento e revestimento (EDM_5_revestimento).

Na Tabela 5 são apresentados os valores de rugosidade das amostras somente usinadas (EDM, retífica, fresada) e das amostras com revestimento de AlCrN submetidas aos cinco processos de polimento. A partir desses valores foi obtida a Figura 23, que apresenta os valores dos diferentes parâmetros de rugosidade, obtidos nos processos de usinagem de desbaste, EDM (Figura 23a), retifica (Figura 23b) e fresamento (Figura 23c) e de usinagem de acabamento.

Analisando os valores dos parâmetros de rugosidade, observa-se, na Figura 23, que os três processos de usinagem de desbaste não produziram diferenças significativas na rugosidade das amostras. Avaliando os processos de acabamento, observa-se, também, que não houve mudança na rugosidade das amostras com acabamento de polimento eletrolítico (_1), pedra enxofrada (_2), pedra de óxido de alumínio (_3) e lixa de SiC (_4). No entanto, as amostras polidas por jato de granalha (_5) apresentaram valores de rugosidade significativamente maiores, para os três processos de desbaste. Para esse processo de usinagem de acabamento, notou-se, ainda, que as amostras usinadas por EDM apresentaram maior rugosidade. Os processos de acabamento se diferenciam por utilizarem materiais com durezas diferentes e variadas condições de usinagem, resultando em formas de arranque do cavaco e alterações topográficas diferentes. Isto explica a maior rugosidade das amostras com acabamento por jato de granalha (_5), em que a incidência do material abrasivo é mais severa em termos de pressão e velocidade de contato.

Vale ressaltar que, os parâmetros R_a e R_q são referentes à média de rugosidade e, portanto, tem valores relativamente pequenos. Já os parâmetros R_z e R_y correspondem as diferenças entre os picos mais altos e o vales mais profundos, apresentando, portanto, valores mais elevados.

Na Tabela 5, estão expressos os valores utilizados para a obtenção dos gráficos e as rugosidades iniciais das amostras sem polimento e revestimento. Como já era esperado

observa-se que, as amostras submetidas somente aos processos de usinagens de desbaste apresentam rugosidades maiores.

Tabela 5 – Rugosidades das amostras usinadas e após polimento + revestimento.

	$R_a(\mu m)$	$R_q(\mu m)$	$R_z(\mu m)$	$R_y(\mu m)$
EDM	1,78	2,18	10,12	11,63
Retificada	1,08	1,34	6,25	7,20
Fresada	1,47	1,83	8,63	9,98
EDM_1 + revestimento	0,20	0,25	1,29	1,65
EDM_2 + revestimento	0,15	0,19	1,00	1,25
EDM_3 + revestimento	0,19	0,27	1,33	2,20
EDM_4 + revestimento	0,15	0,20	0,97	1,17
EDM_5 + revestimento	0,93	1,21	5,77	8,23
RET_1 + revestimento	0,19	0,25	1,27	1,47
RET_2 + revestimento	0,21	0,27	1,38	1,65
RET_3 + revestimento	0,20	0,26	1,32	1,86
RET_4 + revestimento	0,18	0,23	1,22	1,65
RET_5 + revestimento	0,58	0,73	3,70	4,52
FRE_1 + revestimento	0,15	0,20	1,03	1,27
FRE_2 + revestimento	0,17	0,23	1,18	1,76
FRE_3 + revestimento	0,16	0,21	1,08	1,22
FRE_4 + revestimento	0,16	0,21	1,09	1,26
FRE_5 + revestimento	0,71	0,91	4,50	5,27

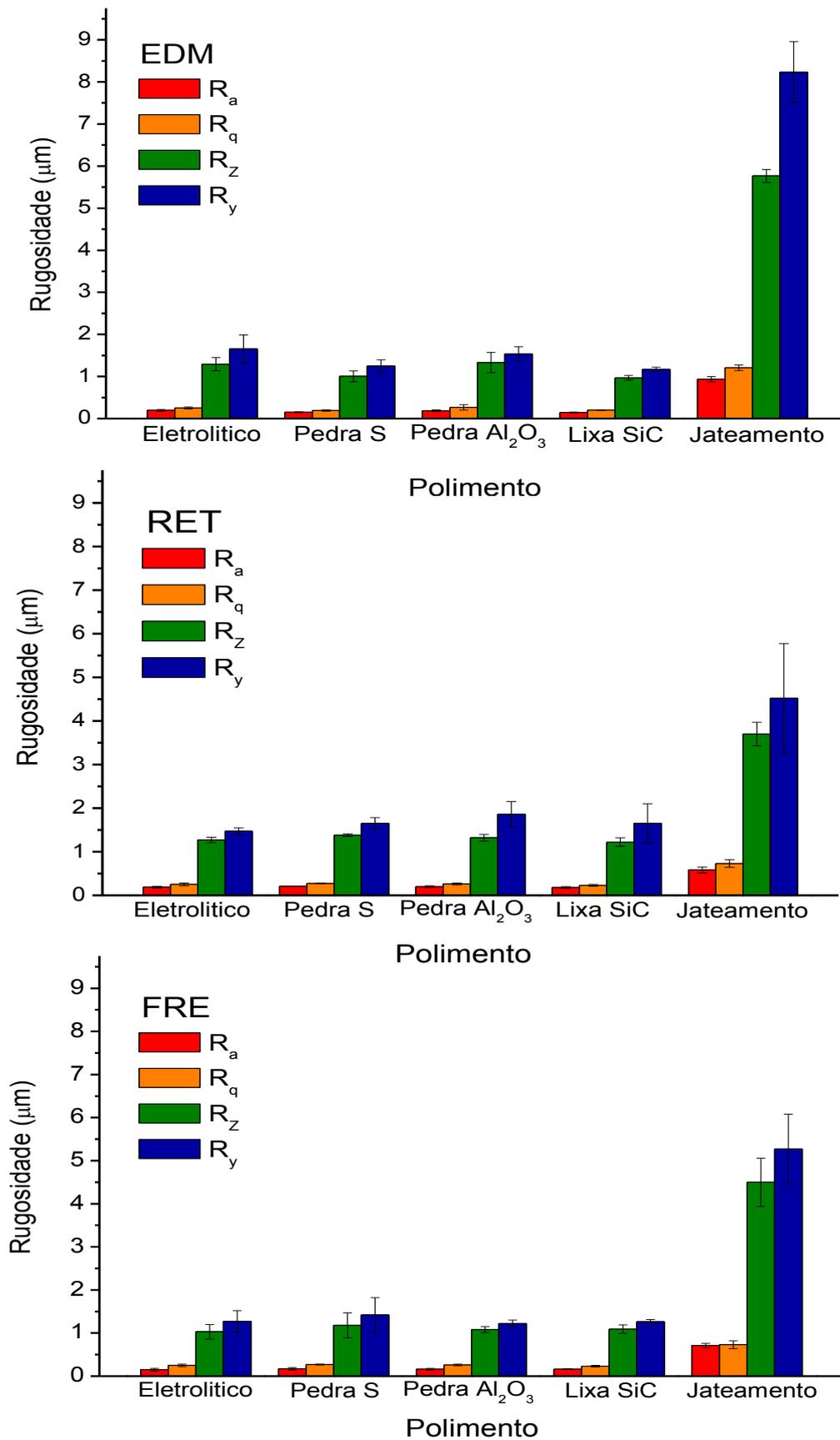


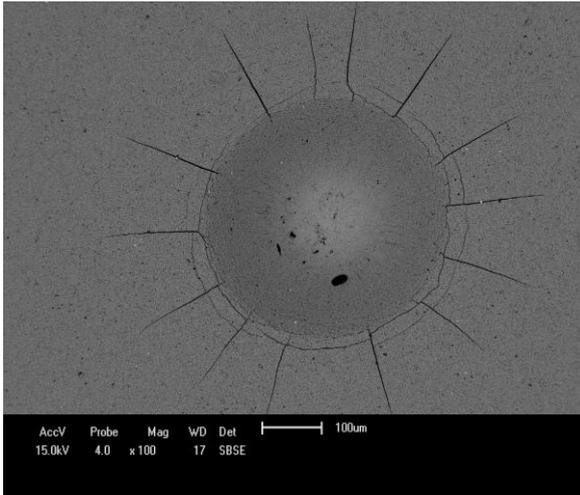
Figura 23 – Gráficos de rugosidade referentes aos diferentes processos de usinagem de desbaste e seus respectivos polimentos + revestimento; a) EDM; b) RET e c) FRE.

5.3 Adesão

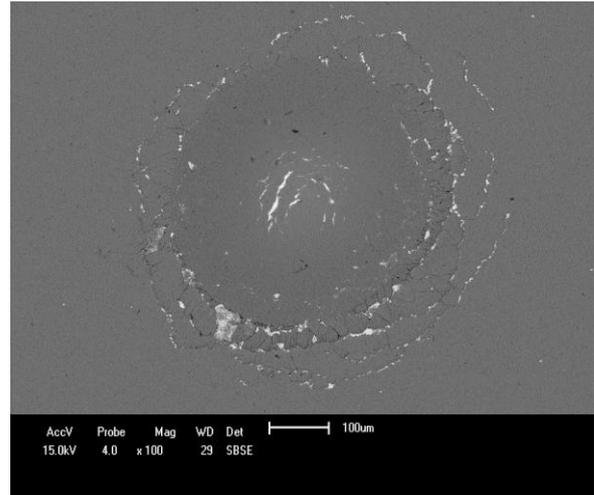
5.3.1 *Modos de Falha – Ensaio de adesão Rockwell C*

As Figuras 25, 26 e 27 mostram as imagens de MEV das impressões residuais e dos modos de falha na superfície das amostras de substrato AISI H13 revestido com AlCrN, submetidas ao ensaio de adesão Rockwell C (com cargas de 150 kgf). Observa-se que as falhas iniciam em regiões do perímetro de indentação, onde há trincas que se espalham de forma circular e radial na superfície da amostra. Em alguns casos, a formação das trincas circulares e radiais resultou no descolamento do revestimento do substrato, fenômeno denominado como delaminação [39].

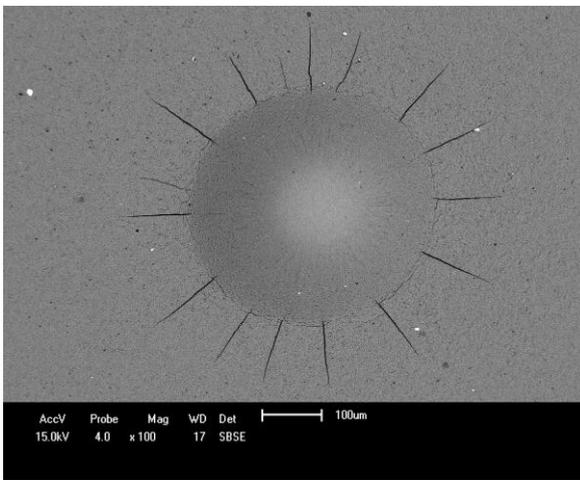
Nas amostras polidas com pedra enxofrada (EDM_2, RET_2 e FRE_2), além das trincas, observou-se a delaminação do revestimento, deixando o substrato exposto. Nas outras condições, observou-se apenas a formação de trincas circulares e radiais.



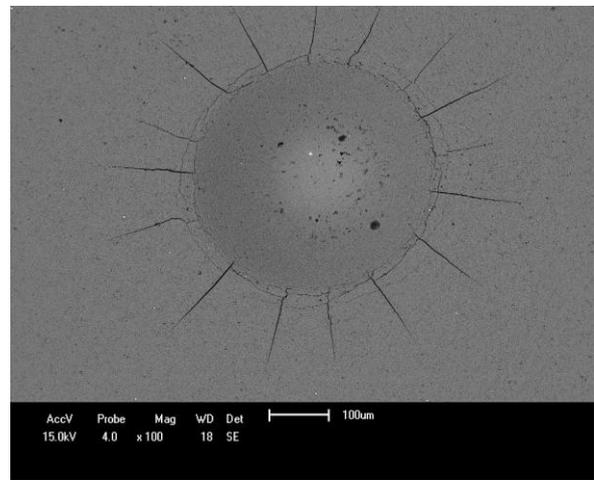
a) Condição EDM_1



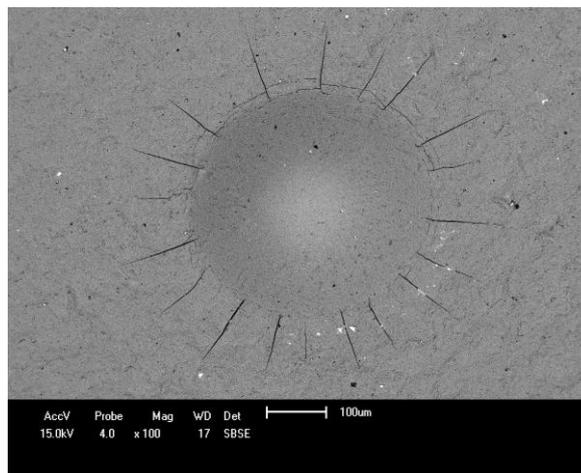
b) Condição EDM_2



c) Condição EDM_3

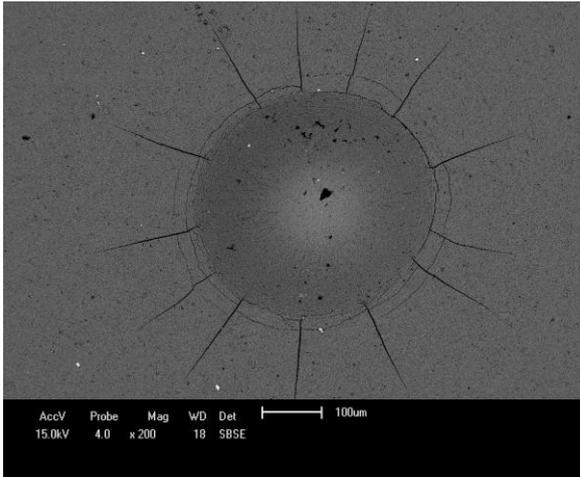


d) Condição EDM_4

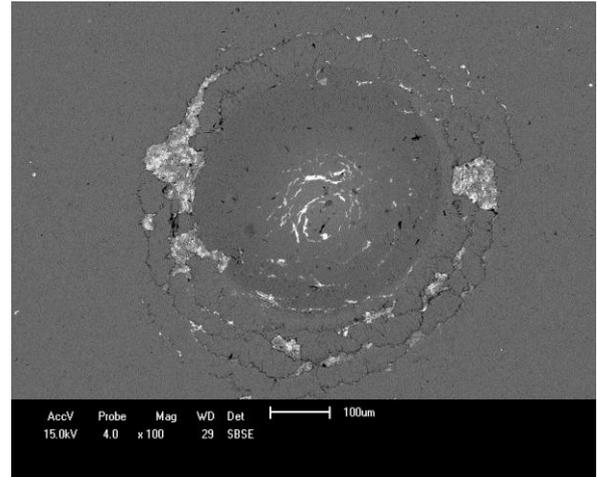


e) Condição EDM_5

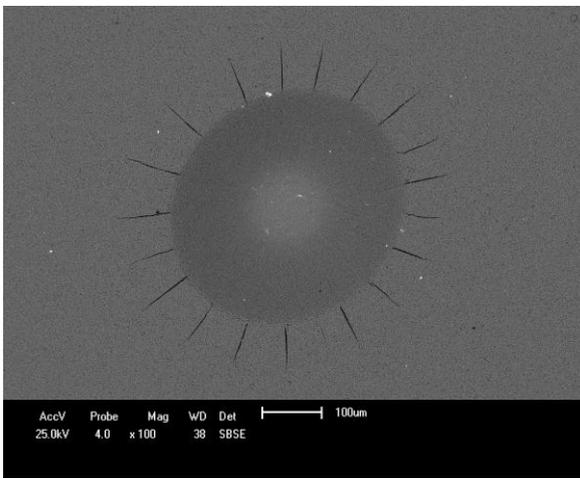
Figura 24 – Imagens de microscopia eletrônica para os filmes depositados sobre o as amostras usinadas por eletroerosão.



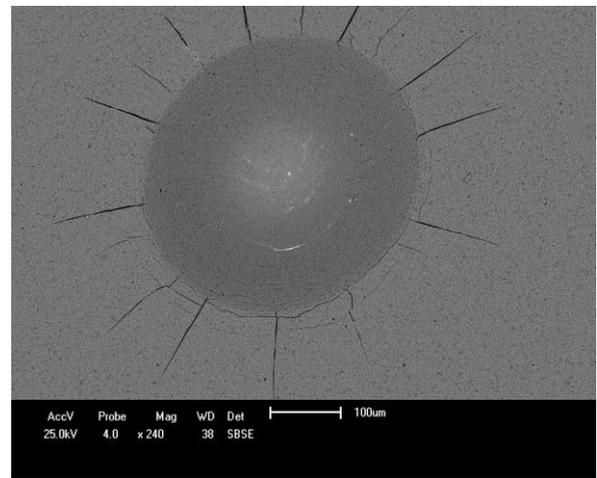
a) Condição RET_1



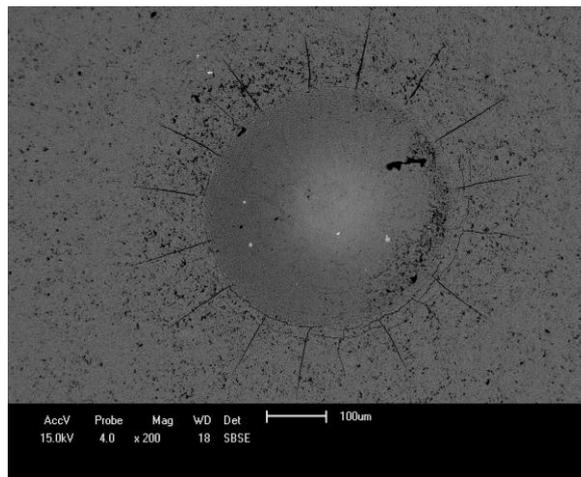
b) Condição RET_2



c) Condição RET_3

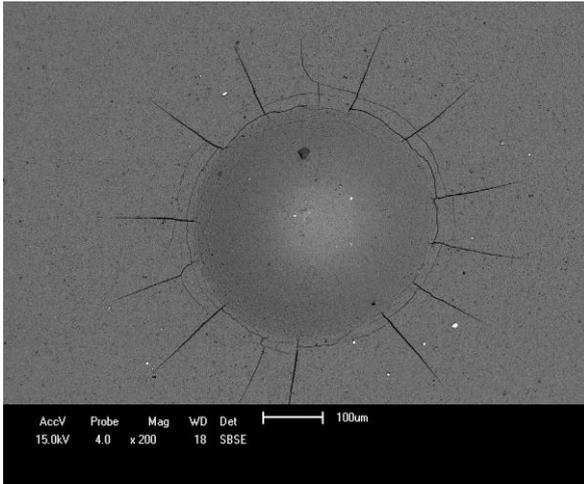


d) Condição RET_4

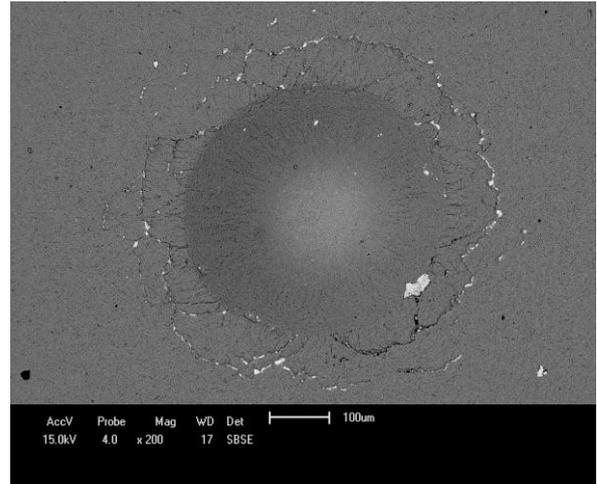


f) Condição RET_5

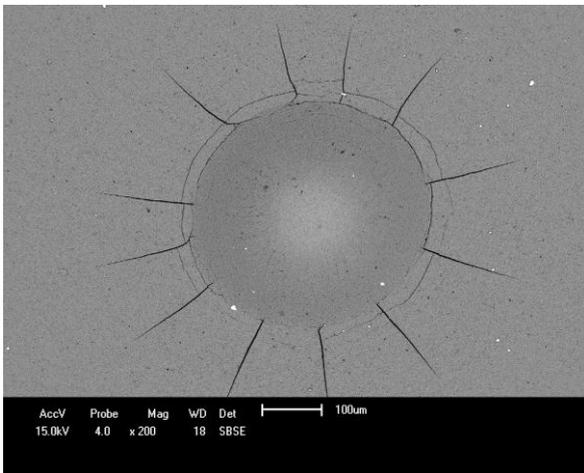
Figura 25 – Imagens de microscopia eletrônica para os filmes depositados sobre as amostras usinadas por retífica.



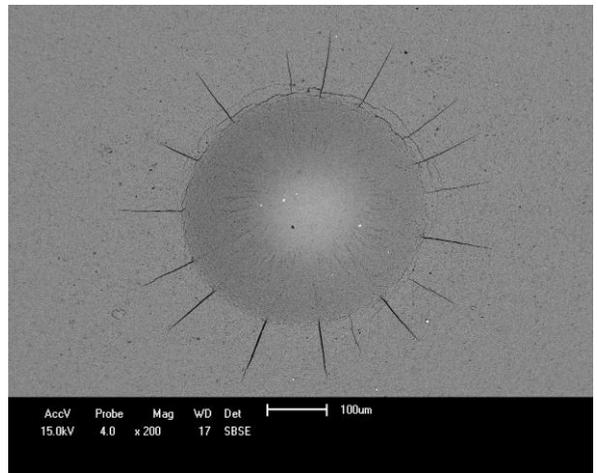
a) Condição FRE_1



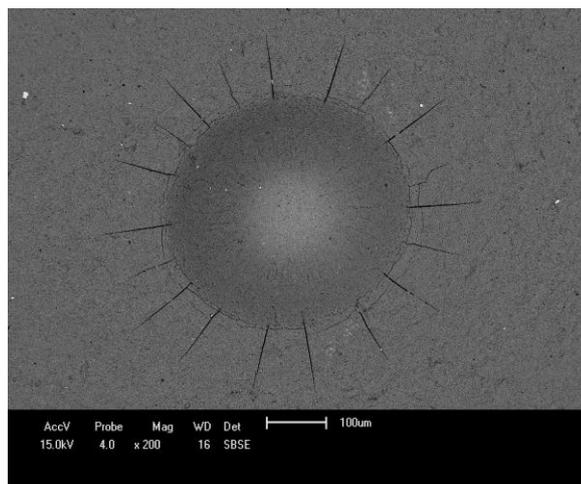
b) Condição FRE_2



c) Condição FRE_3



d) Condição FRE_4



e) Condição FRE_5

Figura 26 – Imagens de microscopia eletrônica para os filmes depositados sobre as amostras usinadas por processo de fresamento.

A Tabela 6 contém os valores do índice de qualidade de adesão (HF) das amostradas, obtidos pela análise das Figuras 25, 26 e 27. Os filmes depositados nas condições EDM_2, RET_2 e FRE_2, por apresentarem deslocamento, foram classificados com índices de adesão entre HF5 e HF6, considerados, portanto, com adesão insuficiente. As demais condições foram identificadas com índice de qualidade de adesão entre HF1 e HF2, com boa adesão, visto que não ocorre a delaminação do revestimento nessas amostras.

Tabela 6 – Resultados dos ensaios de adesão por Rockwell C

<i>Amostras</i>	<i>HF</i>	<i>Amostras</i>	<i>HF</i>	<i>Amostras</i>	<i>HF</i>
EDM_1	2	RET_1	2	FRE_1	2
EDM_2	5	RET_2	6	FRE_2	5
EDM_3	1	RET_3	1	FRE_3	2
EDM_4	2	RET_4	2	FRE_4	2
EDM_5	2	RET_5	2	FRE_5	2

5.3.2 Cargas críticas – L_{C1} e L_{C2}

A Tabela 7 apresenta a adesão do sistema AlCrN/H13 em termos quantitativos, expressos por L_{C1} e L_{C2} , com base nas indentações realizadas na máquina de ensaio universal. A carga crítica L_{C1} corresponde à carga na qual ocorreu o início de formação de trincas radiais na superfície da camada de AlCrN e a carga crítica L_{C2} , à carga na qual ocorreu a delaminação do revestimento.

Tabela 7 – Cargas críticas para avaliação da adesão do sistema AlCrN/H13 obtidas por indentações realizadas na máquina de ensaio universal.

<i>Amostras</i>	<i>L_{C1}, kgf</i>	<i>L_{C2}, kgf</i>
EDM_1	45	> 200
EDM_2	20	30
EDM_3	20	> 200
EDM_4	30	> 200
EDM_5	30	200
RET_1	45	187,5
RET_2	20	30
RET_3	20	187,5
RET_4	30	> 200
RET_5	45	187,5
FRE_1	45	> 200
FRE_2	30	45
FRE_3	30	200
FRE_4	30	187,5
FRE_5	45	> 200

A partir dos valores mostrados na Tabela 7, foi construída a Figura 27. Os valores que ultrapassaram a carga crítica de 200 kgf indicam que as amostras não apresentaram delaminação do revestimento para esse valor de carga máxima utilizada nesse ensaio. Avaliando as diferentes condições de usinagem de desbaste (EDM, RET, FRE), observou-se que não houve uma tendência nos valores de carga crítica L_{C1} para os diferentes processos de usinagem de acabamento. Avaliando os diferentes processos de polimento, verificou-se que as

amostras polidas com pedra enxofrada (_2) e pedra de óxido de alumínio (_3) apresentaram os menores valores para L_{C1} , 20 kgf ou 30 kgf.

Ao contrário de L_{C1} , a carga crítica L_{C2} para a ocorrência da falha por delaminação, apresentou uma tendência nos seus valores em relação os processos de polimento das amostras. Nas amostras polidas com pedra enxofrada (_2), a falha com exposição do substrato ocorre em 30 kgf, enquanto que, para as demais amostras, a delaminação ocorreu somente a partir de 187,5 kgf.

A menor adesão do sistema AlCrN/H13 na condição de polimento com pedra enxofrada pode estar relacionada com mudanças físico-químicas e mecânicas nas superfícies das amostras produzidas nesse processo de usinagem.

Em relação ao fator mecânico, as falhas geralmente são ocasionadas devido à dureza do substrato ser inferior a dureza do filme e à ausência da interfase metálica de Cr no processo PVD (é substituída pelo S). Estas mudanças diminuem a adesão do revestimento, não suportando assim a aplicação de cargas relativamente elevadas, e provocam as falhas já descritas. Sugerem-se estudos adicionais para verificar a influência da dureza.

A seguir são apresentados resultados complementares que permitiram verificar as hipóteses físico-químicas mencionadas acima.

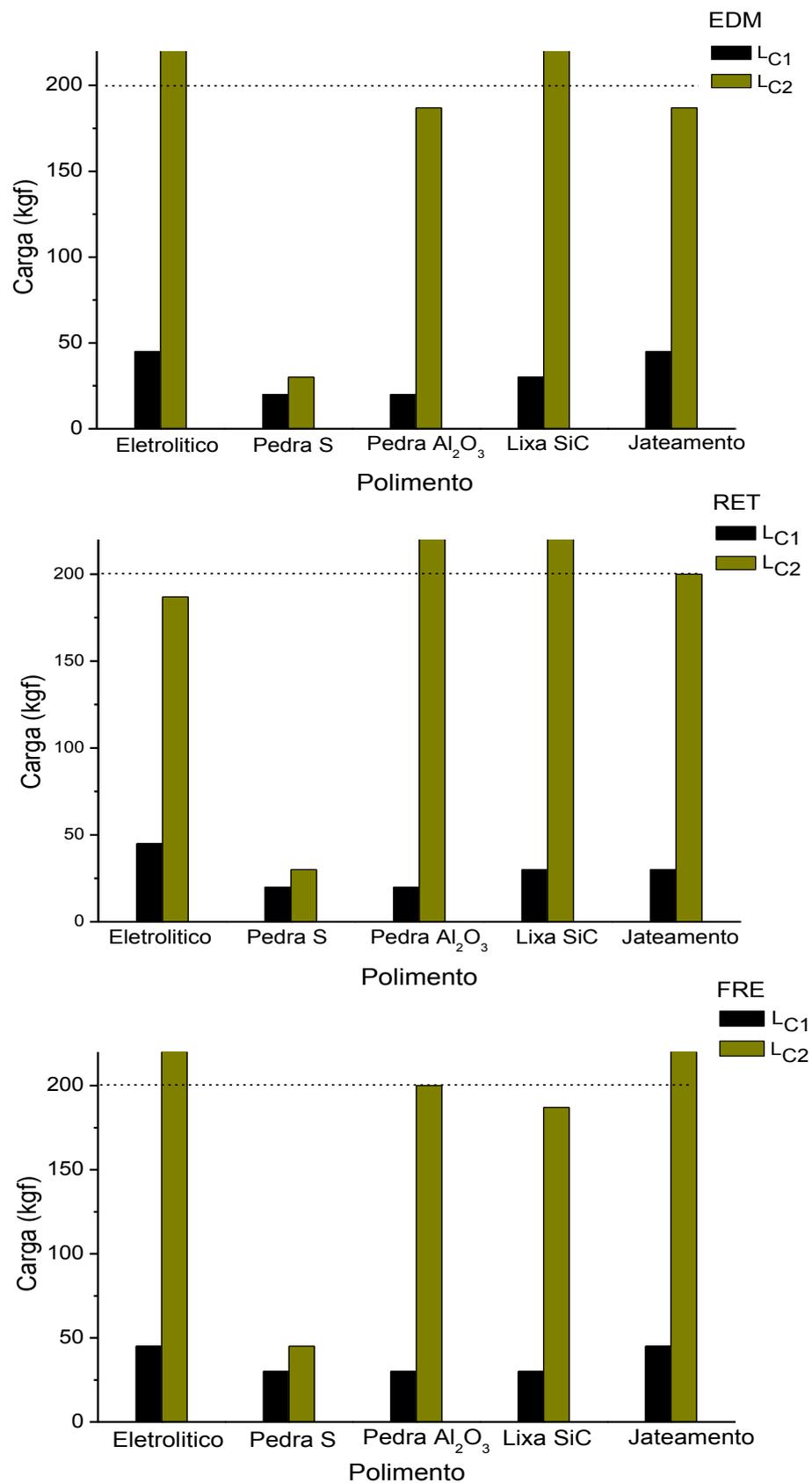


Figura 27 – Valores da Carga crítica para as amostras usinadas por EDM, retífica e fresamento.

5.3.3 Composição química elementar nas regiões das falhas

Nesta seção, são apresentadas as imagens de MEV e os espectros de EDS das impressões residuais, após a realização das indentações no equipamento de ensaio universal com diferentes cargas.

A Figura 29 mostra que o filme de AlCrN depositado sobre o substrato usinado por EDM e polido com jato de granalha (EDM_5) apresentou falhas que iniciam em regiões junto ao perímetro de indentação, onde há a formação de trincas radiais, indicadas pela seta vermelha. Houve também a formação de trincas circulares, indicadas pela seta amarela. Estas se espalham ao longo da amostra.

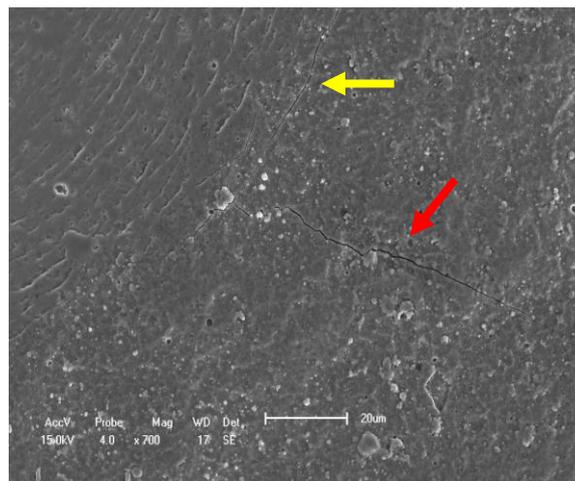


Figura 28 – Amostra usinada por EDM e polida com jato de granalha (EDM_5) mostrando o modo de falha do revestimento após ensaios com 45 kgf.

Na Figura 30, observa-se o modo de falha do revestimento da amostra retificada com polimento eletrolítico (RET_1) após ensaio com 200 kgf e seu espectro de composição química obtida por EDS. Na Figura 30(a) observa-se a formação de trincas radiais e circulares, no entanto, não há exposição do substrato nem mesmo quando as trincas radiais interceptam as trincas circulares.

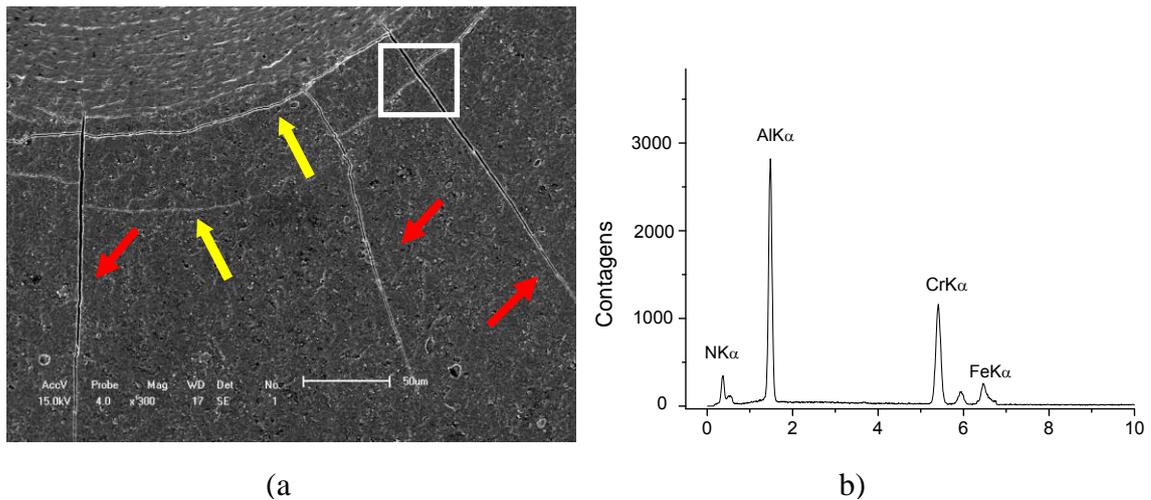


Figura 29 – (a) Amostra retificada com polimento eletrolítico (RET_1) mostrando o modo de falha do revestimento após ensaio com 200 kgf; (b) Espectro de EDS.

No espectro de EDS (Figura 30b), realizado na região destacada pelo quadrado branco (Figura 30a), é possível visualizar a presença dos elementos que compõe o revestimento (Al, Cr e N), assim como um pico correspondente ao Fe (substrato) na região da trinca. A profundidade de detecção desta técnica, varia de 1 μm a 3 μm aproximadamente, explicando a presença do Fe na análise de EDS.

A Figura 31 apresenta o mapeamento de EDS realizado após indentação na amostra retificada com polimento eletrolítico (RET_1) e posteriormente revestida. A Figura 31(a) mostra a imagem de trincas radiais e circulares, causadas pela indentação com a carga máxima de 200 kgf. Os mapas de EDS dos elementos Cr, Al e Fe (Figuras 31b-d) correspondem à imagem detalhada na Figura 31(a). Na figura 31(d), observa-se a presença de ferro somente na região das trincas. As figuras 31b-c, permitem a visualização de uma camada uniforme do revestimento, confirmando que não houve a delaminação do revestimento para esta carga de indentação e somente a formação das trincas.

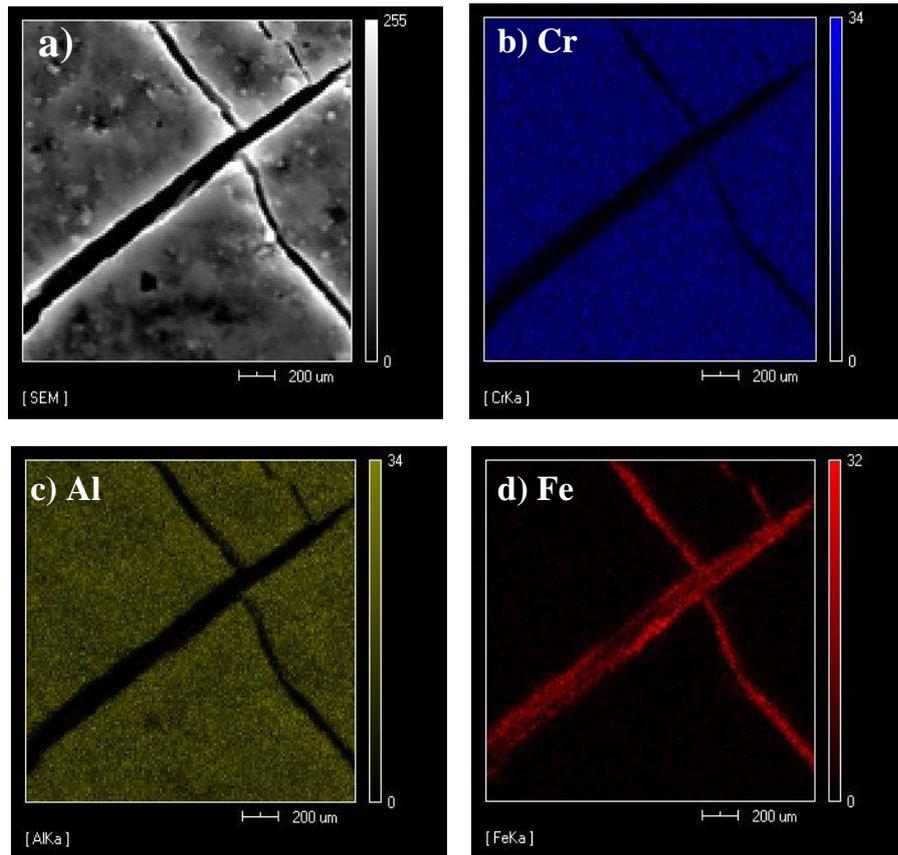


Figura 30 – (a) Imagem de MEV da amostra RET_1 após a indentação, onde foi realizado o mapeamento de EDS. (b), (c) e (d) mapas de EDS para, Cr, Al e Fe, respectivamente.

Na Figura 32, observam-se o modo de falha do revestimento da amostra retificada polida com pedra enxofrada (RET_2) após o ensaio com carga de 30 kgf e seu espectro de composição química obtida por EDS. Nessa amostra ocorreu a falha conhecida como lascamento ou escamação indicada pela seta azul (Figura 32a), comumente observada em filmes depositados em substratos que possuem baixa capacidade de suportar carregamento. No espectro de EDS (Figura 32b), realizado na região destacada pelo quadrado branco (Figura 32a), é possível visualizar a presença do pico correspondente ao Fe. Isto é uma evidência da delaminação prematura do revestimento depositado sobre o substrato retificado e polido com pedra enxofrada (RET_2).

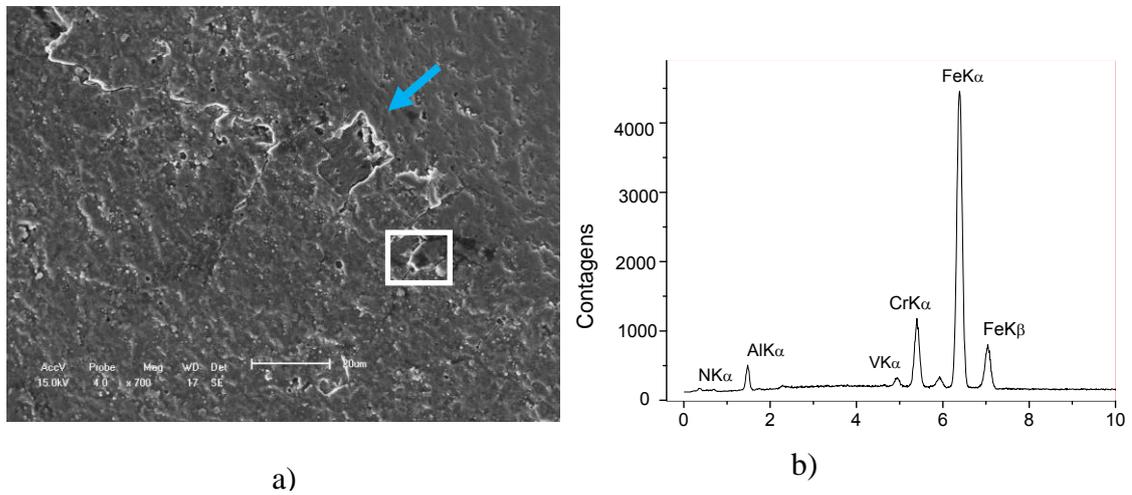


Figura 31 – (a) Amostra retificada polida com pedra enxofrada (RET_2) mostrando o modo de falha do revestimento após indentação com carga de 30 kgf; (b) Espectro de EDS.

Na Figura 33, observam-se os modos de falha do revestimento da amostra retificada polida com pedra enxofrada (RET_2) após indentação com carga de 200 kgf e seu espectro de composição química obtido por EDS. Com o aumento da carga de ensaio, houve aumento gradativo das falhas no revestimento, deixando o substrato ainda mais exposto (Figura 33a). No espectro de EDS (Figura 33b), realizado na região destacada pelo quadrado branco (Figura 33a), é possível visualizar a presença de um pico de Fe com alta intensidade, assim como, um pico de intensidade relevante de enxofre (S).

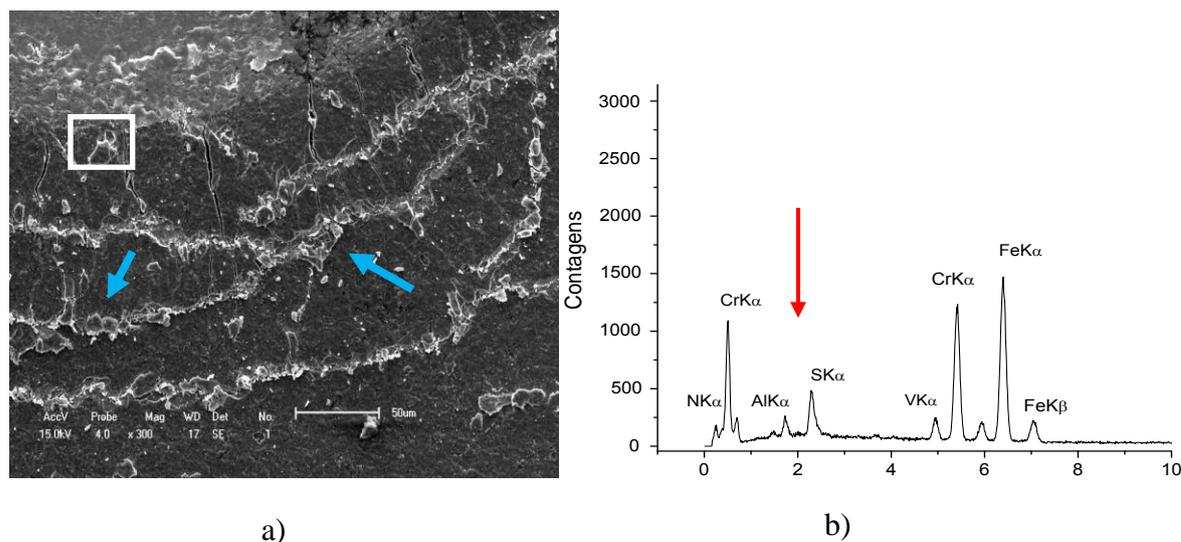


Figura 32 – a) Amostra retificada polida com pedra enxofrada (RET_2) mostrando os modos de falha do revestimento após indentação com carga de 200 kgf; b) Espectro de EDS.

A figura 34(a) apresenta a imagem ampliada da região destacada na Figura 33(a), onde ocorreu a delaminação do revestimento de AlCrN. As Figuras 34(b-e) mostram os mapas de EDS dos elementos S, Al, Cr, e Fe, respectivamente, correspondentes à imagem detalhada na Figura 34(a).

Na Figura 34(d), observa-se a distribuição uniforme de cromo em toda a imagem, mesmo na região onde houve a delaminação do filme. A presença de cromo em toda a imagem pode ser proveniente do aço AISI H13 possui 5,4% (em peso) de cromo na composição de sua liga e/ou do processo de PVD, em que uma camada intermediária de cromo metálico é depositada para melhorar a aderência do revestimento de AlCrN [22].

Por meio do mapeamento (Figura 34b), ficou evidente a presença de uma quantidade significativa de enxofre. Em análises de EDS realizadas nas demais amostras polidas com pedra enxofrada (EDM_2 e FRE_2), também foram encontrados vestígios de enxofre em regiões onde ocorreu a delaminação do revestimento. Isto indica que o enxofre encontrado nessas amostras é proveniente do processo de polimento. Nas demais amostras, não foi

detectada a presença de enxofre, nem de elementos característicos dos materiais utilizados em seus processos de polimento.

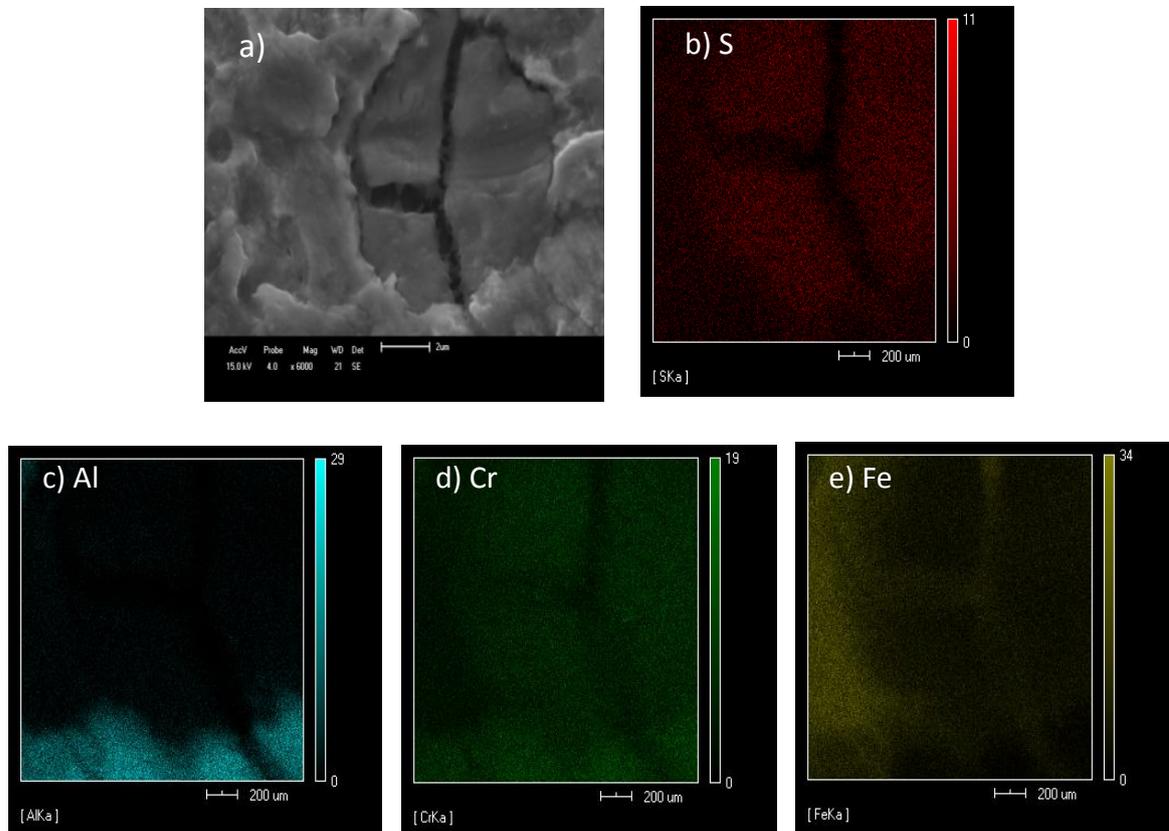


Figura 33 – (a) Imagem de MEV onde foi realizado o mapeamento de EDS. (b), (c), (d) e (e) mapas de EDS para S, Al, Cr, e Fe, respectivamente.

5.3.4 *Estrutura química das superfícies retificadas antes e após polimento com pedra enxofrada*

A técnica de XPS foi utilizada com o objetivo de determinar as possíveis ligações químicas do enxofre presente na amostra, corroborando assim com as análises de EDS. As Figuras 35 e 36 demonstram os espectros de fotoemissão na região do nível eletrônico 2p do enxofre na amostra com usinagem de desbaste (RET) e na amostra usinada submetida ao processo de polimento com pedra enxofrada (RET_2), respectivamente. Segundo a literatura,

o pico em 155,8 eV corresponde à região do Si 2s e pode estar associado a inclusões de SiO₂ [73,74].

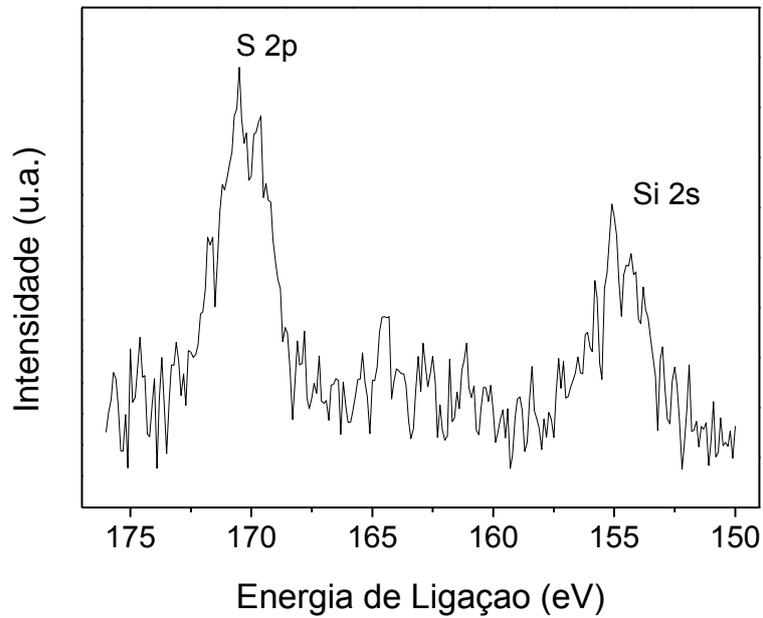


Figura 34 – Espectro de XPS da amostra usinada (retificada) da região 2p do S.

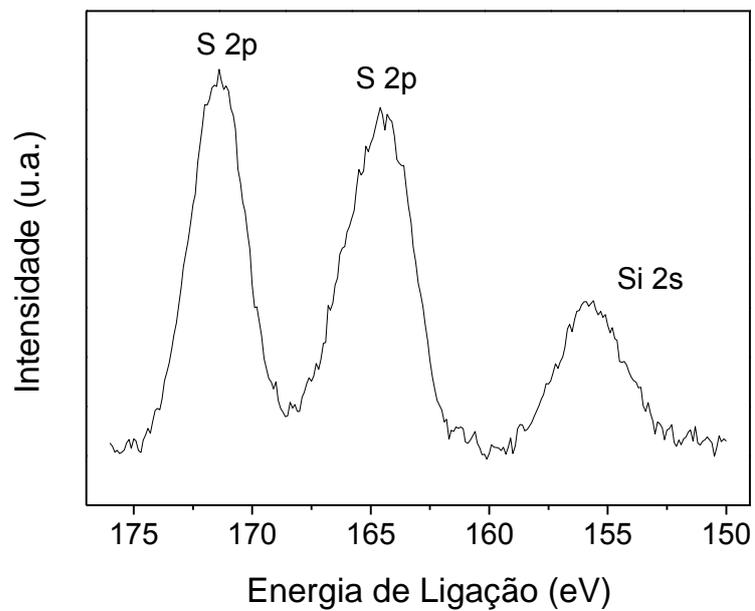


Figura 35 – Espectro de XPS da amostra usinada (retificada) polida com pedra enxofrada, da região 2p do S.

O espectro de XPS da amostra polida com pedra enxofrada (Figura 36) apresenta um pico com energia de ligação característica do enxofre elementar em 164 eV [75-77], o qual não foi detectado no espectro da amostra somente usinada, Figura 35. Portanto, o enxofre pode ter sido incorporado na superfície amostra durante o processo de polimento com a pedra enxofrada, sendo considerado como um agente contaminante da superfície.

O pico com energia de ligação em 171 eV é característico de ligações do enxofre com elementos de elevada eletro-negatividade, tais como O e F, de acordo com resultados já publicados [78-80]. Nas Figuras 35 e 36, observa-se a presença deste pico no espectro da amostra com a usinagem de desbaste (RET) e na amostra com retifica e polimento (RET_2). O enxofre detectado nesta energia de ligação pode ser proveniente do substrato ou resultante do processo de usinagem por retifica.

As Figuras 37 e 38 apresentam espectros na região do nível eletrônico 2p do ferro na amostra retificada (RET) e na amostra retificada e polida com pedra enxofrada (RET_2), respectivamente. O duplete, característico do ferro pode ser observado nas duas figuras. O pico com energia de ligação máxima de 711,9 eV ($2p_{3/2}$) é característico do ferro, e o de 725,00 eV ($2p_{1/2}$) corresponde ao óxido de ferro [81]. A presença do ferro é proveniente da composição química do substrato de aço H13 e a de óxido de ferro, da oxidação da superfície da amostra. Nas ligas de ferro, os óxidos que se formam a baixas temperaturas são Fe_3O_4 (magnetita) e Fe_2O_3 (hematita). Como na usinagem de retifica a temperatura pode atingir valores superiores a 600°C, é também provável que o FeO (wustita) tenha se formado na superfície desta amostra [82].

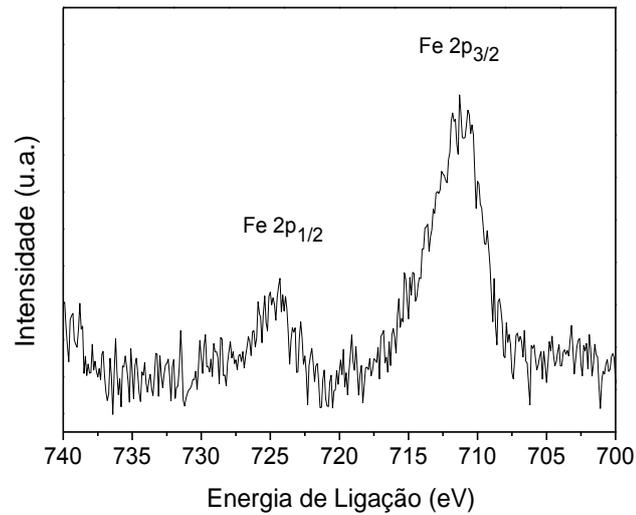


Figura 36 – Espectro de XPS da amostra usinada (retificada), da região 2p do Fe.

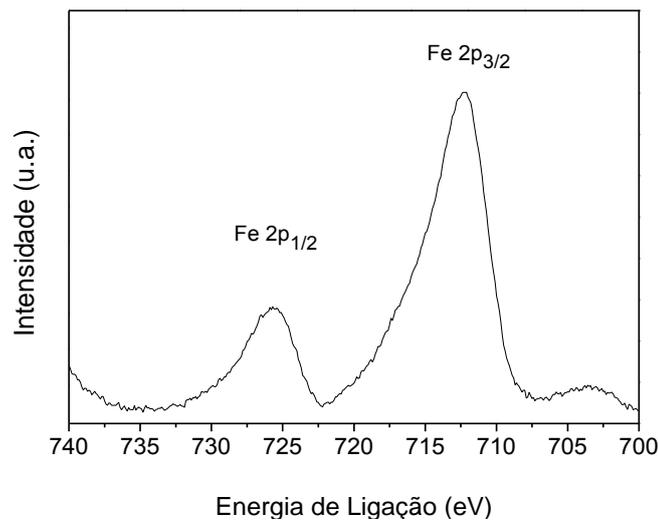


Figura 37 – Espectro de XPS da amostra usinada (retificada) polida com pedra enxofrada da região 2p do Fe.

A técnica de XPS permite determinar o conteúdo relativo de ambos os elementos de interesse (S e Fe) na superfície das amostras. Para a realização dos cálculos (item 4.6) utilizou-se as áreas sob os picos em 164,4 eV para o S e 711,3 eV para o Fe, ilustrados nas Figuras 35-38.

Antes da realização do polimento a amostra não apresentou enxofre em seu estado elementar, logo $R_{S/Fe} = 0$. Após a realização do polimento com pedra enxofrada a razão relativa de concentração apresentou um valor superior, $R_{S/Fe} = 0,2$. Deve-se considerar um erro na determinação de aproximadamente 10%.

Levando em consideração que o aço seja composto basicamente por Fe, interpreta-se como $[S] + [Fe] = 100\%$ at.. Por conseguinte, tem-se uma proporção de 0:1 (S/Fe) para a amostra somente usinada e, após a realização do polimento esta proporção aumenta para 0,2:1 (S/Fe). Tais relações mostraram a presença de uma quantidade significativa de S elementar na amostra polida, aproximadamente 16% at., confirmando que o enxofre presente é resultante do processo de polimento.

A contaminação da superfície pelo enxofre pode dificultar a adesão do revestimento de AlCrN sobre a superfície do substrato, levando à delaminação do revestimento e à exposição do substrato. Segundo Haynes, 2001 e Singheiser, 2001 a presença de enxofre entre a camada de revestimento e o substrato promove a delaminação do revestimento causada pela redução da energia interfacial. Por este motivo utilizam-se quantidades mínimas de enxofre na composição das ligas metálicas, o qual combinado a outros elementos, promove a formação de sulfetos termodinamicamente estáveis durante o processo de recozimento do aço [83,84].

5.3.5 Sequência de etapas que levam à falha do revestimento devido à contaminação por enxofre

A partir das análises de composição química realizadas por EDS e XPS, juntamente com as imagens de MEV, os valores de cargas críticas e estudos prévios [7], foi possível identificar as etapas que levam ao aparecimento das falhas dos revestimentos depositados nas amostras com contaminação por enxofre no processo de polimento com pedra enxofrada. Essa sequência está representada esquematicamente na Figura 39.

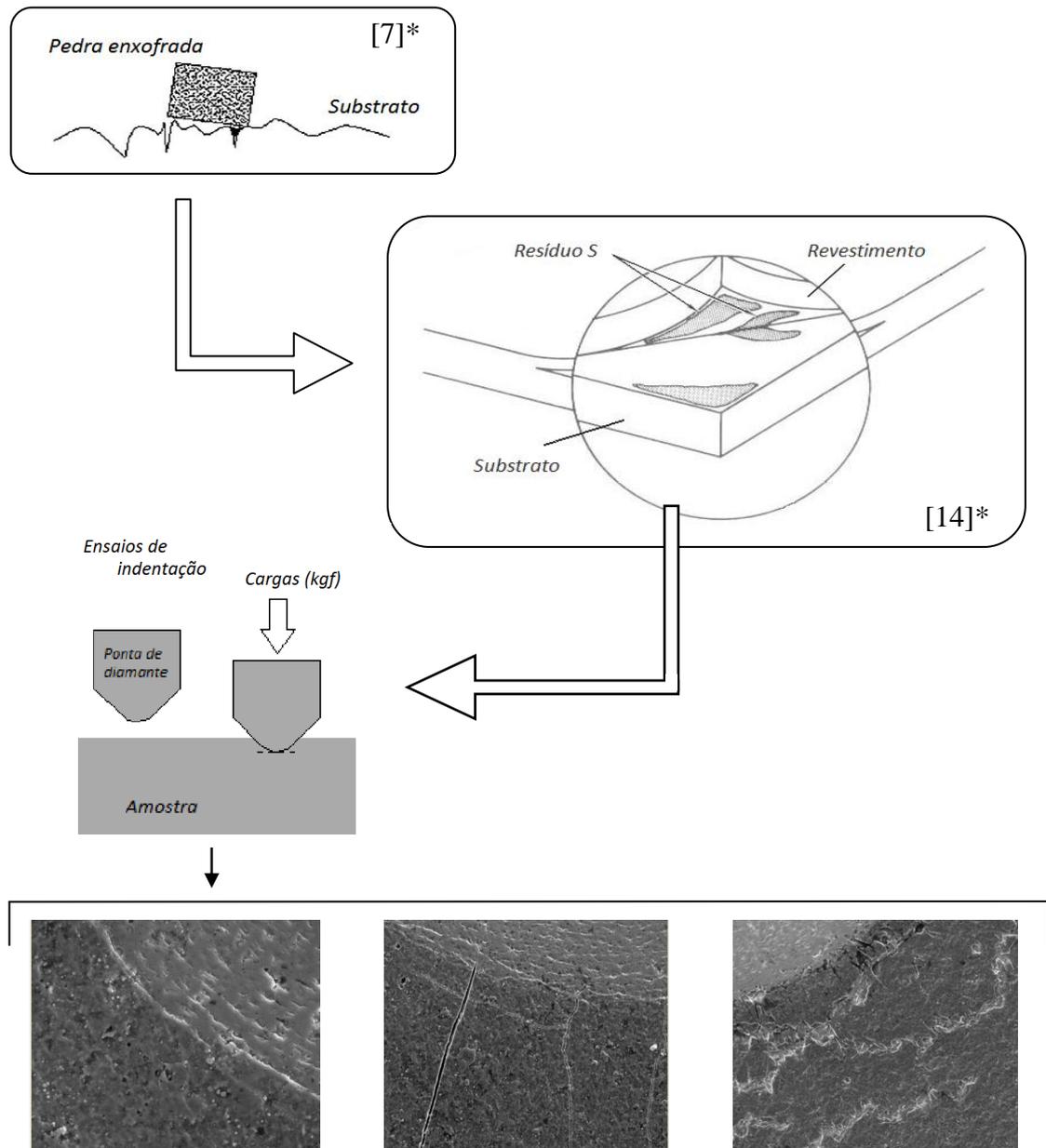


Figura 38 – Sequência de etapas que levam à falha do revestimento devido à contaminação por enxofre. “*Adaptado de [7]” e [14].

- 1) Na primeira etapa ocorre a contaminação da superfície por enxofre. O enxofre fica retido nas irregularidades da superfície polida [7].
- 2) Na segunda etapa o revestimento é depositado sobre o substrato contendo resíduos de enxofre.
- 3) Na terceira etapa, com a aplicação de diferentes cargas de indentação, ocorre a falha coesiva (trincamento) e adesiva (delaminação) do revestimento.

6 CONCLUSÕES

Neste trabalho foram analisados os modos de falha do revestimento AlCrN depositado por PVD sobre o substrato de AISI H13 com diferentes condições de acabamento de desbaste e de polimento, sendo possível obter as seguintes conclusões:

- 1) As amostras usinadas pelos processos de EDM e fresagem apresentaram apenas a fase martensita na sua microestrutura. A amostra usinada pelo processo de retífica apresentou uma microestrutura diferente, com fase martensítica e presença da fase austenita retida, a qual apresentou menor valor de dureza. O filme de AlCrN depositado por PVD apresentou espessura de 3 μm e dureza de 28 GPa, aproximadamente.
- 2) Não houve variação da rugosidade das superfícies usinadas pelos três processos de desbaste. No entanto, o processo de polimento com jato de granalha produziu valores de rugosidade elevados em relação aos outros quatro processos avaliados.
- 3) A adesão do revestimento de AlCrN ao substrato de H13 é afetada pelo processo de polimento com pedra enxofrada. Sua adesão é caracterizada por índices de qualidade entre HF5 e HF6, considerada insuficiente. Na avaliação por cargas críticas, as superfícies polidas com pedra enxofrada apresentam falhas adesivas para valores de carga bem inferiores às superfícies polidas pelos demais processos de usinagem.
- 4) A rugosidade produzida pelos processos de desbaste e polimento não influenciou significativamente os mecanismos de falha do revestimento de AlCrN.
- 5) Nas regiões onde ocorreram delaminações, confirmou-se a presença de enxofre apenas para as amostras polidas com pedra enxofrada. Esta é proveniente desse processo de polimento.

- 6) A contaminação da superfície do substrato por enxofre influencia na adesão do revestimento de AlCrN, levando à delaminação do revestimento.
- 7) A partir das análises de microestrutura e composição química e da avaliação dos valores de cargas críticas foi possível identificar as etapas que levam ao aparecimento das falhas dos revestimentos depositados nas amostras com contaminação por enxofre no processo de polimento com pedra enxofrada.

TRABALHOS FUTUROS

A menor adesão do sistema AlCrN/H13 na condição de polimento com pedra enxofrada pode estar relacionada com mudanças físico-químicas e mecânicas nas superfícies das amostras produzidas nesse processo de usinagem. Sugerem-se estudos adicionais para verificar a influência da dureza no mecanismo de formação de falhas e análises químicas complementares.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] WONG K. P., CHAN K. C. AND YUE T. M. A study of surface finishing in pulse current electroforming of nickel by utilizing different shaped waveforms. *Surface and Coatings Technology*. 1999, Vol.115, 132–139.
- [2] SUNG-SAN CHO, YONG-KYOON RYU AND SEUNG-YOUNG LEE. Curved surface finishing with flexible abrasive tool. *International Journal of Machine Tools & Manufacture*. 2002, Vol. 42, 229–236.
- [3] CHAO-CHANG A. CHEN AND NEIL A. DUFFLE. Development of An Automated Surface Finishing System (ASFS) With In-process Surface Topography Inspection. *Journal of Materials Processing Technology*. 1996, Vol. 62, 427-430.
- [4] ULRICH KRUPP. *Fatigue Crack Propagation in Metals and Alloys - Microstructural Aspects and Modelling Concepts*. Publisher : WILEY-VCH; 11 edition, april 2007.
- [5] GARCÍA NAVAS, V., et al. Electro-discharge machining (EDM) versus hard turning and grinding - Comparison of residual stresses and surface integrity generated in AISI 01 tool steel. *Journal of Materials Processing Technology*. 2008, Vol. 195, 186-194.
- [6] PELLIZZARI, A., MOLINARI, A. AND STRAFFELINI, G. Thermal fatigue resistance of plasma duplex-treated tool steel. *Surface and Coatings Technology*. 2001, Vol. 142-144, 1109-1115.
- [7] CORUJEIRA GALLO, S., FIGUEROA, C. A. AND BAUMVOL, I. J. R. Premature thermal fatigue failure of aluminium injection dies with duplex surface treatment. *Materials Science and Engineering A*. 2010, Vol. 527, 7764-7769.
- [8] MOURA E SILVA, C. W., et al. Adhesion failures on hard coatings induced by interface anomalies. *Vacuum*. 2009, Vol. 83, 1213-1217.
- [9] SANDVIK. *Manual técnico de usinagem: torneamento, fresamento, furação, mandrilhamento, sistemas de fixação*. AB Sandvik Coromant, Suécia, 2005.
- [10] BIANCHI, E. C., et al. Análise do comportamento de rebolos convencionais na retificação de aços dúcteis. In: *IV Congresso Norte Nordeste de Engenharia Mecânica*, Recife, p. 387-392, jun. 1996.
- [11] DINIZ, A. E., Marcondes, F. C., and Coppini, N. L. *Tecnologia da usinagem dos materiais*. São Paulo: Artliber Editora. 4 edição, 2003.

- [12] STEMMER, C. E. Ferramentas de corte. Editora da UFCS, Florianópolis, Brasil, 2001.
- [13] Metals Handbook – Machining. ASM International, Metals Park, 9 th Edition Vol. 16, 1985.
- [14] SILVA FILHO M. S. Fresamento por regiões com uma alternativa na usinagem de cavidades para moldes de injeção através de sistema CAD/CAM. Dissertação de mestrado, UFSC, 2000
- [15] K. H. HO AND S. T. NEWMAN. State of the art electrical discharge machining (EDM). *International Journal of Machine Tools & Manufacture*. 2003, Vol. 43, 1287–1300.
- [16] PETER FONDA, et al. A fundamental study on Ti–6Al–4V’s thermal and electrical properties and their relation to EDM productivity. *Journal of materials processing technology*. 2008, Vol. 202, 583–589
- [17] LIMA, F. E CORRÊA, M. Efeitos da eletroerosão sobre a superfície de peças usinadas. *Ver. Tecnológica Fortaleza*. 2006, Vol.27, 26-33.
- [18] CHEVRIER, P., et al. Investigation of Surface Integrity in high speed end milling of low alloyed steel. *International Journal of Machine Tool and Manufacture*, 2003.
- [19] GRIFFITHS, B. *Manufacturing Surface Technology*. London, Penton Press, 2001.
- [20] MESQUITA, N. G. M. Avaliação e escolha de uma superfície segundo sua função e fabricação. Tese de doutorado em Eng. Mecânica, UFSC, Florianópolis, 1992.
- [21] OLIVEIRA, J. M. Caracterização da integridade de Superfícies Usinadas. Dissertação de Mestrado. UCS, Caxias do Sul, 2006.
- [22] Metals Handbook – Metallography and Microstructures. ASM International, Metals Park, Ohio, Vol. 9, 1985.
- [23] Revised by ELISABETH WEIDMANN. *Electrolytic Polishing*, Struers, Inc.
- [24] CALLE, M. A. AND MACHADO, I. Efeitos do processo de jateamento com granalhas na microestrutura e nas propriedades mecânicos de um aço SAE 1070. II Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação, Uberlândia, Brasil, Maio 2003.
- [25] MUSIL, J. Hard and Superhard nanocomposite coatings. *Surface and coatings technology*, v. 125, 2000.

- [26] NARAYAN, R. J.; SCHOLVIN D. Nanostructures carbon-metal composite films. *Journal of Vacuum and Science technology B*, v.23, 2005.
- [27] MO, J. L., et al. Comparison of tribological behaviours of AlCrN and TiAlN coatings – Deposited by physical vapor deposition. *Wear*. 2007, Vol. 263, 1423-1429.
- [28] MO, J. L. AND ZHU, M. H. Sliding tribological behaviour of AlCrN coating. *Tribology International*. 2008, Vol. 41, 1161-1168.
- [29] VYAS A., et al. Nano-structured CrN/CN_x multilayer films deposited by magnetron sputtering. *Composites Science and Technology*. 2008, Vol. 68, 2922–2929.
- [30] PULUGURTHA S. R., et al. Mechanical and tribological properties of compositionally graded CrAlN films deposited by AC reactive magnetron sputtering. *Surface & Coatings Technology*. 2007, Vol. 202, 1160 – 1166.
- [31] JOSE L. ENDRINO AND VOLKER DERFLINGER. The influence of alloying elements on the phase stability and mechanical properties of AlCrN coatings. *Surface & Coatings Technology*. 2005, Vol. 200, 988 – 992.
- [32] SUGISHIMA A., KAJIOKA H. AND MAKINO Y. Phase transition of pseudo binary Cr–Al–N films deposited by magnetron sputtering method. *Surface & Coatings Technology*. 1997, Vol. 97, 590 – 594.
- [33] MOHAMED KCHAOU, R. E. Failure mechanisms of H13 die on relation to the forging process – a case study of brass gas valves. *Engineering Failure Analysis*. 2010, Vol. 17, 403-415
- [34] KLIMEK, K. S., et.al, Duplex-PACVD coating of surfaces for die casting tools. *Surface & Coatings Technology*, 2007, Vol. 201, 5628-5632.
- [35] SURESH, SUBRA. *Fatigue of materials*. Cambridge: Cambridge University Press, 2 ed. 1998.
- [36] MATTOX, D. M. Surface effects on the growth, adhesion and properties of reactively deposited hard coatings. *Surface and Coatings Technology*. 1996, Vol. 81, 08-15.
- [37] COLLINS, J. A. *Failure of materials in mechanical design: Analysis, Prediction, Prevention*. New York: John Wiley & sons, 2 ed., 1993.
- [38] SERGEJEV F., et al. Surface fatigue and wear of PVD coated punches during fine blanking operation. *Engineering Failure Analysis*. 2011.

- [39] HEINKE W., et al. Evaluation of PVD nitride coatings, using impact, scratch and Rockwell-C adhesion tests. *Thin Solid Films*. 1995, Vol. 270, 431-438.
- [40] WHITEHOUSE, D. J. Characterizing the machined surface condition by appropriate parameters. *Proceedings of the Third Industrial Tooling Conference*, Southampton Institute, Molyneux Press, p. 8-31.
- [41] CULLITY, B. D.; STOCK, S. R. **Elements of X-ray diffraction**. 3 ed. Upper Saddle River, NJ: Prentice Hall, 2001. 664 p.
- [42] MICHLER, T., et al. Properties of duplex coatings prepared by plasma nitriding and PVD Ti-C:H deposition on X20Cr13 ferritic stainless steel. *Thin Solid Films*. 1998, Vol. 322, 206-212.
- [43] VETTER, J., MICHLER, T. AND STEUERNAGEL, H. Hard coatings on thermochemically pretreated soft steels: application potential for ball valves. *Surface and Coatings Technology*. 1999, Vol. 111, 210-219.
- [44] PIANA L. A., et al. Numerical and experimental analyses on the indentation of coated systems with substrates with different mechanical properties. *Thin Solid Films*. 2005, Vol. 491, 197-203.
- [45] RECCO, A. A. C., et al. Influência da razão entre a dureza e o módulo de elasticidade (H/E) na aderência de revestimentos de TiN e TiC depositados sobre aço AISI H13. 17^o CBECIMat, Foz do Iguaçu, Brasil, nov. 2006.
- [46] FRANCO, A. R. J., PINEDO, C. E. E TSCHIPTSCHIN, A. P. Utilização da nitretação sob plasma como pré-tratamento ao revestimento TiN-PVD na geração de superfícies duplex no aço AISI H13. *Tecnol. Metal. Mater.*, 2009, Vol. 5, p. 179-185.
- [47] KARIMI A., et al. Fracture mechanisms in nanoscale layered hard thin films. *Thin Solid Films*. 2002, Vol. 420-421, 275-280.
- [48] SOUZA R. M., et al. Numerical and experimental study of the circular cracks observed at the contact edges of indentations of coated systems with soft substrates. *Wear*. 2001, Vol. 251, 1337-1346.
- [49] DEDAVID, A. B., GOMES, I.C. AND MACHADO, G. *Microscopia Eletrônica de Varredura - Aplicação e preparação de amostras*, Porto Alegre - RS. 2007
- [50] DUARTE, L. C., et al. Aplicações de microscopia Eletrônica de varredura (MEV) e sistema de energia dispersiva (EDS) no estudo de gema: exemplos brasileiros. *Pesquisas em Geociências - UFRGS*. 2003, Vol. 30, 3-15.

- [51] BASSO, R. L. O. Efeito do carbono no processo de nitrocarburização com plasma pulsado da liga metálica AISI H13, in Instituto de Física "Gleb Wataghin". 2003, Universidade Estadual de Campinas: Campinas - SP.
- [52] BLEICHER, L. AND SAZAKI, J. M. Introdução à difração de raios-X em cristais. 2000, Universidade Federal do Ceará.
- [53] CULLITY, B. D. AND STOCK, S. R. Elements of X-ray diffraction, ed. River, U. S., New Jersey. 2001
- [54] FIGUEROA, C. A. Propriedades microscópicas e macroscópicas de superfície em ligas ferrosas implantadas com nitrogênio. Tese (doutorado em ciências) IFGW-UNICAMP, 2004.
- [55] KOMIYA, S.; UMEZU, N.; NARUSAWA, T. Formation of thick titanium carbide films by the hollow cathode discharge reactive deposition process. Thin Solid Films, v. 54, n. 1, p. 51-60, 1978.
- [56] FRIEDRICH, C. et al. X-ray diffractometry analysis of r.f.-sputtered hard coatings based on nitrides of Ti, Cr, Hf. Surface and Coatings Technology, v. 74-75, Part 1, p. 279-285, 1995.
- [57] ANTON, R.; SUBHASH, G. Dynamic Vickers indentation of brittle materials. Wear, v.239, n.3, p.27-35, 2000.
- [58] KAUFMANN, E. N. Characterization of Materials. v. 2. Hoboken, NJ: John Wiley and Sons. 2003. 1390 p.
- [59] MICHÉL, M. D. Propriedades mecânicas e fraturas induzidas por nanoindentação em filmes de carbono amorfo hidrogenado. 2005. Tese (Doutorado em Ciências) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2005.
- [60] OLIVER , W. C., PHARR, J. Na improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. Mater Res. 1992, Vol. 7, 1564.
- [61] http://destec.no.sapo.pt/pdf/parametros_rugosidade.pdf. Acesso no dia 02/09/12 as 17:50 horas
- [62] KAUFMANN, E. N. Characterization of Materials. Vol. 2, New Jersey. 2003

- [63] SOARES, G. V. Propriedades físico-químicas e características elétricas de estruturas dielétrico/SiC. In Instituto de Física – Escola de Engenharia – Instituto de Química - Instituto de Informática. 2008, UFRGS, Porto Alegre.
- [64] M. P. Seah and W. A. Dench, Surf. Interface Anal. 1, 129 (1976).
- [65] J. H. Scofield, J. Electron Spectrosc. 9, 117 (1980).
- [66] BRIGGS D., SEAH, M. P. AND WILEY, J. Practical Surface Analysis, Second Ed., Vol. 1., New York, (1996).
- [67] POWDER DIFFRACTION FILE (JCPDS-International Center for Diffraction Data, Swarthmore,2001)
- [68] P.H. Mayrhofer, H. Willmann, A.E. Reiter. Structure and phase evolution of Cr–Al–N coatings during annealing. Surface & Coatings Technology. 2008, Vol.202, 4935-4938.
- [69] Y. MAKINO, K. NOGI. Synthesis of pseudobinary Cr-Al-N films with B1 structure by rf-assisted magnetron sputtering method. Surface and Coatings Technology 98 (1998) 1008-1012.
- [70] A. SUGISHIMA A, H. KAJIOKA A, Y. MAKINO. Phase transition of pseudobinary Cr–Al–N films deposited by magnetron sputtering method. Surface and Coatings Technology 97 (1997) 590–594.
- [71] HWANG, K.C. “Effects of alloying elements on microstructure and fracture properties of cast high speed steel rolls”. PART 1: Microstructural analysis, Elsevier, materials science & engineering 1998.
- [72] MARTINI, C., CESCHINI, L. A comparative study of tribological behaviour of PVD coatings on the Ti-6Al-4V alloy. Tribology International. 2011, Vol. 44, 297-308.
- [73] CLARKE T. A. AND RIZKALLA E. N. X-ray photoelectron spectroscopy of some silicates. Chem. Phys. Lett. 1976, Vol. 37, 523.
- [74] GORLICH E., et al. XPS study of α -quartz surface. Journal Solid State Chem. 1980, Vol. 33, 121.
- [75] YU X.-R., et al. Auger parameters for sulfur-containing compounds using a mixed aluminum-silver excitation source. Elec. Spect. Relat. Phenom. 1990, Vol. 50, 159.

- [76] BRION D. Etude par spectroscopie de photoelectrons de la degradation superficielle de FeS_2 , CuFeS_2 , ZnS et PbS a l'air et dans l'eau. *Journal Appl. Surf. Sci.* 1980, Vol. 5, 133.
- [77] MANOCHA A. S. AND PARK R. L. Flotation related ESCA studies on PbS surfaces. *Journal Appl. Surf. Sci.* 1977, Vol. 1, 129.
- [78] SODHI R. N. S. AND CAVELL R. G. Absolute total static relaxation and extra-atomic relaxation terms for volatile phosphorus compounds obtained from the Auger parameter and relativistic. *Journal Electron Spectrosc. Relat. Phemon.* 1986, Vol. 41, 1.
- [79] LINDBERG B. J., et al. Electron spectroscopy for the determination of molecular structure. *Journal Phys. Scripta.* 1970, Vol. 1, 286.
- [80] STROHMEIER B. R. AND HERCULES D. M. Surface spectroscopic characterization of the interaction between zinc ions and γ -alumina. *Journal Phys. Chem.* 1984, Vol. 88, 4922.
- [81] LANGEVOORT J. C., et al. On the oxide formation on stainless steels AISI 304 and incoloy 800H investigated with XPS. *Appl. Surf. Sci.* 1987, Vol. 28, 167.
- [82] MATHIEU H. J., LANDOLT D. An investigation of thin oxide films thermally grown in situ on Fe-24Cr and Fe-24Cr-11Mo by auger electron spectroscopy and X-ray photoelectron . *Journal Sci.* 1986, Vol. 26, 547
- [83] YEH J. J. AND LINDAU, I. Subshell Photoionization Cross Sections. *Atomic data and nuclear data tables.* 1985, Vol. 32, 1 - 155.
- [84] HAYNES, J. A. Potential influence of bond coat impurities and void growth on premature failure of EB-PVD TBCs. *Scripta Materialia*, v. 44, n.7, p. 1147-1152, 2001.
- [85] SINGHEISER, L.; STEINBRECH, R.; QUADAKKERS, W. J.; HERZOG, R. Failure aspects of TBCs. *Materials at High Temperatures*, v.4 , n.18, p. 249-259, 2001.

8 APÊNDICE

Apêndice A.1

Difratogramas do revestimento de AlCrN depositados sobre o substrato usinado por EDM, retífica e fresamento.

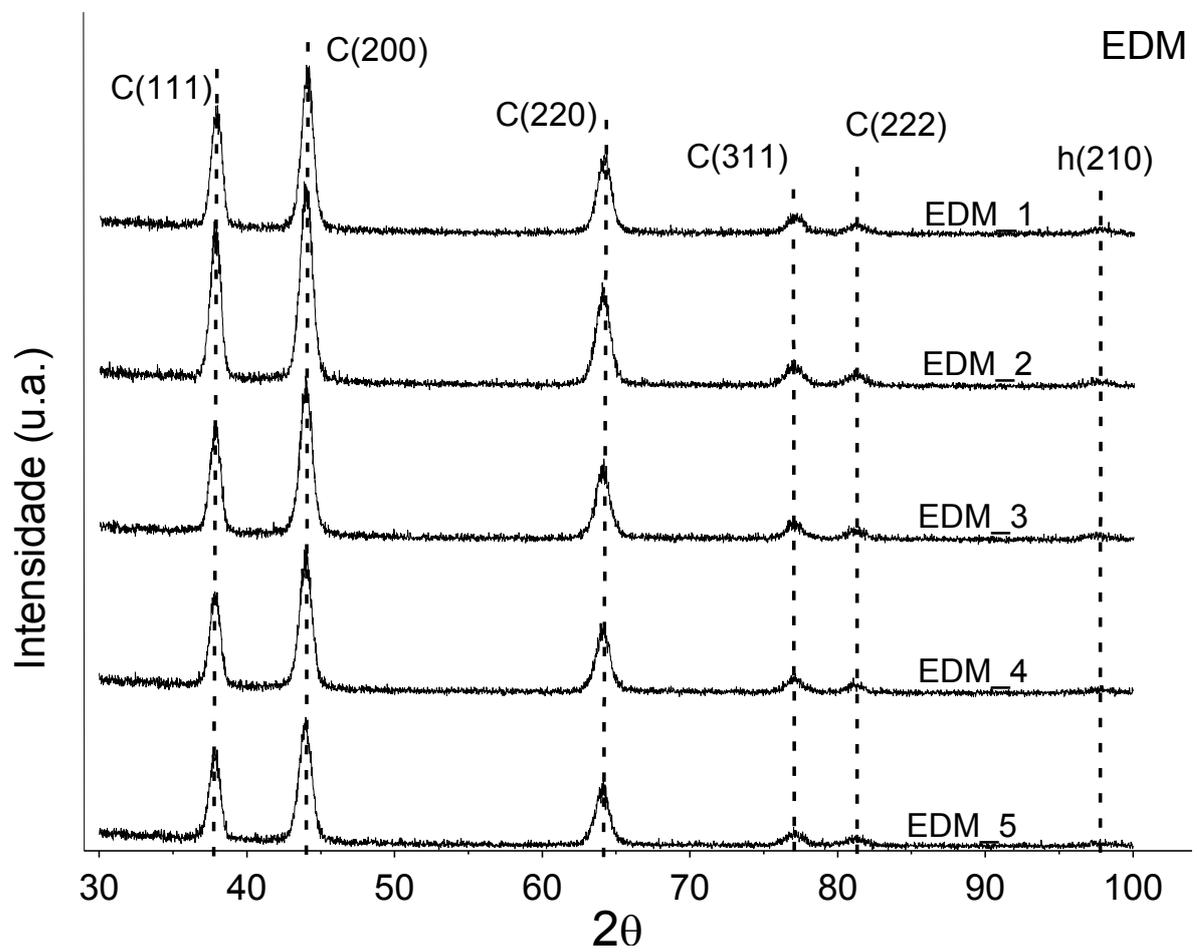


Figura 1 – Difratograma de raios X do revestimento de AlCrN.

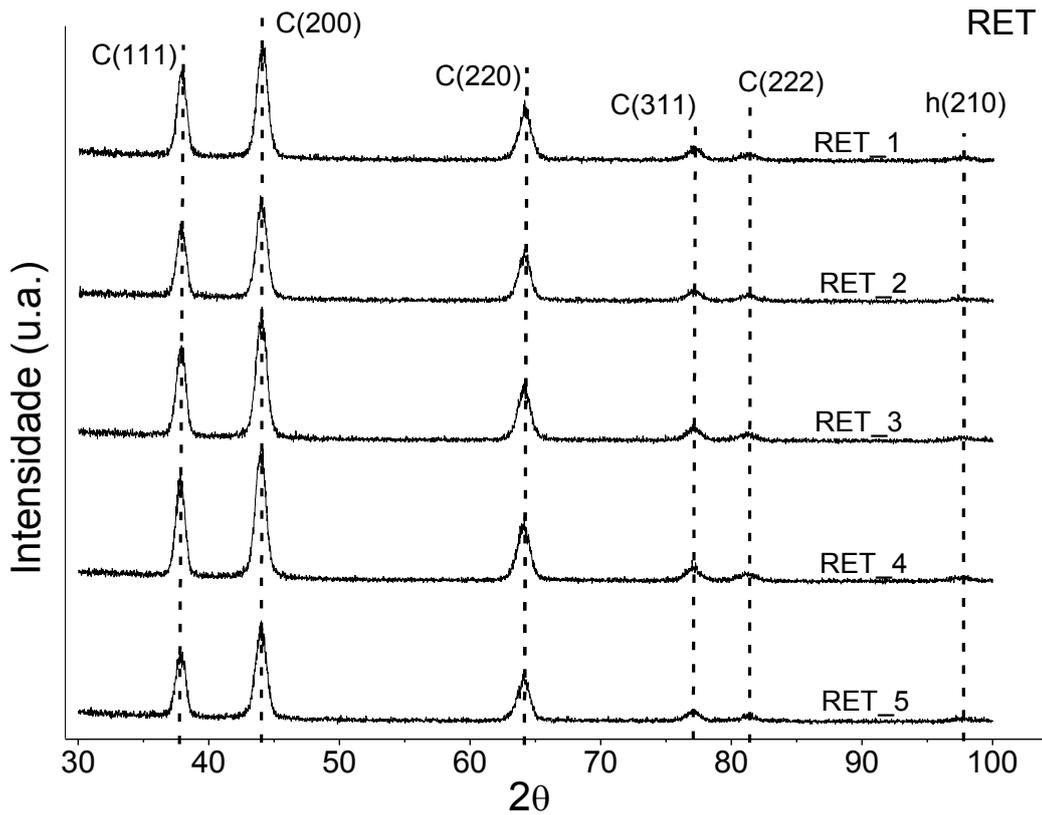


Figura 2 – Difratoograma de raios X dos revestimentos de AlCrN depositados sobre o substrato usinado por retífica.

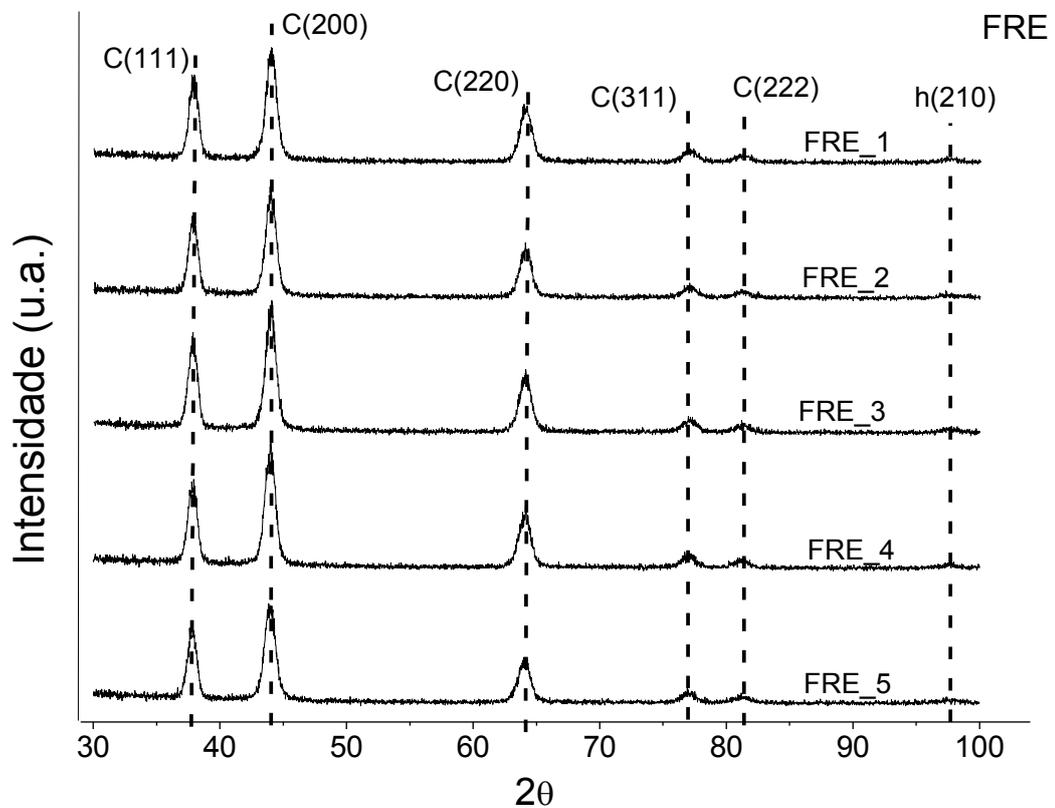


Figura 3 – Difratoogramas de raios X dos revestimentos de AlCrN depositados sobre o substrato usinado por fresagem.

9 ANEXO

Produtividade Científica

Artigos publicados em revistas internacionais indexadas com peer-review

1. **C.Luvison**, V. Sonda, A.C. Rovani, F. Cemin, F.G. Echeverrigaray, C. Aguzzoli, A.E. Crespi, C.L.C. Amorim, M.E.H. Maria da Costa, I.J. R. Baumvol, C.A. Figueroa. **“Friction in near surface regions of plain steel plasma-nitrided and post-oxidized at various hydrogen contents”** *Vacuum*, 2011.

Trabalhos em conferências nacionais e internacionais

1. C. A. Figueroa, V. Sonda, **C. Luvison**, M.M. Costa, E. K. Tentardini, M.C. Farias, I.J.R. Baumvol. **“Friction behavior of different systems at the nanoscale”** X *Encontro da Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais*, Gramado – Rio Grande do Sul. Setembro – 2011.
2. **C. Luvison**, S.G. Corujeira, I.J. R. Baumvol, C.A. Figueroa. **“Effect of different abrasive materials and processes in adhesion of PVD coatings”** X *Encontro da Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais*, Gramado – Rio Grande do Sul. Setembro – 2011.
3. F. Cemin, S. Dufrène, **C. Luvison**, C. Aguzzoli, I.J.R. Baumvol, M.E.H.M. Costa, C.A. Figueroa. **“Diamond-like carbon coatings to improve the mechanical and tribological properties of aluminium”** submetido: *XI Encontro da Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais*, Florianópolis – Santa Catarina. Setembro – 2012.