

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS

MIGUEL RUBIRA DANELON

**ESTUDO DO EFEITO DOS TRATAMENTOS DUPLEX DE NITROCEMENTAÇÃO
E DEPOSIÇÃO DE FILMES DLC DOPADOS COM NITROGÊNIO E SILÍCIO NAS
PROPRIEDADES TRIBOLÓGICAS DO AÇO M2**

Sorocaba

2023

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS

MIGUEL RUBIRA DANELON

**ESTUDO DO EFEITO DOS TRATAMENTOS DUPLEX DE NITROCEMENTAÇÃO
E DEPOSIÇÃO DE FILMES DLC DOPADOS COM NITROGÊNIO E SILÍCIO NAS
PROPRIEDADES TRIBOLÓGICAS DO AÇO M2**

Dissertação de Mestrado apresentada ao
Programa de Pós-Graduação em Ciência
dos Materiais para obtenção do título de
Mestre em Ciência dos Materiais.

Orientação: Prof.^a Dr.^a Luciana Sgarbi
Rossino

Coorientador: Prof. Dr. Paulo Sérgio
Martins

Sorocaba

2023

Danelon, Miguel Rubira

ESTUDO DO EFEITO DOS TRATAMENTOS DUPLEX DE NITROCEMENTAÇÃO E DEPOSIÇÃO DE FILMES DLC DOPADOS COM NITROGÊNIO E SILÍCIO NAS PROPRIEDADES TRIBOLÓGICAS DO AÇO M2 / Miguel Rubira Danelon -- 2023.
129f.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de São Carlos, campus Sorocaba, Sorocaba
Orientador (a): Luciana Sgarbi Rossino
Banca Examinadora: Ronaldo Câmara Cozza, Roberto Carlos Vega Morón
Bibliografia

1. Tratamentos duplex. 2. Dopagem do filme DLC. 3. Usinagem. I. Danelon, Miguel Rubira. II. Título.

Ficha catalográfica desenvolvida pela Secretaria Geral de Informática (SIn)

DADOS FORNECIDOS PELO AUTOR

Bibliotecário responsável: Maria Aparecida de Lourdes Mariano -
CRB/8 6979



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências e Tecnologias Para a Sustentabilidade
Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais

Folha de Aprovação

Defesa de Dissertação de Mestrado do candidato Miguel Rubira Danekón, realizada em 27/02/2023.

Comissão Julgadora:

Profa. Dra. Luciana Sgarbi Rossino (Fatec-SO)

Prof. Dr. Ronaldo Câmara Cozza (Fatec Mauá)

Prof. Dr. Roberto Carlos Vega Morón (ITTLA)

O Relatório de Defesa assinado pelos membros da Comissão Julgadora encontra-se arquivado junto ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais.

AGRADECIMENTOS

A minha mãe Conceição, meu pai Valcir, meus irmãos Vitor e Márcio, meu avô Moacir e toda a minha família por estarem presentes nos momentos mais difíceis, por todos os ensinamentos, pela criação, pelo amor e carinho.

A minha namorada Victória Lara, por me acompanhar nos momentos de dificuldade e por todo apoio durante a jornada.

A Prof. Dra. Luciana Sgarbi Rossino, pela oportunidade e confiança para a realização deste e de muitos outros trabalhos, pela orientação, pela amizade que foi construída, pelo suporte sempre quando necessário.

Ao Prof. Dr. Paulo Sérgio Martins pela coorientação, pela oportunidade proporcionada, por todos os ensinamentos e pela amizade constituída ao longo do trabalho.

Ao Prof. Ms. Marcos Dorigão Manfrinato, pela possibilidade de trabalhar em conjunto, pelos ensinamentos, pela amizade.

Aos amigos de laboratório e de profissão, Ms. Larissa, César, Ms. Felipe, Kaique, Leonardo, Kazys, Giovana, Ms. Henrique, Prof. Dra. Silvia, Prof. Dra. Elaine pelo apoio, auxílio e amizade.

Agradeço a todos os amigos que a vida em especial aos mais próximos, Alex, Andressa, Kaleb, Gabriel Gois, Gabriel Recio, Gabriel Volpini, Hugo, Igor, Juliana, Laura, Larissa, Lorena, Lucas, Rômulo, Vitor Henrique, e todos os outros que sempre estiveram ao meu lado me proporcionando bons momentos.

Ao Ms. Elhadji Cheikh Talibouya Ba pelo auxílio no desenvolvimento do trabalho e pela amizade construída.

Ao técnico de MEV Jorge Wanderson Barbosa pelo auxílio nas imagens e pela amizade feita durante o trabalho em conjunto.

A UFSCar Campus Sorocaba pelo suporte acadêmico e ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais (PPGCM) e a todos os professores do programa pelos ensinamentos

Ao CEFET – MG, pela disponibilização da estrutura para a realização dos ensaios de usinagem.

A FATEC José Crespo Gonzales (FATEC Sorocaba), pelo apoio acadêmico.

Ao Departamento de Engenharia Química da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo no Laboratório de Corrosão da Prof.^a Dr.^a Idalina Vieira Aoki pelas análises de Raman.

A empresa Nipo-Tec pelo fornecimento dos bits de usinagem para a realização do estudo.

A UNICAMP, Prof. Hudson Zanin e Lenon, pelas análises de Raman

A CAPES, por todo apoio financeiro que tornou possível a realização desta pesquisa.

A todos os outros pesquisadores que já passaram por essa vida e nos proporcionaram todas as informações que temos nos dias de hoje para cada vez mais evoluir a tecnologia.

“O nitrogênio em nosso DNA, o cálcio em nossos dentes, o ferro em nosso sangue, o carbono em nossas tortas de maçã foi feito no interior das estrelas em colapso. Nós somos feitos da poeira de estrelas.”

Carl Sagan

RESUMO

Filmes DLC (Diamond Like Carbon) vem sendo o foco de pesquisas recentes em razão da sua inércia química, baixo coeficiente de atrito e alta dureza. Devido á sua baixa adesão em substratos metálicos, algumas alternativas vêm sendo desenvolvidas para resolver este problema, como por exemplo, a dopagem do filme DLC com outros elementos, como o N e o Si e também a realização de tratamentos termoquímicos anterior a deposição dos filmes DLC, cuja combinação de tratamentos é chamado de tratamento duplex. A nitrocementação iônica a plasma é um tratamento termoquímico que melhora a resistência ao desgaste, fadiga e corrosão dos materiais, devido a camada composta de característica cerâmica e formação de uma zona de difusão geradas pela difusão de nitrogênio e carbono no substrato metálico. O objetivo deste trabalho é estudar o efeito do tratamento duplex (nitrocementação + DLC), dopados com silício e nitrogênio, nas propriedades tribológicas do aço AISI M2 e comparar com o comportamento dos tratamentos de nitretação, nitrocementação, DLC, DLCN e DLC-Si realizados individualmente. Os tratamentos a plasma foram realizados utilizando uma fonte DC-pulsada. Os tratamentos foram iniciados com a limpeza por ablação a plasma, com uma mistura gasosa de 80%Ar-20%H₂ por 1h. Após, a nitrocementação a plasma foi realizada com mistura gasosa de 80%N₂-15%H₂-5%CH₄, a 450°C e fluxo gasoso de 750 sccm por 6 h. Para fins de comparação, o tratamento de nitretação a plasma foi realizado nas mesmas condições, porém com mistura gasosa de 80%N₂-20%H₂. Filmes DLC, DLCN e DLC-Si foram depositados com uma mistura gasosa de 90%CH₄-10%Ar, 70%CH₄-30%N₂ e 90%CH₄-8%Ar-2%HMDSO, respectivamente, com um fluxo gasoso de 30sccm. Todos os filmes foram depositados por 2h. Tratamentos duplex, ou, multicamadas foram realizados com a combinação do tratamento de nitrocementação com a deposição dos filmes DLC, DLCN e DLC-Si. O tratamento duplex de nitrocementação com DLC-Si foi realizado em bits de usinagem de aço AISI M2 para avaliar o efeito do tratamento na usinagem de corpos de prova de alumínio. A nitrocementação apresentou camada composta mais fina em relação a nitretação, assim como os filmes DLC dopados com nitrogênio e silício foram menos espessos em relação ao filme DLC convencional. Nos tratamentos duplex, tanto a camada composta como os filmes DLC se apresentaram menos espessos em relação aos tratamentos simples. A dureza da camada nitrocementada foi maior em relação à camada nitretada, devido a presença de carbono no tratamento. O mesmo ocorreu com a dureza do filme DLC-Si em relação ao filme DLC e DLCN, devido a estabilização das hibridizações sp³. A dureza dos tratamentos duplex se mostrou superior a todos os tratamentos simples, evidenciando a eficiência destes tratamentos. O tratamento duplex apresentou a maior

resistência ao desgaste quando comparado a outros tratamentos, devido a estabilização da hibridização sp^3 proporcionada pelo silício, aumentando a dureza e estabilidade térmica do filme, e devido a sinergia entre o tratamento de nitrocementação com o filme DLC-Si que proporcionou um menor volume de desgaste, além de melhorar a adesão do filme ao substrato. Em relação ao tratamento duplex, a ferramenta com revestimento foi capaz de reduzir a adesão do material usinado na ferramenta sem aumentar a rugosidade do corpo de prova. Portanto, é possível concluir que o tratamento multicamadas de nitrocementação e filme DLC dopado com silício apresentou foi efetivo na melhoria das propriedades de desgaste e de usinagem do aço AISI M2 como amostra e ferramenta.

Palavras-chave: Tratamentos duplex, dopagem do filme DLC, usinagem, alumínio

ABSTRACT

DLC films have been the focus of recent research due to chemical inertia, low friction coefficient, high hardness, and interesting optical properties. But due to its problem of poor adhesion on metallic substrates, some alternatives have been developed to solve that problem, for example, the doping of DLC films like N and Si, and duplex treatments together with DLC film. Ionic plasma nitrocarburizing is a thermochemical treatment that improves the wear, fatigue, and corrosion properties, due to an iron nitride and carbonitrides formed on the surface and the nitrogen and the formation of a diffusion zone due to the carbon diffusion on the material. This work aims to study the effect of duplex treatment (nitrocarburizing+DLC) of silicon-doped and nitrogen-doped DLC on the wear resistance of AISI M2 in comparison with nitriding, nitrocarburizing, DLC, DLCN, and DLC-Si treated individually tribological behavior. Plasma treatments were carried out using a pulsed-DC power supply. Treatments were initialized, it was performed a plasma ablation cleaning with a gas mixture of 80%Ar-20%H₂ for 1h. After the ablation treatments, plasma nitrocarburizing was performed with a gas mixture of 80%N₂-15%H₂-5%CH₄ at 450°C, a gas flow of 750sccm for 6h. By means of comparison, a nitriding treatment was performed under the same conditions but with a gas mixture of 80%N₂-20%H₂. DLC, DLCN, and DLC-Si films were deposited with a gas mixture of 90%CH₄-10%Ar, 70%CH₄-30%N₂, and 90%CH₄-8%Ar-2%HMDSO respectively, with a gas flow of 30sccm. All films were deposited for 2h. Duplex treatments were a combination of nitrocarburizing and DLC films with different doping. Duplex treatment with DLC-Si film was deposited in milling tools, to evaluate the effect of the treatment during the milling of aluminum alloy. Nitrocarburizing has presented a compound layer with thinner thickness when compared to nitriding treatment. So as the silicon and nitrogen-doped DLC films presented lower thickness in relation to conventional DLC film. Duplex treatments have shown a reduction of the compound layer and the DLC films when compared to simple treatments. Nitrocarburizing treatment has also presented a harder compound layer when compared to nitriding layer, due to the presence of the carbon element during treatment. DLC-Si film has shown the higher hardness among the DLC and DLCN treatments, due to the stabilization of sp³ hybridizations. While, the duplex treatments, has shown the highest hardness when compared to simple treatments, proving the efficiency of these treatments when compared to the simple ones. Duplex treatment of nitrocarburizing and DLC film doped with silicon presented the best wear resistance compared to other treatments, due to the stabilization of sp³ bonds in the film, which

brings the film more hardness and thermal stability, the improve it is also due to the synergy between the compound layer and the DLC-Si film, which improves the wear resistance of the material, and, improves the adhesion of the film on the substrate. When milling aluminum, the treatment reduced the build-up edge formation without reducing the roughness of the milled sample. Thus, it is possible to conclude that the duplex treatment with nitrocarburizing and DLC film doped with silicon has presented the best performance during wear tests and has created the possibility of improving the useful life of AISI M2 milling tools.

Keywords: Duplex treatments, DLC film doping, machining process, aluminum

LISTA DE FIGURAS

Figura 4.1 - Seção transversal da liga 33CrMoV12 nitretada	19
Figura 4.2 - Metalografia da camada formada por nitretação no aço M2 obtida por MEV	21
Figura 4.3 – Mecanismos de formação dos nitretos de ferro na nitretação iônica a plasma proposto por Kölbel.....	22
Figura 4.4 - Seção transversal do aço AISI 4340 A) nitretado e B) nitrocementado, com ampliação de 2500x.....	23
Figura 4.5 – Possíveis formas de hibridização do carbono	24
Figura 4.6 – Diagrama de fase ternário para o carbono amorfo.....	25
Figura 4.7 - Mecanismos de falha de uma camada composta devido a deformação plástica do substrato	29
Figura 4.8 - Seção transversal de uma amostra com filme duplex (nitretação + DLC) com intercamada de silício.....	30
Figura 4.9 - Esquematização dos mecanismos de adesão: a) adesão por contato, b) interface induzida por difusão, c) travamento mecânico e d) interação eletrostática.....	31
Figura 4.10 - Esquema da combinação do substrato, filmes finos e tratamentos termoquímicos	32
Figura 4.11 - Curvas de polarização para diferentes tratamentos no aço CF170.....	33
Figura 4.12 - Direção dos movimentos de corte, avanço e de corte efetivo no torneamento ..	34
Figura 5.1 - Fluxograma do procedimento experimental	39
Figura 5.2 - Esquema de tratamento do reator a plasma	41
Figura 5.3 – Ensaio de adesão de acordo com a norma VDI 3198	47
Figura 5.4 - Equipamento utilizado para o ensaio de desgaste	48
Figura 5.5 - Bits de usinagem utilizados no ensaio de usinagem.....	49
Figura 5.6 - Modelo 3D da barra de alumínio utilizado nos processos de usinagem.....	51
Figura 6.1 - Metalografia do material de base com análise EDS pontual e ampliação de 4000x	53
Figura 6.2 – Metalografia por MEV das amostras A) DLC, B) DLCN, C) DLC-Si, com ampliação de 4000x.....	54
Figura 6.3 - Análise química semi-quantitativa realizada por EDS via MEV dos filmes A) DLC, B) DLCN e C) DLC-Si.....	55
Figura 6.4 - Metalografia das amostras A) NIT e B) NITC, com ampliação de 4000x.....	56

Figura 6.5 - Metalografia das amostras A) NITC+DLC e B) NITC+DLC-Si e C) NITC+DLCN com ampliação de 4000x	57
Figura 6.6 - Espectro Raman das amostras DLC, DLCN e DLC-Si	58
Figura 6.7 - Deconvolução das bandas D e G do espectro Raman do filme DLC	59
Figura 6.8 – Espectro de FTIR das amostras DLC, DLCN e DLC-Si	61
Figura 6.9 – Perfil de microdureza Vickers das amostras A) tratamentos simples NIT e NITC e B) tratamentos multicamadas NITC+DLC, NIT80+DLC-Si e NIT80+DLCN	62
Figura 6.10 – Volume de desgaste em função da distância percorrida a) para todos os tratamentos b) tratamentos com os menores volumes de desgaste	67
Figura 6.11 – Coeficiente de atrito do material base, das amostras DLC, DLCN e DLC-Si...	70
Figura 6.12 - Morfologia das calotas do material base em distâncias percorridas no ensaio de A) 126,1 m, B) 252,2 m e C) 378,2 m.....	74
Figura 6.13 - Morfologia das calotas da amostra DLC em distâncias percorridas no ensaio de A) 126,1 m, B) 252,2 m e C) 378,2m.....	75
Figura 6.14 - Morfologia das calotas da amostra DLCN em distâncias percorridas no ensaio de A) 126,1 m, B) 252,2 m e C) 378,2 m.....	76
Figura 6.15 - Morfologia das calotas da amostra DLC-Si em distâncias percorridas no ensaio de A) 126,1 m, B) 252,2 m e C) 378,2 m.....	78
Figura 6.16 - Morfologia das calotas da amostra NITC em distâncias percorridas no ensaio de A) 126,1 m, B) 252,2 m e C) 378,2 m.....	79
Figura 6.17 - Morfologia das calotas da amostra NIT em distâncias percorridas no ensaio de A) 126,1 m, B) 252,2 m e C) 378,2 m.....	80
Figura 6.18 - Morfologia das calotas da amostra NITC+DLC em distâncias percorridas no ensaio de A) 126,1 m, B) 252,2 m e C) 378,2 m.....	81
Figura 6.19 - Morfologia das calotas da amostra NITC+DLC-Si em distâncias percorridas no ensaio de A) 126,1 m, B) 252,2 m e C) 378,2 m.....	83
Figura 6. 20 - Morfologia das calotas da amostra NITC+DLCN em distâncias percorridas no ensaio de A) 126,1 m, B) 252,2 m e C) 378,2 m.....	84
Figura 6.21 - Seção transversal da ferramenta A) sem tratamento e B) com tratamento NITC+DLC-Si em ampliação de 4000x.....	86
Figura 6.22 - Análise da adesão do alumínio na aresta de corte por MEV da Ferramenta 1 (sem tratamento, $V_c = 147$ m/min) em que A) vista lateral e B) vista superior da ferramenta	87
Figura 6. 23 - Análise da adesão do alumínio na aresta de corte por MEV da Ferramenta 2 (sem tratamento, $V_c = 37$ m/min) em que A) vista lateral e B) vista superior da ferramenta ..	88

Figura 6.24 - Análise da adesão do alumínio na aresta de corte por MEV da Ferramenta 3 (com tratamento, $V_c = 147$ m/min) em que A) vista lateral e B) vista superior da ferramenta	88
Figura 6.25 - Análise da adesão do alumínio na aresta de corte por MEV da Ferramenta 4 (com tratamento, $V_c = 37$ m/min) em que A) vista lateral e B) vista superior da ferramenta..	89
Figura 6.26 - Análise no mecanismo de desgaste na aresta de corte por MEV da Ferramenta 1 (sem tratamento, $V_c = 147$ m/min) em que A) vista lateral e B) vista superior da ferramenta	91
Figura 6.27 - Análise no mecanismo de desgaste na aresta de corte por MEV da Ferramenta 2 (sem tratamento, $V_c = 37$ m/min) em que A) Vista lateral e B) Vista superior	92
Figura 6.28 - Análise no mecanismo de desgaste na aresta de corte por MEV da Ferramenta 3 (com tratamento, $V_c = 147$ m/min) em que A) vista lateral e B) vista superior da ferramenta	92
Figura 6.29 - Análise no mecanismo de desgaste na aresta de corte por MEV da Ferramenta 3 (com tratamento, $V_c = 147$ m/min) em que A) Vista lateral e B) Vista superior da ferramenta	93
Figura 6.30 – Gráficos ANOVA do parâmetro de rugosidade R_a das variáveis independentes A) Revestimento nos bits, B) Velocidade de corte e C) Interação entre as variáveis	99
Figura 6.31 - Gráficos ANOVA do parâmetro de rugosidade R_z das variáveis independentes A) Revestimento nos bits, B) Velocidade de corte e C) Interação entre as variáveis	101
Figura 6.32 - Gráficos ANOVA do parâmetro de rugosidade R_{sk} das variáveis independentes A) Revestimento nos bits, B) Velocidade de corte e C) Interação entre as variáveis	103
Figura 6.33 - Gráficos ANOVA do parâmetro de rugosidade R_{ku} das variáveis independentes A) Revestimento nos bits, B) Velocidade de corte e C) Interação entre as variáveis	105
Figura 6.34 - Gráficos ANOVA do parâmetro de rugosidade R_t das variáveis independentes A) Revestimento nos bits, B) Velocidade de corte e C) Interação entre as variáveis	107

LISTA DE TABELAS

Tabela 5.1 - Composição química nominal e obtida em %p do aço ferramenta AISI M2.....	39
Tabela 5.2 - Parâmetros utilizados nos tratamentos simples.....	43
Tabela 5.3 - Parâmetros utilizados nos tratamentos duplex	44
Tabela 5.4 - Variáveis utilizadas nos ensaios de usinagens	49
Tabela 5.5 - Plano experimental sistemático das usinagens realizadas no procedimento experimental.....	50
Tabela 5.6 - Nomenclatura das ferramentas e seus parâmetros	50
Tabela 6.1 - Razão I_D/I_G dos filmes DLC, DLCN e DLC-Si	60
Tabela 6.2 – Dureza superficial e espessura da camada dos tratamentos realizado.....	62
Tabela 6.3 – Ensaio de adesão das amostras A) DLC, B) DLCN, C) DLC-Si, D) NITC+DLC-Si, E) NITC+DLN e F) NITC+DLC-Si de acordo com a norma VDI 3198.....	66
Tabela 6.4 - Profundidade da calota em comparação com a espessura de filmes e camadas compostas na distância percorrida de 378,2m.....	72
Tabela 6.5 - Dureza superficial das ferramentas com e sem tratamento.....	86
Tabela 6.6 - Espessura das arestas postiças.....	90
Tabela 6.7 - Dados R_a e R_z da superfície do corpo de prova após usinagem.....	94
Tabela 6.8 - Dados R_{sk} e R_{ku} da superfície do corpo de prova após usinagem	96
Tabela 6.9 - Dados R_t da superfície do corpo de prova após usinagem.....	98
Tabela 6.10 - Resultado da análise de variância do parâmetro R_a - Tabela ANOVA.....	100
Tabela 6.11 - Resultado da análise de variância do parâmetro R_z - Tabela ANOVA.....	102
Tabela 6.12 - Resultado da análise de variância do parâmetro R_{sk} - Tabela ANOVA.....	104
Tabela 6.13 - Resultado da análise de variância do parâmetro R_{ku} - Tabela ANOVA	106
Tabela 6.14 - Resultado da análise de variância do parâmetro R_t - Tabela ANOVA	108

Sumário

1. Introdução	10
2. Objetivo	14
3. Justificativa	15
4. Revisão Bibliográfica	17
4.1 Tratamentos termoquímicos	17
4.2 Nitretação e Nitrocementação	17
4.3 Nitretação e Nitrocementação a Plasma	20
4.4 Filme de Carbono tipo Diamante (Diamond-Like Carbon, DLC)	24
4.4.1 Dopagem dos filmes DLC	26
4.5 Tratamentos duplex	28
4.6 Processos de Fabricação	34
4.6.1 Torneamento	34
4.6.2 Formação de Cavacos	35
4.6.3 Parâmetros superficiais de rugosidade	35
4.6.4 Aplicações de tratamentos superficiais em ferramentas de corte	37
5.1 Material de Estudo	39
5.2 Tratamentos de Superfície a Plasma	40
5.2.1 Tratamentos simples	41
5.2.2 Tratamentos multicamadas	43
5.3 Ensaio e Caracterizações	45
5.3.1 Metalografia	45
5.3.2 Microdureza Vickers	45
5.3.3 Espectroscopia Raman	45
5.3.4 Análise FTIR	46
5.3.5 Ensaio de Adesão	46
5.3.6 Ensaio de desgaste por esfera fixa	47
5.4 Usinagem dos corpos de prova	48
5.4.1 Adesão do material usinado	51
5.4.2 Rugosidade	51
6. Resultados e Discussões	53
6.1 Análise Micrográfica	53

6.2 Análise Estrutural dos Filmes	58
6.3 Micro-dureza Vickers	61
6.4 Ensaio de adesão	65
6.5 Resultado do ensaio de desgaste por esfera fixa	67
6.6 Usinagem	85
6.6.1 Caracterização dos bits	85
6.6.2 Adesão do material usinado na ferramenta	86
6.6.3 Rugosidade	93
7. Conclusão	109
8. Referências	112

1. Introdução

Com o desenvolvimento tecnológico e as pressões econômicas do mercado atual, a indústria metal-mecânica sofre exigências por maiores índices de produtividade, demandando maior otimização no processamento de materiais, tais como a diminuição dos custos e a fabricação de produtos de excelência, que apresentem uma maior vida útil de trabalho, proporcionada por uma alta resistência ao desgaste (NAVARRO-DEVIA et al., 2019).

É intuitivo pensar que a resistência ao desgaste de um material está sempre atrelada a sua alta dureza superficial, porém, durezas muito altas proporcionam características frágeis aos materiais, que para ambientes severos e de alta carga, são características prejudiciais a resistência ao desgaste das ferramentas. Portanto, uma nova alternativa é a aplicação de tratamentos de superfície nos metais utilizados como ferramentas. Estes tratamentos geralmente proporcionam filmes ou camadas de dureza significativamente superior ao substrato, para que as propriedades tribológicas e até mesmo resistência a corrosão destes materiais sejam melhoradas (TSCHIPTSCHIN, 2013).

Muitos tipos de tratamento de superfície são propostos, realizados por diferentes técnicas, a fim de incrementar as características e propriedades dos metais em serviço. Dentre os tratamentos recentemente estudados, a nitrocementação a plasma se destaca. Este tratamento é classificado como uma vertente do processo tradicional de nitretação, cujo processo consiste na difusão do nitrogênio e do carbono na superfície do metal tratado, formando uma camada composta de nitretos e carbonitretos que variam em composição de acordo com o substrato e parâmetros do tratamento. A formação desta camada composta melhora a resistência ao desgaste, corrosão e fadiga dos metais tratados (ALVES JUNIOR, 2001; SILVA, 2003).

O grande efeito causado pelo carbono quando adicionado ao tratamento de nitrocementação a plasma é a predominância da formação da fase ϵ' ($\text{Fe}_{2-3}(\text{C}, \text{N})$), que difere do tratamento de nitretação, em que há uma maior predominância da fase γ' (Fe_4N). A fase ϵ' é responsável por uma maior resistência ao desgaste e à corrosão em relação a fase γ' (ÇELIK et al., 2005; SILVA, 2003).

Outro tratamento de grande destaque a base de carbono são os filmes de carbono amorfo tipo diamante, denominados DLC (do inglês *diamond-like carbon*). Estes filmes são constituídos por hibridizações do carbono sp^2 e sp^3 , cuja hibridização sp^3 é característica do diamante, fornecendo as propriedades mecânicas do filme enquanto a hibridização sp^2 é característica do grafite, fornecendo características lubrificantes ao filme formado (ALMEIDA

et al., 2020b; GRILL, 1999; ROBERTSON, 2002). As características únicas dos filmes DLC determinam a produção de um filme com inércia química, alta resistência ao desgaste, baixo coeficiente de atrito, transparência ao infravermelho, alta resistividade elétrica, entre outras propriedades (GRILL, 1999).

Também, os filmes DLC são considerados lubrificantes sólidos, podendo substituir a utilização de lubrificantes convencionais em situações específicas (NEUBAUER; MERKLEIN, 2019). Como discutido por Folle e Schaeffer (2017), os lubrificantes têm uma importante função nos processos de estampagem e usinagem, devido a diminuição do coeficiente de atrito que reduz falhas prematuras e afinamentos localizados na espessura das chapas.

Estas propriedades estão condicionadas a uma boa adesão do filme ao substrato, um problema recorrente para substratos metálicos, uma vez que a diferença de dilatação térmica entre o filme e o substrato é muito alta, fazendo o filme se destacar da superfície. Em altas temperaturas de serviço, o filme DLC também apresenta alguns pontos negativos uma vez que perde sua estabilidade, e a grafitização do filme ocorre, prejudicando as propriedades tribológicas do filme (CHEN; FENG; LI, 2012; GRILL, 1999; KOLAWOLE et al., 2019; ROBERTSON, 2002).

Uma das soluções destes problemas é a dopagem dos filmes DLC com outros elementos, como nitrogênio, silício, boro e/ou tungstênio, que podem alterar a forma em que estes filmes amorfos se organizam, proporcionando melhores propriedades do filme em relação ao filme DLC convencional. Os filmes DLC dopados com nitrogênio, chamado de DLCN (ou N-DLC), têm se mostrado promissores na melhora da adesão destes tipos de filme em substrato metálico. (ALMEIDA et al., 2020b; SHARIFAHMADIAN; MAHBOUBI; YAZDANI, 2019).

Para a solução da grafitização, o estudo de Wu e Hon (1999) mostra que a dopagem do filme DLC com o elemento silício aumenta a estabilidade do filme, proporcionando uma maior temperatura para que ocorra a grafitização, se comparados com o DLC sem nenhum tipo de dopagem.

Além do problema da baixa adesão dos filmes DLC, os tratamentos individuais podem apresentar diferentes falhas em situações extremas e de alta carga de desgaste, de forma que prejudicam as propriedades tribológicas dos materiais. Estas falhas estão atreladas as deformações plásticas e elásticas do substrato, que não ocorrem da mesma forma nas camadas e filmes por possuírem diferentes propriedades mecânicas. Esta abrupta diferença de

propriedades mecânicas faz com que ocorram trincas e destacamentos das camadas e filmes em relação ao substrato (TSCHIPTSCHIN, 2013).

Para a solução destes problemas, foi desenvolvida a técnica chamada de tratamentos duplex, que consiste na combinação de tratamentos de superfície, para que haja uma mudança gradual das propriedades do material base para os tratamentos de superfície (ARAÚJO et al., 2020; DAVIS, 2001; NAVARRO-DEVIA et al., 2019).

Dentre os tratamentos duplex, a realização de um tratamento termoquímico que proporciona uma camada cerâmica seguido de um filme fino, geralmente os filmes DLC, combinam as propriedades de tenacidade do substrato, com a alta dureza proporcionada pela camada cerâmica e alta dureza e baixo coeficiente de atrito do filme DLC, de forma gradual, reduzindo as grandes diferenças de propriedades mecânicas e de dilatação térmica entre o substrato e as camadas e filmes obtidos por tratamentos individuais (BELL; DONG; SUN, 1998; TSCHIPTSCHIN, 2013).

Como exemplo, cita-se a combinação do tratamento termoquímico de nitretação com o filme DLC ou nitrocementação e DLC, estudado por Dalibon et al. (2016) e Campos et al. (2020), que observaram uma melhora nas propriedades tribológicas e em corrosão do material com tratamento duplex em relação ao material tratado individual.

Outro benefício trazido pelos tratamentos duplex é a melhora da adesão do filme DLC ao substrato. Para substratos com grandes diferenças de dilatações térmicas, o filme DLC adere a superfície pelo mecanismo de travamento mecânico, em que a rugosidade da superfície funciona como suporte para o filme não se deslocar. Os tratamentos termoquímicos aumentam a rugosidade da superfície dos materiais, proporcionando assim um maior aumento de adesão do filme DLC ao substrato (BERG, 2009; EBRAHIMI; MAHBOUBI; NAIMI-JAMAL, 2015).

Portanto, os tratamentos duplex se apresentam como uma ótima alternativa tanto para a solução de baixa resistência ao desgaste de tratamentos individuais em ambientes severos e de altas cargas e também para solucionar o problema de adesão dos filmes DLC em substratos metálicos. Com a união dos tratamentos duplex com a dopagem dos filmes DLC, podem ser combinadas as propriedades de alta resistência ao desgaste, excelente adesão e estabilidade térmica dos filmes DLC no substrato, sendo uma inovação para ferramentas de usinagem na indústria metalmeccânica (DALIBON et al., 2019; CAMPOS et al., 2020; TSCHIPTSCHIN, 2013).

Como metais utilizados para a fabricação de ferramentas de usinagem cita-se os aços rápidos, que apresentam alta resistência ao desgaste. O aço AISI M2 se enquadra nesta

categoria, sendo uma liga com alta quantidade de molibdênio e tungstênio, formando carbonetos que elevam a dureza do material mantendo-as estáveis mesmo a maiores temperaturas em serviço (ROCHA, 2000). Estes aços normalmente são aplicados em ferramentas de abrasão e corte, machos, alargadores, fresamento e brocas.

A usinagem é um processo que consiste na remoção de material de uma peça para que a mesma atinja a geometria desejada, através de uma ferramenta de corte. Dentre os processos de usinagem, o torneamento aparece como um dos mais comuns, que consiste na rotação da peça no eixo da máquina e a ferramenta entra em contato com a superfície para remoção de cavacos do metal. A análise dos cavacos formados possuem papel fundamental para a compreensão da usinagem (ABRÃO et al., 2015; FERRARESI, 1970).

Após o processo de usinagem, cada peça deve possuir um acabamento superficial especificado, e o mesmo é avaliado através da rugosidade da peça, parâmetro chave para a compreensão dos parâmetros do processo e da eficiência da ferramenta de corte, assim como também a adesão do material usinado na ferramenta de corte (BA, 2022; TRENT; WRIGHT, 2000).

Entretanto, por mais que o assunto seja bastante discutido na literatura, poucos estudos são encontrados relacionando a utilização de tratamentos multicamadas, de nitrocementação e filmes finos de DLC, nas propriedades tribológicas de aços ferramenta como alternativa para melhorar o desempenho de ferramentas de corte em operações de usinagem.

2. Objetivo

O objetivo deste trabalho foi verificar a eficácia do tratamento duplex de nitrocementação e deposição de filmes DLC dopados com nitrogênio e silício nas propriedades tribológicas do aço ferramenta AISI M2. Para tanto, foram estudadas as técnicas de tratamento de nitrocementação, nitretação, DLC, DLCN e DLC-Si como tratamentos simples e os tratamentos multicamadas, ou duplex, de nitrocementação + DLC, nitrocementação + DLCN e nitrocementação + DLC-Si. A realização dos tratamentos simples foi realizada para fins comparativos, uma vez que os tratamentos duplex possuem uma maior complexidade, devem apresentar resultados mais vantajosos em relação aos tratamentos simples. Esperou-se com o desenvolvimento deste trabalho alcançar os seguintes objetivos específicos:

- estudar a formação da camada nitrocementada a plasma no aço AISI M2;
- estudar a deposição de filmes DLC, DLCN e DLC-Si em aço AISI M2;
- estudar a influência da dopagem do filme DLC com nitrogênio e silício nas características do filme estudado;
- determinar a influência dos tratamentos de nitrocementação, DLC, DLCN, DLC-Si e duplex na resistência ao desgaste dos materiais tratados;
- avaliar o comportamento do tratamento duplex de nitrocementação + DLC-Si em Bits para usinagem da liga de alumínio 6351-T6.

3. Justificativa

O aço ferramenta AISI M2 está classificado na categoria de aço rápido, tratado por têmpera e revenimento para adquirirem dureza necessária para aplicação em serviço, conhecido por sua alta resistência ao desgaste (ROCHA, 2000). Este aço é desenvolvido para aplicações severas, e suas propriedades podem ser melhoradas com a realização de tratamentos de superfície. Alternativas para o aumento da resistência ao desgaste do material são as realizações de tratamentos termoquímicos e a deposição de filmes finos na superfície do mesmo, como o tratamento de nitretação, nitrocementação e a deposição do filme DLC a plasma (ROCHA, 2000).

Fontes et al. (2019) realizou o tratamento de nitretação e nitrocementação a plasma em aço DIN 100Cr6, cujo material apresenta %p de C semelhante ao material estudado neste trabalho (de 0,98 %p C a 1,10 %p C), e observou-se que os tratamentos a plasma aumentaram a resistência ao desgaste comparado com o material sem tratamento. Também, observou-se que o tratamento de nitrocementação proporcionou maior resistência ao desgaste comparado ao material nitretado, influenciado pela % de CH₄ adicionado ao tratamento.

Os filmes DLC também são largamente utilizados em ferramentas de corte quando depositados individualmente. Conforme apresentado por Kumar et al. (2020), os filmes DLC proporcionam um aumento na resistência ao desgaste da ferramenta fabricadas de aço 52100, com a redução de esforços e aumento na velocidade de corte da ferramenta. Kolawole et al. (2019) verificou que a estabilidade térmica do filme DLC é aumentada com a dopagem do filme, significando que as características do filme DLC são mantidas a altas temperaturas com a dopagem do filme DLC.

Tais tratamentos realizados separadamente já proporcionariam uma melhora na resistência ao desgaste de aços. Porém, como foi analisado por Dalibon et al. (2016) e por Campos et al. (2020), a combinação destes tratamentos proporciona um incremento ainda maior na resistência ao desgaste e corrosão dos aços em relação aos tratamentos individuais.

Moreno-Barcéas et al. (2019) observou que o tratamento de nitretação realizado anterior a deposição do filme DLC no aço ferramenta M2 aumentou consideravelmente a adesão do filme ao substrato, enquanto o filme DLC aplicado ao aço ferramenta M2 não nitretado apresentou falha catastrófica do filme no ensaio de riscamento. Este resultado é atribuído ao efeito da presença do nitrogênio no substrato e a formação gradual de uma interface atribuída a difusão do carbono conseguida durante o crescimento do filme DLC. Este resultado

indica que possivelmente uma interface mais efetiva entre a nitrocementação e filme DLCN pode ser alcançada, ao se difundir simultaneamente o carbono e nitrogênio utilizado nos dois tratamentos.

Este trabalho teve como objetivo principal a avaliação das propriedades tribológicas do aço AISI M2 com o tratamento de superfície duplex de nitrocementação com a deposição de filmes DLC dopado com nitrogênio e silício. Para isto, foram realizados ensaios de desgaste e para a realização de testes práticos, o tratamento de nitrocementação com DLC-Si foi depositado em bits de usinagem, para realizar o processo de remoção de material de corpos de prova de alumínio.

4. Revisão Bibliográfica

4.1 Tratamentos termoquímicos

Tratamentos termoquímicos são tratamentos em que o objetivo final é a obtenção de um endurecimento superficial através de uma modificação química da superfície por outros elementos, ao mesmo tempo em que o núcleo do material tratado continua com alta ductilidade. O mesmo difere de um tratamento térmico, em que o objetivo é simplesmente o endurecimento de todas as regiões do material, desde a superfície até o núcleo. Para que isto seja possível, elementos de pequeno raio atômico, como por exemplo o carbono, nitrogênio e o boro, se difundem na superfície do material, proporcionando, assim, um endurecimento (SILVA; MEI, 2006).

Além de proporcionar um endurecimento da superfície do material tratado, os tratamentos termoquímicos podem proporcionar uma maior resistência ao desgaste, fadiga e corrosão dos materiais (COSTA et al., 2021; DE CAMPOS et al., 2020).

Os tratamentos que utilizam carbono, nitrogênio e boro como elemento químico para difusão, são chamados de cementação, nitretação e boretação, respectivamente. Também há uma diferente vertente, em que são utilizados dois elementos diferentes, como é o caso da nitrocementação, que consiste na utilização dos elementos carbono e nitrogênio para a difusão (SILVA; MEI, 2006).

Este trabalho, tem como foco o estudo dos tratamentos termoquímicos de nitretação e nitrocementação.

4.2 Nitretação e Nitrocementação

A nitretação e a nitrocementação são tratamentos termoquímicos que utilizam a difusão do elemento químico nitrogênio e carbono para o endurecimento da superfície do material. Esta difusão ocorre devido a uma grande diferença de gradiente de concentração do elemento químico (nitrogênio e carbono) do meio com o material a ser nitretado ou nitrocementado. Tal mecanismo ocorre de acordo com a primeira e segunda Lei de Fick, apresentadas nas equações 4.1 e 4.2 respectivamente (BAEK et al., 2000; SILVA; MEI, 2006; VAN LANDEGHEM; GOUNÉ; REDJAÏMIA, 2012).

$$J = -D \frac{dC}{dx} \quad \text{eq. 4.1}$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D \frac{\partial^2 C}{\partial x^2} \quad \text{eq. 4.2}$$

em que J é o fluxo difusional ($\text{kg/m}^2\text{s}$), D é o coeficiente de difusão (m^2/s) e dC/dx é o gradiente de concentração em relação a uma distância x .

O nitrogênio e o carbono reagem com a superfície do material e se difundem para o interior do material, que, reagindo com os átomos de ferro, formam os nitretos e carbonitretos de ferro, formando compostos iônicos pela interação de um elemento metálico com um não metálico, que pode ser chamada de camada composta ou camada branca (ALVES JUNIOR, 2001; ÇELIK et al., 2005).

Estes nitretos e carbonitretos podem possuir diferentes estruturas, de acordo com as condições obtidas durante o tratamento termoquímico. Os mesmos podem ser compostos $\text{Fe}_4(\text{C},\text{N})$, chamados de fase γ' e $\text{Fe}_{2-3}(\text{C},\text{N})$, fase ε e ε' (ALVES JUNIOR, 2001). Esta camada composta é a principal responsável pelo aumento de dureza da superfície do material, devido a sua característica cerâmica e alta dureza. A camada também proporciona um aumento na resistência a fadiga do material devido as tensões residuais compressivas, que se opõem as tensões residuais de tração, geradas na propagação das trincas de fadiga. Esta camada composta é a maior responsável pela resistência à corrosão do material, que devido a sua baixa troca de íons com o meio corrosivo, protege-o em relação a este tipo de desgaste oriundo de um processo eletroquímico (CAMPOS et al., 2020; MANFRINATO, 2006).

Abaixo desta camada composta é formada a de zona de difusão, formada por uma solução sólida intersticial de nitrogênio na matriz de ferro, em que isto significa que o nitrogênio ocupa espaços vazios das células unitárias do ferro, deformando assim o reticulado cristalino e aumentando a dureza em profundidade do material (ALVES JUNIOR, 2001).

É necessário ressaltar que a obtenção de uma camada composta uniforme e homogênea (com apenas uma das fases) é o ideal para que haja a melhor performance da camada composta nas resistências a corrosão, desgaste e fadiga do material, pois as fases γ' e ε ou ε' possuem estruturas cristalinas CFC (Cúbica de Face Centrada) e HC (Hexagonal Compacta), respectivamente, que se presente em uma mesma camada podem produzir altas tensões residuais no interior das mesmas, fragilizando e gerando trincas nas mesmas. Entretanto, o

processo de obtenção de uma camada composta nestas condições é extremamente complexo e raramente observado na literatura (BRUNATTO, 1993; DAMIN, 2015; SILVA, 2003).

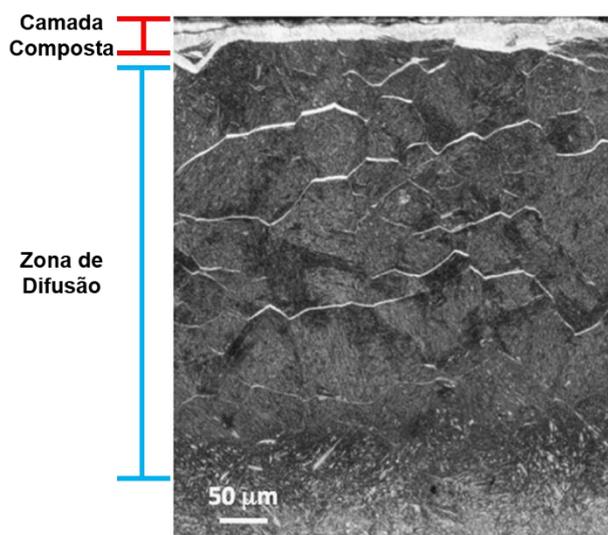
A grande diferença que a adição do carbono proporciona ao tratamento adicionado juntamente com o nitrogênio é que o carbono proporciona uma maior difusão dos elementos no substrato tratado. O elemento CH_4 , propulsor predominante do carbono em tratamentos termoquímicos, necessita de uma menor energia para realizar a dissociação de seus compostos moleculares (CH_4 , CH_3 , CH_2 e CH), de forma que são difundidos ao substrato de forma preferencial ao nitrogênio (LAMPE; EISENBERG; LAUDIEN, 1993; SILVA, 2003).

Outro ponto importante é que o carbono colabora para a formação da fase ϵ' que, como dito anteriormente, possui uma estrutura cristalina HC, gerando assim uma maior dureza e resistência mecânica à camada composta (BRUNATTO, 1993).

Os tratamentos de nitretação e nitrocementação podem ser realizados de forma gasosa, líquida e nitretação a plasma, em que este último é o foco deste trabalho.

A Figura 4.1 apresenta a seção transversal de uma amostra da liga 33CrMoV12 nitretada por nitretação gasosa a 520°C .

Figura 4.1 - Seção transversal da liga 33CrMoV12 nitretada por nitretação gasosa



Fonte: Adaptado de SOMERS, 2014

É possível observar a presença de uma camada composta, indicada pela linha vermelha e abaixo, em uma coloração mais escura, observa-se a zona de difusão oriunda da nitretação, com a presença de nitretos de ferro alocados nos contornos de grão (SOMERS, 2014).

4.3 Nitretação e Nitrocementação a Plasma

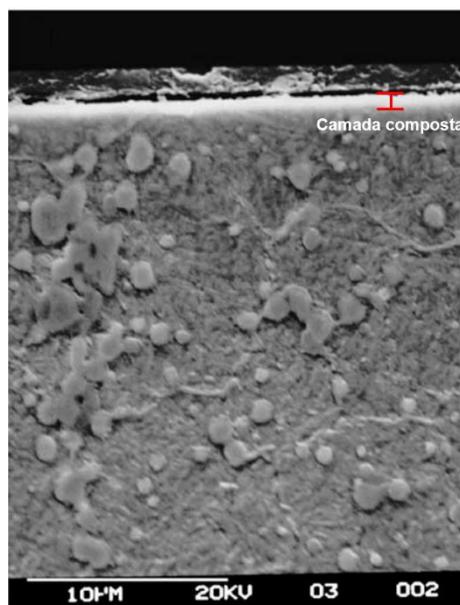
A nitretação a plasma ou nitretação iônica é um dos métodos de nitretação em que o plasma é utilizado como meio de difusão do nitrogênio na superfície metálica. A mesma se destaca por ser uma tecnologia não agressiva ao meio ambiente e também não nociva ao ser humano, portanto, para questões industriais, a tecnologia se mostra uma ótima alternativa uma vez que a questão de controle ambiental das empresas é uma grande preocupação (ALVES JUNIOR, 2001).

O plasma, que também pode ser chamado de descarga luminescente, é um gás ionizado, ou seja, um gás altamente energizado, com energia suficiente para que os elementos químicos presentes no gás se tornem íons, devido a presença de elétrons livres oriunda da alta energia no gás. O plasma por si, é eletricamente neutro, portanto, com qualquer diferença de potencial que ocasione o desbalanceamento do plasma, o mesmo buscará por equilíbrio (ALVES JUNIOR, 2001; CRUZ et al., 2018).

A difusão do elemento nitrogênio na superfície do metal ocorre conforme explicado anteriormente, em que a baixa quantidade de nitrogênio do metal se comparada com o plasma do gás N₂, rico em nitrogênio, ocasiona uma diferença de potencial do elemento entre os dois ambientes, de forma que o nitrogênio do plasma se difunde para a superfície do metal formando a camada composta (ALVES JUNIOR, 2001; BRUNATTO, 1993).

A Figura 4.2 apresenta a metalografia de um aço M2 nitretado a plasma (AVELAR-BATISTA et al., 2005). É possível observar a camada composta, ou, camada branca, obtida pelo tratamento de nitretação, indicada pela linha vermelha. A camada formada é uniforme, com espessura de aproximadamente 1 μm.

Figura 4.2 - Metalografia da camada formada por nitretação no aço M2 obtida por MEV

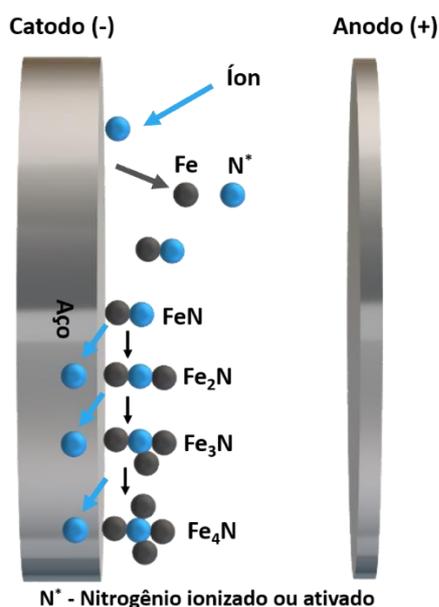


Fonte: Adaptado de AVELAR-BATISTA et al., 2005

Neste material ocorre a formação da zona de difusão, uma vez que há espaços intersticiais para que o nitrogênio se aloque. Entretanto, a zona de difusão de aços ferramentas, assim como as camadas compostas, geralmente possuem menores espessuras quando comparados aos aços comuns. Este comportamento é relacionado com a quantidade de carbono e elementos de liga que os aços ferramentas possuem, de forma que há a necessidade de uma quantidade de energia muito maior para que o nitrogênio se difunda, uma vez que os interstícios estão supersaturados com carbono e outros elementos de liga (CAMPOS et al., 2020; ROCHA, 2000; TIER, 1998).

O mecanismo da formação das fases mais aceito na literatura foi apresentado por Kölbel (1965) apresentado na Figura 4.3.

Figura 4.3 – Mecanismos de formação dos nitretos de ferro na nitretação iônica a plasma proposto por Kölbel



Fonte: Adaptado de KÖLBEL, 1965

Neste mecanismo proposto, os íons são atraídos para o catodo com impacto suficiente para remover elétrons e átomos de ferro da superfície do aço, ocasionando na formação de ferros pulverizados próximo a superfície da amostra, em uma região chamada de bainha catódica, região em que ocorrem a maior quantidade de reações do plasma. Nesta região do plasma, os íons de nitrogênio se ligam com os átomos de ferro, formando o nitreto de ferro FeN. Este nitreto FeN, por sua vez, não é estável, então o mesmo libera nitrogênio, se transformando em outros tipos de nitreto para manter o equilíbrio da reação, originando nos nitretos Fe₂N, Fe₃N e Fe₄N. Estes diferentes tipos de nitretos se estabilizam de acordo com a quantidade de nitrogênio do meio e as condições do tratamento, gerando diferentes composições da camada composta (KÖLBEL, 1965; SPALVINS, 1986).

O nitrogênio liberado na decomposição destes nitretos se difunde para o interior do material metálico, proporcionando a formação da zona de difusão, de forma que o nitrogênio se liga com a matriz do ferro de forma intersticial formando a solução sólida (BRUNATTO, 1993; KÖLBEL, 1965; SPALVINS, 1986).

De acordo com Brunatto (1993), a predominância do tipo de nitreto formado na camada composta varia de acordo com a porcentagem de nitrogênio na composição do plasma. Abaixo de 15% de nitrogênio não há formação da camada de composto na superfície do material, já de

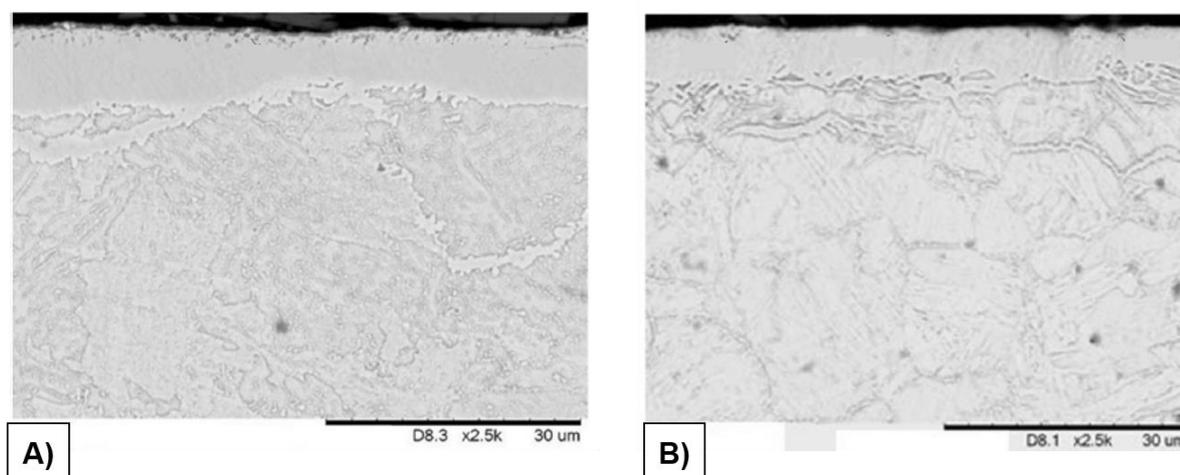
15 a 30% de nitrogênio na composição do plasma é formada predominantemente a fase γ' (Fe_4N) e acima de 30% de nitrogênio é formada a fase ϵ (Fe_{2-3}N) em maior predominância. Estes nitretos são os mais estáveis formados na decomposição do FeN ao longo da nitretação.

A nitrocementação a plasma passa pelo mesmo mecanismo de formação de camadas, porém, com a diferença da adição do carbono. Como citado anteriormente, a nitrocementação proporciona uma maior difusão dos átomos na matriz metálica, devido à baixa energia que o propulsor de carbono CH_4 necessita para se dissociar. Isto também ocorre na nitrocementação a plasma, pois o metano exige uma menor energia de ionização, de forma que os compostos também se dissociam de forma mais fácil (LAMPE; EISENBERG; LAUDIEN, 1993).

Campos (2020) realizou tratamentos de nitrocementação a plasma no aço AISI 4340, comparando o desempenho do mesmo com nitretação. O resultado do tratamento com nitrogênio e carbono apresentou melhores resultados em relação a resistência ao desgaste e corrosão em relação a nitretação, devido a composição da camada nitrocementada possuir mais proporção da fase ϵ' , o que promove um melhor desempenho por sua estrutura cristalina e difusão do de elementos no material (CAMPOS et al., 2020).

A Figura 4.4 apresenta a metalografia da camada formada entre a nitretação e nitrocementação, realizada no aço AISI 4340.

Figura 4.4 - Seção transversal do aço AISI 4340 A) nitretado e B) nitrocementado, com ampliação de 2500x



Fonte: Adaptado de CAMPOS et al., 2020

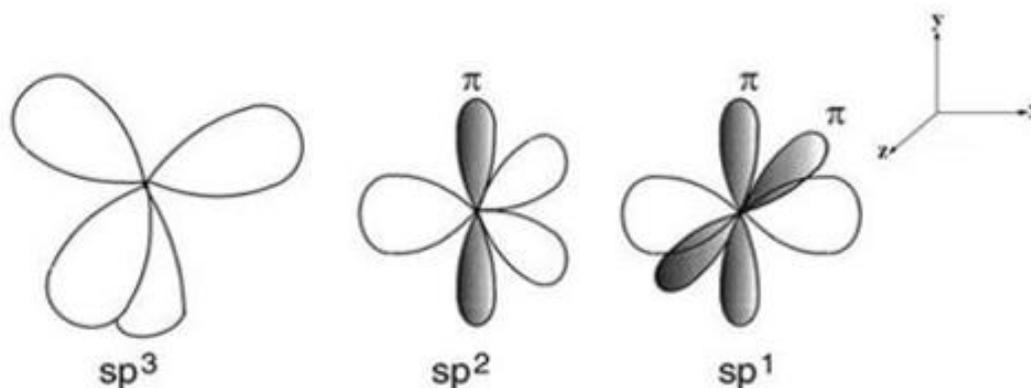
É possível observar que a principal diferença entre as camadas formadas está relacionada com a espessura entre as camadas, em que a camada nitretada se apresenta mais

espessa em relação a camada nitrocementada, uma vez que o carbono proporciona uma maior difusão no material, fazendo com que o carbono e o nitrogênio que deveriam estar na camada proporcionando a formação dos nitretos e carbonitretos, se difundem para a matriz fazendo assim com que a camada composta fique menos espessa (CAMPOS et al., 2020).

4.4 Filme de Carbono tipo Diamante (Diamond-Like Carbon, DLC)

Os filmes DLC, do inglês *diamond-like carbon*, são filmes de carbono de característica amorfa, ou seja, não possuem estrutura cristalina definida. O filme de carbono possui características semelhantes ao grafite e ao diamante, devido as suas diferentes hibridizações. O carbono é conhecido por ser capaz de se organizar em estruturas diferentes, e desta forma, alterar suas propriedades em função do tipo de ligação presente na estrutura. Estas diferentes formas de organização são chamadas de hibridizações, e podem ser diferentes uma da outra, como apresentado na Figura 4.5 (FRANCESCHINI; FREIRE; SILVA, 1996; ROBERTSON, 2002).

Figura 4.5 – Possíveis formas de hibridização do carbono



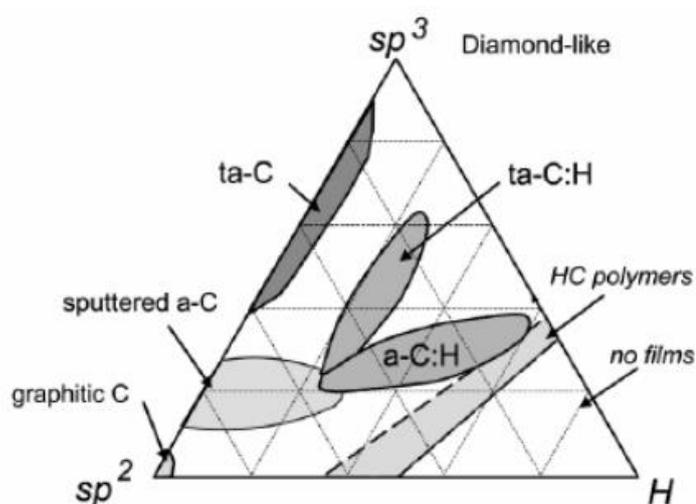
Fonte: ROBERTSON, 2002

A hibridização C-C sp^3 é característica do diamante, determinada por quatro ligações simples com uma estrutura tetraédrica formando uma forte ligação σ , em um átomo adjacente. Já a forma de hibridização C-C sp^2 , é característica do grafite, caracterizada por uma ligação dupla e duas ligações simples com três orbitais formando uma ligação σ , e o átomo restante forma ligação em um orbital π , de estrutura trigonal. A hibridização C-C sp^1 , é comumente encontrada nos hidrocarbonetos, caracterizada por duas ligações duplas ou com uma ligação

tripla e uma simples em que dois formam ligações σ e os outros dois π com uma estrutura linear (CEMIN; BOEIRA; FIGUEROA, 2016; ROBERTSON, 2002).

Assim como dito anteriormente, as propriedades do filme são intermediárias entre o grafite e o diamante, portanto, há a presença das hibridizações sp^2 e sp^3 respectivamente, dando nome ao filme. O filme pode possuir diferentes proporções destas hibridizações, fazendo com que este fique com aspecto mais semelhante ao grafite ou ao diamante. Diferentes características do filme podem ser definidas de acordo com a quantidade de hidrogênio presente nos mesmos, conforme apresentado na Figura 4.6, que relaciona a porcentagem de hidrogênio e diferentes hibridizações em um diagrama ternário (FERRARI; ROBERTSON, 2004; ROBERTSON, 2002).

Figura 4.6 – Diagrama de fase ternário para o carbono amorfo



Fonte: FERRARI; ROBERTSON, 2004

A técnica mais comum de deposição do filme DLC é a CVD (*Chemical Vapour Deposition*), que utiliza gases ricos em carbono com um filamento quente para a obtenção do filme. Porém, por mais que a técnica proporcione filmes DLC de alta qualidade, a mesma necessita de uma temperatura alta, acima de 1000°C. Uma alternativa ecologicamente viável para a deposição do filme DLC é a técnica PECVD (*Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition*), em que utiliza o mesmo princípio de gases ricos em carbono, porém, o meio de ação entre o gás e a peça é o plasma, o que proporciona a deposição do filme em menores temperaturas, por volta de 200°C (CEMIN; BOEIRA; FIGUEROA, 2016).

Em relação as propriedades físicas destes filmes, eles são comumente conhecidos por sua alta dureza, relacionadas as propriedades do diamante e baixo coeficiente de atrito, devido as propriedades relacionadas ao grafite, geralmente utilizados como lubrificantes sólidos (CEMIN; BOEIRA; FIGUEROA, 2016; ROBERTSON, 2002).

Martins et al. (2022) realizou ensaios tribológicos no aço AISI M2 com filme DLC depositados, e observou que além da redução no coeficiente de atrito do sistema DLC x Al-Si, também houve um aumento na resistência ao desgaste, oriundo da presença do filme (MARTINS et al., 2022b).

Porém, um dos desafios do filme DLC está na sua baixa adesão em superfícies metálicas, devido ao diferente coeficiente de dilatação térmica e a possível difusão do carbono ao substrato devido à grande afinidade do ferro com o carbono, o que faz com que o filme se destaque da superfície (CEMIN; BOEIRA; FIGUEROA, 2016).

A adesão do filme é fundamental para que as propriedades do filme sejam adequadas, como discutido por Almeida et al., (2020a), em que a análise de resistência ao desgaste das amostras com diferentes níveis de adesão do filme DLC mostraram que para as maiores resistências ao desgaste, foi necessária uma boa adesão do filme DLC ao substrato tratado.

Este problema necessita de diferentes alternativas de solução, para reduzir a dilatação térmica entre o filme e a superfície metálica e a difusão do carbono para superfície do metal, como por exemplo a utilização de uma intercamada de silício entre o substrato e o filme DLC, que proporciona uma boa adesão do filme DLC a superfície metálica (CEMIN; BOEIRA; FIGUEROA, 2016). Outra alternativa é a realização de tratamentos termoquímicos, como a nitretação e nitrocementação, uma vez que as camadas compostas obtidas por estes tratamentos possuem um coeficiente de dilatação semelhante ao filme DLC, o que evita o destacamento do filme (DALIBON et al., 2019). Além destas alternativas altamente conhecidas e aplicadas na literatura, também existe a possibilidade de realizar a dopagem dos filmes DLC com outros elementos (FRANCESCHINI; FREIRE; SILVA, 1996; SHARIFAHMADIAN; MAHBOUBI; YAZDANI, 2019; WU; HON, 1999).

4.4.1 Dopagem dos filmes DLC

A dopagem dos filmes DLC consiste na adição de elementos no filme, com o objetivo de melhorar suas propriedades de adesão, resistência ao desgaste, resistência a corrosão e até mesmo biocompatibilidade. Esta adição pode ser da incorporação de nanopartículas, dopagem

com elementos metálicos como tungstênio ou ferro e também através de elementos na forma gasosa, como é o caso da dopagem do filme DLC com nitrogênio e silício (ROBERTSON, 2002).

Segundo Sharifahmadian, Mahboubi e Yazdani (2019), a adição de nitrogênio no filme DLC melhora as propriedades de adesão do filme a substratos metálicos, devido a transformação das hibridizações C-C sp^3 em hibridizações sp^2 , o que proporcionam uma característica menos semelhante ao diamante e mais semelhante ao grafite, diminuindo a dureza do filme e também o coeficiente de dilatação térmica entre o substrato metálico e o DLC, melhorando assim a adesão do mesmo. Tais resultados foram reportados por Almeida et al., (2020b).

Já a dopagem com silício pode melhorar a propriedade de estabilidade térmica do filme DLC a altas temperaturas. É discutido na literatura que para o filme DLC a temperaturas acima de 500°C , ocorre um fenômeno chamado de grafitização, em que as hibridizações sp^3 se transformam em sp^2 , deixando o filme mais semelhante ao grafite. Durante aplicações em condições severas, isto pode ser um problema para o filme, pois o mesmo perde dureza e consequentemente compromete suas propriedades. A dopagem com silício proporciona ao filme uma maior temperatura de grafitização, ou seja, aumentar a temperatura em que ocorre este processo, através da estabilização das hibridizações sp^3 , permitindo ao filme a trabalhar em temperaturas maiores sem que ocorra a mudança de propriedades. Este fenômeno ocorre pois o silício não forma ligações π , desta forma, reduz as partes do filme que são relacionadas ao grafite (WU; HON, 1999).

Bai et al. (2021) realizaram o estudo comparando o filme DLC convencional, DLC dopado com silício e DLC dopado com tungstênio no ensaio de desgaste de esfera sobre disco em diferentes frequências de ensaio, realizando espectroscopia Raman na superfície da amostra após cada ensaio. Foi possível observar que a razão I_D/I_G do filme DLC dopado com silício foi inferior em relação ao filme DLC convencional e DLC dopado com tungstênio, confirmando que há mais presença de hibridizações sp^3 em relação a sp^2 . Outro ponto importante a ser analisado é que a razão I_D/I_G dos filmes DLC convencional e dopado com tungstênio aumentou com a realização dos ensaios de desgaste, enquanto a razão do filme DLC dopado com silício se manteve constante em todos os ensaios, corroborando com a literatura que diz que o silício estabiliza as hibridizações sp^3 do filme, evitando sua transformação para ligação sp^2 (BAI et al., 2021).

4.5 Tratamentos duplex

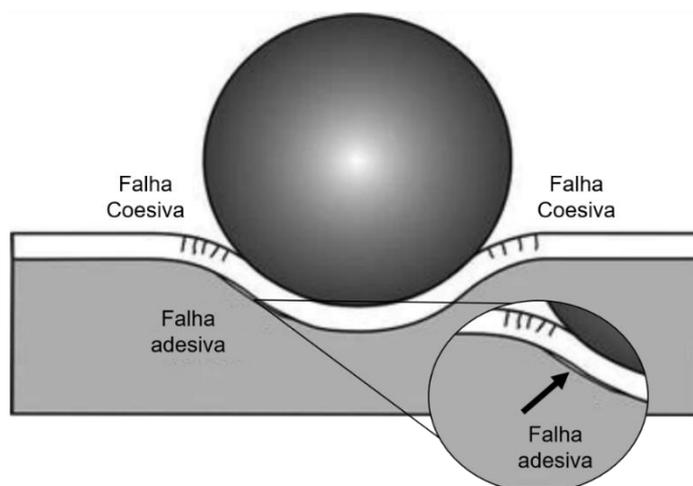
Tratamentos duplex consistem na combinação de tratamentos de superfície, com a intenção de melhorar as propriedades tribológicas, corrosivas e até mesmo de adesão destes tratamentos na superfície dos materiais, quando comparados aos materiais tratados individualmente (DALIBON et al., 2014; KOVACI et al., 2021).

Esta modalidade de tratamentos foi desenvolvida com a função de melhorar as propriedades de resistência ao desgaste dos materiais. Tal propriedade geralmente está associada a uma alta dureza do substrato, porém, materiais com durezas muito altas são frágeis e tendem a falhar em situações de alta carga e ambientes severos de desgaste (TSCHIPTSCHIN, 2013).

A literatura mostra que a primeira solução encontrada foi a realização de tratamentos de superfície como tratamentos termoquímicos e filmes finos em materiais de baixa dureza, para que os tratamentos apresentassem alta resistência ao desgaste e superar esta dificuldade de fragilidade de materiais de alta dureza. Entretanto, quando depositados em substratos de baixa dureza, as camadas compostas e os filmes finos apresentam diferentes problemas para ambientes severos de desgaste. Quando uma camada cerâmica é depositada em um substrato de baixa dureza, as diferenças das propriedades mecânicas entre os materiais podem ocasionar falhas devido a incompatibilidade das deformações plásticas e elásticas (TSCHIPTSCHIN, 2013).

Em relação a deformação plástica do substrato, a origem do colapso destes tratamentos superficiais na resistência ao desgaste para altas cargas e ambientes severos pode ocorrer de duas maneiras diferentes, apresentadas na Figura 4.7. A primeira delas é a falha coesiva, em que pequenas trincas são formadas na camada de maior dureza, uma vez que o substrato está se deformando, mas a camada não é capaz de se deformar da mesma forma devido a sua característica frágil. A outra é chamada de falha adesiva, em que a deformação plástica do material em que foi depositado faz com que a camada se desprenda do substrato, pois não é capaz de realizar a deformação na mesma intensidade (HOLMBERG; MATTHEWS, 2009; TSCHIPTSCHIN, 2013).

Figura 4.7 - Mecanismos de falha de uma camada composta devido a deformação plástica do substrato



Fonte: Adaptado de HOLMBERG; MATTHEWS, 2009

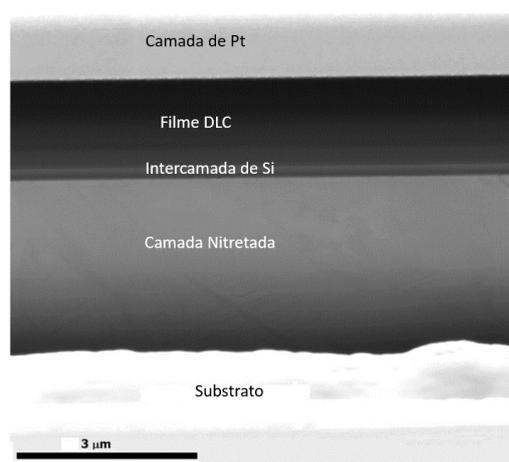
Já os filmes finos depositados em substratos de baixa dureza podem ter sua integridade comprometida devido a deformação elástica e plástica do material utilizado de substrato. Para um excelente desempenho, os filmes finos necessitam de um suporte proveniente das propriedades do material em que foi depositado o substrato, caso contrário, acontecerá o que é chamado de efeito casca de ovo, em que a resistência ao desgaste do material está relacionada apenas ao filme fino, e quando o mesmo for desgastado na superfície, o material base apresenta uma baixa resistência ao desgaste (TSCHIPTSCHIN, 2013).

Portanto, como solução para estes problemas, os tratamentos duplex foram desenvolvidos para aumentar a resistência em altas cargas e ambientes severos de desgaste, uma vez que há uma transição gradual entre as propriedades do substrato, camada composta e filme fino na superfície, evitando os problemas de deformação plástica e elástica (TSCHIPTSCHIN, 2013). Com a evolução da técnica, tratamentos duplex podem ser realizados sem a necessidade de camadas cerâmicas provenientes de tratamentos termoquímicos, como apresentado por Zhao et al. (2022), em que o filme fino de DLC podem ser depositado sobre uma camada de $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-NiCr}$ produzidas pela técnica de HVOF (*High-Velocity Oxygen Fuel*), na forma de spray.

Um dos tratamentos duplex mais comumente realizados é a realização de um tratamento termoquímico seguido da deposição de um filme fino, proporcionando a combinação de uma dureza em profundidade proporcionada pelo tratamento termoquímico com as propriedades do filme depositado sobre o tratamento termoquímico (DONG et al., 2019; NAEEM et al., 2019).

A nitretação e nitrocementação a plasma seguidos da deposição do filme DLC é um tratamento duplex em que o intuito é combinar as propriedades de baixo coeficiente de atrito e alta dureza do filme DLC juntamente com a dureza em profundidade da camada composta oriunda dos tratamentos termoquímicos (DALIBON et al., 2014; KOVACI et al., 2021). A secção transversal deste tratamento é apresentada na Figura 4.8. Outro ponto importante destes tratamentos duplex é melhorar a adesão do filme DLC ao substrato metálico, uma vez que este é um dos principais problemas destes filmes (KOVACI et al., 2017).

Figura 4.8 - Secção transversal de uma amostra com filme duplex (nitretação + DLC) com intercamada de silício

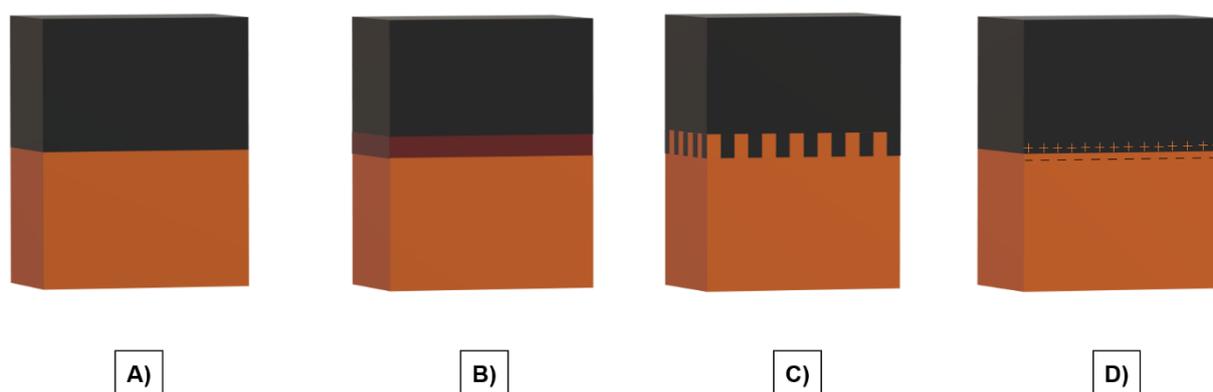


Fonte: Adaptado de DALIBON et al.,2014

A adesão dos filmes DLC em substratos é dada por quatro mecanismos de adesão diferentes, apresentados na Figura 4.9. O primeiro deles é chamado de aderência de contato, em que a interação molecular ocorre por uma superfície lisa. Esta interação pode ser covalente, física ou ácido-base e está relacionada com as ligações de Van der Waals. Em deposições de filmes finos, é o mecanismo mais recorrente. O outro mecanismo de adesão é conhecido por interface induzida por difusão, em que há uma interação entre a superfície do substrato e do filme, formando uma intercamada entre as duas superfícies. Outro mecanismo de adesão é chamado de travamento mecânico, em que o filme penetra nas rugosidades da superfície do substrato, de forma que estas irregularidades na superfície prendem o filme, facilitando a adesão. Geralmente, quando há diferença de dilatação térmica entre o filme e o substrato, o mecanismo de adesão que é encontrado é o travamento mecânico. Por último, outra forma compreendida como mecanismo de adesão é a interação eletrostática, em que diferentes

polaridades do filme e do substrato proporcionam a adesão do filme ao substrato (BERG, 2009; SILVA, 2013).

Figura 4.9 - Esquematisação dos mecanismos de adesão: a) adesão por contato, b) interface induzida por difusão, c) travamento mecânico e d) interação eletrostática



Fonte: Adaptado de BERG, 2009

Como citado anteriormente, o mecanismo de adesão de travamento mecânico ocorre quando há uma grande diferença entre o coeficiente de dilatação térmica do filme e do substrato, problema que ocorre com o DLC em substratos metálicos. Entretanto, como visto por Ebrahimi, Mahboubi e Naimi-Jamal (2015), tratamentos termoquímicos de nitretação e nitrocementação aumentam a rugosidade da superfície do material, de forma que o mecanismo de adesão por travamento mecânico é beneficiado, desta forma, os tratamentos duplex proporcionam uma melhor adesão do filme DLC ao substrato. Este resultado também foi encontrado por Moreno-barceñas et al.,(2018), em que a rugosidade da superfície nitretada apresentou um aumento de aproximadamente 84% na rugosidade da superfície em relação ao material não nitretado. Outro ponto importante a ser analisado é que este aumento de rugosidade se manteve para o tratamento de nitretação+DLC.

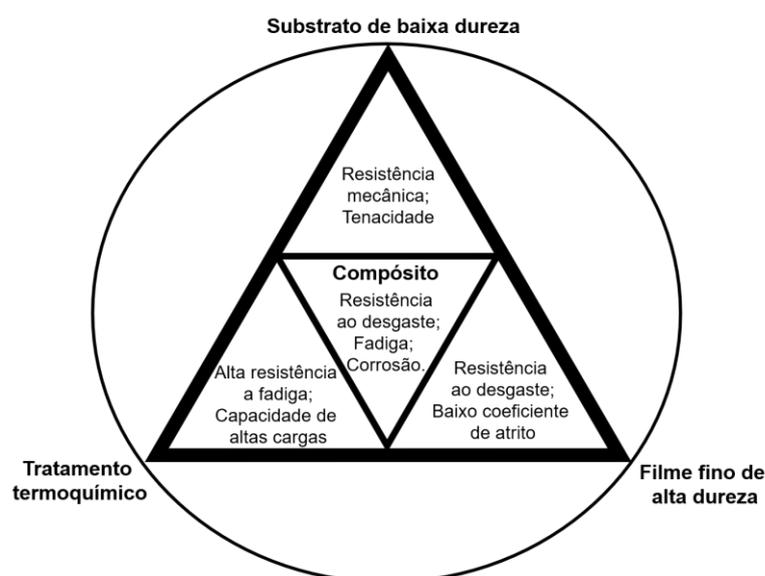
Os tratamentos em questão podem proporcionar não só uma melhor adesão do filme ao substrato, como também uma melhor resistência no desgaste e corrosão das amostras tratadas, como observado por Dalibon (2019) e Campos et al., (2020), que realizaram o tratamento duplex de nitretação e nitrocementação com filme DLC, respectivamente.

O baixo coeficiente de atrito e alta dureza do filme DLC, juntamente com a dureza em profundidade e tensões compressivas dos tratamentos termoquímicos de nitretação e nitrocementação proporcionam uma resistência ao desgaste superior aos tratamentos

individuais. Além disso, a característica cerâmica da camada composta, que proporciona uma baixa troca de íons com soluções, faz com que o material seja altamente resistente a corrosão, de forma que a sinergia entre o filme DLC e as camadas compostas proporcionam propriedades excelentes ao material (DALIBÓN et al., 2016; DE CAMPOS et al., 2020).

Com o intuito de facilitar a compreensão das melhorias proporcionadas pelos tratamentos duplex, Bell et al., (1998) idealizaram uma esquematização associando substrato de baixa dureza, a camada composta e o filme fino de alta dureza dos tratamentos duplex, relacionando as propriedades tribológicas, de fadiga e corrosão dos materiais, apresentado na Figura 4.10.

Figura 4.10 - Esquema da combinação do substrato, filmes finos e tratamentos termoquímicos



Fonte: Adaptado de BELL, DONG, SUN, 1998

Analisando o esquema apresentado na Figura 4.10, os autores denominam o tratamento duplex como um tratamento “compósito” em que diferentes tipos de materiais, como o substrato de baixa dureza, um tratamento termoquímico com dureza em profundidade e um filme fino de alta dureza são unidos para que as propriedades de alta resistência ao desgaste, fadiga e corrosão sejam atingidas no tratamento duplex (BELL; DONG; SUN, 1998; TSCHIPTSCHIN, 2013).

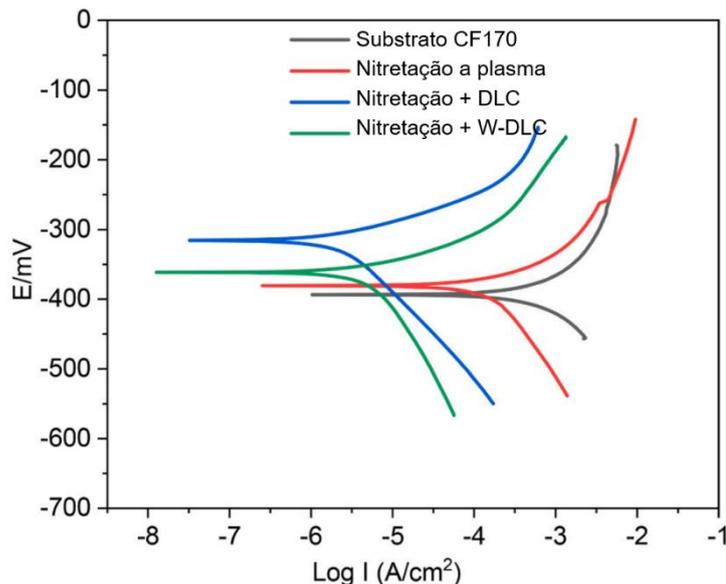
Com o intuito de avaliar as propriedades corrosivas e tribocorrosivas, Kovaci et al., (2021) realizaram tratamentos de nitretação, DLC e Duplex (nitretação + DLC) em amostras de aço AISI 4140. O tratamento duplex se sobressaiu com uma maior resistência a corrosão e

tribocorrosão quando comparadas aos tratamentos individuais, devido a combinação de propriedades relatadas pelo esquema apresentado na Figura 4.10.

Com relação a propriedade de resistência ao desgaste, Dalibon et al. (2019) realizaram o estudo comparando a resistência ao desgaste dos tratamentos individuais de nitretação, DLC e duplex. Os tratamentos duplex se mostraram mais eficientes na resistência ao desgaste em relação aos tratamentos individuais devido à sinergia entre o filme DLC e a camada composta, reduzindo o coeficiente de atrito do sistema quando comparado ao tratamento de nitretação realizado individualmente.

Estudos recentes vêm trazendo a dopagem de filmes DLC para os tratamentos duplex, como reportado por Feng et al. (2022), em que foi realizado a comparação entre o tratamento duplex de DLC dopado com W e nitretação, duplex de DLC convencional e nitretação e apenas nitretação do aço CF170. A Figura 4.11 apresenta o resultado do ensaio de polarização cíclica destas amostras e do material base, mostrando que o tratamento duplex com DLC convencional apresentou a maior resistência a corrosão dentre todos os outros tratamentos realizados.

Figura 4.11 - Curvas de polarização para diferentes tratamentos no aço CF170



Fonte: Adaptado de FENG et al., 2022

4.6 Processos de Fabricação

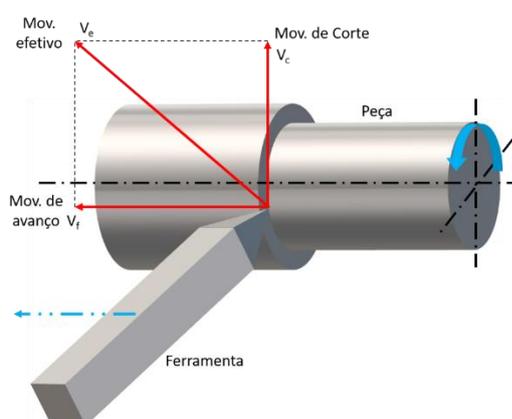
Existem três processos de usinagem considerados universais, que são o torneamento, o fresamento e a furação. As diferenças entre estes processos são caracterizadas por diferentes equipamentos, ferramentas e processos diferentes para a obtenção do objetivo final. São comuns equipamentos como fresadoras, tornos e retificadoras (FERRARESI, 1970; JESUS, 1998).

4.6.1 Torneamento

De acordo com a norma NBR 6175, o torneamento é definido como o processo de usinagem que utiliza uma ou mais ferramentas monocortantes, desta forma, a peça gira em torno do eixo de rotação da máquina e a ferramenta se desloca simultaneamente para que a geometria final seja a desejada (NBR 6571, 1971).

Ao longo destes processos, ocorrem alguns movimentos responsáveis pela remoção de material e estes movimentos são caracterizados como movimento de corte, movimento de avanço e movimento efetivo de corte. O movimento de corte é aquele que ocorre entre a peça e a ferramenta, originando uma única remoção de cavaco durante uma volta ou curso. O movimento de avanço também consiste no movimento entre a peça e a ferramenta, porém, com remoção repetida de cavaco em várias revoluções e cursos. E o movimento de corte efetivo é o movimento resultante dos dois anteriores quando realizados simultaneamente (ABRÃO et al., 2015; FERRARESI, 1970). Estes movimentos estão representados na Figura 4.12.

Figura 4.12 - Direção dos movimentos de corte, avanço e de corte efetivo no torneamento



Fonte: Adaptado de ABRÃO et al., 2015

4.6.2 Formação de Cavacos

Ao longo do processo de usinagem, os cavacos possuem um mecanismo de formação, dado por Ferraresi (1970). A formação do cavaco se inicia com a penetração da ferramenta de corte na peça, removendo uma pequena porção de material. O material recalado sofre deformação plástica, que aumenta até que tensões de cisalhamento são grandes o suficiente para que se inicie um deslizamento entre a peça e a ferramenta. Tal deslizamento ocorre segundo os planos de cisalhamento dos cristais da porção do material que foi recalada. Com uma maior penetração da ferramenta na peça, haverá uma ruptura da região de cisalhamento, seja ela completa ou parcial, que são oriundas da ductilidade do material que está sendo usinado e das condições de usinagem. E por fim, devido ao movimento relativo entre a peça e a ferramenta, ocorre o escorregamento da porção do material que foi deformada e cisalhada, também chamada de cavaco, que sai pela superfície de saída da ferramenta. Isto se torna um ciclo, em que enquanto o cavaco é escorregado pela superfície de saída da ferramenta, outra porção de material é cisalhada, se transformando novamente em cavaco (ABRÃO et al., 2015; FERRARESI, 1970).

4.6.3 Parâmetros superficiais de rugosidade

Segundo Gonçalves (2001), a medição da rugosidade é empregada para monitorar, controlar ou investigar um processo ou fenômeno físico. A qualidade, a segurança e o controle de um processo são assegurados através da medição. O resultado de uma medição é um faixa de valores associado a uma unidade de medida, onde o valor verdadeiro está compreendido nesta faixa.

Quando um material passa pelo processo de usinagem, ocorrem erros que são chamados de micro geométricos, que são o acabamento superficial das peças após aquele tipo de processo. Estes erros podem ser falhas, que são interrupções causadas por defeito do material, ondulações, que são irregularidades que ocorrem em baixa frequência em uma superfície e a rugosidade, que são caracterizadas por irregularidades de picos e vales resultantes do avanço da ferramenta de corte na peça (BA, 2022; MARTINS, 2016; TRENT; WRIGHT, 2000).

A rugosidade é um dos principais parâmetros para avaliar os processos de usinagem, de forma que é conhecida como a “impressão digital” dos processos. Ela pode ser usada como método de avaliação da qualidade de um processo de usinagem, uma vez que o acabamento

superficial de uma peça usinada é especificado de acordo com as necessidades do produto e é totalmente influenciado pelos parâmetros de usinagem, usinabilidade do material, geometria da ferramenta e condições máquina-ferramenta (BA, 2022; YAŞAR, 2019).

Quando a rugosidade é avaliada de forma bidimensional, recebe a nomenclatura R, possuindo vários parâmetros que possuem significados diferentes sobre a rugosidade da superfície do material. A rugosidade média (R_a) é a média absoluta de todas as alturas medidas ao longo do comprimento que foi avaliado, ou seja, a partir de uma linha média do perfil, são mensuradas as alturas dos picos e dos vales, para que seja feita uma média aritmética de todas as alturas. R_a está representada na equação 4.3 (SANTOS; SALES, 2007).

$$R_a = \frac{|y_1| + |y_2| + \dots + |y_n|}{n} \quad \text{eq. 4.3}$$

Superfícies com aspectos diferentes podem apresentar o mesmo valor de R_a . Este parâmetro é o mais utilizado para relacionar o acabamento superficial da peça com o processo de usinagem, de acordo com a diferença das alturas dos picos e dos vales (SANTOS; SALES, 2007).

Outro parâmetro utilizado quando a rugosidade da peça é medida é o R_z , chamado de rugosidade média, representado pela equação 4.4. O mesmo consiste na média aritmética dos cinco valores que mais se distanciam acima e abaixo da linha média, chamados de rugosidade parcial (Z_i) de forma que pontos isolados da rugosidade não influenciam neste parâmetro (MARTINS, 2008).

$$R_z = \frac{Z_1 + Z_2 + Z_3 + Z_4 + Z_5}{5} \quad \text{eq. 4.4}$$

Além destes parâmetros citados anteriormente, o parâmetro de rugosidade total (R_t) também é vastamente utilizado, para que sejam obtidas informações sobre o deterioramento da superfície vertical da peça. Nele, é definida a distância vertical entre o pico mais alto (Z_p) e o vale mais profundo (Z_v) no comprimento de avaliação, é representada na equação 4.5.

$$R_t = \text{máx} (Z_p) + \text{máx} (Z_v) \quad \text{eq. 4.5}$$

O parâmetro de assimetria (R_{sk}) avalia a distribuição de altura, relacionando se o desvio está simétrico, abaixo ou acima da linha média, cujo parâmetro é outro que utiliza a média de amplitude e é dado pela equação 4.6. A equação simboliza o quociente do valor médio do cubo de $Z(x)$ e o cubo de R_q dentro de um comprimento de amostragem, em que R_q é dado pela raiz quadrada média do desvio.

$$R_{sk} = \frac{1}{R_q^3} \frac{1}{l} \int_0^l Z^3(x) dx \quad \text{eq. 4.6}$$

A curtose (R_{ku}) é o parâmetro utilizado para avaliar a geometria da ponta dos vales e dos picos, a fim de analisar o grau de contato entre os objetos. A mesma é dada pela equação 4.7 e significa o quociente do valor médio quadrático de $Z(x)$ e a quarta potência de R_q dentro de um comprimento de amostragem. Este dado apresenta se a distribuição da altura é normal, acentuada ou uniforme.

$$R_{ku} = \frac{1}{R_q^4} \frac{1}{l} \int_0^l Z^4(x) dx \quad \text{eq. 4.7}$$

4.6.4 Aplicações de tratamentos superficiais em ferramentas de corte

Estudos mostram que os tratamentos de nitretação apresentam algumas contradições quando aplicados na usinagem de materiais. Autores como Bejar e Vranjican (1992) e Löffler (1994) alegam que o tratamento superficial proporciona aumento de vida útil da ferramenta. Já Alves (2002) e Rocha (2000) não obtiveram resultados positivos da ferramenta tratada em relação a não tratada, devido a espessura da camada composta, que quando chega ao fim, proporciona um desempenho inferior a ferramenta sem tratamento.

Já, quando fala-se de DLC, o mesmo se apresenta como uma ótima alternativa para redução de esforços durante usinagem de materiais, como foi apresentado por Santos et al. (2007), quando aplicando filmes DLC na usinagem de ligas de Al-Si. Martins et al. (2022), também realizou estudos laboratoriais da possível aplicação do filme DLC em ferramentas de usinagem para a redução do coeficiente de atrito e, conseqüentemente, um melhor desempenho das ferramentas em trabalho, em que o filme se apresentou uma ótima alternativa.

Martins (2016) realizou o estudo da deposição de filmes DLC em brocas de aço rápido e metal duro e seu desempenho em serviço. Os resultados apontam que o filme DLC apresentou melhorias na rugosidade da superfície do corpo de prova quando utilizando o filme DLC, além de aumentar a vida útil da ferramenta com a presença dos filmes DLC (MARTINS, 2016).

Porém, Aboua et al. (2017) apresenta em seu estudo que a usinagem de materiais com grande afinidade com o carbono utilizando ferramentas recobertas com o filme DLC, ou seja, materiais que possuem vacâncias no orbital d, não apresenta bons resultados devido a difusão do carbono do filme DLC para o material sendo usinado, de forma que o mesmo é endurecido, prejudicando assim o desempenho de trabalho da ferramenta.

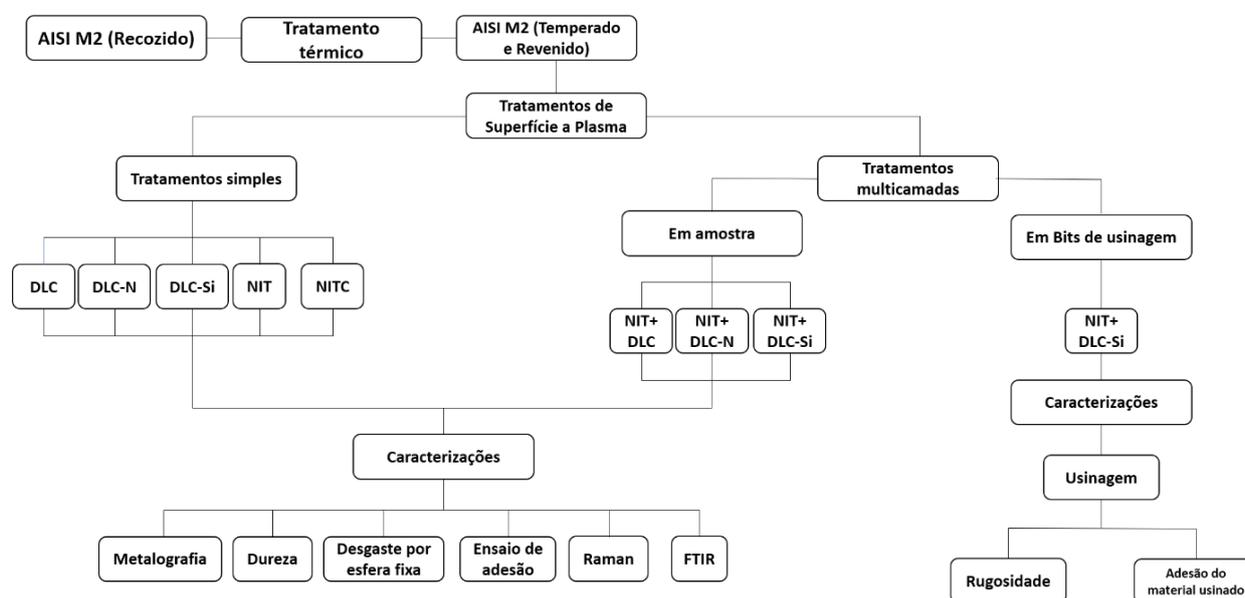
Em relação ao tratamento duplex para usinagem de materiais, Serra et al. (2020) apresenta que os mesmos não foram satisfatórios quando aplicados em brocas de aço rápido, possivelmente relacionado a baixa adesão do filme ao substrato.

Entretanto, tratamentos duplex com dopagem do filme DLC com suas propriedades aplicadas a resistência ao desgaste dos materiais são difíceis de encontrar na literatura, de forma que este trabalho se mostra relevante para a atualidade desta área.

5. Procedimento Experimental

O procedimento experimental deste trabalho está representado pelo fluxograma apresentado na Figura 5.1.

Figura 5.1 - Fluxograma do procedimento experimental



Fonte: Próprio Autor

5.1 Material de Estudo

O aço AISI M2 é comumente utilizado na fabricação de ferramentas de corte e usinagem, em que a composição química nominal é apresentada na Tabela 5.1, cujo resultado foi obtido através da análise química utilizando o espectrômetro de emissão óptica Ametek Spectro Maxx modelo LMF05.

Tabela 5. 1 - Composição química nominal e obtida em %p do aço ferramenta AISI M2

Composição química	C	Mn	Si	Cr	Mo	W	V	Ni
Nominal	0,78 – 1,05	0,15 – 0,40	0,20 – 0,45	3,75 – 4,50	4,50 – 5,50	5,50 – 5,75	1,75 – 2,20	0,30 máx
Obtida	0,95	0,24	0,33	4,02	4,35	6,87	2,05	0,33

Fonte: METALS HANDBOOK, 1990

Utilizando uma máquina *cut-off*, foram obtidos corpos de prova deste material nas dimensões de 10x10x13mm, os quais foram utilizados para o desenvolvimento dos tratamentos de superfície.

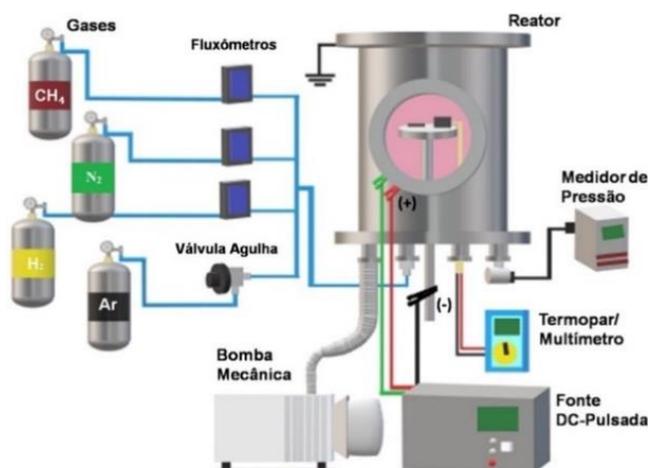
Uma vez que o material utilizado foi fornecido no estado esferoidizado, houve a necessidade da realização de tratamentos térmicos de têmpera e revenimento, para que assim as propriedades do material sejam aquelas utilizadas em serviço. A têmpera foi realizada com temperatura de austenitização de 1050°C e resfriadas em óleo à temperatura de 80°C. O revenimento foi realizado a uma temperatura de 550°C por 2h. Após o tratamento térmico, as amostras foram lixadas, polidas e limpas. A limpeza foi feita com detergente e álcool isopropílico em ultrassom. Após limpas e secas, as amostras foram tratadas a plasma.

Todos os procedimentos citados nestas etapas foram realizados no laboratório de tratamento térmico e ensaio de materiais localizado na FATEC Sorocaba.

5.2 Tratamentos de Superfície a Plasma

Os tratamentos de superfície a plasma foram realizados nas instalações do LabTES – Laboratório de Tecnologia e Engenharia de Superfície, na Fatec-Sorocaba. Foi utilizada uma fonte DC pulsada para a realização dos tratamentos a plasma, em que o cátodo corresponde ao prato ou suporte onde as amostras são posicionadas e o ânodo a câmara do reator. Uma bomba mecânica de palheta rotativa é utilizada para a obtenção do vácuo. O medidor de pressão Pirani é utilizado para o controle da pressão dentro da câmara. Os gases são obtidos por cilindros individuais de cada respectivo gás e inseridos na câmara por válvulas agulha ou fluxômetros digitais com diferentes capacidades de vazão em sccm (*standard cubic centimeters per minute*). A temperatura do sistema é medida por um multímetro conectado a um termopar do tipo K, acoplado a uma amostra apoiada no cátodo. O sistema utilizado está apresentado na Figura 5.2.

Figura 5.2 - Esquema de tratamento do reator a plasma



Fonte: Adaptado de ALMEIDA, 2021

Após a limpeza das amostras, as mesmas foram inseridas na câmara do reator e posicionadas em contato com o cátodo do reator, para que assim fosse possível iniciar o processo de vácuo no sistema. Após atingir vácuo na ordem de grandeza de 3×10^{-2} torr, foi feita a limpeza por ablação a plasma antes da realização de todos os tratamentos, utilizando 80% Ar e 20% H₂ a uma pressão de 2 torr durante 1 hora. A temperatura utilizada nesta etapa varia de acordo com o tratamento a ser realizado posteriormente á ablação. Por exemplo, se o tratamento posterior a ablação for a nitrocementação a 450°C, a temperatura utilizada ao longo da limpeza por ablação a plasma é de 450°C. Assim como a temperatura, a tensão utilizada na etapa de ablação consiste na mesma tensão utilizada no tratamento a ser realizado posteriormente, com pressão de 2 torr. Imediatamente após a etapa de ablação a plasma, inicia-se a etapa de tratamento cujos parâmetros dependem dos tratamentos a serem realizados, conforme descrito a seguir.

5.2.1 Tratamentos simples

Os tratamentos simples são aqueles que exigem menos complexidade e menor tempo de tratamento, utilizados como base, para posteriormente a realização dos tratamentos multicamadas, ou, duplex, os quais são a nitretação, nitrocementação, filmes DLC, DLCN e DLC-Si.

Os tratamentos de nitrocementação a plasma foram realizados com 80% de N₂, 15% de H₂ e 5% de CH₄. O tratamento foi realizado por 6 horas, com fluxo gasoso de 750 sccm a

450°C, com tensão de 530V e pressão de tratamento de 3 torr. Para comparação, tratamentos de nitretação a plasma foram realizados com 80% de N₂ e 20% de H₂ por 6 horas com fluxo total dos gases de 750 sccm a 450°C com tensão de 470V e pressão de 2,8 torr.

A deposição do filme DLC e suas dopagens foi realizada pela técnica PECVD. Após a limpeza por ablação a plasma, foi feita a deposição de uma intercamada de silício amorfo hidrogenado utilizando como precursor o hexametildisiloxano (HMDSO), adicionando 70% de HMDSO ao reator através de um cilindro controlado por válvula agulha, juntamente com 30% de Ar por 15 minutos, a uma temperatura de 300°C. Em seguida, a deposição do filme DLCN foi realizada utilizando 70%CH₄ e 30%N₂, com fluxo gasoso de 30 sccm por 2 horas, em uma temperatura de 300°C. Para efeito comparativo, deposições de filme DLC também foram realizadas em que, após a deposição da intercamada, o filme foi depositado com proporção gasosa de 90% de CH₄ e 10% de Ar, com fluxo gasoso de 30 sccm, conforme apresentado por Almeida et al. (2020).

O filme DLC-Si passou pelos procedimentos de ablação a plasma e deposição de intercamada de silício amorfo hidrogenado anteriormente a deposição do filme DLC-Si, utilizando como precursor o hexametildisiloxano (HMDSO), adicionando 70% de HMDSO ao reator através de um cilindro controlado por válvula agulha, juntamente com 30% de Ar por 15 minutos, a uma temperatura de 300°C. A dopagem do filme DLC com silício é encontrada na literatura utilizando o gás silano (SiH₄) como precursor do Si (WANG et al., 2022), porém, neste trabalho, o precursor de silício utilizado foi o hexametildissiloxano (HMDSO), juntamente com o metano e argônio, com uma mistura gasosa de 90%CH₄, 8%Ar e 2%HMDSO.

Todos os filmes foram depositados em uma tensão de 500V e pressão de 0,25 torr. Já, a intercamada de HMDSO foi depositada com tensão de 500V e pressão de trabalho de 0,09 torr.

Os tratamentos simples e seus parâmetros, assim como a nomenclatura utilizada no trabalho para cada um deles, estão apresentados na Tabela 5.2.

Tabela 5.2 - Parâmetros utilizados nos tratamentos simples

Tratamento		Proporção Gasosa (%)	Tempo (h)	Temperatura (°C)	Nomenclatura
Nitretação		80N ₂ -20H ₂	6	450	NIT
Nitrocementação		80N ₂ -15H ₂ -5CH ₄	6	450	NITC
DLC	Intercamada Organosilicone	70HMDSO-30Ar	0,25	300	DLC
	Filme DLC	90CH ₄ -10Ar	2		
DLCN	Intercamada Organosilicone	70HMDSO-30Ar	0,25	300	DLCN
	Filme DLCN	70CH ₄ -30N ₂	2		
DLC-Si	Intercamada Organosilicone	70HMDSO-30Ar	0,25	300	DLC-Si
	Filme DLC-Si	90CH ₄ -8Ar-2HMDSO	2		

Fonte: Próprio Autor

5.2.2 Tratamentos multicamadas

Os tratamentos multicamadas foram realizados com a combinação dos tratamentos de nitrocementação e DLC dopado com silício (DLC-Si), DLC convencional (DLC) e DLC dopado com nitrogênio (DLCN).

O processo iniciou-se com a limpeza por ablação, e posteriormente a nitrocementação, seguida da deposição de uma intercamada de organosilicone e pôr fim a deposição dos filmes DLC, variando a condição dos diferentes filmes. Os parâmetros dos tratamentos duplex estão apresentados na Tabela 5.3, em que as tensões dos tratamentos duplex foram as mesmas utilizadas nos tratamentos simples.

Tabela 5.3 - Parâmetros utilizados nos tratamentos duplex

Tratamento		Proporção Gasosa (%)	Tempo (h)	Temperatura (°C)	Nomenclatura
Nitrocementação + Filme DLC-Si	Nitrocementação	80N ₂ -15H ₂ -5CH ₄	6	450	NITC+DLC-Si
	Intercamada Organosilicone	70HMDSO-30Ar	0,25	300	
	Filme DLC-Si	90CH ₄ - 8Ar-2HMDSO	2		
Nitrocementação + Filme DLC	Nitrocementação	80N ₂ -15H ₂ -5CH ₄	6	450	NITC+DLC
	Intercamada Organosilicone	70HMDSO-30Ar	0,25	300	
	Filme DLC	90CH ₄ - 10Ar	2		
Nitrocementação + DLCN	Nitrocementação	80N ₂ -15H ₂ -5CH ₄	6	450	NITC+DLCN
	Intercamada Organosilicone	70HMDSO-30Ar	0,25	300	
	Filme DLCN	70CH ₄ -30N ₂	2		

Fonte: Próprio Autor

5.3 Ensaio e Caracterizações

As amostras com e sem tratamento foram caracterizadas por metalografia, microdureza, espectroscopia Raman, análise FTIR e ensaios de adesão dos filmes. Ensaios de desgaste por esfera fixa foram realizados para avaliar a resistência ao desgaste do material com e sem tratamento e também ensaios de usinagem com ferramentas tratadas em uma única condição em comparação com a ferramenta sem tratamento foram realizados para avaliar o desempenho do tratamento em serviço.

5.3.1 Metalografia

Para análise metalográfica, as amostras com e sem tratamento foram cortadas no sentido transversal em cortadeira de precisão, embutidas em baquelite de alta adesão, lixadas, polidas e atacadas com Nital 3%. As micrografias da superfície formada nos tratamentos foram obtidas utilizando um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) de bancada Marca Hitachi modelo TM 3000 localizado na UFSCar – Campus Sorocaba utilizando modo de sinal retroespalhado contendo módulo de análise química semi-quantitativa EDS (*Electronic Dispersive Spectroscopy*) com detector de sinal de raio-X Bruker modelo Quantasx70.

5.3.2 Microdureza Vickers

O ensaio de microdureza Vickers, utilizado para determinar a dureza superficial e o perfil de dureza da camada nitretada e nitrocementada, foi realizado no Laboratório de Metalografia da Fatec- Sorocaba em um equipamento Mitutoyo HM220, com cargas de 0,1kgf para a dureza superficial e 0,01kgf para o perfil de dureza das camadas. O perfil de dureza foi realizado com medidas a cada 0,02mm a partir da superfície da amostra, observadas através da seção transversal da amostra. Já para a dureza superficial foram feitas 5 medidas na superfície do material e foi realizada a média e desvio padrão das mesmas.

5.3.3 Espectroscopia Raman

As análises para qualificar as propriedades estruturais dos filmes DLC, DLCN e DLC-Si, foram avaliadas por Espectroscopia Raman com laser de argônio sintonizado no

comprimento de onda de 514 nm, potência de 5% da total e 5 μ m de diâmetro do spot do laser. O equipamento utilizado foi um Renishaw – inVia Raman Microscope do Instituto de Física da Cidade universitária “Zeferino Vaz” – UNICAMP.

Para obter o teor de hidrogênio contido nos filmes não dopados, foi utilizada a Equação 5.1 (CASIRAGHI; FERRARI; ROBERTSON, 2005).

$$H [\text{at. \%}] = 21,7 + 16,6 \log \frac{m}{I(G)[\mu\text{m}]} \quad \text{eq. 5.1}$$

em que I(G) é a intensidade da banda G e m é a inclinação do espectro entre 1000 e 1800 cm^{-1} .

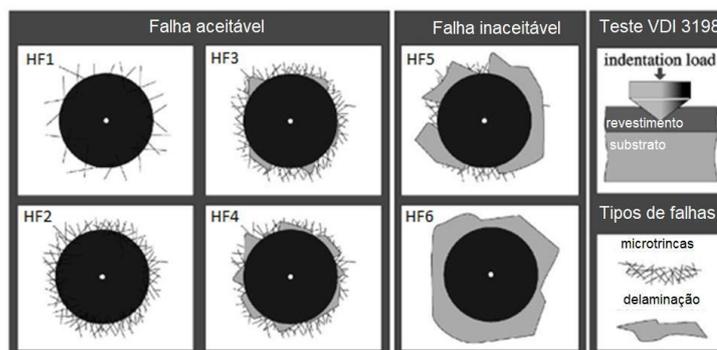
5.3.4 Análise FTIR

As análises de Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) foram realizadas no Laptec (Laboratório de Plasmas Tecnológicos) localizado no Campus Experimental da UNESP Sorocaba, utilizando o Espectrômetro JASKO FTIR-410. O tempo de varredura utilizado foi de 128 segundos numa resolução de 4 cm^{-1} . Os resultados interpretados foram de absorbância, que posteriormente foram normalizados na ferramenta do software Origin 2018.

5.3.5 Ensaio de Adesão

O ensaio de adesão foi realizado nos materiais com deposição de filme DLC, DLCN e DLC-Si e dos tratamentos duplex, de acordo com a norma VDI 3198, apresentada na Figura 5.3. Os ensaios foram realizados na Escala Rockwell C em um durômetro digital da marca Mitutoyo - HR 300, localizado no laboratório de Tratamento Térmico da Faculdade de Tecnologia de Sorocaba (Fatec-SO). As imagens foram realizadas utilizando o MEV, Marca Hitachi 3000 localizado na UFSCar – Campus Sorocaba. A porcentagem delaminada do filme foi calculada com o software ImageJ. A área calculada foi referente à parte interna da indentação Rockwell C.

Figura 5.3 – Ensaio de adesão de acordo com a norma VDI 3198



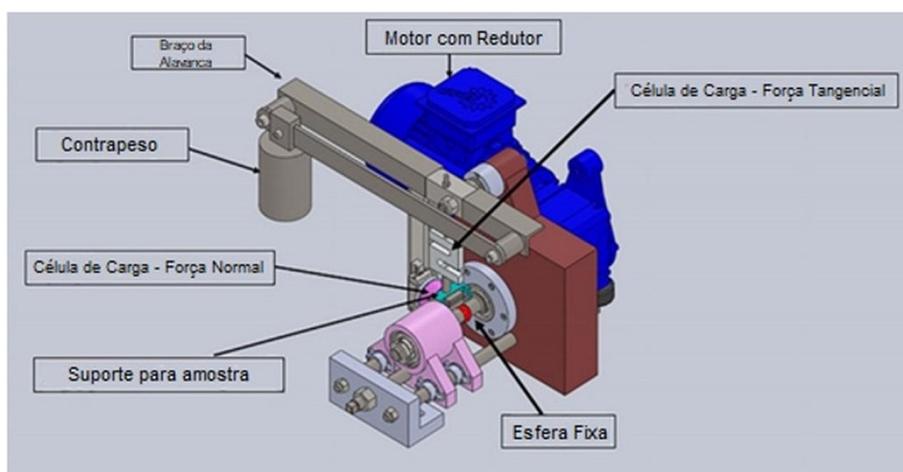
Fonte: Adaptado de VIDAKIS; ANTONIADIS; BILALIS, 2003

É importante pontuar que de acordo com a norma VDI 3198, a espessura do filme deve ser 10 vezes maior do que a profundidade da indentação, em que para filmes de baixa espessura, o mais recomendado pode ser a técnica chamada de adesão por riscamento, para que esta regra seja respeitada. Entretanto, a técnica VDI 3189 tem relevância para determinação da adesão de forma qualitativa e é utilizada para avaliar a adesão de filmes DLC depositados sobre substratos metálicos (MANFRINATO et al., 2022; VIDAKIS; ANTONIADIS; BILALIS, 2003).

5.3.6 Ensaio de desgaste por esfera fixa

Para a determinação da resistência ao desgaste dos materiais estudados com e sem tratamento de superfície, foi utilizado um dispositivo de ensaio de desgaste por esfera fixa, em que o material da esfera é o aço AISI 52100, pertencente ao LabTES da Fatec Sorocaba apresentado na Figura 5.4. A esfera não foi atacada para a realização do ensaio, uma vez que não foi utilizado nenhum tipo de abrasivo, desta forma o desgaste pode ser caracterizado como desgaste por deslizamento. O ensaio foi realizado com carga fixa de 8N, frequência de rotação de 158RPM e a distância percorrida no ensaio se iniciou em 31,5m (2min) e foi aumentando gradativamente para 63,1m (5min), 126,1m (10min), 189,1m (15min), 252,2m (20min), 315,2m (25min) e 378,2m (30min).

Figura 5.4 - Equipamento utilizado para o ensaio de desgaste



Fonte: DANELON et al., 2020

O volume (V) de desgaste foi calculado considerando a Equação 5.2 para determinar a resistência ao desgaste dos materiais estudados, em que R corresponde ao raio da esfera de desgaste e b é o diâmetro da calota obtida no ensaio (RUTHERFORD; HUTCHINGS, 1996). As medidas da calota impressa foram realizadas com microscópio óptico portátil com captura de imagens pertencente ao LabTES.

$$V = \frac{\pi b^4}{64R} \quad \text{para } b \ll R \quad \text{eq. 5.2}$$

A profundidade da calota (H) também foi medida, de acordo com a Equação 5.3, em que V é o volume de desgaste da calota e R é o raio da esfera de desgaste (RUTHERFORD; HUTCHINGS, 1996).

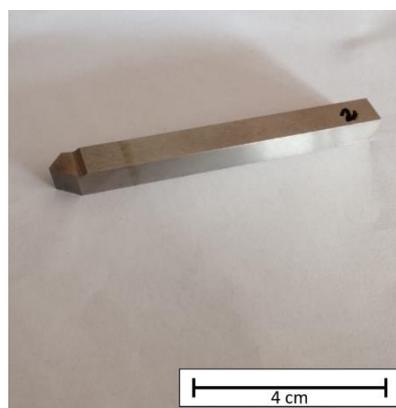
$$H = \sqrt{\frac{V}{\pi R}} \quad \text{eq. 5.3}$$

5.4 Usinagem dos corpos de prova

A usinagem foi realizada em um torno Nardini – TT 150 AS, utilizando bits de usinagem, manufaturados com aço AISI M2, com geometria de $X_r = 80^\circ$, $\varepsilon = 70^\circ$, $r = 0,2$ mm,

$\gamma = \alpha = 10^\circ$, apresentada na Figura 5.5. Ao total foram utilizados 4 bits, 2 com tratamento NIT+DLC-Si e 2 sem tratamento

Figura 5.5 - Bits de usinagem utilizados no ensaio de usinagem



Fonte: Próprio Autor

Os processos de usinagem foram definidos por um plano experimental, que consiste na variação da velocidade de corte e da presença ou não de tratamento na ferramenta. A usinagem foi realizada a seco com um avanço de 0,4mm/rot. Os parâmetros das variáveis do ensaio estão apresentados na Tabela 5.5.

Tabela 5.4 - Variáveis utilizadas nos ensaios de usinagens

Variáveis de entrada	Níveis
Bits	Sem tratamento (-1)
	Com tratamento (+1)
Velocidade de Corte	Vel. Mínima (-1), $V_c = 37$ m/min, $n = 500$ rpm
	Vel. Máxima (+1), $V_c = 147$ m/min, $n = 2000$ rpm

Fonte: Próprio Autor

O plano experimental é apresentado na Tabela 5.5. Os experimentos foram realizados de forma aleatória, em que sua aleatoriedade foi feita no software Excel. Cada execução possui uma réplica, desta forma, elas devem se repetir.

Tabela 5.5 - Plano experimental sistemático das usinagens realizadas no procedimento experimental

Plano experimental – Sistemático			
Execução	Bits	V_c	Corpos de Prova
1	-1	-1	2
2	1	-1	2
3	-1	1	2
4	1	1	2
5	-1	-1	2
6	1	-1	2
7	-1	1	2
8	1	1	2

Fonte: Próprio Autor

Para simplificação da Tabela 5.5 , as ferramentas foram denominadas de ferramentas 1, 2, 3 e 4, cada ferramenta possui um parâmetro diferente, apresentado na Tabela 5.6.

Tabela 5.6 - Nomenclatura das ferramentas e seus parâmetros

Ferramenta	Parâmetros
Ferramenta 1	Sem tratamento, velocidade de corte máxima (147 m/min)
Ferramenta 2	Sem tratamento, velocidade de corte mínima (37 m/min)
Ferramenta 3	Com tratamento, velocidade de corte máxima (147 m/min)
Ferramenta 4	Com tratamento, velocidade de corte mínima (37 m/min)

Fonte: Próprio Autor

O material usinado foram de uma liga de Al-Si-Mg 6351-T6 na forma de barras cilíndricas de $25,4 \pm 0,1$ mm e 200mm de comprimento. Para que o processo fosse facilitado, em questão de números de barras, as mesmas foram divididas em dois lados (lado A e lado B), resultado em 180mm de comprimento útil, assim como apresentado na Figura 5.6. A profundidade de corte utilizada para usinar as barras de alumínio foi de 1mm, baseado no diâmetro da barra.

Figura 5.6 - Modelo 3D da barra de alumínio utilizado nos processos de usinagem



Fonte: Próprio Autor

Assim como mostrado na Tabela 5.6, foram utilizadas 2 barras por condição de usinagem estudada, totalizando 16 corpos de prova. Foi dado um passe em cada corpo de prova. Portanto, o comprimento útil usinado foi de 360mm por corpo de prova.

Após a usinagem, os bits de usinagem foram cortados, embutidos, lixados e polidos para que fosse realizada a análise metalográfica das amostras com e sem tratamento.

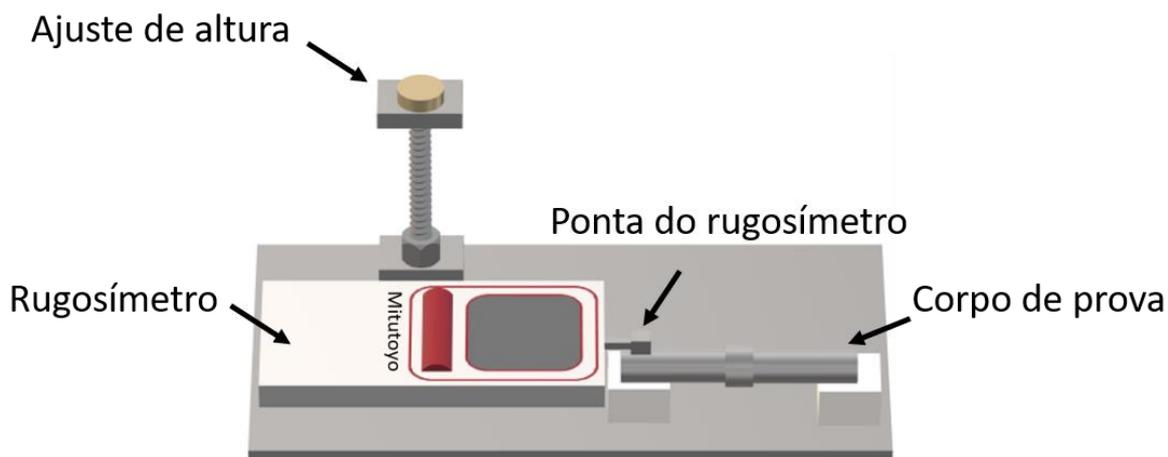
5.4.1 Adesão do material usinado

Após as usinagens dos corpos de prova, foram obtidas imagens da aresta de corte da ferramenta, analisando a quantidade de material que ficou aderido na superfície da ferramenta. As imagens foram obtidas por um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), Shimadzu SSX-550 Superscan localizado no CEFET – MG – Campus I. As imagens no MEV foram analisadas logo após as usinagens e também após a realização da decapagem com NaOH, para que fosse removida todo vestígio do material do corpo de prova e que fosse possível analisar o desgaste da ferramenta.

5.4.2 Rugosidade

Após as usinagens, foram medidas as rugosidades na superfície das amostras usinadas, utilizando um rugosímetro portátil Mitutoyo SJ-210, apresentado na Figura 5.7. Foram utilizados 5 comprimentos de amostragem, 0,8mm de cut-off, 0,5 mm/s para velocidade de medição e distância percorrida de 4 mm. O rugosímetro foi calibrado manualmente com o padrão do equipamento de 2,97 μm , e os parâmetros encontrados foram R_a , R_{ku} , R_z , R_{sk} e R_t . Foram realizadas três medições por lado do corpo de prova, defasadas a 120° em relação ao diâmetro do corpo de prova.

Figura 5.7 - Equipamento para medição da rugosidade do corpo de prova



Fonte: Próprio Autor

Para o tratamento dos dados de rugosidade, foi utilizado o critério de Chauvenet para identificar e remover dados que extrapolam o intervalo de confiança da população. Também foram utilizadas ferramentas de estatística descritiva (média, desvio padrão e coeficiente de variação) como testes de normalidade ao nível de significância de 5%, para que assim fosse possível realizar a Análise de Variância (ANOVA) dos parâmetros.

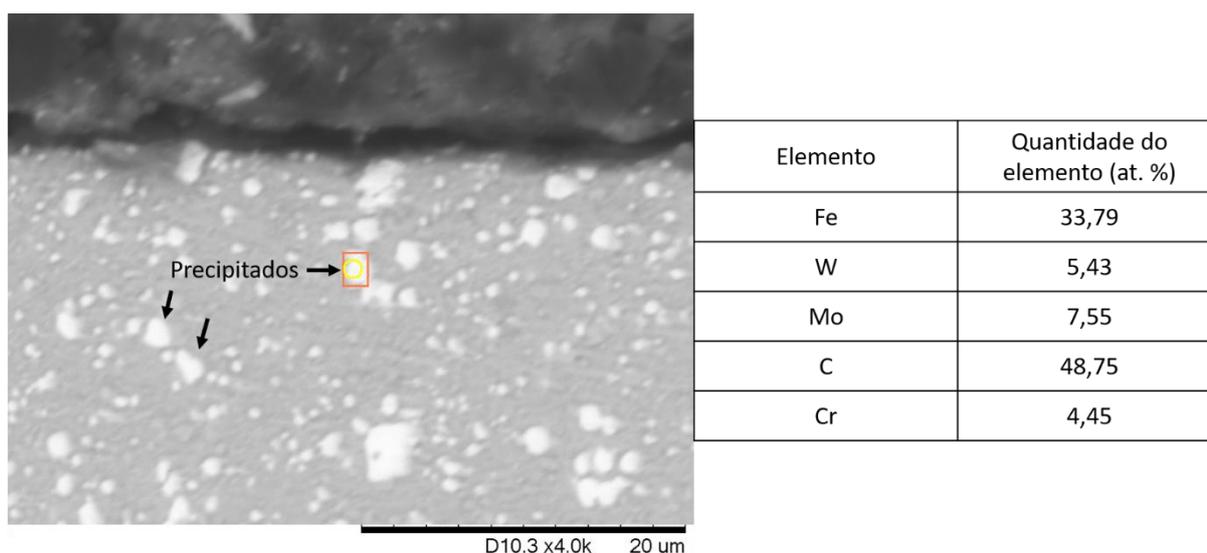
A partir dos resultados da tabela ANOVA, foi obtida a contribuição de cada variável independente com a variável dependente, através da razão entre a soma dos quadrados da variável independente analisada, como numerador, e como denominador a soma dos quadrados da variável total, de forma constante (BA, 2022; DEAN; VOSS; DRAGULJIĆ, 2017; HARHOUT et al., 2020).

6. Resultados e Discussões

6.1 Análise Micrográfica

A Figura 6.1 apresenta a metalografia do material base com análise química semi-quantitativa por EDS pontual do precipitado observado na matriz do material estudado. Observa-se que na superfície da amostra não há a formação de nenhum tipo de filme ou camada.

Figura 6.1 - Metalografia do material de base com análise EDS pontual e ampliação de 4000x

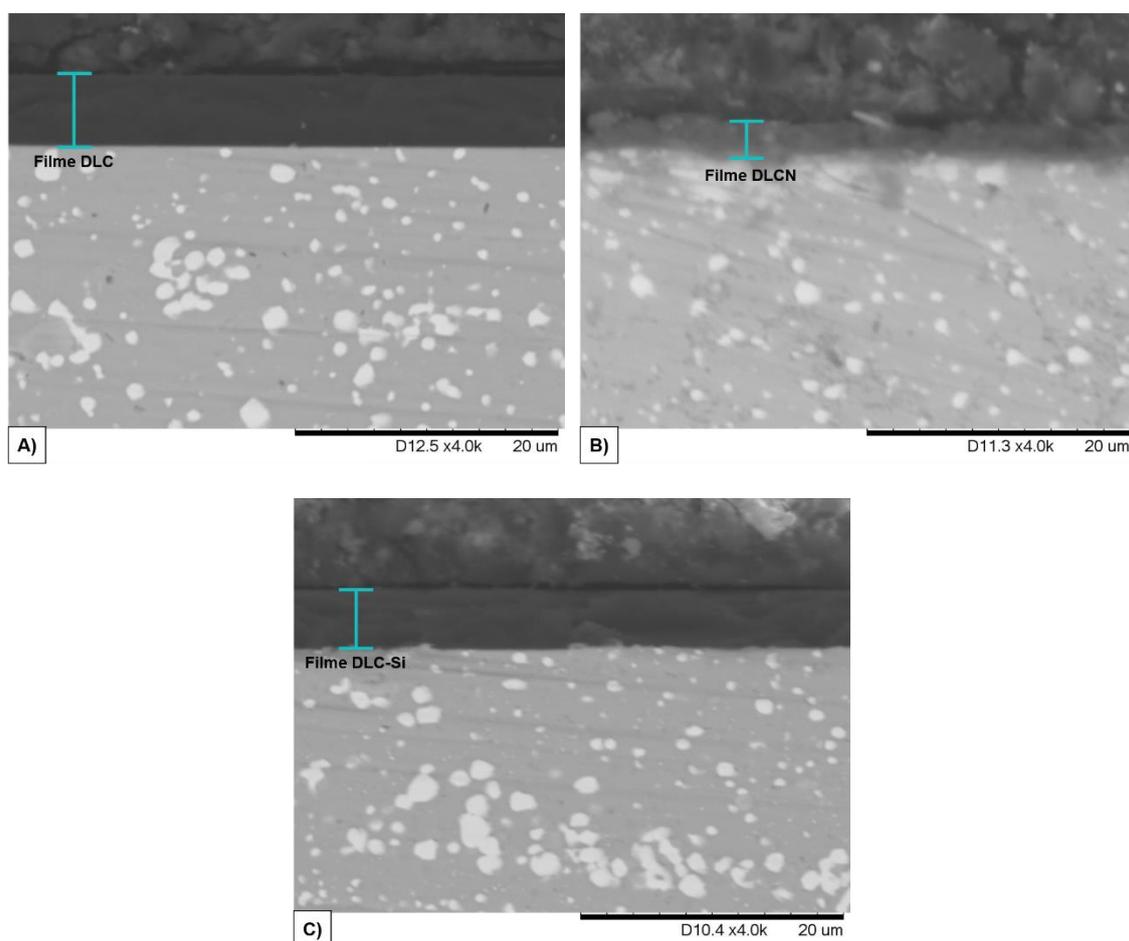


Fonte: Próprio Autor

É possível observar a presença de grandes quantidades de precipitados na matriz de martensita revenida do material base, indicados pelas setas brancas, característicos do aço ferramenta AISI M2. Estes precipitados são oriundos da interação da alta quantidade de carbono presente na composição química do material, juntamente com os elementos de molibdênio, tungstênio, cromo e vanádio. (GILL et al., 2012).

As metalografias das amostras tratadas com os filmes DLC, DLCN e DLC-Si estão apresentadas na Figura 6.2.

Figura 6.2 – Metalografia por MEV das amostras A) DLC, B) DLCN, C) DLC-Si, com ampliação de 4000x



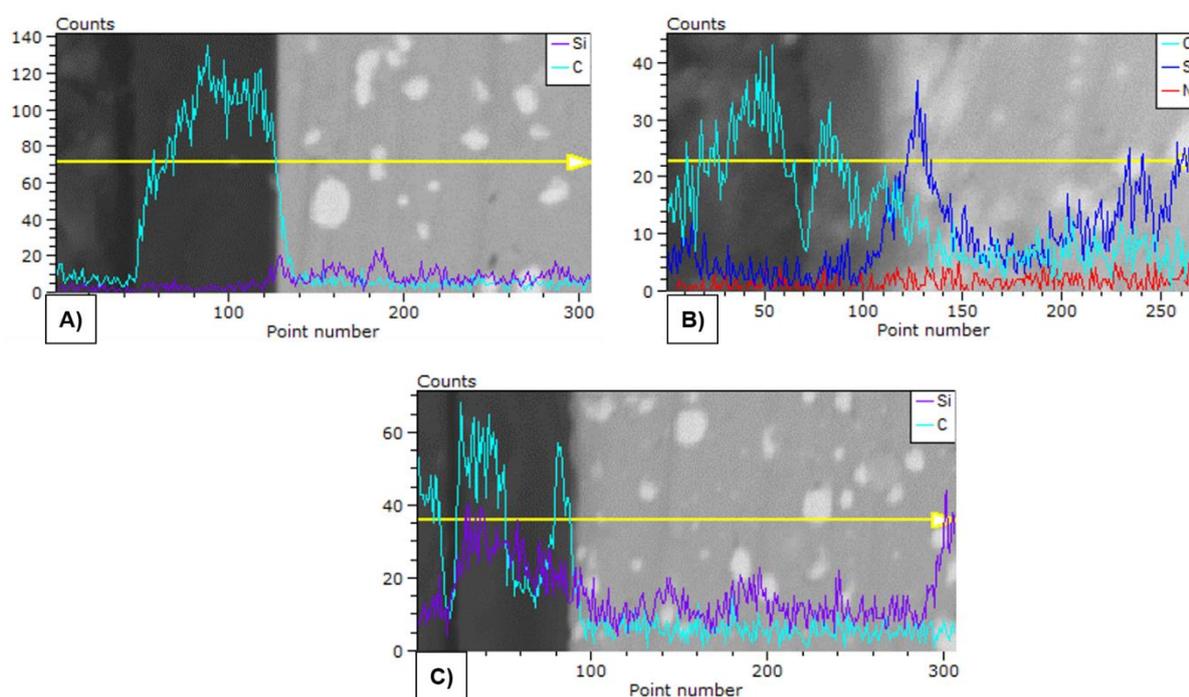
Fonte: Próprio Autor

As Figuras 6.2 A), 6.2 B) e 6.2 C) apresentam as metalografias dos filmes DLC, DLCN e DLC-Si, mostrando a formação do filme homogêneo que apresentaram espessura de 5,51 μm , 3,05 μm e 4,32 μm respectivamente. O filme DLC apresentou a maior espessura dentre os filmes DLC, DLCN e DLC-Si, enquanto o filme DLCN apresentou a menor espessura. Isto ocorre pois a incorporação do nitrogênio diminui a taxa de crescimento dos filmes DLC, como observado por Almeida et al., (2020b), em que a maior taxa de nitrogênio na deposição dos filmes DLC provocou uma menor espessura dos filmes. Este comportamento pode ser explicado por dois mecanismos diferentes que ocorrem na deposição do filme. Um deles é a erosão de átomos de carbono pelos íons de nitrogênio, processo conhecido como *sputtering* químico, em que o bombardeamento dos íons de nitrogênio ocasiona a remoção dos átomos de carbono do filme, diminuindo assim a taxa de deposição e conseqüentemente a espessura do filme. A outra

explicação é a evaporação das moléculas de N_2 , devido a formação de ligações N-N. Isto é esperado a ocorrer uma vez que a incorporação de carbono e nitrogênio apresentam uma desordem natural do crescimento do filme a-C (N): H, de forma que a evaporação de nitrogênio é favorável a acontecer com o aumento da concentração de nitrogênio no filme (FRANCESCHINI, 2000).

A Figura 6.3 apresenta as análises química semi-quantitativa realizada por EDS em linha via MEV dos filmes DLC, DLCN e DLC-Si, a fim de comprovar as regiões de formação dos filmes formados.

Figura 6.3 - Análise química semi-quantitativa realizada por EDS via MEV dos filmes A) DLC, B) DLCN e C) DLC-Si

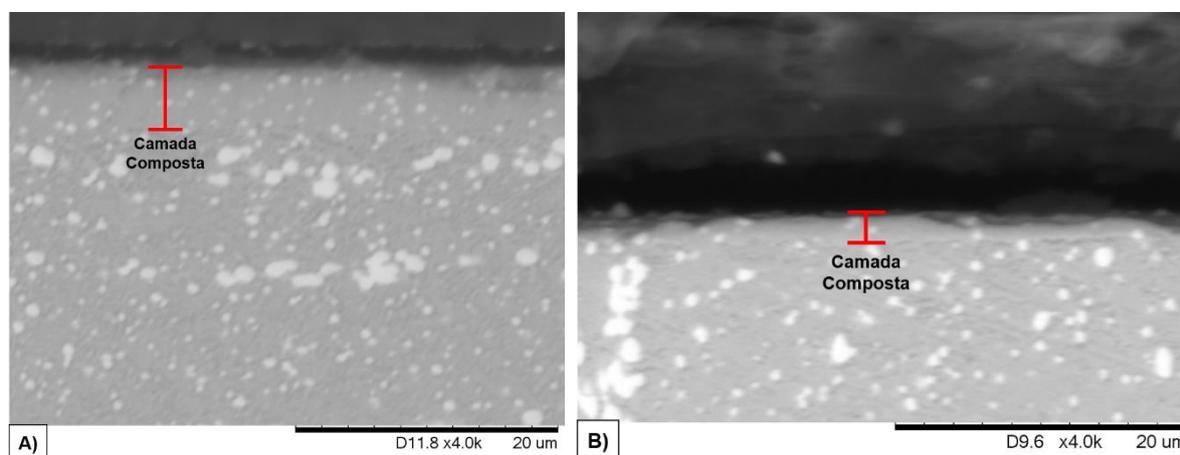


Fonte: Próprio Autor

Na Figura 6.3 A), analisando o filme DLC, é possível verificar que a análise química realizada por EDS via MEV registra a presença do elemento silício na região de transição entre o filme DLC e o substrato, o que indica a presença da intercamada de silício, depositada entre o filme DLC e o substrato, assim como na Figura 6.3 B), que analisa o filme DLCN. Em contrapartida, quando analisamos o filme DLC-Si na Figura 6.3 C) é possível observar a presença do elemento silício em alta quantidade ao longo de todo o filme, diferentemente do filme DLC, o que sugere que a dopagem do filme com silício foi bem sucedida.

A Figura 6.4 apresenta as camadas compostas referentes as amostras NIT e NITC com espessuras de 3,11 μm e 2,15 μm respectivamente.

Figura 6.4 - Metalografia das amostras A) NIT e B) NITC, com ampliação de 4000x



Fonte: Próprio Autor

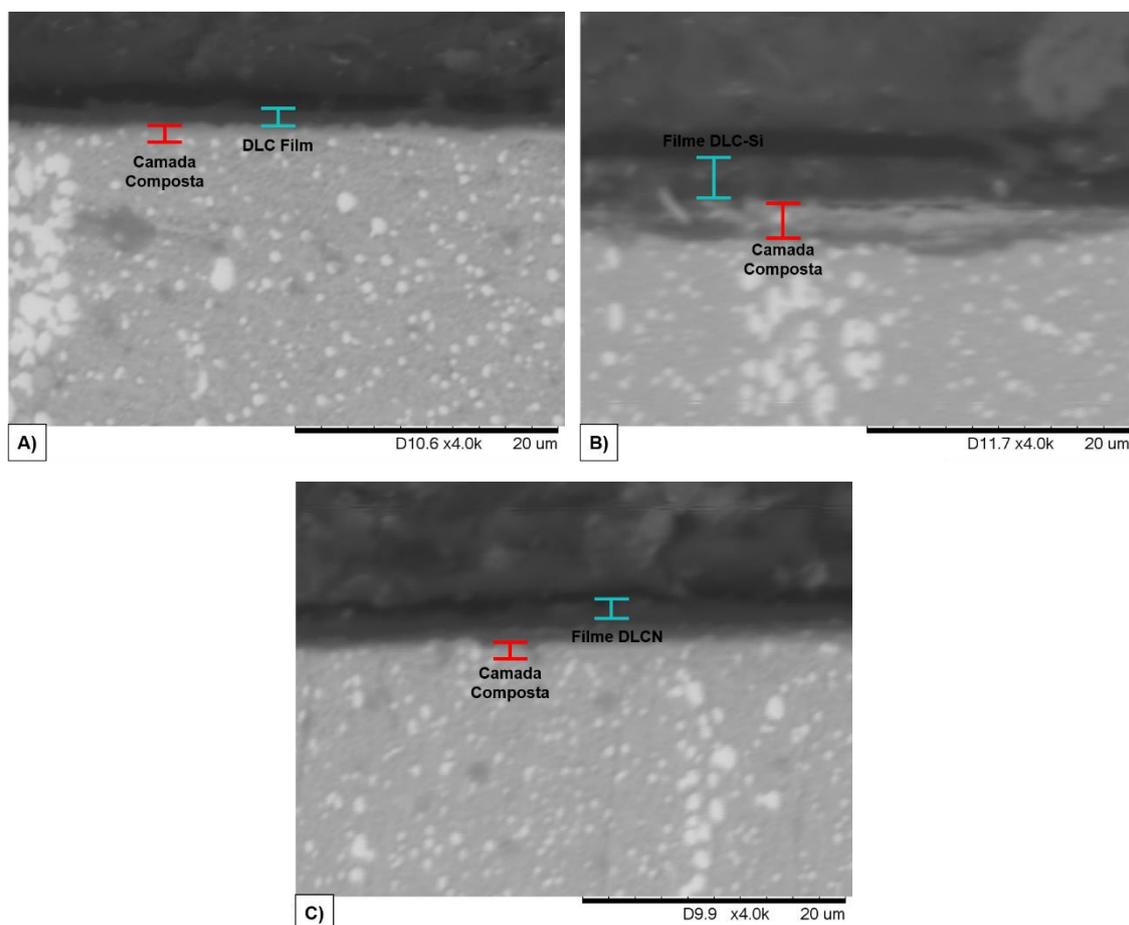
É possível observar que ambas as camadas se apresentaram uniformes ao longo da superfície. Entretanto, a espessura da camada composta do tratamento NITC se apresenta menor em relação a camada composta do tratamento NIT. Este fato pode ser justificado pelo efeito de estabilização que o carbono tem com metais de transição como o Cr, W e Mo, devido à falta de elétrons ocupados no nível d dos átomos. Tais elementos estão presentes em grandes quantidades no aço M2. A afinidade que o carbono possui com esses elementos faz com que o mesmo se difunda para reagir com os mesmos para formar preferencialmente carbonetos e não carbonitretos, fazendo com que a camada composta apresente menor espessura (GONZALEZ-CARMONA et al., 2018).

Por outro lado, como na nitretação não há presença de carbono, o meio favorece a formação de nitretos de ferro, fazendo assim com que a camada fique mais espessa (GONZALEZ-CARMONA et al., 2018).

Este resultado também pode estar atrelado a maior difusão que o carbono proporciona ao tratamento de nitrocementação em relação a nitretação. Uma vez que a difusão é maior, ao invés da formação de uma camada composta mais espessa, o carbono e o nitrogênio que estariam presentes na camada composta se difundem para a matriz de ferro, formando a zona de difusão, proporcionando uma espessura menor de camada composta (LAMPE; EISENBERG; LAUDIEN, 1993).

A Figura 6.5 apresenta a micrografia das camadas formadas nos tratamentos NITC+DLC, NITC+DLC-Si e NITC+DLCN. Em todas as amostras são possíveis observar a camada composta e o filme DLC sobre a camada, caracterizando o tratamento multicamadas, ou, tratamentos duplex.

Figura 6.5 - Metalografia das amostras A) NITC+DLC e B) NITC+DLC-Si e C) NITC+DLCN com ampliação de 4000x



Fonte: Próprio Autor

A Figura 6.5 A) apresenta a seção transversal da amostra NITC+DLC, mostrando o filme DLC indicado pela linha azul e a camada composta pela linha vermelha. É possível observar que a espessura do filme no tratamento multicamadas ($1,37\mu\text{m}$) foi inferior ao tratamento simples do filme DLC ($5,51\mu\text{m}$), apresentado na Figura 6.2 A).

A espessura do filme DLC-Si no tratamento multicamadas, apresentado na Figura 6.5 B), é de $3,40\mu\text{m}$, inferior ao tratamento simples de DLC-Si, com espessura de $4,32\mu\text{m}$.

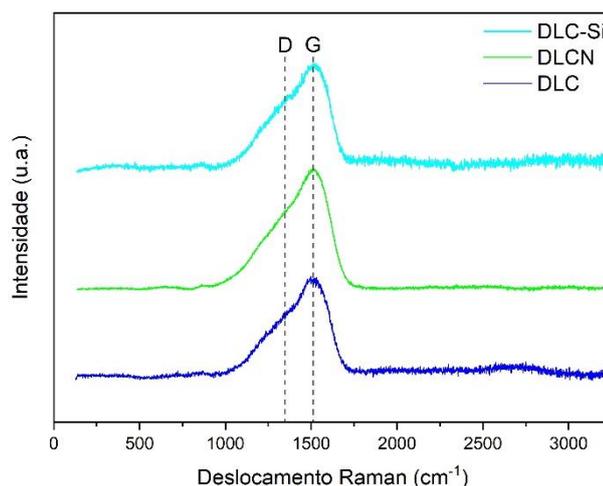
O tratamento NITC+DLCN, apresentado na Figura 6.5 C), assim como os outros tratamentos multicamadas, apresentou a espessura de filme inferior ao filme DLCN oriundo do tratamento simples, sendo de $1,35\mu\text{m}$ para o tratamento multicamadas e $3,05\mu\text{m}$, para o tratamento simples.

A redução da espessura dos filmes DLC dopados e não dopado quando realizados nos tratamentos multicamadas podem estar relacionada com a difusão do carbono do filme DLC para a camada composta oriunda da nitrocementação. Danelon et al. (2023) observou nas análises DRX de tratamentos multicamadas, que há a difusão do carbono para a camada composta devido a formação de carbonitreto ϵ' . Esta difusão pode influenciar na espessura do filme DLC, por isto ocorre uma redução na espessura do filme (DANELON et al., 2023).

6.2 Análise Estrutural dos Filmes

Com o objetivo de caracterizar a estrutura dos filmes DLC, DLCN e DLC-Si, foram realizadas espectroscopias Raman, apresentadas na Figura 6.6.

Figura 6.6 - Espectro Raman das amostras DLC, DLCN e DLC-Si

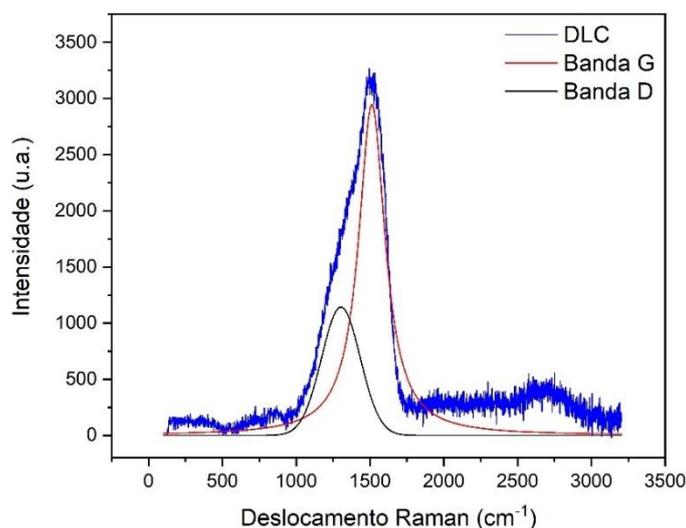


Fonte: Próprio Autor

As espectroscopias Raman dos filmes DLC, DLCN e DLC-Si apresentam características semelhantes a literatura, com o pico de banda G em deslocamento Raman de aproximadamente 1550 cm^{-1} e banda D em aproximadamente 1355 cm^{-1} , bandas características do filme a:C-H (carbono amorfo hidrogenado). Tais bandas estão apresentadas pela técnica de deconvolução na Figura 6.7. A banda G representa as vibrações dos carbonos com hibridizações sp^2 , ou seja,

está relacionada a ligações características do grafite do filme DLC. Já a banda D, representa a desordem do filme, indicada pelas vibrações do carbono sp^2 em anéis aromáticos, que ocorre devido a presença das ligações sp^3 . Este comportamento nos evidencia que o filme apresenta uma desordem e é o que categoriza o filme como amorfo, uma mistura entre diferentes tipos de ligações do carbono que permite que o filme tenha propriedades semelhantes ao grafite e ao diamante (CEMIN; BOEIRA; FIGUEROA, 2016).

Figura 6.7 - Deconvolução das bandas D e G do espectro Raman do filme DLC



Fonte: Próprio Autor

A relação entre a banda D e a banda G é chamada de razão entre a intensidade das bandas (I_D/I_G). Esta razão indica fração de hibridizações sp^3 presentes no filme, uma vez que a diminuição da razão I_D/I_G , resultante da perda de anéis aromáticos, resulta em uma maior desordem do filme de carbono amorfo, significando que o material possui uma maior quantidade de carbonos sp^3 (CEMIN; BOEIRA; FIGUEROA, 2016; ROBERTSON, 2002).

Em relação a isto, a Tabela 6.1 apresenta a razão I_D/I_G dos filmes DLC, DLCN e DLC-Si. É possível verificar que a razão I_D/I_G da amostra DLCN é superior se comparada as amostras DLC e DLC-Si. Isto pode ser justificado pela transformação das hibridizações sp^3 em sp^2 do filme, oriunda da introdução de nitrogênio no filme DLC, fazendo com que o filme não perca anéis aromáticos e mantenha uma maior estrutura sp^2 , uma vez que a perda de anéis aromáticos simboliza o aumento da desordem na estrutura do filme a-C, indicando que o material terá mais carbonos sp^3 . (SHARIFAHMADIAN; MAHBOUBI; YAZDANI, 2019).

Tabela 6.1 - Razão I_D/I_G dos filmes DLC, DLCN e DLC-Si

Amostra	Razão I_D/I_G
DLC	0,38
DLCN	0,65
DLC-Si	0,27

Fonte: Próprio Autor

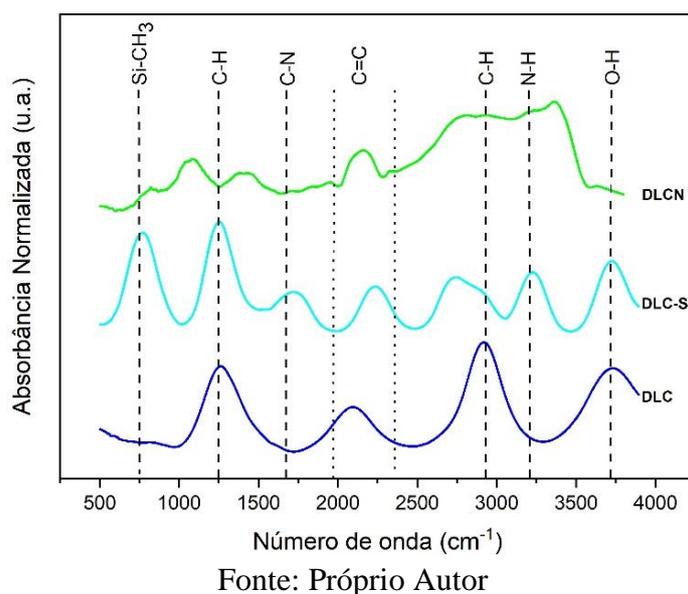
A amostra DLC-Si apresentou a menor razão I_D/I_G em relação as amostras DLC e DLCN. Uma menor razão I_D/I_G apresenta um filme com maior quantidade de hibridizações sp^3 , de acordo com Cemin (2015). Isto corrobora com os resultados encontrados por Wu e Hon (1999), que encontram resultados em que a dopagem de silício no filme DLC proporciona a estabilização das hibridizações sp^3 .

Outra informação importante obtida pela espectroscopia Raman é a quantidade de hidrogênio presente no filme amorfo de carbono. Tal análise se limita ao filme sem nenhum tipo de dopagem, pois diferentes gases podem interferir no resultado, não condizendo com a equação proposta por Casiraghi, Ferrari, Robertson (2005).

Aplicando a equação 5.1 nos dados do filme DLC, o filme apresentou 36,39% de hidrogênio, que de acordo com Robertson (2002), categoriza o filme como *a:C-H hard*, um filme DLC comumente produzido por técnica PECVD devido a presença do hidrogênio pela utilização de hidrocarbonetos no tratamento (CASIRAGHI; FERRARI; ROBERTSON, 2005; ROBERTSON, 2002).

A Figura 6.8 apresenta os espectros obtidos por FTIR das amostras DLC, DLCN e DLC-Si, em que os valores de absorbância passam por normalização.

Figura 6.8 – Espectro de FTIR das amostras DLC, DLCN e DLC-Si



Os picos encontrados nos números de onda 1250 e 2900 cm^{-1} que correspondem ao estiramento das ligações C-H, o pico entre 1700 e 2400 cm^{-1} representante ao estiramento das ligações C \equiv C e o pico no número de onda 3700 cm^{-1} indicando ligações O-H são característicos do filme amorfo de DLC convencional (ALMEIDA et al., 2020b; FAYED et al., 2021; ȚUCUREANU; MATEI; AVRAM, 2016).

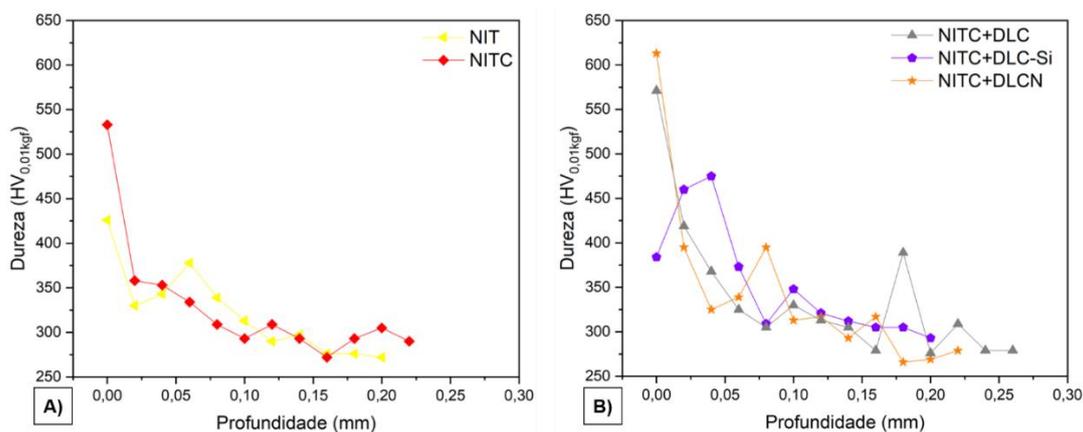
Analisando o filme DLC-Si é possível observar picos importantes relacionados ao DLC convencional, como os picos das ligações C-H, C \equiv C e O-H, mas também é possível observar um pico a 752 cm^{-1} relacionado ao estiramento da ligação Si-CH₃, oriunda do silício presente no filme produzido (FAYED et al., 2021; WU; HON, 1999).

Um comportamento semelhante é observado analisando o filme DLCN, em que o pico em 1700 cm^{-1} é referente ao estiramento das ligações C-N e outro pico em 3200 cm^{-1} está relacionado ao estiramento das ligações N-H, ambas presentes devido a incorporação do nitrogênio no filme produzido (ALMEIDA et al., 2020b; SAFARI; SOHBATZADEH; MOHSENPOUR, 2020).

6.3 Micro-dureza Vickers

A Figura 6.9 apresenta os perfis de dureza das amostras nitretadas e nitrocementadas, com ou sem tratamento multicamadas.

Figura 6.9 – Perfil de microdureza Vickers das amostras A) tratamentos simples NIT e NITC e B) tratamentos multicamadas NITC+DLC, NIT80+DLC-Si e NIT80+DLCN



Fonte: Próprio Autor

A Tabela 6.2 apresenta os resultados de dureza superficial, espessura dos filmes e espessura das camadas compostas, zona de difusão e camada total dos tratamentos termoquímicos realizados no aço M2.

Tabela 6.2 – Dureza superficial e espessura da camada dos tratamentos realizado

Tratamento	Dureza superficial (HV)	Espessura da camada (μm)			
		Filme	Camada Composta	Difusão	Total
NIT	843 ± 18	-	3,11	180,00	183,11
NITC	955 ± 39	-	2,15	200,00	202,15
DLC	895 ± 39	5,51	-	-	5,51
DLCN	849 ± 18	3,05	-	-	3,05
DLC-Si	981 ± 53	4,32	-	-	4,32
NITC+DLC	1676 ± 163	1,37	1,94	240,00	243,31
NITC+DLCN	1757 ± 185	1,35	1,54	200,00	242,89
NITC+DLC-Si	1823 ± 78	3,40	3,33	180,00	183,33

Fonte: Próprio Autor

É importante ressaltar que para o perfil de dureza as medidas foram realizadas na seção transversal da amostra, enquanto a dureza superficial foi realizada na superfície da amostra tratada, logo, se apresentam medidas de dureza diferentes.

Comparando a nitretação com a nitrocementação, pode-se observar que a nitrocementação apresentou uma profundidade de dureza ligeiramente superior em relação a nitretação, pois a profundidade de dureza dos tratamentos foi de 0,22 mm e 0,20 mm respectivamente. Este resultado é justificado pela presença do carbono no tratamento, que aumenta a zona de difusão no tratamento de nitrocementação, por exigir menores quantidades de energia para a decomposição das estruturas químicas de carbono (LAMPE; EISENBERG; LAUDIEN, 1993).

Além disso, a dureza inicial do material nitretado se apresenta inferior em relação ao material nitrocementado, uma vez que o carbono favorece a formação de nitretos ϵ' , que possuem estrutura cristalina HC e conseqüentemente, uma maior dureza em relação aos nitretos γ' , geralmente proporcionados em maior quantidade pela nitretação e que possuem estrutura cristalina CFC (BRUNATTO, 1993; DAMIN, 2015; SILVA, 2003).

A profundidade da dureza dos tratamentos de nitrocementação realizados no aço M2 se apresenta inferior quando comparado a nitrocementação realizada no aço AISI 4340, observado por Campos et al., (2020), em que a dureza em profundidade do tratamento de nitretação alcançou 0,40 mm. A menor profundidade de dureza do material AISI M2 que pode ser observada na Tabela 6.2, pode ser justificado pela alta quantidade de elementos de liga como cromo, vanádio e tungstênio, que inibem a difusão de elementos para a matriz. O carbono também possui papel fundamental para uma menor zona de difusão, uma vez que ocupa os espaços nos interstícios do aço e reage com os elementos de liga, dificultando a interação do nitrogênio com o material (CAMPOS et al., 2020; ROCHA, 2000; TIER, 1998). Comportamentos semelhantes foram encontrados por Costa et al. (2021), em que após aproximadamente 0,20 mm de profundidade, a dureza encontrada no ensaio é referente ao aço AISI M2 não tratado. Outra justificativa também pode ser a quantidade de carbono presente no substrato do aço AISI M2, que por ser uma alta porcentagem de carbono (1% em peso carbono) dificulta a difusão de novos elementos na matriz, uma vez que já houve a difusão de elementos nos interstícios do material (CAMPOS et al., 2020; TIER, 1998).

É possível observar que a profundidade de dureza das figuras 6.9 A), referente as amostras NIT e NITC e 6.9 B), referente as amostras NITC+DLC, NIT+DLCN e NIT+DLC-Si, são diferentes. Isto é justificado pela medição das durezas, uma vez que elas são realizadas

até que seja encontrado o valor de dureza próximo ao material de base sem tratamento, portanto, alguns tratamentos podem apresentar uma difusão de elementos menor em relação ao outro, fazendo assim com que a dureza atinja valores mais próximos ao material de base em uma menor profundidade.

É possível observar que a dureza inicial da amostra NIT+DLC-Si se apresenta inferior dentre todas as outras amostras em que foi realizado obtido o perfil de microdureza. Isto pode ser justificado pela espessura da camada composta, observada na metalografia apresentada na Figura 6.4 B), que por ser maior em relação as outras amostras de tratamentos multicamadas, pode apresentar uma menor concentração de nitrogênio na camada, e conseqüentemente uma menor dureza da mesma (ZAGONEL et al., 2006).

Também é interessante de se observar que a espessura da camada total no tratamento multicamadas é maior para os tratamentos NITC+DLC e NITC+DLCN, tratamentos quais apresentaram uma profundidade de dureza maior. Este comportamento ocorre possivelmente por uma difusão destes elementos na matriz de ferro, assim como foi observado por Danelon et al. (2023), em que o carbono do DLC se difundida para a matriz de ferro do aço 4340. Isto pode estar acontecendo tanto para o carbono do filme DLC tanto para o nitrogênio do filme DLCN, que por terem pequenos raios atômicos conseguem realizar a difusão intersticial, diferentemente do silício, que não é capaz de realizar tal difusão (DANELON, et al., 2023)

É possível verificar que a dureza superficial da amostra NITC se apresentou superior em relação a amostra NIT, com 955HV e 843HV respectivamente Esta maior dureza pode estar relacionada a presença das camadas de nitretos e carbonitretos ϵ ($\text{Fe}_{2-3}(\text{C}, \text{N})$), estabilizada pela adição de carbono no tratamento. De acordo com a literatura, esta camada proporciona uma maior dureza ao material em relação à camada γ' ($\text{Fe}_4(\text{C}, \text{N})$) (BASSO et al., 2007; BRUNATTO, 1993; FONTES et al., 2019).

Outro ponto importante a ser analisado é que a dureza do filme DLCN, de 849HV se mostrou inferior aos outros filmes DLC, corroborando com a literatura, uma vez que a transformação de hibridizações sp^3 em sp^2 proporciona uma redução na dureza do material (SHARIFAHMADIAN; MAHBOUBI; YAZDANI, 2019).

O filme DLC-Si apresentou a maior dureza, com 981HV, em relação aos outros filmes DLC (895HV) e DLCN (854HV). Este aumento de dureza está relacionado com a estabilização das hibridizações sp^3 proporcionadas pela incorporação de silício no filme (WU; HON, 1999).

É importante citar que este método de medição de dureza não é o ideal para filmes finos, uma vez que sofrem influência do substrato. Entretanto, para as camadas compostas e o material

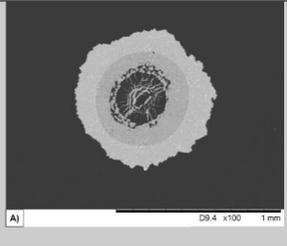
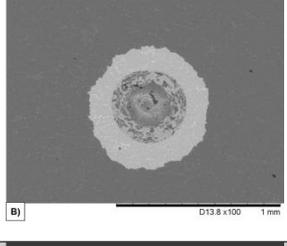
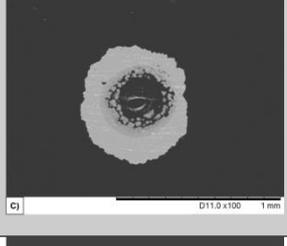
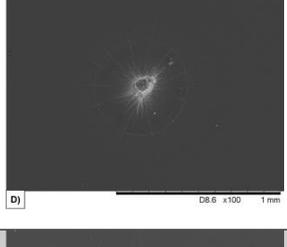
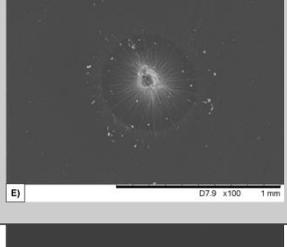
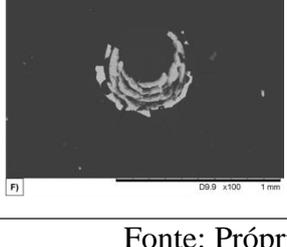
base, em que este método é o ideal, foram realizadas todas as medidas de dureza com a utilização do mesmo método, para fins de comparação (IMAI et al., 2019; ZHAO et al., 2022b).

Um ponto importante a ser ressaltado é que a dureza superficial das amostras NITC+DLC, NITC+DLC-Si e NITC+DLCN foi significativamente superior a todas as outras amostras tratadas, com durezas de 1676, 1823 e 1757HV, respectivamente. Este resultado mostra que a combinação dos tratamentos de nitrocementação com filmes DLC aumentam a dureza final da amostra, assim como também observado por Danelon et al (2023).

6.4 Ensaio de adesão

A Tabela 6.3 apresenta os resultados dos ensaios de adesão das amostras com a presença de filme na superfície. É importante destacar que as amostras NITC+DLC, NITC+DLC-Si e NITC+DLCN, apresentaram adesão aceitável de acordo com a norma VDI 3198, com classificações HF1, HF2 e HF1, respectivamente (VIDAKIS; ANTONIADIS; BILALIS, 2003). Diferentemente dos filmes DLC, DLC-Si e DLCN oriundos dos tratamentos simples que apresentaram adesões não aceitáveis de acordo com a norma VDI 3198 com classificações HF6, HF5 e HF5, respectivamente. Este resultado pode ser explicado pela sinergia entre o filme DLC com a camada composta de nitrocementação, que como visto na literatura, aumenta não só as propriedades como resistência ao desgaste e corrosão, mas também aumenta a adesão do filme ao substrato. Segundo Ebrahimi, Mahboubi e Naimi-Jamal (2015), a adesão é aumentada pois o principal mecanismo de adesão do filme DLC na superfície do material é o travamento mecânico, em que a rugosidade da superfície funciona como um ancoramento para o filme (SILVA, 2013).

Tabela 6.3 – Ensaio de adesão das amostras A) DLC, B) DLCN, C) DLC-Si, D) NITC+DLC-Si, E) NITC+DLN e F) NITC+DLC-Si de acordo com a norma VDI 3198.

Amostra	Ensaio de adesão	Classificação	Área delaminada (%)
DLC		HF6	95,91
DLCN		HF5	95,0
DLC-Si		HF5	95,6
NITC+DLC		HF1	22,97
NITC+DLCN		HF1	23,78
NITC+DLC-Si		HF2	89,5

Fonte: Próprio Autor

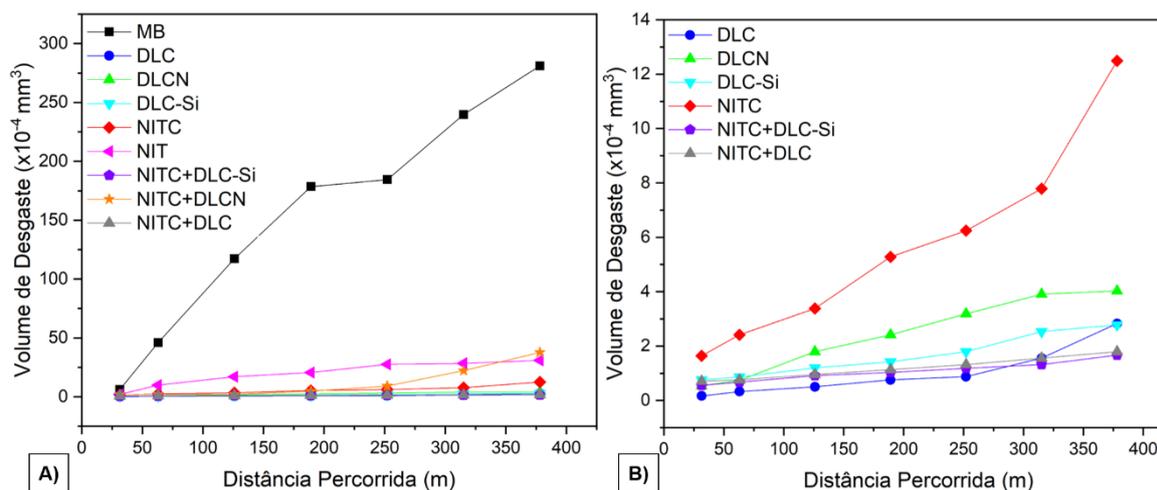
De acordo com a literatura, tratamentos termoquímicos aumentam a rugosidade da superfície do material em relação ao material sem tratamento, de forma que o mecanismo de adesão de travamento mecânico dos filmes DLC é mais efetivo em amostras nitretadas e nitrocementadas (EBRAHIMI; MAHBOUBI; NAIMI-JAMAL, 2015). Tais resultados foram encontradas nas amostras NITC+DLC, NITC+DLC-Si e NITC+DLCN, que apresentaram adesões superior em relação aos materiais sem tratamento termoquímico anteriormente ao filme DLC.

Por mais que a Tabela 6.3 tenha apresentado a área delaminada do filme a partir do software ImageJ, a norma VDI 3189 é uma técnica qualitativa, em que para uma melhor precisão e compreensão quantitativa da adesão do filme DLC ao substrato, o ensaio de riscamento se apresenta como a melhor alternativa.

6.5 Resultado do ensaio de desgaste por esfera fixa

A Figura 6.10 apresenta os resultados de desgaste por esfera fixa realizada em todas as amostras.

Figura 6.10 – Volume de desgaste em função da distância percorrida a) para todos os tratamentos b) tratamentos com os menores volumes de desgaste



Fonte: Próprio Autor

É possível observar que todos os tratamentos apresentaram uma maior resistência ao desgaste em relação ao material base, mostrando a eficiência dos tratamentos para o aumento na resistência ao desgaste do aço ferramenta AISI M2. Analisando as amostras tratadas,

observa-se que a amostra NIT mostrou uma resistência ao desgaste inferior a todos os outros tratamentos até a distância percorrida de 315,2m, distância em que a amostra NITC+DLCN apresenta um volume de desgaste semelhante ao tratamento NIT e com o aumento da distância percorrida se torna o maior volume de desgaste dentre as amostras tratadas.

Em relação a amostra NIT, este resultado pode ser justificado pela menor dureza da camada em relação a todos os tratamentos (ALMEIDA; COSTA; MILAN, 2015; DUMAN; KARABEYOĞLU; YAMAN, 2022). A amostra NIT+DLCN possivelmente demonstrou este comportamento pela baixa espessura do filme DLCN que é desgastado em uma menor distância percorrida de ensaio comparado aos outros filmes de maior espessura. Este desgaste do filme também pode proporcionar a formação de detritos, assim como também os proporcionados pela camada composta, que agem como abrasivos no ensaio e proporcionam um maior volume de desgaste aos materiais (COZZA, 2006; MERGLER; HUIS IN 'T VELD, 2003).

Já a amostra NITC que apresentou camada uniforme, com baixa espessura e alta dureza, apresentou excelente resistência ao desgaste quando comparado as amostras MB, NIT e NITC+DLCN. O resultado de desgaste da amostra NITC pode ser observado tanto na Figura 6.9 A), quanto na Figura 6.9 B), que apresentou uma camada composta com espessura de cerca de 31% menor em relação a amostra NIT. Além de que, a dureza da amostra NITC foi significativamente maior em relação a amostra NIT, proporcionando assim uma maior resistência ao desgaste.

Deve-se salientar que nem sempre uma maior dureza da camada composta representa uma maior resistência ao desgaste, e sim um conjunto de propriedades da camada como espessura e dureza da camada composta como apresentado por Danelon et al., (2020). Portanto, apenas o fator dureza não pode ser a justificativa da melhor resistência ao desgaste, mas o fato de uma alta dureza com uma camada uniforme e de espessura adequada, nem muito fina nem muito grossa, é o indicativo de uma melhor resistência ao desgaste.

Entretanto, possivelmente devido a formação de detritos, que se desprendem da camada frágil e funcionam como abrasivos, e também devido a característica e dureza dos filmes DLC os tratamentos de NIT e NITC apresentaram maiores volumes de desgaste em relação aos tratamentos simples de DLC dopados, não dopados e dos tratamentos multicamadas. Além disso, estes resultados podem estar atrelados aos coeficientes de atrito dos tratamentos de nitretação e nitrocementação em relação ao sistema, que quando comparados aos tratamentos em que há a presença de filmes, sejam eles tratamentos simples ou duplex, se apresenta maior.

(ALMEIDA; COSTA; MILAN, 2015; COZZA, 2006; DUMAN; KARABEYOĞLU; YAMAN, 2022; MERGLER; HUIS IN 'T VELD, 2003).

Em relação aos tratamentos multicamadas, a formação de detritos oriundos das camadas compostas não ocorre da mesma maneira em relação aos tratamentos simples de NIT e NITC pois na maior parte do ensaio, o que está sendo desgastado é o filme DLC, que libera menores quantidades de detritos em relação as camadas compostas.

A amostra DLCN, apresentada na Figura 6.9 B) apresentou o pior desempenho dentre os tratamentos simples de DLC, DLCN e DLC-Si. Isto é justificado por sua baixa espessura e menor dureza em relação aos outros filmes, DLC e DLC-Si. Diferentemente das camadas compostas, a espessura dos filmes finos deve ser maior para garantir uma maior resistência ao desgaste, uma vez que a maior espessura do filme faz com que a distância percorrida para desgastar o filme seja maior, proporcionando um menor volume de desgaste. Filmes com baixa espessura são rapidamente desgastados, fazendo com o que o desgaste ocorra por sua maior parte no substrato (CONDE et al., 2019). A dureza do filme DLCN também foi inferior aos outros filmes DLC, devido a transformações sp^2 em sp^3 , oriunda da presença do nitrogênio no filme (SHARIFAHMADIAN; MAHBOUBI; YAZDANI, 2019).

O filme DLC apresentou o menor volume de desgaste em relação a todas as amostras até a distância percorrida de 252,15m, que é quando o volume de desgaste do filme DLC se torna maior em relação aos tratamentos multicamadas NITC+DLC e NITC+DLC-Si. O bom desempenho na resistência ao desgaste está atrelado a alta dureza do filme DLC, assim como sua alta espessura comparada aos outros filmes DLC. Além disto, é conhecido pela literatura o baixo coeficiente de atrito que os filmes DLC proporcionam aos sistemas em que está presente (ALMEIDA et al., 2020b; ROBERTSON, 2002).

Já o filme DLC-Si apresenta volumes de desgaste superiores aos tratamentos DLC, NITC+DLC e NITC+DLC-Si até a distância percorrida de 378,23m, quando apresenta volume de desgaste próximo ao filme DLC. Isto mostra que a resistência ao desgaste se manteve estável para esta amostra de DLC-Si, enquanto para os outros tratamentos ocorreu o contrário. Este comportamento da amostra DLC-Si está atrelado a estabilização das hibridizações sp^3 proporcionado pela incorporação do silício no filme (KOLAWOLE et al., 2021; WU; HON, 1999).

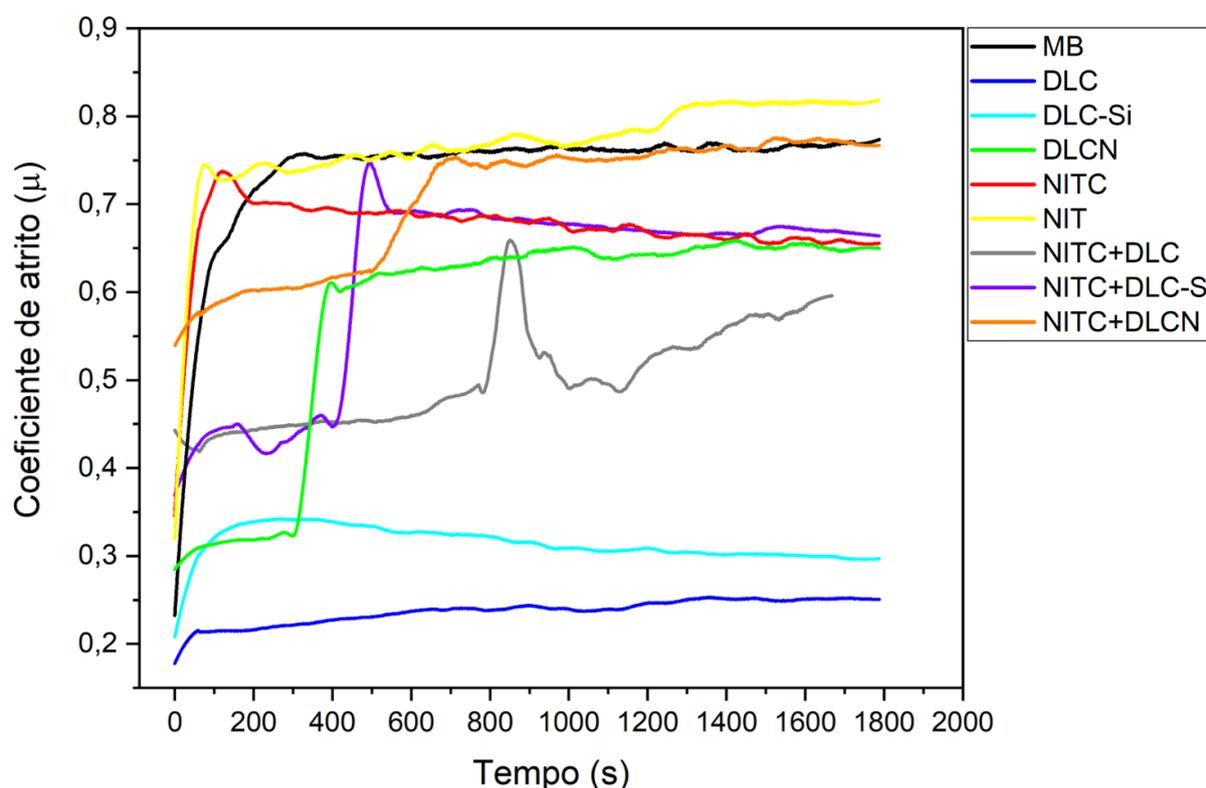
O mesmo comportamento acontece quando comparando os tratamentos NITC+DLC e NITC+DLC-Si, em que a amostra NITC+DLC se equipara com a amostra NITC+DLC-Si ao longo de quase todo ensaio, porém, na distância percorrida de 378,23m, a amostra NITC+DLC-

Si se sobressai, apresentando um menor volume de desgaste. Este resultado também pode ser justificado pela presença de silício no filme DLC, que estabiliza as hibridizações sp^3 e estabiliza a resistência ao desgaste do material (KOLAWOLE et al., 2021; WU; HON, 1999).

Um ponto importante a ser analisado em relação as amostras que apresentam a presença do filme DLC-Si, seja ele em tratamento simples (DLC-Si), ou multicamadas (NITC+DLC-Si), é que seu comportamento na resistência ao desgaste é de forma constante, sem aumentos bruscos e repentinos no volume de desgaste do material, podendo aumentar a distância percorrida e mesmo assim a resistência ao desgaste do material se altera de maneira tênue.

A Figura 6.11 apresenta os dados do coeficiente de atrito das amostras com e sem tratamento. Analisando o resultado das amostras é nítido o baixo coeficiente de atrito dos filmes DLC, DLC-Si em relação a todos os outros tratamentos.

Figura 6.11 – Coeficiente de atrito do material base, das amostras DLC, DLCN e DLC-Si



Fonte: Próprio Autor

De acordo com Santos (2006), um dos motivos filmes DLC possuírem um baixo coeficiente de atrito é a formação de um filme de grafita nanométrico entre o filme DLC e a outra superfície que está promovendo o desgaste. O aumento da temperatura na região do

contato com outra superfície facilita o desprendimento do hidrogênio do filme, de forma que facilita a formação deste filme nanométrico (DONNET; GRILL, 1997; SANTOS, 2006; SKONIESKI, 2013). Devido a isto, o hidrogênio presente nos DLCs está atrelado ao coeficiente de atrito, em que resultados da literatura apresentam que filmes de carbono amorfos hidrogenados apresentam um coeficiente de atrito inferior em relação aos filmes DLC livres de hidrogênio, conhecidos com ta-C (ERDEMIR; ERYILMAZ; KIM, 2014).

O filme DLCN apresenta um baixo coeficiente de atrito comparado com os filmes DLC e DLC-Si apenas no início do ensaio, em que em torno de 300s de ensaio, o coeficiente de atrito do filme sobe, chegando próximo ao material base e os tratamentos de nitretação e nitrocementação. Este resultado é justificado pela baixa espessura do filme, que é desgastado em menores distâncias percorridas, chegando ao material base, diferentemente dos filmes DLC e DLC-Si que possuem maiores espessuras e conseguem se manter ao longo de todo o ensaio (ALMEIDA et al., 2020b; DANELON et al., 2023).

Este resultado de coeficiente de atrito do filme DLC-N no sistema corrobora com os apresentados na Figura 6.10 A) e B) em que o filme DLCN inicia com um volume de desgaste relativamente próximo aos outros filmes, porém, a partir da distância percorrida de 126,1m se torna o maior volume de desgaste dentre os filmes, enquanto os filmes DLC e DLC-Si se mantêm com um baixo volume de desgaste ao longo de todo ensaio.

Em relação as amostras NIT e NITC, ambas apresentaram coeficiente de atrito altos no sistema, próximo ao material base. Este resultado é conhecido na literatura, em que a nitretação faz com que a superfície apresente uma rugosidade maior em relação a filmes DLC, e conseqüentemente, coeficientes de atrito mais altos. Este resultado do coeficiente de atrito das amostras NIT e NITC corrobora com os resultados de adesão encontrados neste trabalho, uma vez que as amostras de tratamentos multicamadas apresentaram uma melhoria na adesão dos filmes DLC, DLCN e DLC-Si justamente devido a esta rugosidade que serve para a ancoragem dos filmes (EBRAHIMI; MAHBOUBI; NAIMI-JAMAL, 2015; HEYDARZADEH SOHI et al., 2010).

Analisando as amostras com tratamentos multicamadas, observa-se que todas as três condições apresentam coeficientes de atrito relacionados aos sistemas semelhantes, em que se inicia o ensaio com um coeficiente de atrito mais baixo, porém, com o um maior tempo de ensaio, o coeficiente de atrito aumenta repentinamente. Este comportamento é ocasionado justamente por serem tratamentos multicamadas. Como foi observado anteriormente, a espessura dos filmes DLCs quando em tratamentos multicamadas se apresenta menor em

relação a deposição de filmes em tratamentos simples. Uma vez que a espessura dos filmes é menor, o mesmo é desgastado em uma menor distância percorrida, quando a superfície nitrocementada entra em contato com a esfera (EBRAHIMI; MAHBOUBI; NAIMI-JAMAL, 2015; HEYDARZADEH SOHI et al., 2010; PAULA et al., 2021).

Neste momento, é quando o coeficiente de atrito aumenta repentinamente, pois a partir deste momento o que está sendo analisado é a superfície nitrocementada e não mais o filme DLC em si. Ainda assim, alguns tratamentos apresentam coeficiente de atrito relacionados ao sistema, inferiores em relação aos tratamentos simples NIT e NITC, fato que pode ser justificado pela forma que o desgaste ocorre, em que se inicia no centro da cratera formada pelo ensaio, enquanto nas extremidades ainda resta uma quantidade significativa de filme DLC, diminuindo assim o coeficiente de atrito do sistema.

Para uma análise mais aprofundada da influência das profundidades das calotas em relação a espessura dos filmes, foi realizada o cálculo para medição da profundidade das calotas, apresentado na Tabela 6.4.

Tabela 6.4 - Profundidade da calota em comparação com a espessura de filmes e camadas compostas na distância percorrida de 378,2m

Tratamento	Profundidade da calota (µm)	Espessura do filme (µm)	Espessura da camada composta (µm)	Espessura total (filme + camada composta) (µm)
MB	26,54	-	-	-
NIT	8,81	-	3,11	3,11
NITC	5,60	-	2,15	2,15
DLC	2,66	5,51	-	5,51
DLCN	3,18	3,05	-	3,05
DLC-Si	2,64	4,32	-	4,32
NITC+DLC	2,12	1,37	1,94	3,37
NITC+DLCN	9,72	1,35	1,54	2,89
NITC+DLC-Si	2,05	3,40	3,33	6,73

Fonte: Próprio Autor

Os dados apresentados na Tabela 6.4 justificam comportamentos observados anteriormente, como por exemplo, o comportamento do filme DLCN ter se apresentado diferente dentre os outros tratamentos simples de filme DLC e DLC-Si, em que é possível observar que a profundidade da calota foi superior em relação a espessura do filme, de 3,18 μm e 3,05 μm , respectivamente. Ou seja, a profundidade da calota se apresentou superior em relação a espessura do filme, mostrando que o filme foi desgastado completamente ao longo de todo o ensaio, diferentemente dos filmes DLC e DLC-Si, em que a profundidade da calota se apresentou menor em relação a espessura destes filmes, justificando tanto o desempenho destes tratamentos quando calculado o volume de desgaste e o coeficiente de atrito dos sistemas.

O comportamento dos tratamentos multicamadas na resistência ao desgaste e no coeficiente de atrito destes sistemas também pode ser justificado de acordo com os dados da Tabela 6.4.

Para os tratamentos multicamadas NITC+DLC e NITC+DLC-Si a profundidade da calota não foi superior em relação a espessura dos filmes e da camada composta. Se estes dados forem analisados mais profundamente, pode-se observar que se pegarmos a profundidade da calota e subtrairmos o filme DLC do tratamento NITC+DLC, temos a profundidade de 0,75 μm ou seja, têm se que de o desgaste foi realizado no filme DLC na maior parte do ensaio, e não na camada composta de nitrocementação, o que justifica o comportamento do coeficiente de atrito do sistema do tratamento NITC+DLC, em que repentinamente o valor de coeficiente de atrito sobre, que é quando o filme foi completamente desgastado.

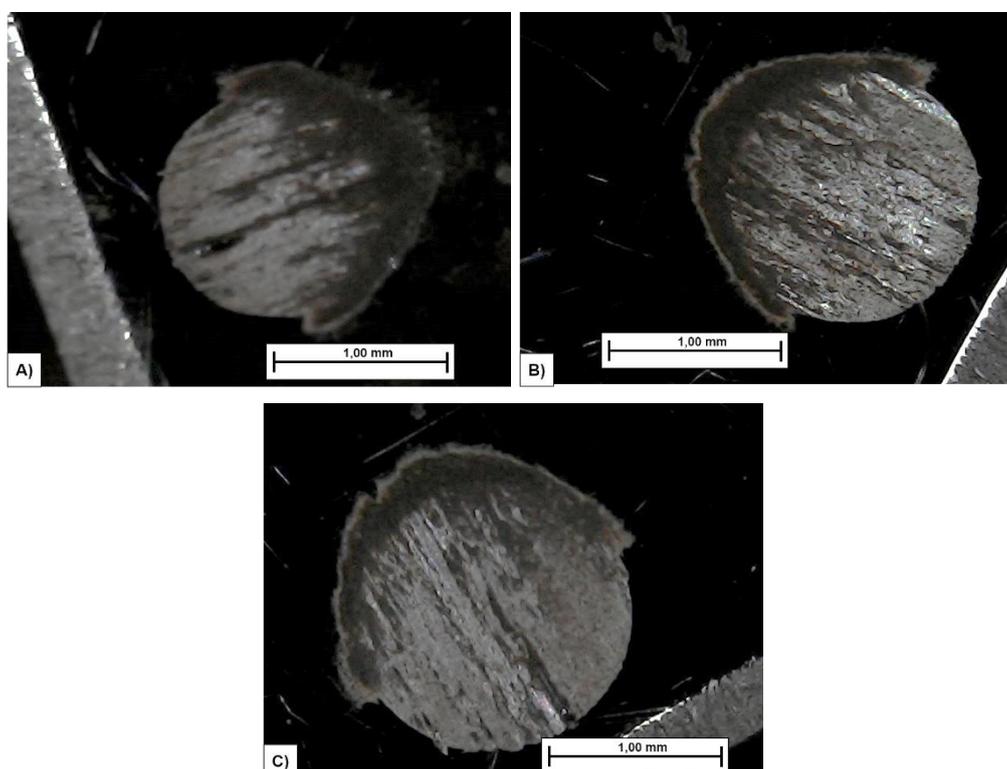
Já para o tratamento NITC+DLC-Si, a profundidade da calota não se torna maior em relação a espessura do filme DLC-Si, entretanto, o filme fica próximo de se desgastar totalmente, a um ponto que fica com uma espessura tão baixa que o coeficiente de atrito do sistema se torna próximo ao da camada nitrocementada, justificando o comportamento de coeficiente de atrito apresentado na Figura 6.11.

Diferentemente dos outros tratamentos multicamadas, o tratamento NITC+DLCN teve a profundidade de desgaste superior em relação a camada total (camada composta + filme). Este comportamento justifica o alto volume de desgaste apresentado na Figura 6.10 e também o alto coeficiente de atrito do sistema desde o início do ensaio apresentado na Figura 6.11, pois ambas a camada composta e o filme DLCN foram desgastados completamente e em baixa distância percorrida, pois a profundidade da calota se apresenta 6,85 μm maior em relação a camada total (camada composta + filme) do tratamento NITC+DLCN.

As profundidades das calotas das amostras NIT e NITC foram maiores em relação a espessura das camadas. Isto ocorre pois diferentemente dos filmes DLC, as camadas compostas apresentam característica frágil em que detritos são desprendidos da camada ao longo do ensaio que funcionam como abrasivos, o que ocorre em menor quantidade nos filmes DLC e também, apresentam menor dureza quando comparados aos filmes de carbono amorfo, o que proporciona uma menor resistência ao desgaste (ALMEIDA; COSTA; MILAN, 2015; DUMAN; KARABEYOĞLU; YAMAN, 2022).

A Figura 6.12 apresenta a morfologia das calotas obtidas nos ensaios de desgaste por esfera fixa do material base, em distâncias percorridas de 126,1, 252,2 e 378,2 m.

Figura 6.12 - Morfologia das calotas do material base em distâncias percorridas no ensaio de
A) 126,1 m, B) 252,2 m e C) 378,2 m



Fonte: Próprio Autor

É possível verificar que o modo de desgaste foi semelhante ao longo do ensaio, sendo um modo de desgaste misto (riscamento + rolamento), porém, a predominância do modo de desgaste de riscamento é maior para o material base. Isto ocorre pois o modo de desgaste por rolamento, segundo Mergler and Huis in 't Veld (2003) acontece quando há uma maior predominância de partículas durante o ensaio, comportamento recorrente das amostras tratadas,

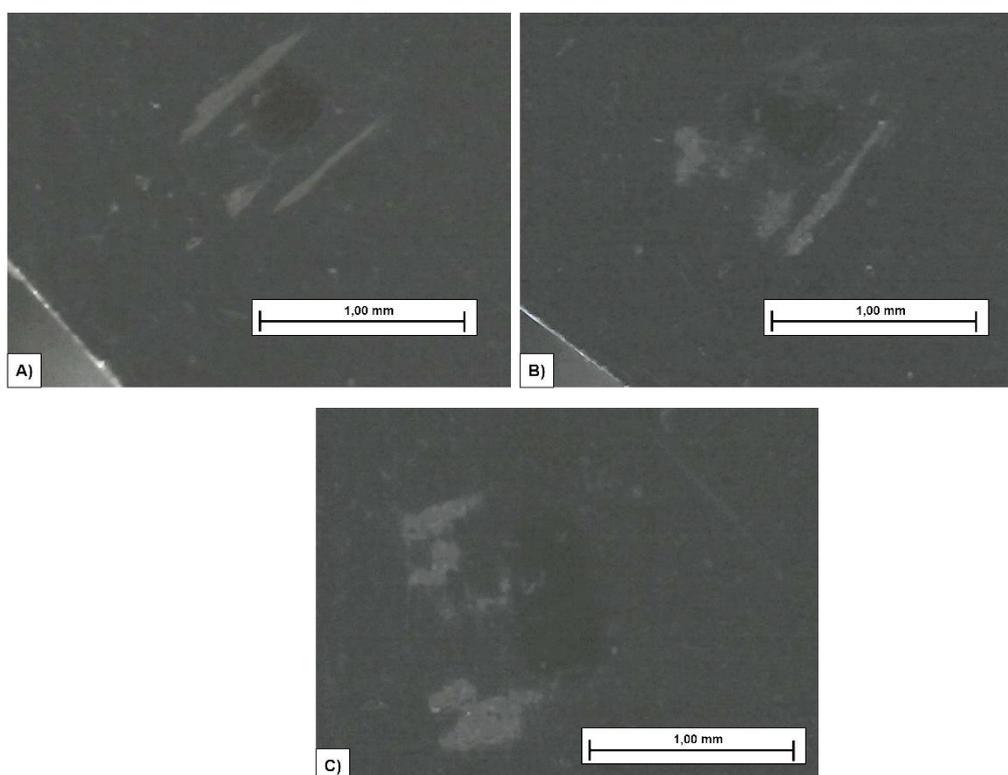
uma vez que os filmes e camadas se desprendem do substrato podendo funcionar como abrasivo para o ensaio (COZZA, 2006).

Já o desgaste por riscamento ocorre quando há uma menor quantidade de partículas durante o ensaio, coerente com o resultado encontrado, pois no material base a quantidade de detritos que podem se soltar ao longo do ensaio e influenciar no comportamento de modo de desgaste é inferior as amostras tratadas (COZZA, 2006; MERGLER; HUIS IN 'T VELD, 2003).

Como o material base não possui camada ou filme para soltar detritos ao longo do ensaio, a quantidade de partículas é baixa, justificando a predominância do modo de desgaste por riscamento.

A Figura 6.13 apresenta a morfologia das calotas do filme DLC em distâncias percorridas de 126,1, 252,2 e 378,2 m.

Figura 6.13 - Morfologia das calotas da amostra DLC em distâncias percorridas no ensaio de A) 126,1 m, B) 252,2 m e C) 378,2m



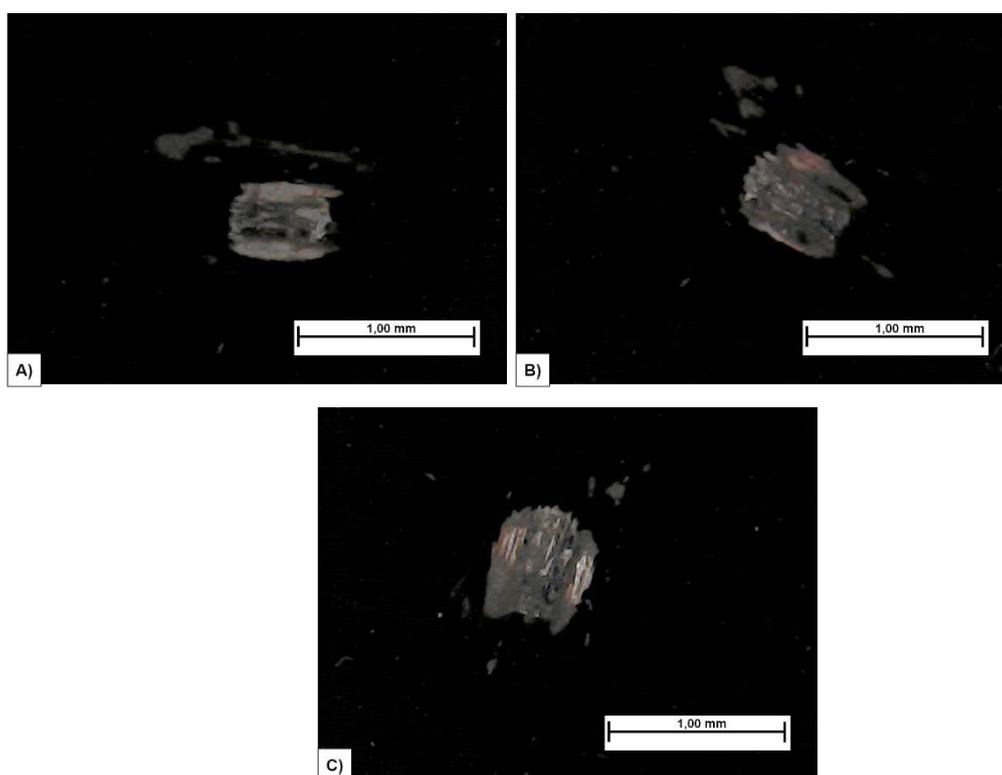
Fonte: Próprio Autor

É interessante observar que não há presença de dois modos de desgaste na calota, diferentemente do material base apresentado na Figura 6.12, em que o filme DLC apresenta

apenas o desgaste por rolamento no interior da calota. Este comportamento está relacionado com a integridade do filme ao longo de todo ensaio, como apresentado na Tabela 6.4. Esta integridade do filme corrobora com os resultados obtidos nos gráficos de volumes de desgaste e coeficiente de atrito, em que o filme apresenta um baixo volume de desgaste e o menor coeficiente de atrito dentre todos os tratamentos realizados (COZZA, 2006; MERGLER; HUIS IN 'T VELD, 2003).

A Figura 6.14 apresenta a morfologia das calotas da amostra DLCN para as distâncias percorridas 126,1, 252,2 e 378,2 m.

Figura 6.14 - Morfologia das calotas da amostra DLCN em distâncias percorridas no ensaio de A) 126,1 m, B) 252,2 m e C) 378,2 m



Fonte: Próprio Autor

É possível caracterizar o modo de desgaste da amostra DLCN como misto, porém, com uma predominância do modo de desgaste por riscamento. Este comportamento pode ser justificado pela baixa espessura do filme, que é rompido a baixas distâncias percorridas, sendo o ensaio majoritariamente realizado no substrato, como pode ser observado na Tabela 6.4, proporcionando um modo de desgaste semelhante ao material base, como pode ser observado na Figura 6.12.

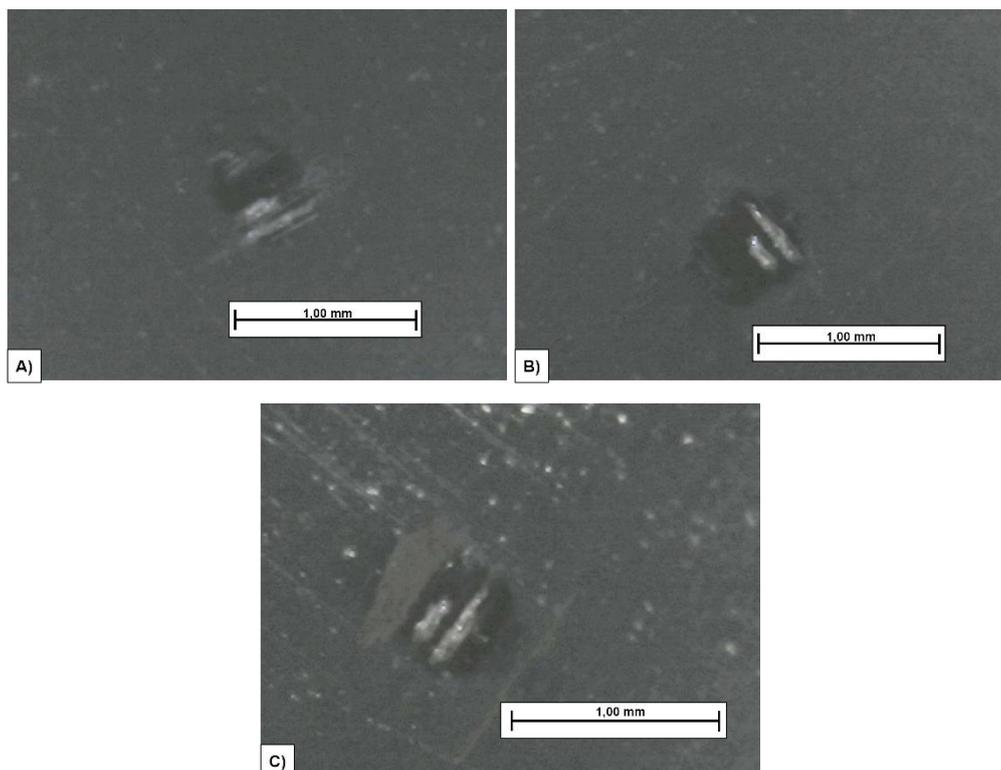
É interessante destacar que quando observado o coeficiente de atrito do sistema da amostra DLCN apresentado na Figura 6.11, que o filme DLC apresenta um aumento repentino no coeficiente de atrito, por volta de 300s de ensaio, correspondente a uma distância percorrida de 63,06 m. Ou seja, o filme foi desgastado antes mesmo da distância percorrida de 126,1 m, que é possível de verificar pela ausência do filme na calota na Figura 6.14.

Comparando-o ao filme DLC, o filme DLCN se difere totalmente em questão ao modo de desgaste. Isto pode ser justificado pois o filme DLC mostrou modo de desgaste de rolamento pois o filme não foi rompido em uma distância percorrida baixa. O contrário ocorreu na amostra DLCN, em que o filme se rompeu em baixas distâncias de deslizamento da esfera sobre a superfície tratada, e as partículas que estavam livres se encrustaram na esfera de desgaste, proporcionando o desgaste por riscamento (COZZA, 2006, 2014).

Outro ponto interessante a ser comentado é a influência que estes modos de desgaste possuem no coeficiente de atrito das amostras. Cozza, Tanaka e Souza (2009) discutem que o modo de desgaste por riscamento proporciona um maior coeficiente de atrito em relação ao modo de desgaste por rolamento, devido à baixa quantidade de partículas que proporciona uma força normal maior nas mesmas, de forma que apenas o movimento de translação é realizado, proporcionando os riscos na calota. Os resultados encontrados nas amostras do material base e DLCN corroboram com a literatura, uma vez que as amostras que apresentaram uma predominância no desgaste por riscamento apresentaram maiores coeficientes de atrito em relação as outras amostras. O DLC por exemplo, apresentou predominância no modo de desgaste por rolamento, e conseqüentemente um menor coeficiente de atrito, pois a quantidade de partículas neste modo é maior, então a força normal é menor, alterando a cinemática das partículas e proporcionando os movimentos de translação e rotação ao longo da calota (COZZA, 2014; COZZA; TANAKA; SOUZA, 2009; KUSANO; HUTCHINGS, 2005).

A Figura 6.15 apresenta a morfologia das calotas da amostra DLC-Si para as distâncias percorridas 126,1, 252,2 e 378,2 m.

Figura 6.15 - Morfologia das calotas da amostra DLC-Si em distâncias percorridas no ensaio de A) 126,1 m, B) 252,2 m e C) 378,2 m



Fonte: Próprio Autor

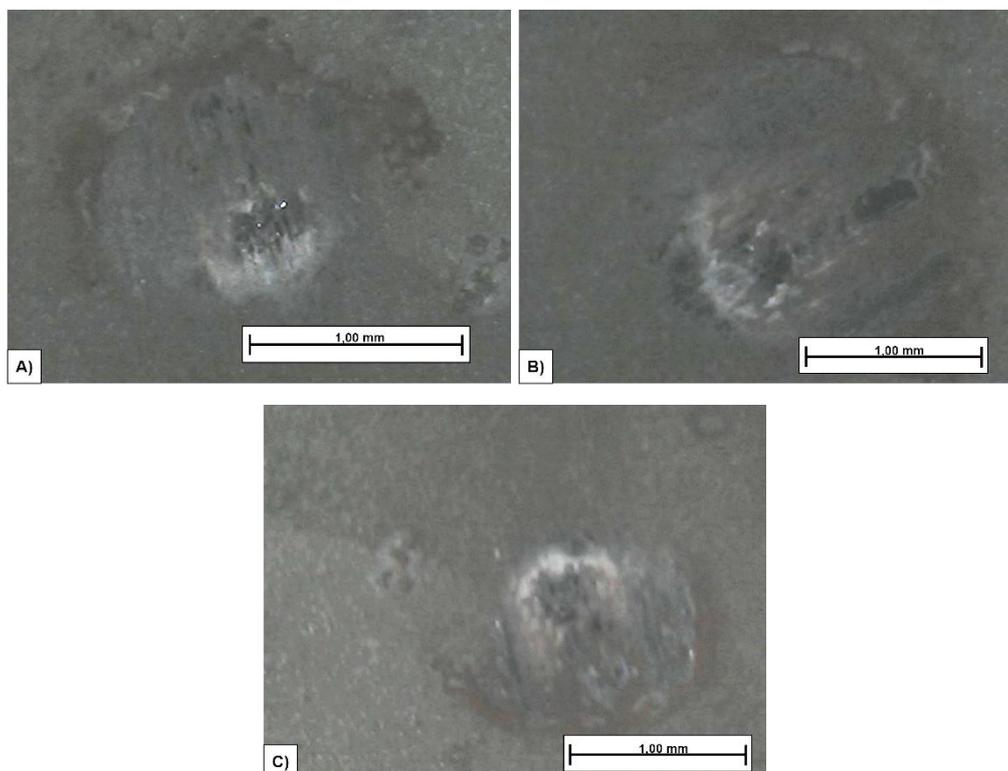
A amostra DLC-Si apresenta comportamento de desgaste misto (rolamento + riscamento), entretanto, com uma maior predominância do modo de desgaste por rolamento, uma vez que a maior parte da integridade do filme foi mantida mesmo após todo o ensaio, resultado justificado pela Tabela 6.4. Neste caso, em menores distâncias percorridas o modo de desgaste é o rolamento, porém, com o aumento, o modo de desgaste por riscamento se torna evidente, de forma que conforme o filme vai se desgastando ao ponto que fica extremamente fino e o desgaste se inicia no substrato, o modo de desgaste altera.

Este comportamento justifica o coeficiente de atrito mais alto da amostra DLC-Si em relação ao filme DLC. Por mais que tenham sido semelhantes, a fração de desgaste por riscamento da amostra DLC-Si é maior, ou seja, houve mais desgaste no substrato da amostra DLC-Si em relação a amostra DLC. Isto pode ser explicado pela menor espessura do filme DLC-Si em relação ao filme DLC. Entretanto, por mais que o substrato fique mais evidente quando analisado Figura 6.15 na amostra DLC-Si do que em relação a amostra DLC apresentada na Figura 6.13, a amostra DLC-Si ainda se mostrou mais resistente ao desgaste quando

comparado do filme DLC como pode ser observado na Figura 6.10 B), comprovando a eficiência da dopagem de Si no filme.

A Figura 6.16 apresenta a morfologia das calotas da amostra NITC para as distâncias percorridas 126,1, 252,2 e 378,2 m.

Figura 6.16 - Morfologia das calotas da amostra NITC em distâncias percorridas no ensaio de A) 126,1 m, B) 252,2 m e C) 378,2 m

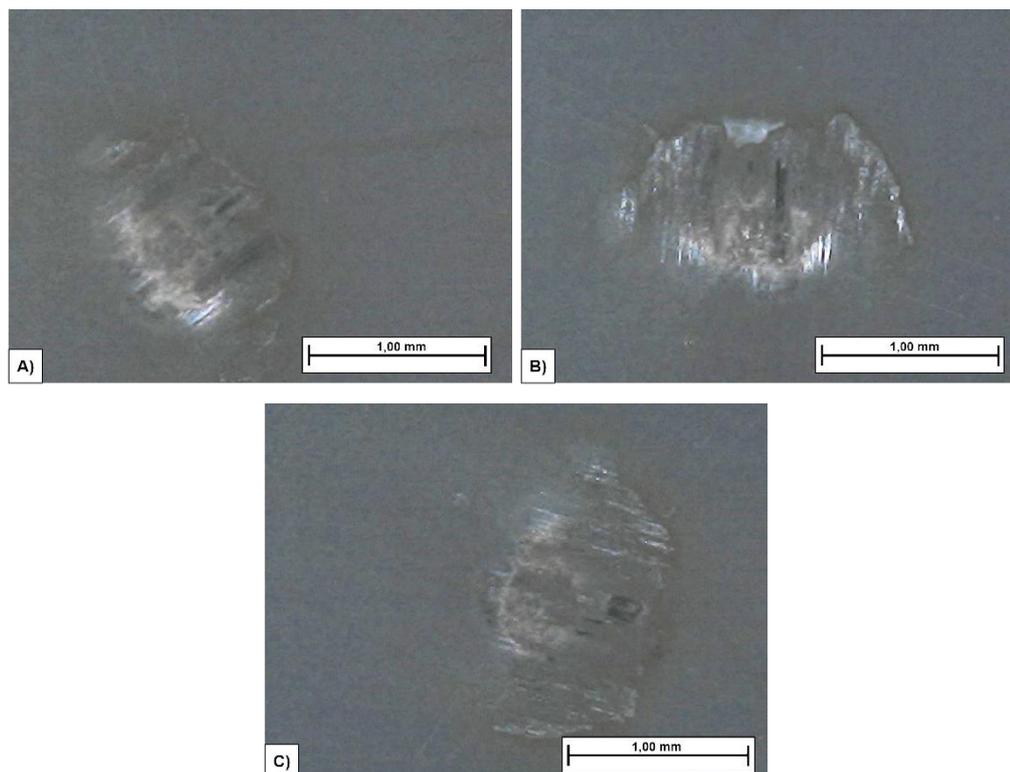


Fonte: Próprio Autor

É possível observar que o modo de desgaste da amostra NITC também foi um modo de desgaste misto, semelhante ao material base e a amostra DLCN, pois como pode ser visto na Tabela 6.4 a camada composta foi desgastada completamente. O modo misto com predominância do desgaste por riscamento se manteve ao longo de todo o ensaio, sugerindo que a maioria dos detritos liberados pela camada composta no ensaio de desgaste se encrustaram na superfície da esfera, de forma que apenas o movimento de translação foi possível. Este comportamento corrobora com o coeficiente de atrito encontrado na Figura 6.11, em que o coeficiente de atrito da amostra NITC é semelhante tanto ao material base.

A Figura 6.17 apresenta a morfologia das calotas da amostra NIT para as distâncias percorridas 126,1, 252,2 e 378,2 m.

Figura 6.17 - Morfologia das calotas da amostra NIT em distâncias percorridas no ensaio de A) 126,1 m, B) 252,2 m e C) 378,2 m

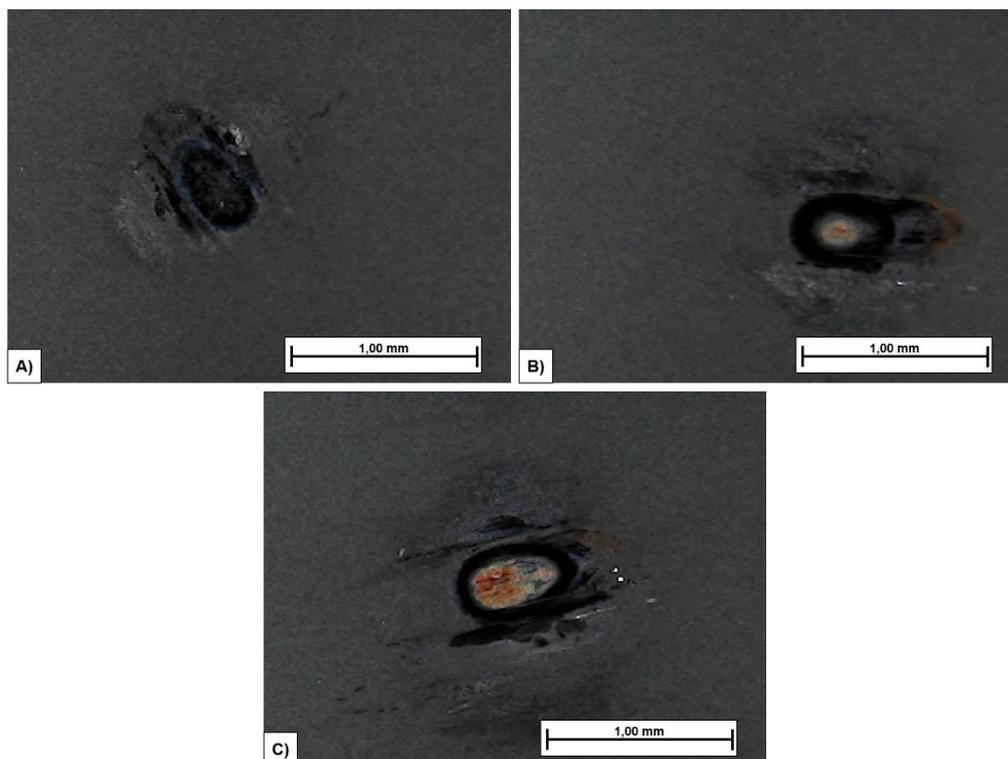


Fonte: Próprio Autor

As calotas apresentadas na Figura 6.17 mostram que o modo de desgaste da amostra NIT foi misto, com predominância do desgaste por riscamento. O comportamento da amostra NIT é semelhante a amostra NITC uma vez que o que está sendo submetido ao desgaste são as camadas compostas das respectivas amostras e que ambas tiveram suas camadas compostas desgastadas completamente, como pode ser visto na Tabela 6.4. Os detritos soltos pela camada composta encroscam na superfície do contra-corpo de desgaste, proporcionando uma maior tendência ao desgaste por riscamento.

A Figura 6.18 apresenta a morfologia das calotas da amostra NITC+DLC para as distâncias percorridas 126,1, 252,2 e 378,2 m.

Figura 6.18 - Morfologia das calotas da amostra NITC+DLC em distâncias percorridas no ensaio de A) 126,1 m, B) 252,2 m e C) 378,2 m



Fonte: Próprio Autor

Analisando a Figura 6.18 é possível observar que a amostra NITC+DLC apresenta modo de desgaste de misto, porém de uma forma diferente das amostras com desgaste misto vistas anteriormente. O modo de desgaste se inicia como completamente rolamento, entretanto, com o aumento da distância percorrida, inicia-se o desgaste por riscamento, oriunda do tratamento de nitrocementação abaixo do filme DLC. Conseqüentemente, com uma maior distância percorrida o modo de desgaste por riscamento se torna mais evidente, como visto na Figuras 6.15, em que o modo de desgaste predominante da amostra NITC se configura como riscamento.

Este resultado corrobora com os resultados encontrados na Tabela 6.4, em que é possível observar que o filme DLC foi desgastado completamente ao longo de todo o ensaio, entretanto, a camada composta não foi desgastada completamente, o que é possível de observar na Figura 6.18.

É interessante observar que na Figura 6.11, que o coeficiente de atrito da amostra NITC+DLC apresenta um aumento repentino por volta de 900 s, corroborando com a Figura

6.18, em que na Figura 6.18 B) é possível observar a presença do desgaste do filme e do desgaste por riscamento, oriundo da nitrocementação (HEYDARZADEH SOHI et al., 2010).

De acordo com Cozza (2014), o modo de desgaste observado na Figura 6.18 pode ser categorizado como um terceiro modo de desgaste, chamado de *micro-rolling*. Este modo de desgaste é caracterizado por uma calota com maior parte de sua área total em modo de desgaste por rolamento, e uma fração da área total desgastada em modo de desgaste por riscamento. Para o autor, este terceiro modo de desgaste se configura como um novo modo, e pode estar relacionado a fenômenos diferentes ao longo dos ensaios de desgaste. Uma delas relaciona as partículas encrustadas na esfera de ensaio, em que quando as partículas estão encrustadas na esfera de desgaste o modo de desgaste resultante é por riscamento, enquanto se elas estão livres, o modo de desgaste é por rolamento. Para o modo de desgaste de *micro-rolling*, as duas condições devem acontecer ao mesmo tempo, gerando os dois modos de desgaste na mesma região (COZZA, 2014).

Outra explicação relaciona o tamanho das partículas com o modo de desgaste em que partículas maiores que aderem ao contra-corpo geralmente estão submetidas a maiores forças normais ao longo do ensaio, de forma que realizam apenas o movimento de translação, ou seja, vão de um lugar para o outro, originando o modo de desgaste por riscamento. Já as partículas menores, geralmente sofrem menores forças normais no ensaio, proporcionando a elas o movimento de translação e rotação, de forma que dão origem ao modo de desgaste por rolamento. Uma mistura de partículas maiores e menores no ensaio de desgaste proporciona modos diferentes na mesma região, uma vez que a interação das forças e dos movimentos destas partículas são diferentes em relação ao seu tamanho (COZZA, 2014).

Ambas as justificativas são plausíveis para a amostra NIT+DLC. A primeira relaciona as partículas encrustadas no contra-corpo com o modo de desgaste. Isto pode ocorrer no filme DLC, uma vez que no início do ensaio, as partículas ainda estão livres, possivelmente devido ao baixo coeficiente de atrito do filme (Figura 6.10), proporcionando assim o modo de desgaste por rolamento. Entretanto, com o aumento da distância percorrida e o rompimento do filme, as partículas que anteriormente estavam livres devido a um baixo coeficiente de atrito, se encrustam, pois, neste momento o ensaio está sendo realizado na camada nitrocementada, que possui um alto coeficiente de atrito assim como visto anteriormente, proporcionando assim o modo de desgaste por riscamento.

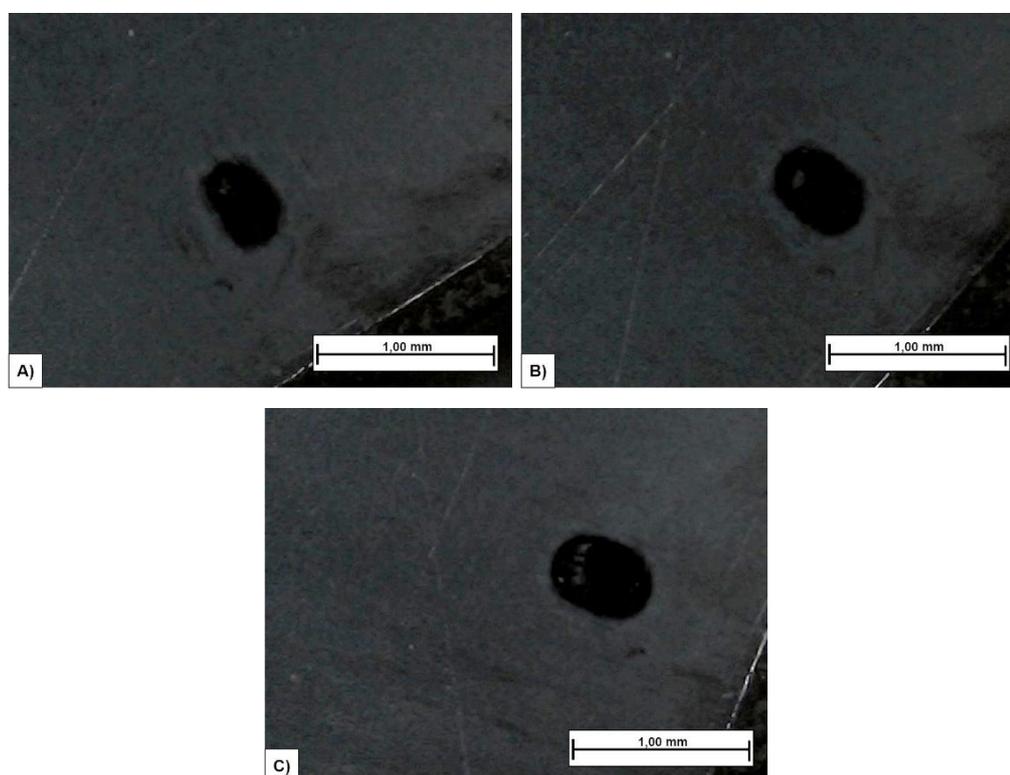
A outra justificativa que relaciona o tamanho das partículas também pode ser relacionada ao modo de desgaste *micro-rolling*, em que as partículas soltas apenas pelo filme

DLC no ensaio podem ser de tamanho menor em relação as amostras soltas pela camada nitro cementada quando o filme é rompido após maiores distâncias percorridas. Desta forma, ocorre o modo de desgaste por riscamento na região onde já havia o desgaste por rolamento.

É importante pontuar que o modo de desgaste misto é diferente do modo de desgaste *micro-rolling*, pois o modo de desgaste misto consiste no modo de desgaste por riscamento e rolamento na mesma calota, enquanto o modo de desgaste *micro-rolling* é o acontecimento destes dois modos de desgaste porém na mesma área, de forma sobreposta um ao outro (COZZA, 2014).

A Figura 6.19 apresenta a morfologia das calotas da amostra NITC+DLC-Si para as distâncias percorridas 126,1, 252,2 e 378,2 m.

Figura 6.19 - Morfologia das calotas da amostra NITC+DLC-Si em distâncias percorridas no ensaio de A) 126,1 m, B) 252,2 m e C) 378,2 m



Fonte: Próprio Autor

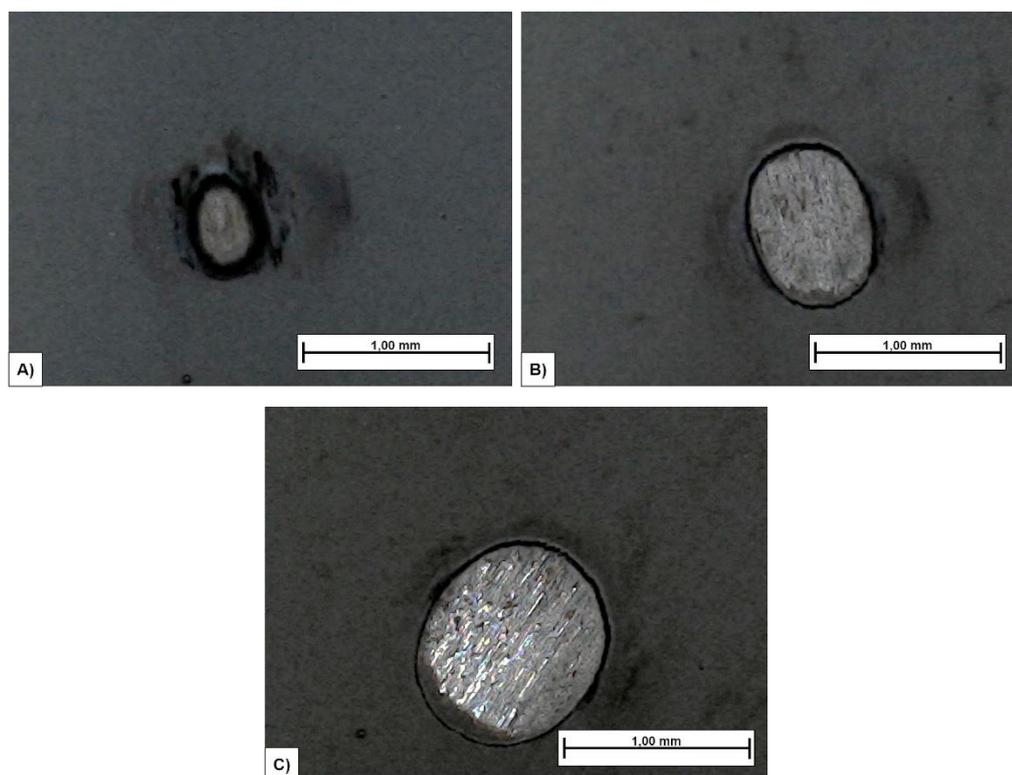
O modo de desgaste observado na amostra NITC+DLC-Si é semelhante ao modo de desgaste encontrado pelo filme DLC, apresentado na Figura 6.13 realizado por tratamento simples, uma vez que houve rompimento do filme apenas no final do ensaio, de maneira pouco significativa. Este modo de desgaste corrobora com os resultados encontrados no gráfico de

volume de desgaste na Figura 6.10, em que foi a amostra que apresentou a maior resistência ao desgaste quando comparado com todos os tratamentos. O resultado também corrobora com os dados da Tabela 6.4, em que é possível observar que a profundidade da calota foi inferior em relação a espessura do filme indicando que não houve rompimento completo do filme ao longo do ensaio.

O que pode ocorrer é que devido ao filme estar sobre uma superfície originariamente mais rugosa, a sua baixa espessura faz com que após algum tempo de ensaio, o coeficiente de atrito corresponda a nitrocementação mesmo sem o rompimento do filme corresponde a um modo de desgaste misto, porém com uma grande predominância do modo de desgaste por rolamento (EBRAHIMI; MAHBOUBI; NAIMI-JAMAL, 2015; HEYDARZADEH SOHI et al., 2010).

A Figura 6.20 apresenta a morfologia das calotas da amostra NITC+DLCN para as distâncias percorridas 126,1, 252,2 e 378,2 m

Figura 6. 20 - Morfologia das calotas da amostra NITC+DLCN em distâncias percorridas no ensaio de A) 126,1 m, B) 252,2 m e C) 378,2 m



Fonte: Próprio Autor

A Figura 6.20 apresenta a morfologia das calotas da amostra NITC+DLCN. Diferentemente dos outros tratamentos multicamadas, a amostra na iniciou com um modo de riscamento como predominância. Este resultado pode ser justificado pela baixa espessura do filme que se rompe em baixas distâncias percorridas, assim como ocorreu em maiores distâncias percorridas para a amostra NITC+DLC. No caso do tratamento NITC+DLCN o modo de desgaste de riscamento é referente ao material de base, uma vez que a profundidade da calota se apresentou superior em relação a espessura do filme DLCN + camada composta, como pode ser visto na Tabela 6.4.

O resultado da morfologia das calotas corrobora com os resultados tanto de volume de desgaste quanto do coeficiente de atrito, em que o coeficiente de atrito aumenta repentinamente por volta de 500s, o que ocorre antes da distância percorrida de 126,1 m, apresentada na Figura 6.19 A), devido ao rompimento do filme DLCN. O volume de desgaste é coerente pois uma vez que o filme é de baixa espessura forma detritos ao longo do ensaio, assim como a camada composta, que agem como abrasivos ao longo do ensaio de desgaste, aumentando assim o volume de desgaste deste tratamento (COZZA, 2006; MERGLER; HUIS IN 'T VELD, 2003).

6.6 Usinagem

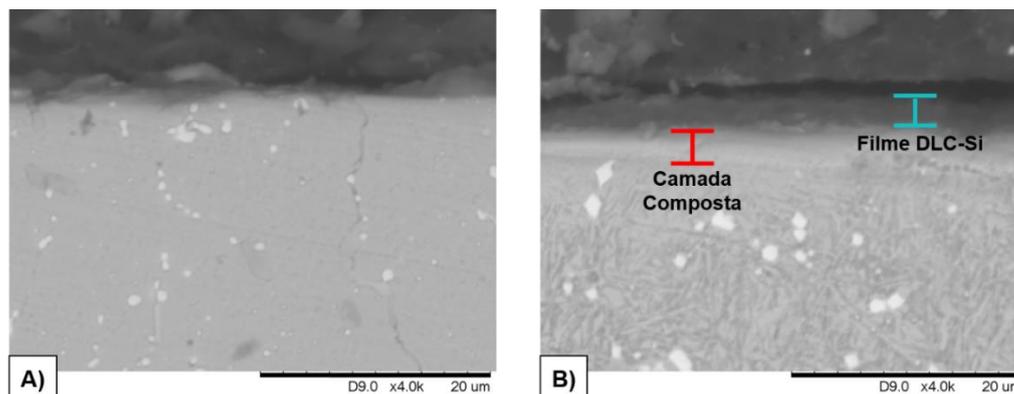
Esta seção tem como foco mostrar os resultados da análise metalográfica e de dureza dos bits de usinagem, assim como o desempenho dos mesmos, com e sem tratamento NITC+DLC-Si, em relação a formação de aresta postiça e na rugosidade proporcionada ao corpo de prova de alumínio usinado.

6.6.1 Caracterização dos bits

A Figura 6.21 apresenta a seção transversal da ferramenta com e sem o tratamento NITC+DLC-Si analisada por MEV. A análise metalográfica foi realizada a partir das ferramentas após o processo de usinagem, em que foi realizado o processo de embutimento, lixamento e polimento das amostras.

É possível observar que na Figura 6.21 A) não há presença de nenhum tipo de camada ou filme, por se tratar do material base. Já quando se observa a Figura 6.21 B) é possível observar a presença da camada composta oriunda da nitrocementação, com espessura de 2,60 μm e também do filme DLC-Si, com espessura de 2,01 μm .

Figura 6.21 - Seção transversal da ferramenta A) sem tratamento e B) com tratamento NITC+DLC-Si em ampliação de 4000x



Fonte: Próprio Autor

Além da metalografia, também foi realizada a dureza Vickers superficial da ferramenta com e sem tratamento, cujo resultado é apresentado na Tabela 6.5, em que é possível observar que a dureza da ferramenta com tratamento se apresentou superior em relação a ferramenta sem tratamento devido a combinação da camada composta de nitrocementação juntamente com o filme DLC-Si.

Tabela 6.5 - Dureza superficial das ferramentas com e sem tratamento

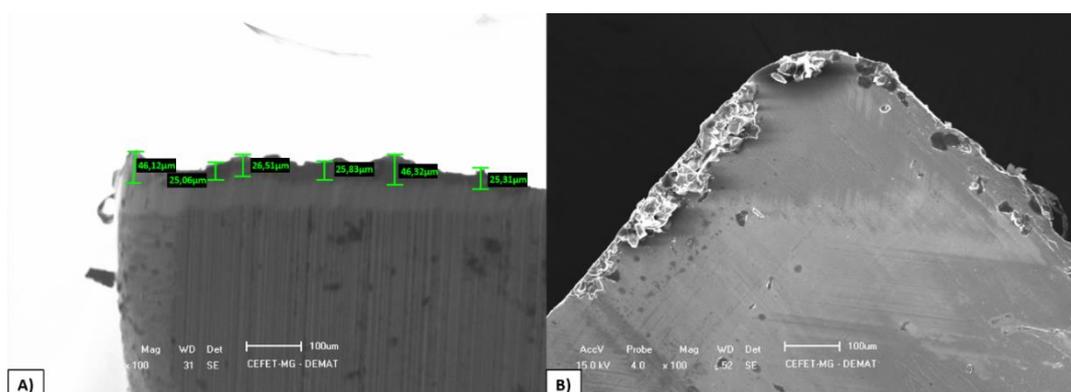
Ferramenta	Dureza superficial (HV)
Sem tratamento	698 ± 64
Com tratamento	1577 ± 273

Próprio Fonte: Autor

6.6.2 Adesão do material usinado na ferramenta

A Figura 6.22 apresenta as imagens obtidas por MEV do bit denominado de Ferramenta 1, que consiste no bit sem tratamento que usinou o corpo de prova a 147 m/min. É possível observar a presença do alumínio aderido na superfície da ferramenta, comportamento característico de ferramentas de corte de usinagem (ZHANG et al., 2021).

Figura 6.22 - Análise da adesão do alumínio na aresta de corte por MEV da Ferramenta 1 (sem tratamento, $V_c = 147$ m/min) em que A) vista lateral e B) vista superior da ferramenta



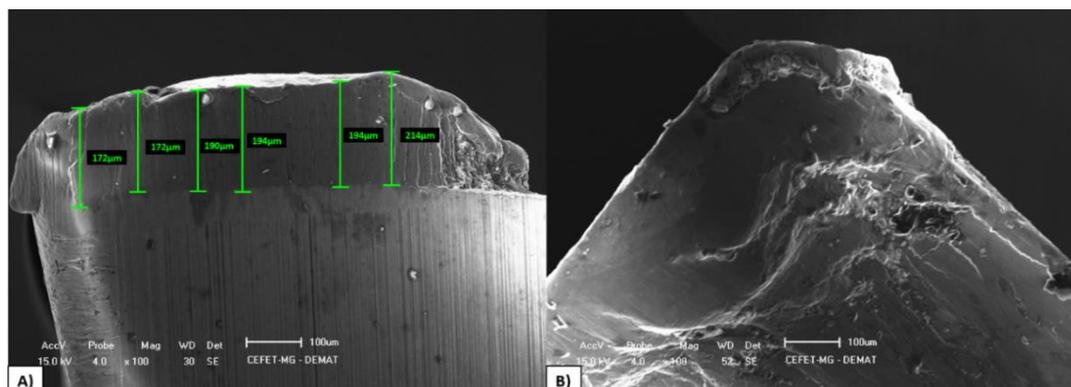
Fonte: Próprio Autor

A adesão do alumínio na superfície da ferramenta apresentou espessura de $32,5 \pm 11,2$ μm , e é possível verificá-lo na Figura 6.22 A). A Figura 6.22 B) apresenta a vista superior da ferramenta, em que é possível verificar o alumínio aderido oriundo do material que foi usinado, caracterizando a aresta postiça de corte.

A aresta postiça se torna prejudicial para a usinagem dos materiais pois ela aumenta a área de contato entre o cavaco e a ferramenta, aumentando as forças de corte devido a um maior atrito na superfície de saída da ferramenta. Este fenômeno também é um comportamento característico de materiais com alta ductilidade, o que é o caso deste trabalho, uma vez que o material usinado é o alumínio (AMORIM, 2002; ZHANG et al., 2021).

A Figura 6.23 apresenta as imagens do bit denominado de Ferramenta 2, que consiste no bit sem tratamento que usinou o corpo de prova com velocidade de corte de 37 m/min.

Figura 6. 23 - Análise da adesão do alumínio na aresta de corte por MEV da Ferramenta 2 (sem tratamento, $V_c = 37$ m/min) em que A) vista lateral e B) vista superior da ferramenta

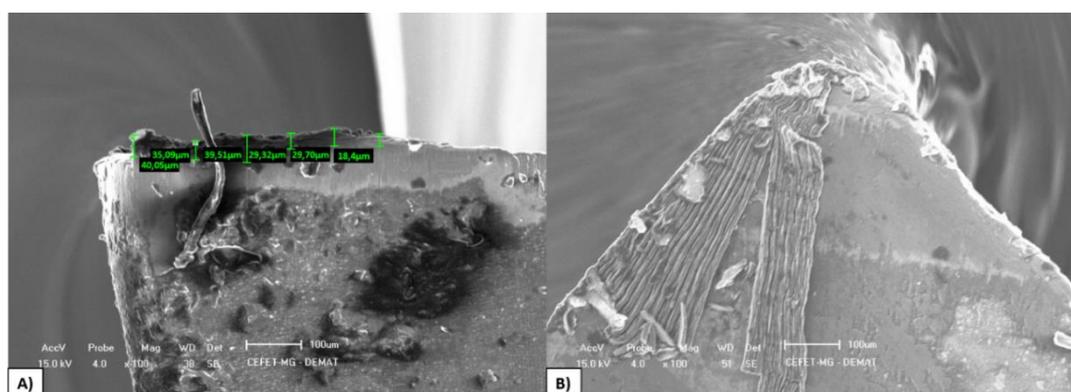


Fonte: Próprio Autor

Observa-se que a espessura da aresta postíça de corte é de $189,3 \pm 17,7 \mu\text{m}$, valor de espessura bem superior em relação a Ferramenta 1, que foi usinada com velocidade de corte de 147m/min. Isto ocorre pois a aresta postíça de corte é a adesão de uma parte do cavaco na aresta de corte da ferramenta, e em baixas velocidade de corte, o material tende a deformar muito antes de romper, o que não ocorre em altas velocidades, uma vez que o cavaco é arrancado antes de se aderir a superfície da ferramenta (AMORIM, 2002; DIMLA; LISTER, 2000).

A Figura 6.24 apresenta as imagens obtidas por MEV do bit denominado de Ferramenta 3, que consiste na ferramenta com tratamento de NITC+DLC-Si que usinou o corpo de prova em velocidade de corte de 147 m/min.

Figura 6.24 - Análise da adesão do alumínio na aresta de corte por MEV da Ferramenta 3 (com tratamento, $V_c = 147$ m/min) em que A) vista lateral e B) vista superior da ferramenta



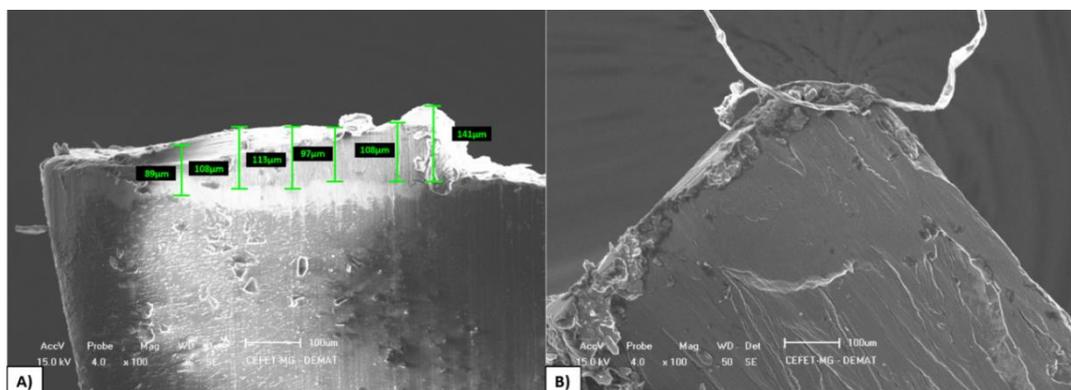
Fonte: Próprio Autor

É possível observar que a espessura da aresta postiça de corte foi de $32,0 \pm 8,9 \mu\text{m}$, menor em relação a Ferramenta 1, sem tratamento, usinada na mesma velocidade de corte de 147 m/min. Segundo Santos et al. (2007), esta redução ocorre devido ao baixo coeficiente de atrito que o filme proporciona na superfície de saída da ferramenta, o que não proporciona tempo do cavaco se aderir a superfície e se deformar (DOS SANTOS et al., 2007).

Além disso, Martins (2016) aponta que o filme DLC age como uma barreira térmica entre a ferramenta e o cavaco, de forma que a troca de calor é menor, diminuindo assim a deformação plástica do alumínio, uma vez que é promovida pelo aquecimento gerado pelo atrito entre a ferramenta e a peça a ser usinada (MARTINS, 2016).

A Figura 6.25 apresenta as imagens da Ferramenta 4, bit que foi tratado e usinou o corpo de prova de alumínio em velocidade de corte de 37 m/min.

Figura 6. 25 - Análise da adesão do alumínio na aresta de corte por MEV da Ferramenta 4 (com tratamento, $V_c = 37 \text{ m/min}$) em que A) vista lateral e B) vista superior da ferramenta



Fonte: Próprio Autor

Observa-se na Figura 6.25 o mesmo comportamento encontrado para as Ferramentas 1 e 2 (Figura 6.22 e Figura 6.23 respectivamente) em que a espessura do alumínio aderido na superfície da ferramenta que usinou o corpo de prova com velocidade de corte de 37m/min é significativamente maior em relação a ferramenta que usinou com velocidade de corte de 147m/min. A Ferramenta 4 apresenta espessura de aresta postiça de corte de $109,3 \pm 16,5 \mu\text{m}$.

Para uma melhor análise dos resultados, a Tabela 6.6 apresenta os valores das espessuras do material aderido na superfície de cada ferramenta.

Tabela 6.6 - Espessura das arestas postiças

Ferramenta	Espessura (μm)
Ferramenta 1 (sem tratamento, $V_c=147\text{m/min}$)	$32,5 \pm 11,2$
Ferramenta 2 (sem tratamento, $V_c=37\text{m/min}$)	$189,3 \pm 17,7$
Ferramenta 3 (com tratamento, $V_c=147\text{m/min}$)	$32,0 \pm 8,9$
Ferramenta 4 (com tratamento, $V_c=37\text{m/min}$)	$109,3 \pm 16,5$

Fonte: Próprio Autor

É possível verificar que há uma grande diferença entre a adesão de material em relação as ferramentas que usinaram com 37 m/min e 147m/min, em que a adesão é significativamente maior para as ferramentas que usinaram com a menor velocidade de corte, devido justamente ao tempo que o material possui para se deformar plasticamente e aderir na superfície da ferramenta, que é menor em velocidades de corte mais altas (AMORIM, 2002; DIMLA; LISTER, 2000).

Outro ponto interessante de ser analisado é que a ferramenta com deposição de filme DLC-Si reduziu a espessura do material aderido na ferramenta em ambas as velocidades de corte. Para a velocidade de corte de 37 m/min, houve uma redução de aproximadamente 1,5%, enquanto para a velocidade de corte de 147 m/min houve uma redução de 42,26%. O mesmo resultado foi encontrado por Aslantas, Hascelik e Çiçek (2022), em que em comparação com ferramentas de carbetto sem tratamento e tratadas com revestimento de diamante nanocristalino, o DLC se sobressaiu, apresentando aresta postiça de volume extremamente baixo (ASLANTAS; HASCELİK; ÇIÇEK, 2022).

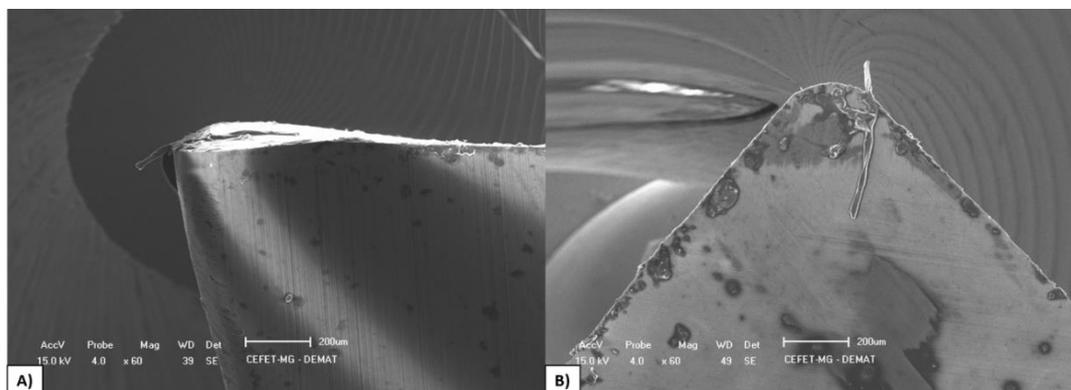
Tal resultado é fundamental para mostrar a eficácia do tratamento NITC+DLC-Si como recobrimento de ferramentas de usinagem de alumínio, pois nem todos os processos dentro de uma fábrica no setor produtivo podem ser realizados em alta velocidade para que seja reduzida a fração de aresta postiça de corte na ferramenta e, uma vez que o tratamento se mostrou eficiente tanto para altas quanto para baixas velocidades de corte, isto se torna extremamente favorável para a aplicação destas ferramentas em serviço.

Também é importante observar que nenhuma das ferramentas chegou ao máximo de sua vida útil, indicando que para um resultado mais significativo seria necessária uma maior distância de usinagem.

A Figura 6.26 apresenta as imagens obtidas por MEV da Ferramenta 1, sem tratamento e que usinou o corpo de prova em velocidade de corte de 147 m/min após o processo de

decapagem, para que seja possível observar alguns mecanismos de desgaste na aresta de corte da ferramenta.

Figura 6.26 - Análise no mecanismo de desgaste na aresta de corte por MEV da Ferramenta 1 (sem tratamento, $V_c = 147$ m/min) em que A) vista lateral e B) vista superior da ferramenta



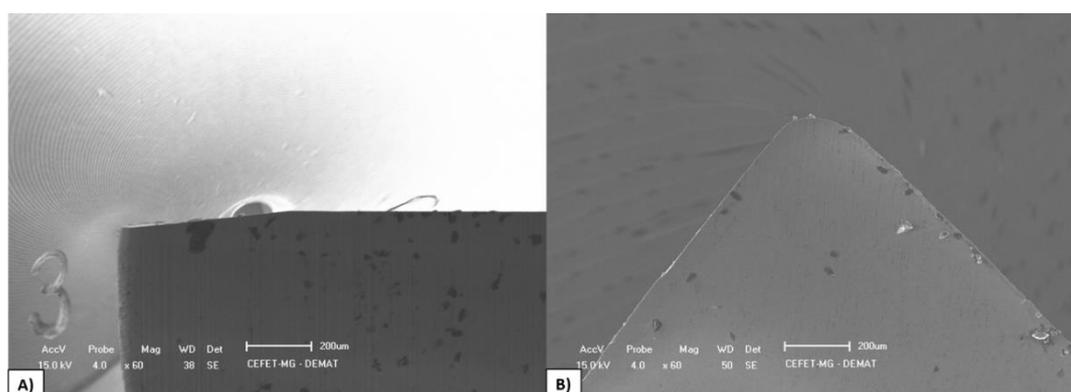
Fonte: Próprio Autor

Observa-se que não houve a presença de mecanismos de desgaste na aresta de corte da Ferramenta 1. Este resultado pode estar atrelado ao comprimento de material que foi usinado, que por não ser de grande dimensão, pode não ter apresentado desgaste significativo na ferramenta.

Também é possível observar a presença de alguns resquícios de alumínio na superfície da ferramenta, indicando que o processo de decapagem não foi totalmente efetivo possivelmente devido ao tempo em que a ferramenta ficou submersa na solução.

A Figura 6.27 apresenta a imagem obtida por MEV da Ferramenta 2, sem tratamento, que usinou o corpo de prova com velocidade de corte de 37m/min.

Figura 6.27 - Análise no mecanismo de desgaste na aresta de corte por MEV da Ferramenta 2 (sem tratamento, $V_c = 37$ m/min) em que A) Vista lateral e B) Vista superior

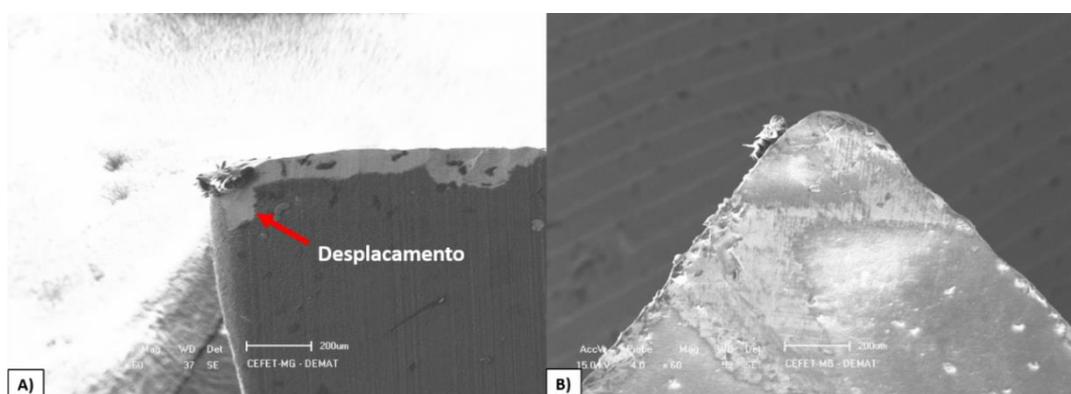


Fonte: Próprio Autor

Analisando a Figura 6.27, observa-se o mesmo comportamento encontrado na Ferramenta 1, apresentado na Figura 6.26, em que nenhum mecanismo de desgaste é observado de forma significativa, devido ao comprimento de material que foi usinado.

A Figura 6.28 apresenta a análise através de MEV da Ferramenta 3, com tratamento e que usinou o corpo de prova de alumínio com velocidade de corte de 147 m/min.

Figura 6.28 - Análise no mecanismo de desgaste na aresta de corte por MEV da Ferramenta 3 (com tratamento, $V_c = 147$ m/min) em que A) vista lateral e B) vista superior da ferramenta



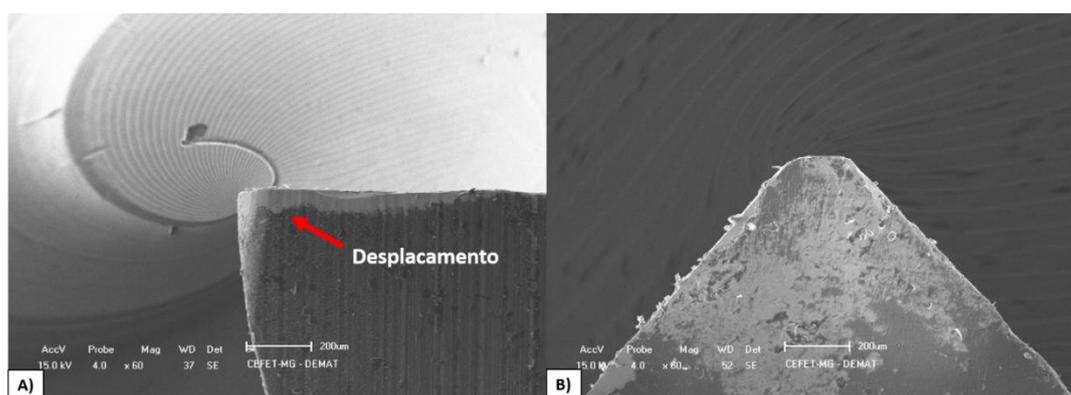
Fonte: Próprio Autor

Assim como as Ferramentas 1 e 2, apresentadas na Figura 6.26 e Figura 6.27, respectivamente, a Ferramenta 3 não apresentou nenhum mecanismo de desgaste que possa ser visualizado nas imagens obtidas por MEV, devido ao curto comprimento de material usinado.

Entretanto, é possível verificar, na Figura 6.27 A), a presença de um deslocamento do filme DLC, resultando na exposição do substrato durante a usinagem dos corpos de prova de alumínio. Também é possível observar alguns vestígios de alumínio, oriundo do corpo de prova, que não foram totalmente removidos com o processo de decapagem. Este deslocamento está relacionado a um desgaste de flanco da ferramenta (MARTINS, 2016).

A Figura 6.29 apresenta a imagem obtida por MEV da superfície da Ferramenta 4, com tratamento e que usinou o corpo de prova de alumínio com velocidade de corte de 37m/min.

Figura 6.29 - Análise no mecanismo de desgaste na aresta de corte por MEV da Ferramenta 3 (com tratamento, $V_c = 147$ m/min) em que A) Vista lateral e B) Vista superior da ferramenta



Fonte: Próprio Autor

Assim como foi observado na Ferramenta 3, apresentado na Figura 6.28, a Figura 4 também não apresenta nenhum tipo de mecanismo de desgaste, porém, apresenta o deslocamento do filme DLC-Si da ferramenta, fazendo com que o a camada composta da nitrocementação fique exposta.

6.6.3 Rugosidade

A Tabela 6.7 apresenta os dados R_a e R_z da superfície do corpo de prova após o processo de usinagem, os tratamentos são a ordem serviço, ou seja, a ordem que as ferramentas foram selecionadas para a usinagem, que foi determinada de forma aleatória. A aleatoriedade é fundamental para um planejamento de experimentos, pois o planejamento sistemático pode beneficiar o estudo, removendo ruídos oriundos das trocas das variáveis independentes (BA, 2022; OPRIME; PUREZA; OLIVEIRA, 2017)

Tabela 6.7 - Dados R_a e R_z da superfície do corpo de prova após usinagem

Tratamento	Bits	Velocidade de corte (m/min)	R_a				R_z			
			Média (μm)	Desvio Padrão (μm)	CV (%)	Teste de Normalidade	Média (μm)	Desvio Padrão (μm)	CV (%)	Teste de Normalidade
7	Sem revestimento	147	2,047	0,201	10	Aprovado	9,124	0,910	10	Aprovado
1	Sem revestimento	37	1,602	0,219	13	Aprovado	7,779	0,924	12	Aprovado
5	Sem revestimento	37	1,649	0,237	14	Aprovado	7,532	0,662	8	Aprovado
8	Com revestimento	147	1,643	0,177	10	Rejeitado	7,070	0,631	8	Aprovado
6	Com revestimento	37	1,646	0,101	6	Aprovado	7,949	0,584	7	Aprovado
2	Com revestimento	37	1,683	0,325	19	Aprovado	7,820	1,137	14	Aprovado
4	Com revestimento	147	1,522	0,121	7	Aprovado	6,697	0,578	8	Aprovado
3	Sem revestimento	147	1,706	0,169	10	Aprovado	7,425	0,721	9	Aprovado

Fonte: Próprio Autor

Os valores de R_a para as ferramentas sem revestimento vão de $1,602 \pm 0,219 \mu\text{m}$ (Tratamento 1) até $2,047 \pm 0,201 \mu\text{m}$ (Tratamento 7), enquanto as para as ferramentas com revestimento os valores variam entre $1,522 \pm 0,121 \mu\text{m}$ (Tratamento 4) e $1,683 \pm 0,325 \mu\text{m}$ (Tratamento 2). A princípio, obteve-se uma redução no valor de R_a com a presença do revestimento na ferramenta, devido ao baixo coeficiente de atrito que o filme DLC proporciona ao sistema ferramenta/corpo de prova (DOS SANTOS et al., 2007).

O mesmo comportamento ocorre em relação ao parâmetro R_z , em que para as ferramentas sem revestimento os valores vão de $7,425 \pm 0,721 \mu\text{m}$ (Tratamento 3) até $9,124 \pm 0,910 \mu\text{m}$ (Tratamento 7), enquanto as ferramentas revestidas com filme DLC os valores variam de $6,697 \pm 0,578 \mu\text{m}$ (Tratamento 4) a $7,949 \pm 0,584 \mu\text{m}$ (Tratamento 6). Estes resultados indicam uma melhora sucinta nos parâmetros de rugosidade, que se estudados com um maior número de experimento, ou com a utilização de um sistema máquina-ferramenta de maior rigidez, poderia demonstrar resultados significativos e de grande influência do filme DLC na rugosidade da superfície usinada.

A Tabela 6.8 apresenta os dados de assimetria (R_{sk}) e curtose (R_{ku}) da superfície após o processo de usinagem.

Tabela 6.8 - Dados R_{sk} e R_{ku} da superfície do corpo de prova após usinagem

Tratamento	Bits	Velocidade de corte (m/min)	R_{sk}				R_{ku}			
			Média	Desvio Padrão	CV (%)	Teste de Normalidade	Média	Desvio Padrão	CV (%)	Teste de Normalidade
7	Sem revestimento	147	-0,142	0,157	115	Aprovado	1,957	0,065	3	Aprovado
1	Sem revestimento	37	0,000	0,170	204 5	Aprovado	2,097	0,164	7	Aprovado
5	Sem revestimento	37	-0,138	0,112	80	Aprovado	1,958	0,149	7	Aprovado
8	Com revestimento	147	0,151	0,244	161	Aprovado	1,920	0,074	3	Aprovado
6	Com revestimento	37	-0,028	0,107	382	Aprovado	2,120	0,075	3	Aprovado
2	Com revestimento	37	-0,124	0,122	98	Aprovado	2,135	0,124	5	Aprovado
4	Com revestimento	147	0,034	0,190	56	Aprovado	1,916	0,032	1	Aprovado
3	Sem revestimento	147	0,015	0,218	140	Aprovado	1,886	0,065	3	Aprovado

Fonte: Próprio Autor

Diferentemente dos parâmetros R_a e R_z apresentados na Tabela 6.5, o parâmetro R_{sk} , que representa a assimetria dos vales e picos, não apresentou relação nem com a velocidade de corte e nem com a presença ou não de revestimento na ferramenta. Além disso, também houve uma distribuição uniforme das médias positivas e negativas, além de valores próximos entre todos os ensaios. O efeito da velocidade de corte e presença do filme pode ter sido encoberto pelo grande coeficiente de variação encontrado em alguns tratamentos, como por exemplo no Tratamento 1, 6 e 9 com variação de 2045%, 382% e 161%, respectivamente.

Por outro lado, a curtose apresentou mudanças de acordo com a velocidade de corte utilizada, em que para velocidades de corte de 37 m/min os valores vão de $1,958 \pm 0,149$ (Tratamento 5) até $2,135 \pm 0,124$ (Tratamento 2), e em velocidades de corte de 147 m/min os valores de R_{ku} variam entre $1,886 \pm 0,065$ (Tratamento 3) e $1,957 \pm 0,164$ (Tratamento 1). Ou seja, é possível determinar que a aspereza da superfície diminui conforme é aumentada a velocidade de corte, apresentando que a ponta dos picos e dos vales se torna mais achatada conforme a velocidade de corte é aumentada. Horváth, Czifra e Drégelyi-kiss (2015) encontraram resultado divergente, em que o parâmetro de velocidade de corte não apresentou impacto no parâmetro de curtose.

A Tabela 6.9 apresenta os dados do parâmetro de rugosidade R_t nos corpos de prova após os processos de usinagem.

Tabela 6.9 - Dados R_t da superfície do corpo de prova após usinagem

Tratamento	Bits	Velocidade de corte (m/min)	R_t			
			Média (μm)	Desvio Padrão (μm)	CV (%)	Teste de normalidade
7	Sem revestimento	147	10,347	1,154	9	Aprovado
1	Sem revestimento	37	9,223	1,237	14	Aprovado
5	Sem revestimento	37	8,914	0,905	10	Aprovado
8	Com revestimento	147	7,826	0,842	10	Aprovado
6	Com revestimento	37	9,940	1,358	13	Aprovado
2	Com revestimento	37	9,499	1,626	17	Aprovado
4	Com revestimento	147	7,516	0,738	9	Aprovado
3	Sem revestimento	147	8,414	1,326	15	Aprovado

Fonte: Próprio Autor

Diferentemente dos parâmetros de assimetria e curtose, o parâmetro de rugosidade total não apresentou influência direta pela velocidade de corte, mas apresentou diferenças importantes quando comparadas as ferramentas com e sem tratamento, em que os valores de R_t nas ferramentas sem revestimento vão de $8,414 \pm 1,326 \mu\text{m}$ (Tratamento 3) até $10,347 \pm 1,154 \mu\text{m}$ (Tratamento 7), enquanto as ferramentas com revestimentos apresentaram valores entre $7,516 \pm 0,738 \mu\text{m}$ (Tratamento 4) e $9,940 \pm 1,358 \mu\text{m}$ (Tratamento 6). Estes resultados indicam uma menor deterioração vertical na superfície da ferramenta que possui tratamento duplex em relação a ferramenta sem revestimento.

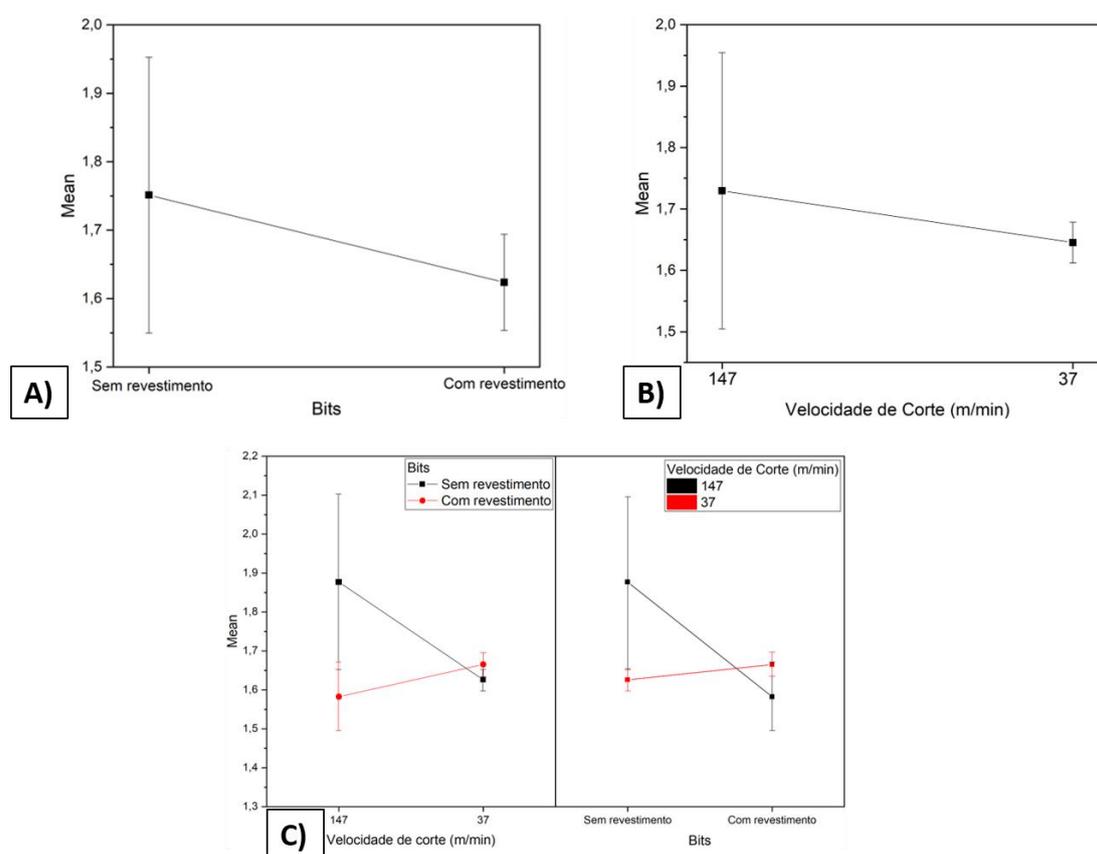
Novamente, estes resultados são pouco expressivos uma vez que a quantidade de análises e resultado não foi grande.

Aumentando este parâmetro, possivelmente estes resultados se apresentariam com maior significância (BA, 2022).

A Figura 6.30 apresenta a análise de variância (ANOVA) para o parâmetro de rugosidade R_a . Nesta análise, é relacionado a presença ou não de revestimento nos bits, assim como a influência da velocidade de corte e seu efeito nos processos.

Figura 6.30 – Gráficos ANOVA do parâmetro de rugosidade R_a das variáveis independentes

A) Revestimento nos bits, B) Velocidade de corte e C) Interação entre as variáveis



Fonte: Próprio Autor

Estes resultados de análise de variação representam o efeito e impacto que aquela variável alterada apresentou no parâmetro de rugosidade em questão. Portanto, a Figura 6.30 A) mostra que o bit sem revestimento teve um maior efeito no aumento do parâmetro R_a quando comparado ao bit com revestimento do filme DLC. Porém, o desvio padrão mostra que há a possibilidade do impacto do bit sem revestimento seja semelhante ao com revestimento. Estatisticamente, não há diferença no parâmetro de rugosidade R_a , com ou sem a presença de revestimento nos bits.

Já a Figura 6.30 B) apresenta que a velocidade de corte de 147 m/min apresentou uma maior influência no parâmetro de rugosidade R_a em relação a velocidade de corte de 37 m/min. Entretanto, assim como no gráfico que representa o efeito do revestimento, o desvio padrão faz com que a possibilidade de variação da média do efeito seja tão grande, que a influência da velocidade de corte se torne insignificante (TALIBOUYA BA; MARTINS; DUMONT, 2022).

A Figura 6.30 C) apresenta o impacto que o revestimento ou a ausência dele possui em nas diferentes velocidades de corte e vice e versa. Inicialmente, é possível observar que o revestimento tem um impacto maior em velocidades de cortes menores, e o inverso ocorre para velocidades maiores. Entretanto, devido aos desvios padrões, estas informações se tornam inconclusivas e de impacto não significativamente diferente, assim como ocorreu nas Figura 6.30 A) e na Figura 6.30 B).

A Tabela 6.10 apresenta os resultados da análise de variância em tabela para o parâmetro de rugosidade R_a .

Tabela 6.10 - Resultado da análise de variância do parâmetro R_a - Tabela ANOVA

Variável Dependente	Variável Independente	Soma dos Quadrados	Média dos quadrados	p-valor	Contribuição (%)
R_a	Bits	0,03257	0,44589	0,35695	19
	Velocidade de corte	0,0142	1,71066	0,11124	8
	Interação	0,05572	2,52512	0,06853	33
	Erro puro	0,06697	0,41202	--	40
	Total	0,16947	--	--	100

Fonte: Próprio Autor

Na Tabela 6.10 são apresentados os dados obtidos através da análise de variância ANOVA, em que a significância é determinada por “p-valor” em função dos valores da soma dos quadrados e média dos quadrados (BA, 2022). Além destes valores, também foi atribuída a contribuição de cada variável independente no processo, que foi obtida pela razão entre a soma dos quadrados da variável independente, dividido pela variável total, como constante (BA, 2022; DEAN; VOSS; DRAGULJIĆ, 2017; HARHOUT et al., 2020).

É possível observar de forma mais precisa e detalhada o que foi discutido na Figura 6.30, em que a contribuição da presença ou não de revestimento na variável independente bits apresentou uma contribuição considerável se comparado com a variável de velocidade de corte.

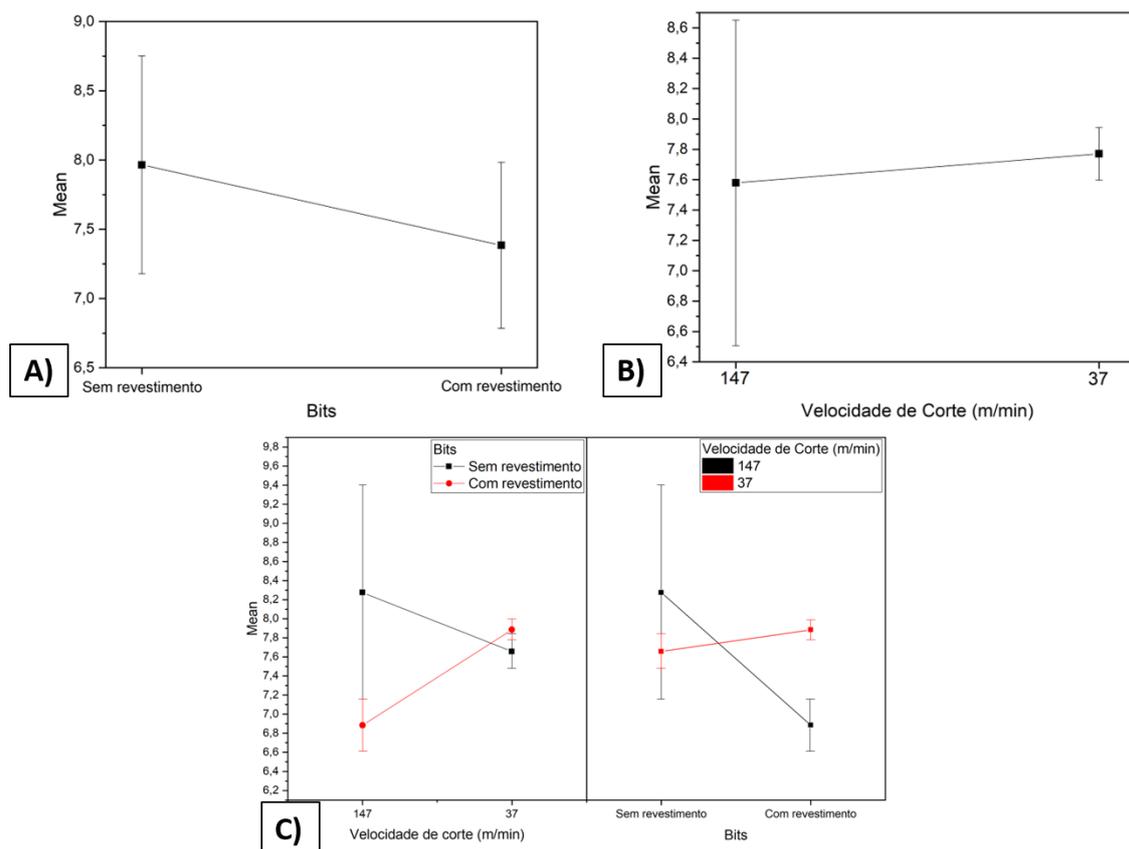
Entretanto, o erro puro, se apresenta maior do que todas as outras variáveis, assim como foi visto na Figura 6.30, em que o desvio padrão se mostrou significativo, com 40% de contribuição.

Estes erros podem estar atrelados a diversas justificativas como por exemplo erros na medição de rugosidade, vibrações mecânicas nos processos de usinagem, variação de resistência mecânica dos corpos de prova, entre outros (MARTINS et al., 2021; TALIBOUYA BA; MARTINS; DUMONT, 2022).

A Figura 6.31 mostra o efeito das diferentes variáveis independentes no parâmetro de rugosidade R_z .

Figura 6.31 - Gráficos ANOVA do parâmetro de rugosidade R_z das variáveis independentes

A) Revestimento nos bits, B) Velocidade de corte e C) Interação entre as variáveis



Fonte: Próprio Autor

Na Tabela 6.7 havia sido discutido que a presença do revestimento melhorou sucintamente o parâmetro de rugosidade R_z em relação ao bit sem revestimento. Entretanto, assim como no parâmetro R_a , os desvios padrões das amostras se apresentam em uma grande amplitude, de forma que as diferenças não são significativamente diferentes (DEAN; VOSS; DRAGULJIĆ, 2017).

Já observando a influência dos parâmetros de corte em R_z , a princípio observa-se uma diferença muito pequena da influência entre as velocidades de corte. Porém, observando o desvio padrão da velocidade de corte de 147 m/min, indica-se que possivelmente através de maiores estudos e quantidade de amostras, esta variável poderia influenciar significativamente em R_z (BA, 2022).

Os gráficos de interação apresentam que o revestimento foi mais influente na menor velocidade de corte, entretanto, devido aos desvios padrões, estas diferenças não se mostram significativamente diferentes.

A Tabela 6.11 apresenta os resultados da análise de variância do parâmetro R_z .

Tabela 6.11 - Resultado da análise de variância do parâmetro R_z - Tabela ANOVA

Variável Dependente	Variável Independente	Soma dos quadrados	Média dos quadrados	p-valor	Contribuição (%)
R_z	Bits	0,67494	0,67494	0,25743	19
	Velocidade de corte	0,07295	0,07295	0,68679	2
	Interação	1,3132	1,3132	0,13949	36
	Erro puro	1,55043	0,38761	--	43
	Total	3,61152	--	--	100

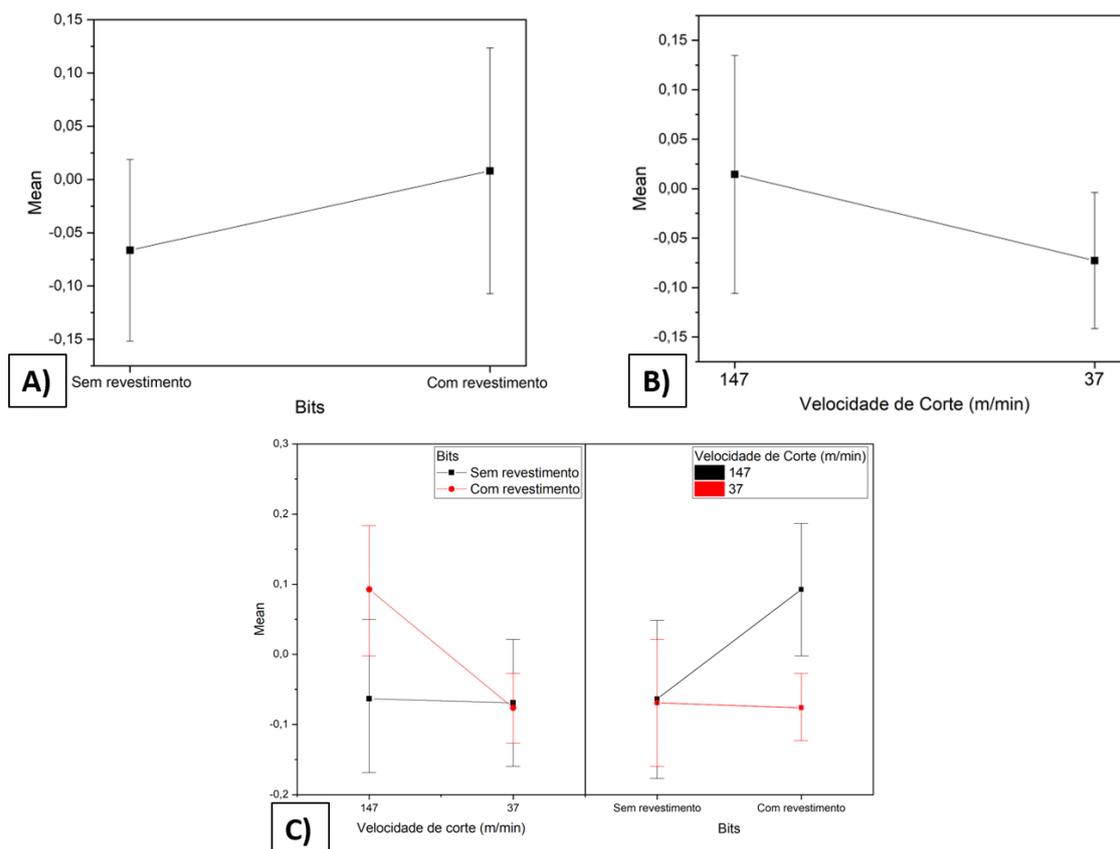
Fonte: Próprio Autor

Assim como visto para o parâmetro R_z , a contribuição da variável que representa o revestimento nos bits se apresentou relevante (19%), assim como a interação entre as variáveis (36%). Porém, o erro puro se mostra maior em relação a todos os outros parâmetros (43%), como visto também nos gráficos apresentados na Figura 6.25, em forma de desvio padrão (DEAN; VOSS; DRAGULJIĆ, 2017).

Relacionando as variáveis independentes com o parâmetro de rugosidade R_{sk} , é apresentada a Figura 6.32.

Figura 6.32 - Gráficos ANOVA do parâmetro de rugosidade R_{sk} das variáveis independentes

A) Revestimento nos bits, B) Velocidade de corte e C) Interação entre as variáveis



Fonte: Próprio Autor

Diferentemente dos outros parâmetros de rugosidade, os valores do parâmetro R_{sk} são interpretados baseados em um valor 0,00 e o valor do parâmetro pode tanto variar para números positivos, quanto para valores negativos. Então, a grande influência do parâmetro R_{sk} é o quão mais distante o valor está da referência, ou seja, do valor 0,00.

Analisando os dados da Figura 6.32 A) e Figura 6.32 B), observa-se que o valor mais distante de 0,00 é para o bit sem revestimento, ou seja, a ausência de revestimento possui um maior impacto no parâmetro de rugosidade R_{sk} em relação ao bit com revestimento. A velocidade de corte mais baixa influenciou de maneira mais significativa em relação a velocidade de corte mais alta.

Entretanto, assim como também ocorreu nos outros parâmetros, o valor do desvio padrão tanto para a presença ou não de revestimento nos bits, quanto para a velocidade de corte se mostrou alto, de forma que se considerado o desvio, os valores podem se tornar iguais,

fazendo com que estas variáveis não possuem diferenças significativas no parâmetro R_{sk} (BA, 2022; DEAN; VOSS; DRAGULJIĆ, 2017).

Em relação ao gráfico de interação na Figura 6.32 C) observa-se que a influência de menores velocidades de corte é semelhante com ou sem revestimento, e também que os valores para o bit sem revestimento são semelhantes para diferentes velocidades de corte. Porém, os valores de desvio padrão tornam estas diferenças não significantes, assim como ocorre nas outras variáveis.

Para que uma análise mais detalhada da influência das variáveis no parâmetro R_{sk} seja feita, é apresentada a Tabela 6.12, referentes a tabela ANOVA.

Tabela 6.12 - Resultado da análise de variância do parâmetro R_{sk} - Tabela ANOVA

Variável Dependente	Variável independente	Soma dos quadrados	Média dos quadrados	p-valor	Contribuição
R_{sk}	Bits	0,01111	0,01111	0,31271	15
	Velocidade de corte	0,01519	0,01519	0,24843	21
	Interação	0,01331	0,01331	0,27512	18
	Erro puro	0,03335	0,00834	--	46
	Total	0,07295	--	--	100

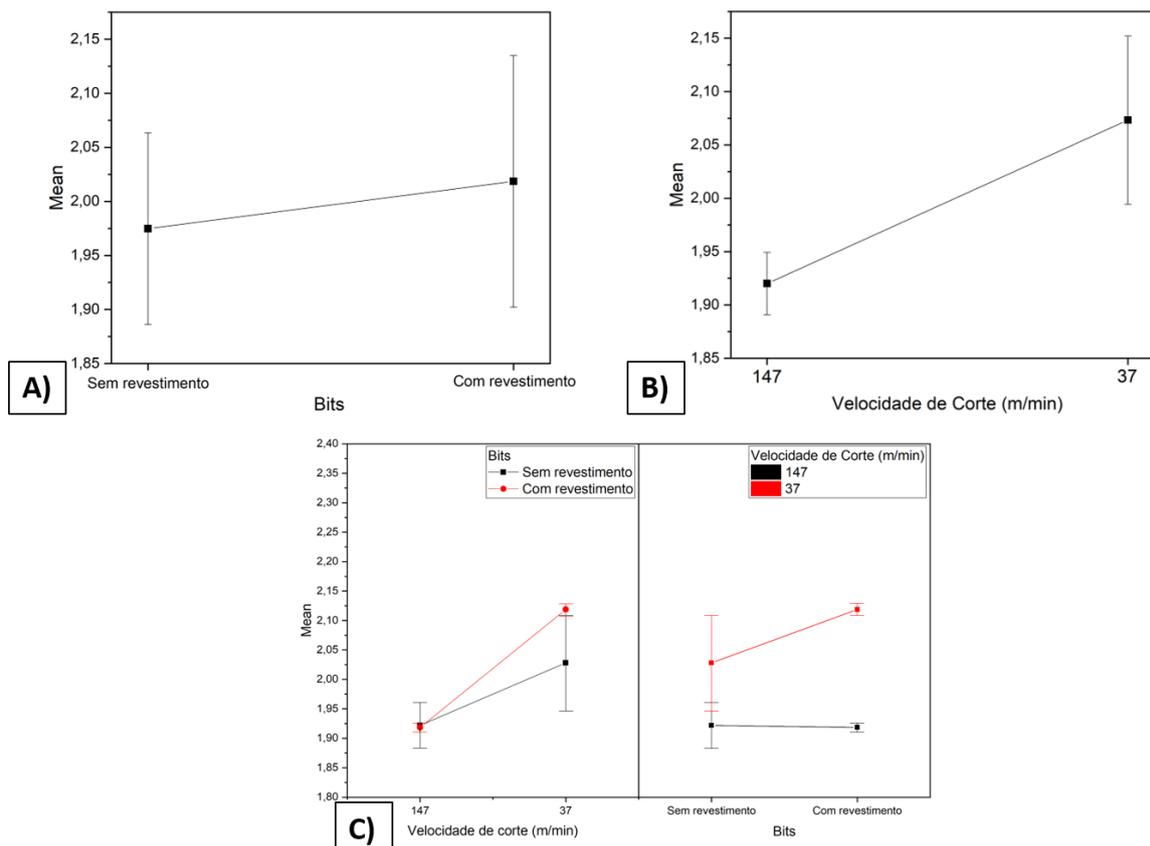
Fonte: Próprio Autor

Diferentemente dos parâmetros R_a e R_z , a contribuição das variáveis é mais distribuída para o parâmetro R_{sk} , em que a presença dos filmes nos bits, a velocidade de corte e a interação entre estas variáveis apresentam contribuições de 15, 21 e 18% respectivamente. Porém, um comportamento que vem se repetindo em todos os parâmetros de usinagem até então, é que a contribuição que o erro puro possui é superior em relação a todos os outros, assim como visto na Figura 6.32 pelos desvios padrões (DEAN; VOSS; DRAGULJIĆ, 2017).

A Figura 6.33 apresenta a relação do efeito dos parâmetros de presença de revestimento e velocidade de corte no parâmetro de usinagem R_{ku} . No revestimento dos bits, apresentado na Figura 6.33 A), houve uma influência da presença do revestimento no parâmetro de rugosidade, entretanto, devido a significância do desvio padrão, a diferença que a presença ou ausência do revestimento não se apresenta significativa.

Figura 6.33 - Gráficos ANOVA do parâmetro de rugosidade R_{ku} das variáveis independentes

A) Revestimento nos bits, B) Velocidade de corte e C) Interação entre as variáveis



Fonte: Próprio Autor.

Por outro lado, a variável de velocidade de corte, apresentada na Figura 6.33 B) apresentou uma diferença significativa na rugosidade R_{ku} , uma vez que mesmo com os desvios padrões, o efeito da velocidade de corte de 37 m/min apresentou maior efeito no parâmetro de rugosidade R_{ku} . Este resultado pode estar atrelado a questão da adesão do material, em que em menores velocidades de corte, há uma maior adesão do material usinado na ferramenta pois há tempo do material se deformar plasticamente (AMORIM, 2002; DIMLA; LISTER, 2000).

O gráfico de interação entre as variáveis apresentado na Figura 6.33 C) mostra que para velocidade de corte de 147 m/min, a presença ou não de revestimento possui a mesma influência no parâmetro R_{ku} e para a velocidade de corte de 37 m/min o revestimento apresenta uma maior influência no parâmetro em relação a amostra sem revestimento. Mas, assim como no gráfico que relaciona a variável de revestimento nos bits, o desvio padrão se apresenta muito significativo, o que torna o impacto das variáveis indiferentes na rugosidade (DEAN; VOSS; DRAGULJIĆ, 2017).

A Tabela 6.13 apresenta a análise de variância do parâmetro R_{ku} , para uma análise mais aprofundada dos dados.

Tabela 6.13 - Resultado da análise de variância do parâmetro R_{ku} - Tabela ANOVA

Variável Dependente	Variável Independente	Soma dos quadrados	Média dos quadrados	p-valor	Contribuição
R_{ku}	Bits	0,00383	0,00383	0,33724	6
	Velocidade de corte	0,04692	0,04692	0,01892	69
	Interação	0,00443	0,00443	0,30637	7
	Erro puro	0,01292	0,00323	--	19
	Total	0,06811	--	--	100

Fonte: Próprio Autor

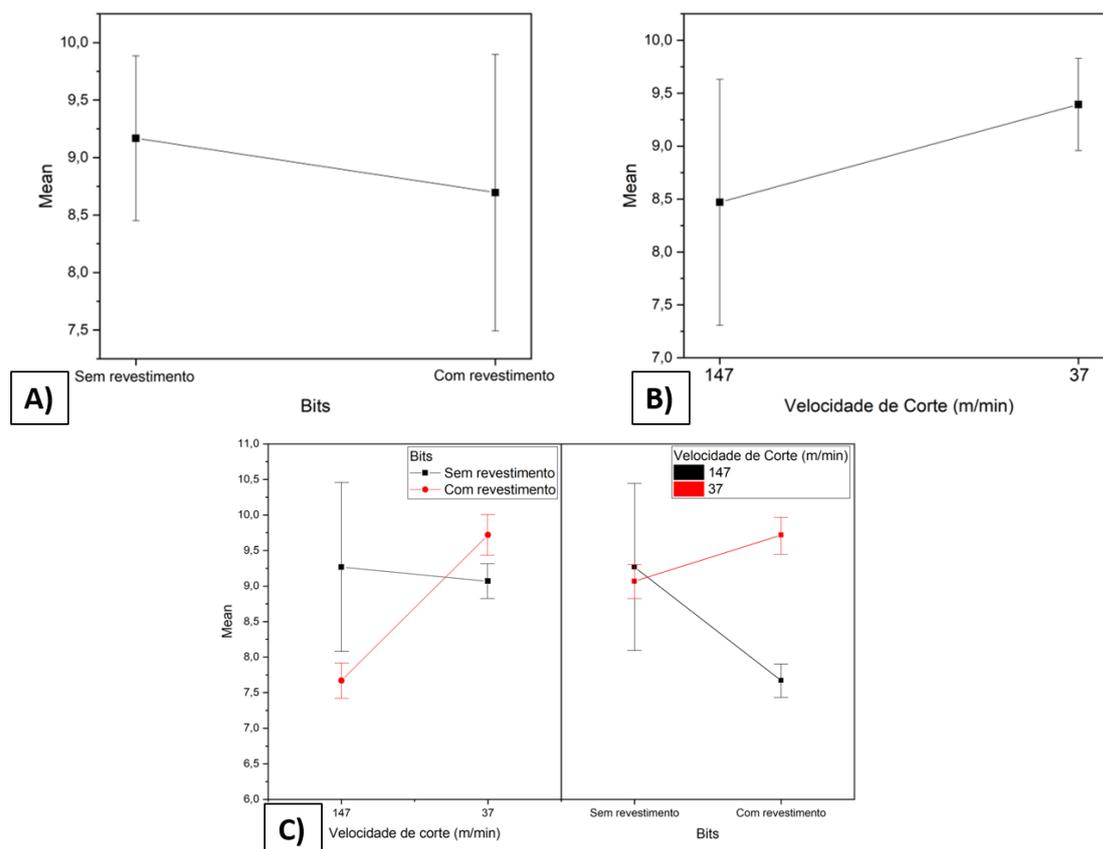
Pode-se observar que a maior contribuição para o parâmetro de rugosidade R_{ku} foi a velocidade de corte, com 69%. Contrário do que foi característico da Tabela 6.10, Tabela e Tabela 6.12, referente aos parâmetros de rugosidade R_a , R_z , e R_{sk} , em que o erro puro apresentava a maior contribuição. Neste caso, a contribuição do erro puro foi superior apenas do que a variável de revestimento dos bits e de interação, com 6 e 7% respectivamente, como foi visto também nos gráficos, apresentados na Figura 6.33.

Este resultado foi encontrado anteriormente por (Talibouya Ba, Martins e Dumont (2022), em que a curtose foi influenciada apenas pela variável de velocidade de corte. Entretanto, Horváth, Czifra, Drégelyi-kiss (2015) encontrou resultados opostos aos achados neste trabalho, não encontrando influência significativa da velocidade de corte no parâmetro R_{ku} .

Por fim, a Figura 6.34 apresenta os gráficos ANOVA relacionando as variáveis utilizadas com o parâmetro de rugosidade R_t .

Figura 6.34 - Gráficos ANOVA do parâmetro de rugosidade R_t das variáveis independentes

A) Revestimento nos bits, B) Velocidade de corte e C) Interação entre as variáveis



Fonte: Próprio Autor

Em uma análise inicial na Figura 6.34 A), o bit sem revestimento apresentou ter mais impacto em relação ao bit com revestimento para o parâmetro R_t , entretanto, o desvio padrão se mostra de valor muito significativo para os resultados, de forma que a diferença entre ter revestimento ou não é pouco significativa na influência no parâmetro de rugosidade R_t .

O mesmo acontece com a variável de velocidade de corte, apresentado na Figura 6.34 B), em que a velocidade de 37 m/min se mostra ter mais influência no parâmetro em relação a velocidade de 147 m/min. Entretanto, tal afirmação não pode ser concluída devido a magnitude dos desvios padrões, que equiparam os valores de impacto.

No gráfico de interação, Figura 6.34 C), os impactos nos parâmetros de rugosidade variam de acordo com a velocidade de corte utilizada e a presença ou não do tratamento duplex na ferramenta. Por exemplo, a velocidade de 37 m/min com revestimento apresentou um maior impacto, enquanto a 147 m/min apresentou um impacto não tão significativo, assim como a ferramenta sem revestimento apresenta uma maior influência em velocidades mais altas.

Entretanto, os desvios padrões possuem valores de magnitude alta, que as diferenças entre as variáveis não apresentam significância no parâmetro R_t .

A Tabela 6.14 apresenta os resultados da análise de variância para o parâmetro R_t .

Tabela 6.14 - Resultado da análise de variância do parâmetro R_t - Tabela ANOVA

Variável Dependente	Variável Independente	Soma dos quadrados	Média dos quadrados	p-valor	Contribuição
R_t	Bits	0,44589	0,44589	0,35695	7
	Velocidade de corte	1,71066	1,71066	0,11124	27
	Interação	2,52512	2,52512	0,06853	40
	Erro puro	1,64808	0,41202	--	26
	Total	6,32975	--	--	100

Fonte: Próprio Autor

Por mais que algumas variáveis tenham apresentado altos valores de contribuição, como a velocidade de corte (27%) e a interação entre as variáveis (40%), o valor de erro puro apresenta uma contribuição de 26%, muito próximo aos valores obtidos (DEAN; VOSS; DRAGULJIĆ, 2017). Este resultado corrobora com os resultados encontrados nos gráficos, apresentados na Figura 6.34, indicando o alto valor de desvio padrão.

7. Conclusão

De acordo com os resultados obtidos, foi possível verificar a eficiência no desenvolvimento da deposição dos filmes finos no aço AISI M2, e também dos tratamentos multicamadas, ou, duplex, uma vez que foi possível obter filmes e camadas compostas uniformes e com resultados semelhantes à literatura.

É importante destacar o tratamento o filme DLC-Si e o NITC+DLC-Si, ou seja, nitrocementação juntamente com filme DLC dopado com silício utilizando o hexametildisiloxano como precursor de silício, diferentemente do precursor utilizado convencionalmente na literatura.

A dopagem dos filmes influenciou nas propriedades de espessura, adesão, resistência ao desgaste e coeficiente de atrito dos mesmos. Foi possível observar este comportamento em ambos as dopagens, tanto com nitrogênio, quanto com silício, mas a dopagem com nitrogênio apresenta um maior efeito na taxa de deposição dos filmes, diminuindo a espessura destes, o que afeta significativamente em suas propriedades tribológicas, aumentando o volume de desgaste destes filmes. Em relação a análise estrutural dos filmes foi possível observar mudança, tanto na distribuição de hibridizações do carbono sp^2 e sp^3 quanto na formação de diferentes ligações, em que o nitrogênio proporciona a estabilidade para as hibridizações sp^2 enquanto o silício estabiliza as hibridizações sp^3 .

Os tratamentos de nitretação e nitrocementação, apesar de possuírem o mesmo princípio de tratamento e procedimentos, se apresentam diferentes em relação aos resultados, em que a nitrocementação apresenta maior dureza, menor espessura de camada composta e uma maior espessura de zona de difusão, ou seja, maior dureza em profundidade, justamente devido a adição do carbono no tratamento. A combinação destes resultados proporciona uma melhor resistência ao desgaste ao aço AISI M2 em relação ao tratamento de nitretação.

Além disso, os tratamentos de nitretação e nitrocementação se apresentaram importantes para o aumento de dureza e resistência ao desgaste do material, sendo tratamentos intermediários entre o substrato sem tratamento e as amostras de filme DLC.

Os ensaios de microdureza mostraram que em relação aos tratamentos individuais, os filmes DLC, DLCN e DLC-Si apresentaram maiores durezas em relação aos tratamentos de nitrocementação e nitretação, e apresentaram durezas maiores ainda quando combinados com o tratamento de nitrocementação, mostrando a sinergia que os tratamentos apresentam. Além disso, em relação a profundidade de dureza, a presença do carbono no tratamento de

nitrocementação faz com que a camada composta seja menos espessa e a zona de difusão apresente uma maior espessura, devido a uma maior facilidade de difusão do mesmo. Em relação aos tratamentos multicamadas, é possível observar que quando há a presença de filmes DLC e DLCN, há uma maior profundidade de dureza, indicando que possivelmente, pela difusão destes elementos ser favorecida, acaba aumentando assim a dureza em profundidade do tratamento de nitrocementação.

Também foi possível verificar a eficácia de todos os tratamentos multicamadas, que apresentaram aumento na dureza e resistência ao desgaste, quando comparados ao material base e a todos os tratamentos simples, mostrando a eficiência dos tratamentos multicamadas nas propriedades tribológicas do material.

Dentre todos os tratamentos, o tratamento NITC+DLC-Si apresentou a maior resistência ao desgaste para o aço AISI M2, devido a estabilização das hibridizações sp^3 que a incorporação do silício proporciona ao filme, juntamente com a sinergia entre a camada composta de nitrocementação e filme DLC.

Em relação aos coeficientes de atrito das amostras, é interessante pontuar que o filme DLC e DLC-Si foi capaz de reduzir o coeficiente de atrito do sistema, com destaque para o filme DLC. O filme DLCN se apresentou promissor, mas por sua baixa espessura, o coeficiente de atrito aumenta rapidamente. Resultados semelhantes ocorrem para os tratamentos multicamadas, em que o coeficiente de atrito do sistema se inicia mais baixo, porém, com o desgaste do filme, o que se torna evidente é o coeficiente de atrito relacionado a camada de nitrocementação, um coeficiente de atrito próximo ao do material de base.

Estes resultados também podem ser explicados quando analisadas as profundidades das calotas, em que é possível observar em quais tratamentos o filme é completamente rompido e quais não são, corroborando com os resultados de volume de desgaste e coeficiente de atrito. Como por exemplo o filme NITC+DLC-Si, que não apresenta o rompimento do filme DLC-Si ao longo de todo o ensaio, mostrando assim o porque o mesmo apresentou o menor volume de desgaste.

A análise dos modos de desgaste de cada calota formada durante o ensaio permitiu um melhor entendimento sobre os fenômenos tribológicos que ocorrem nas superfícies tratadas e não tratadas, uma vez que cada uma possui sua característica única com justificativas diferentes e pertinentes para o estudo de superfície dos materiais. Desta forma, foi possível concluir que os modos de desgaste estão relacionados diretamente com os volumes de desgaste e também

com os coeficientes de atrito dos diferentes sistemas proporcionados pelas amostras com diferentes tratamentos.

Os estudos realizados neste trabalho também permitiram uma maior compreensão de como o tratamento NITC+DLC-Si se comporta quando utilizado na ferramenta em serviço, através dos ensaios de usinagem. Por meio destes testes, foi possível observar que menores velocidades de corte proporcionam uma maior quantidade de material aderido na superfície da amostra, configurando o que é chamada de aresta postiça de corte, quando comparada a maiores velocidades de corte. Também foi possível observar que o tratamento multicamadas de NITC+DLC-Si proporcionou uma redução da adesão do material usinado na ferramenta, de forma que possa aumentar a vida útil da ferramenta de corte em serviço.

A redução da adesão de alumínio na aresta de corte do material ocorreu para as duas velocidades de corte utilizadas, de 37 m/min e 147 m/min. Isto indica que o tratamento realizado pode ser utilizado para adequar processos de usinagem que não podem ser usinados com altas velocidades de corte, e mesmo assim, aumentar a vida útil da ferramenta.

Outro ponto importante a ser analisado por meio destes ensaios é que a presença ou ausência do tratamento NITC+DLC-Si não influenciou na rugosidade da superfície usinada. Este resultado pode ser compreendido como um resultado positivo, de forma que o tratamento é capaz de reduzir a formação de aresta postiça de corte na ferramenta, sem prejudicar a rugosidade da superfície usinada.

O tratamento NITC+DLC-Si se mostrou uma ótima alternativa para que seja utilizado em serviço como ferramenta de corte, possibilitando uma maior vida útil para as mesmas, e também pode ser utilizado em outros ambientes severos de desgaste, uma vez que se mostrou a melhor alternativa para redução de desgaste do aço AISI M2 dentre todos os outros tratamentos.

8. Referências

ABOUA, K. A. M. et al. Effect of carbon diffusion on friction and wear properties of diamond-like carbon in boundary base oil lubrication. **Tribology International**, v. 113, p. 389–398, set. 2017.

ABRÃO, A. M. et al. **Teoria da Usinagem dos Materiais**. 3^a ed., Blucher, 2015.

ALMEIDA, E. A. DOS S. DE; COSTA, C. E. DA; MILAN, J. C. G. Study of the nitrated layer obtained by different nitrating methods. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 20, n. 2, p. 460–465, jun. 2015.

ALMEIDA, L. S. et al. Estudo do efeito dos parâmetros do tratamento da limpeza a plasma na adesão e resistência ao desgaste de filmes DLC em liga de Ti6Al4V. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, v. 39, n. 1, p. 42–55, jun. 2020a.

ALMEIDA, L. S. DE. **PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOESTRUTURAS DE CARBONO POR PECVD**. Universidade Federal de São Carlos - UFSCar Campus Sorocaba, 2021.

ALMEIDA, L. S. et al. Effect of nitrogen in the properties of diamond-like carbon (DLC) coating on Ti 6 Al 4 V substrate. **Materials Research Express**, v. 7, p. 1–19, jun. 2020b.

ALVES, C. A. F. C. **Estudo da nitretação a plasma aplicada em ferramentas para fresamento**. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2002.

ALVES JUNIOR, C. **Nitretação a plasma: fundamentos e aplicações**. Natal: EDUFRN, 2001.

AMORIM, H. J. DE. **ESTUDO DA RELAÇÃO ENTRE VELOCIDADE DE CORTE, DESGASTE DE FERRAMENTA, RUGOSIDADE E FORÇAS DE USINAGEM EM TORNEAMENTO COM FERRAMENTA DE METAL DURO**. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2002.

ARAÚJO, A. G. F. et al. Design, manufacturing and plasma nitriding of AISI-M2 steel forming tool and its performance analysis. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 9, n. 6, p. 14517–14527, nov. - dez. 2020.

ASLANTAS, K.; HASCELİK, A.; ÇIÇEK, A. Performance evaluation of DLC and NCD coatings in micro-milling of Al7075-T6 alloy. **Journal of Manufacturing Processes**, v. 81, p. 976–990, set. 2022.

AVELAR-BATISTA, J. C. et al. Plasma nitriding of Ti6Al4V alloy and AISI M2 steel substrates using D.C. glow discharges under a triode configuration. **Surface and Coatings**

Technology, v. 200, n. 5–6, p. 1954–1961, nov. 2005.

BA, E. C. T. **ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DO AVANÇO E DA VELOCIDADE DE CORTE NO PROCESSO DE FURAÇÃO SOBRE OS PARÂMETROS DE ASSIMETRIA (RSK) E CURTOSE (RKU) NA CARACTERIZAÇÃO SUPERFICIAL UTILIZANDO BROCAS DE AÇO-RÁPIDO COM E SEM REVESTIMENTO DLC (DIAMOND-LIKE CARBON)**. Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais - CEFET-MG, 2022.

BAEK, J. . et al. Plasma carburizing process for the low distortion of automobile gears. **Surface and Coatings Technology**, v. 131, n. 1–3, p. 568–573, set. 2000.

BAI, M. et al. Mechanical and tribological properties of Si and W doped diamond like carbon (DLC) under dry reciprocating sliding conditions. **Wear**, v. 484–485, p. 204046, nov. 2021.

BASSO, R. L. O. et al. Effect of Carbon on the Compound Layer Properties of AISI H13 Tool Steel in Pulsed Plasma Nitrocarburizing. **Plasma Processes and Polymers**, v. 4, n. S1, p. S728–S731, abr. 2007.

BÉJAR, M. A.; VRANJICAN, N. On the life of an ion-nitrided HSS cutting tool. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 35, n. 1, p. 113–119, set. 1992.

BELL, T.; DONG, H.; SUN, Y. Realising the potential of duplex surface engineering. **Tribology International**, v. 31, n. 1–3, p. 127–137, jan. 1998.

BERG, J. C. **An Introduction to Interfaces and Colloids**. WORLD SCIENTIFIC, 2009.

BRUNATTO, S. F. **Nitreção por plasma de ferro sinterizado**. Universidade Federal de Santa Catarina, 1993.

CASIRAGHI, C.; FERRARI, A. C.; ROBERTSON, J. Raman spectroscopy of hydrogenated amorphous carbons. **Physical Review B**, v. 72, n. 8, p. 085401, ago. 2005.

ÇELIK, A. et al. The investigation of structural, mechanical and tribological properties of plasma nitrocarburized AISI 1020 steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 200, n. 5–6, p. 1926–1932, nov. 2005.

CEMIN, F. **FÍSICO-QUÍMICA DA ADESÃO DE FILMES DE DLC SOBRE AÇO AISI 4140 UTILIZANDO INTERCAMADAS CONTENDO SILÍCIO**. [s.l.] Universidade de Caxias do Sul, 2015.

CEMIN, F.; BOEIRA, C. D.; FIGUEROA, C. A. On the understanding of the silicon-containing adhesion interlayer in DLC deposited on steel. **Tribology International**, v. 94, p. 464–469, fev. 2016.

CHEN, D.; FENG, H.; LI, J. Graphene Oxide: Preparation, Functionalization, and

- Electrochemical Applications. **Chemical Reviews**, v. 112, n. 11, p. 6027–6053, nov. 2012.
- CONDE, F. F. et al. Dependence of Wear and Mechanical Behavior of Nitrocarburized/CrN/DLC Layer on Film Thickness. **Materials Research**, v. 22, n. 2, 2019.
- COSTA, E. DA S. et al. Nitretação e deposição por plasma em ferramentas de aço AISI M2 e D2 utilizadas na conformação e estampagem de pregos: um estudo de viabilidade. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 26, n. 1, p. 1-14, mar. 2021.
- COZZA, R. C. **Estudo do comportamento do coeficiente de desgaste e dos modos de desgaste abrasivo em ensaios de desgaste micro-abrasivo**. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, 2006.
- COZZA, R. C. Third abrasive wear mode: is it possible? **Journal of Materials Research and Technology**, v. 3, n. 2, p. 191–193, abr. 2014.
- COZZA, R. C.; TANAKA, D. K.; SOUZA, R. M. Friction coefficient and abrasive wear modes in ball-cratering tests conducted at constant normal force and constant pressure—Preliminary results. **Wear**, v. 267, n. 1–4, p. 61–70, jun. 2009.
- CRUZ, D. DA et al. Projeto , construção e comissionamento de um reator para tratamento de nitretação iônica a plasma em aço P20. **Rev. Bras. Apl. Vac.**, v. 37, n. 3, p. 102–113, 2018.
- DALIBON, E. L. et al. Wear resistance of nitrided and DLC coated PH stainless steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 255, p. 22–27, set. 2014.
- DALIBON, E. L. et al. Fretting wear resistance of DLC hard coatings deposited on nitrided martensitic stainless steel. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 8, n. 1, p. 259–266, jan. 2019.
- DALIBÓN, E. L. et al. Plasma Nitriding and DLC Coatings for Corrosion Protection of Precipitation Hardening Stainless Steel. **Advanced Engineering Materials**, v. 18, n. 5, p. 826–832, mai. 2016.
- DAMIN, K. V. S. **Tratamentos Termoquímicos sequenciais por plasma do aço AISI 1005**. Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), 2015.
- DANELON, M. R. et al. Estudo do efeito da nitretação iônica a plasma na resistência ao desgaste do aço SAE 1020 utilizado em matriz de conformação. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, v. 39, n. 2, p. 142, ago. 2020.
- DANELON, M. R. et al. Study of the influence of a gradient gas flow as an alternative to improve the adhesion of Diamond-Like Carbon film in the wear and corrosion resistance on the nitrided AISI 4340 steel. **Surfaces and Interfaces**, v. 36, p. 102352, fev. 2023.
- DAVIS, J. R. **Surface Engineering for Corrosion and Wear Resistance**. 1. ed. Ohio:2001.

DE CAMPOS, L. DE A. P. et al. Evaluation of Nitriding, Nitrocarburizing, Organosilicon Interlayer, Diamond-Like Carbon Film and Duplex Plasma Treatment in the Wear and Corrosion Resistance of AISI 4340 Steel. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 29, n. 12, p. 8107–8121, dez. 2020.

DEAN, A.; VOSS, D.; DRAGULJIĆ, D. **Design and Analysis of Experiments**. 2. ed. Cham: Springer International Publishing, 2017.

DIMLA, D. E.; LISTER, P. M. On-line metal cutting tool condition monitoring. **International Journal of Machine Tools and Manufacture**, v. 40, n. 5, p. 739–768, abr. 2000.

DONG, M. et al. Structure and tribocorrosion properties of duplex treatment coatings of TiSiCN/nitride on Ti6Al4V alloy. **Ceramics International**, v. 45, n. 9, p. 12461–12468, jun. 2019.

DONNET, C.; GRILL, A. Friction control of diamond-like carbon coatings. **Surface and Coatings Technology**, v. 94–95, p. 456–462, out. 1997.

DOS SANTOS, G. R. **Caracterização de Filme DLC e Avaliação dos Esforços de Usinagem em Insertos Revestidos no Torneamento de Ligas Al-Si**. Pontifícia Universidade Católica do Paraná, 2006.

DOS SANTOS, G. R. et al. Characterization of DLC thin film and evaluation of machining forces using coated inserts in turning of Al–Si alloys. **Surface and Coatings Technology**, v. 202, n. 4–7, p. 1029–1033, dez. 2007.

DUMAN, K.; KARABEYOĞLU, S. S.; YAMAN, P. Effect of nitriding conditions and operation temperatures on dry sliding wear properties of the aluminum extrusion die steel in the industry. **Materials Today Communications**, v. 31, p. 103628, jun. 2022.

EBRAHIMI, M.; MAHBOUBI, F.; NAIMI-JAMAL, M. R. Wear behavior of DLC film on plasma nitrocarburized AISI 4140 steel by pulsed DC PACVD: Effect of nitrocarburizing temperature. **Diamond and Related Materials**, v. 52, p. 32–37, fev. 2015.

ERDEMIR, A.; ERYILMAZ, O. L.; KIM, S. H. Effect of tribochemistry on lubricity of DLC films in hydrogen. **Surface and Coatings Technology**, v. 257, p. 241–246, out. 2014.

FAYED, S. M. et al. Effect of Bias Voltage on Characteristics of Multilayer Si-DLC Film Coated on AA6061 Aluminum Alloy. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 30, n. 1, p. 743–759, 5 jan. 2021.

FENG, X. et al. Corrosion behavior of W-DLC and DLC films deposited on plasma nitrided CF170 steel in H₂SO₄ solution. **Vacuum**, v. 204, p. 111385, out. 2022.

FERRARESI, D. **Fundamentos da Usinagem dos Metais**. 1^a ed. Blucher, 1970.

FERRARI, A. C.; ROBERTSON, J. Raman spectroscopy of amorphous, nanostructured, diamond-like carbon, and nanodiamond. **Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences**, v. 362, n. 1824, p. 2477–2512, nov. 2004.

FOLLE, L. F.; SCHAEFFER, L. Avaliação das condições tribológicas em estampagem de chapas através do ensaio de dobramento sob tensão. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 22, n. 2, p. 1–15, 2017.

FONTES, M. A. et al. Morphology of the DIN 100Cr6 Case Hardened Steel after Plasma Nitrocarburizing Process. **Materials Research**, v. 22, n. 3, p. 1–6, abr. 2019.

FRANCESCHINI, D. F. Plasma-deposited a-C(N): H films. **Brazilian Journal of Physics**, v. 30, n. 3, p. 517–526, set. 2000.

FRANCESCHINI, D. F.; FREIRE, F. L.; SILVA, S. R. P. Influence of precursor gases on the structure of plasma deposited amorphous hydrogenated carbon–nitrogen films. **Applied Physics Letters**, v. 68, n. 19, p. 2645–2647, mai. 1996.

GILL, S. S. et al. Effect of Cryogenic Treatment on AISI M2 High Speed Steel: Metallurgical and Mechanical Characterization. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 21, n. 7, p. 1320–1326, jul. 2012.

GONZALEZ-CARMONA, J. M. et al. Plasma-assisted nitriding of M2 tool steel: An experimental and theoretical approach. out. 2018.

GRILL, A. Diamond-like carbon: state of the art. **Diamond and Related Materials**, v. 8, n. 2–5, p. 428–434, mar. 1999.

HANDBOOK, A. S. M. **Properties and Selection: Irons, Steels, and High- Performance Alloys v I**. 10. ed. Ohio.

HARHOUT, R. et al. Predictive modelling and optimisation of surface roughness in turning of AISI 1050 steel using polynomial regression. **Manufacturing Technology**, v. 20, n. 5, p. 591–602, dez. 2020.

HEYDARZADEH SOHI, M. et al. Effect of plasma nitrocarburizing temperature on the wear behavior of AISI 4140 steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 205, p. S84–S89, dez. 2010.

HOLMBERG, K.; MATTHEWS, A. **Coatings Tribology: Properties, Mechanisms, Techniques and Applications in Surface Engineering**. 2. ed. Elsevier, 2009.

HORVÁTH, R.; CZIFRA, Á.; DRÉGELYI-KISS, Á. Effect of conventional and non-conventional tool geometries to skewness and kurtosis of surface roughness in case of fine

turning of aluminium alloys with diamond tools. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 78, n. 1–4, p. 297–304, abr. 2015.

IMAI, T. et al. Hydrogen-free fluorinated DLC films with high hardness prepared by using T-shape filtered arc deposition system. **Vacuum**, v. 167, p. 536–541, set. 2019.

JESUS, E. R. B. **OBTENÇÃO, USINAGEM E DESGASTE DE MATERIAIS COMPÓSITOS DE MATRIZ METÁLICA PROCESSADOS VIA METALURGIA DO PÓ**. Universidade de São Paulo, 1998.

KOLAWOLE, F. O. et al. FAILURE OF DIAMOND-LIKE CARBON (DLC) COATINGS IN AUTOMOBILE ENGINES – A REVIEW. **Proceedings on Engineering Sciences**, v. 1, n. 1, p. 171–180, mai. 2019.

KOLAWOLE, F. O. et al. Diamond-Like Carbon (DLC) Coatings for Automobile Applications. In: **Engineering Applications of Diamond**. IntechOpen, 2021.

KÖLBEL, J. **Die Nitridschichtbildung bei der Glimmnitrierung**. 1. ed. Wiesbaden: VS Verlag für Sozialwissenschaften, 1965.

KOVACI, H. et al. Influence of plasma nitriding treatment on the adhesion of DLC films deposited on AISI 4140 steel by PVD magnetron sputtering. **Journal of Adhesion Science and Technology**, v. 31, n. 18, p. 2015–2027, set. 2017.

KOVACI, H. et al. Corrosion and tribocorrosion properties of duplex surface treatments consisting of plasma nitriding and DLC coating. **Tribology International**, v. 156, p. 106823, abr. 2021.

KUSANO, Y.; HUTCHINGS, I. M. Sources of variability in the free-ball micro-scale abrasion test. **Wear**, v. 258, n. 1–4, p. 313–317, jan. 2005.

LAKSHMI SANKAR, S. et al. Tribological analysis of plasma nitrided SS310 steel material for different process parameters. **Materials Today: Proceedings**, v. 44, p. 3678-3685, dez. 2020.

LAMPE, T.; EISENBERG, S.; LAUDIEN, G. Compound Layer Formation During Plasma Nitriding and Plasma Nitrocarburising. **Surface Engineering**, v. 9, n. 1, p. 69–76, jan. 1993.

LÖFFLER, F. H. W. Systematic approach to improve the performance of PVD coatings for tool applications. **Surface and Coatings Technology**, v. 68–69, p. 729–740, dez. 1994.

MANFRINATO, M. D. **“Influência da nitretação a plasma no comportamento em fadiga dos aços inoxidáveis austeníticos AISI-SAE 304 e 316”**. São Carlos: Universidade de São Paulo, ago. 2006.

MANFRINATO, M. D. et al. Scratch testing of plasma nitrided and nitrocarburized AISI 321

steel: Influence of the treatment temperature. **Materials Letters**, v. 317, p. 132083, jun. 2022.

MARTINS, P. S. **Análise dos Sistemas de Fixação Hidráulico e Térmico de Broca de Metal Duro em Furação do Cabeçote do Motor Fire**. Pontífica Universidade Católica de Minas Gerais - PUC MG, 2008.

MARTINS, P. S. **ESTUDO DA FURAÇÃO EM ALTAS VELOCIDADES DE CORTE EM LIGAS DE Al-Si UTILIZANDO BROCAS DE AÇO RÁPIDO E METAL DURO SEM E COM REVESTIMENTO DE DLC (DIAMOND LIKE CARBON)**. Pontífica Universidade Católica de Minas Gerais - PUC MG, 2016.

MARTINS, P. S. et al. Study on roughness and form errors linked with tool wear in the drilling process of an Al-Si alloy under high cutting speed using coated diamond-like carbon high-speed steel drill bits. **Journal of Manufacturing Processes**, v. 62, p. 711–719, fev. 2021.

MARTINS, P. S. et al. Study on the Tribological Behavior of Wear and Friction Coefficient on AISI M35 High-Speed Steel with and without DLC Coating. **Materials Research**, v. 25, p. 1-17, nov. 2022a.

MARTINS, P. S. et al. Tribological aspects of the Diamond-like carbon film applied to different surfaces of AISI M2 steel. **Wear**, v. 506–507, p. 204469, out. 2022b.

MERGLER, Y. J.; HUIS IN 'T VELD, A. J. Micro-abrasive wear of semi-crystalline polymers. v. 41, p. 165–173, out. 2003.

MORENO-BARCENAS, A. et al. Diamond-Like Carbon Coatings on Plasma Nitrided M2 Steel: effect of deposition parameters on adhesion properties. **Surface and Coatings Technology**, v. 374, p. 327–337, out. 2018.

MORENO-BÁRCENAS, A. et al. Synergistic effect of plasma nitriding and bias voltage on the adhesion of diamond-like carbon coatings on M2 steel by PECVD. **Surface and Coatings Technology**, v. 374, p. 327–337, set. 2019.

NAEEM, M. et al. Enhanced wear and corrosion resistance of AISI-304 steel by duplex cathodic cage plasma treatment. **Surface and Coatings Technology**, v. 375, p. 34–45, out. 2019.

NAVARRO-DEVIA, J. H. et al. Hafnium and vanadium nitride multilayer coatings [HfN/VN]_n deposited onto HSS cutting tools for dry turning of a low carbon steel: a tribological compatibility case study. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 101, n. 5–8, p. 2065–2081, abr. 2019.

NEUBAUER, F.; MERKLEIN, M. Tribological and Thermal Investigation of Modified Hot Stamping Tools. **Tribology in Industry**, v. 41, n. 1, p. 76–89, mar. 2019.

OPRIME, P. C.; PUREZA, V. M. M.; OLIVEIRA, S. C. DE. Sequenciamento sistemático de experimentos fatoriais como alternativa à ordem aleatória. **Gestão & Produção**, v. 24, n. 1, p. 108–122, fev. 2017.

PAULA, R. G. et al. AVALIAÇÃO TRIBOLÓGICA DE UM FILME DIAMOND LIKE CARBON. In: **Desvendando a Engenharia: sua abrangência e multidisciplinaridade - Volume 2**. [s.l.] Editora Científica Digital, 2021. p. 120–136.

ROBERTSON, J. Diamond-like amorphous carbon. **Materials Science and Engineering: R: Reports**, v. 37, n. 4–6, p. 129–281, maio 2002.

ROCHA, A. DA S. **Influência do estado superficial prévio na nitretação a plasma do aço AISI M2**. [s.l.] Universidade Federal do Rio Grande do Sul - UFRGS, 2000.

RUTHERFORD, K. L.; HUTCHINGS, I. M. A micro-abrasive wear test, with particular application to coated systems. **Surface and Coatings Technology**, v. 79, n. 1–3, p. 231–239, fev. 1996.

SAFARI, R.; SOHBATZADEH, F.; MOHSENPOUR, T. Optical and electrical properties of N-DLC films deposited by atmospheric pressure DBD plasma: Effect of deposition time. **Surfaces and Interfaces**, v. 21, p. 100795, dez. 2020.

SANTOS, S. C.; SALES, W. F. **Aspectos Tribológicos Da Usinagem Dos Materiais**. 1^a ed. Artliber, 2007.

SERRA, P. C. et al. Estudo de nitretação a plasma e tratamento duplex em brocas de aço rápido. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 25, n. 2, jul. 2020.

SHARIFAHMADIAN, O.; MAHBOUBI, F.; YAZDANI, S. Comparison between corrosion behaviour of DLC and N-DLC coatings deposited by DC-pulsed PACVD technique. **Diamond and Related Materials**, v. 95, p. 60–70, mai. 2019.

SILVA, A. L. V. DA C.; MEI, P. R. **Aços e ligas especiais**. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2006.

SILVA, G. F. DA. **ESTUDOS DOS MECANISMOS QUE PROMOVEM A ADERÊNCIA DE DLC NA SUPERFÍCIE DE COBRE**. Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE, 2013.

SILVA, H. R. T. **Estudo do processo de nitrocementação por plasma**. Universidade do Estado de Santa Catarina - UDESC, 2003.

SKONIESKI, A. F. O. **Desenvolvimento de superfícies com filmes de “Diamond-Like Carbon” com adesão melhorada e baixo coeficiente de atrito aplicáveis em conformação mecânica**. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2013.

SOMERS, M. A. J. Development of Compound Layer and Diffusion Zone during Nitriding and Nitrocarburizing of Iron and Steels. In: **Comprehensive Materials Processing**. Elsevier, 2014. p. 413–437.

SPALVINS, T. **Plasma Assisted Surface Coating/Modification Processes: An Emerging Technology**. First International Ion Nitriding Conference Consponsored by the American Society of Metals. **Anais...**Cleveland: National Aeronautics and Space Administration, 1986

TALIBOUYA BA, E. C.; MARTINS, P. S.; DUMONT, M. R. Statistical study of surface texture and chip formation during turning of AISI 1020 steel: Emphasis on parameters R_{sk} , R_{ku} , and R_k family and on the chip thickness ratio. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 121, n. 11–12, p. 8257–8283, ago. 2022.

TÉCNICAS, A. B. D. N. **NBR 6571: Processos Mecânicos de Usinagem**. Rio de Janeiro, 1971.

TIER, M. A. D. **Avaliação da resistência ao desgaste do aço AISI M2 nitretado a plasma**. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1998.

TRENT, E.; WRIGHT, P. **Metal Cutting**. 4^a ed. Elsevier, 2000.

TSCHIPTSCHIN, A. P. Duplex Coatings. In: **Encyclopedia of Tribology**. Boston, MA: Springer US, 2013. p. 794–800.

ȚUCUREANU, V.; MATEI, A.; AVRAM, A. M. FTIR Spectroscopy for Carbon Family Study. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, v. 46, n. 6, p. 502–520, nov. 2016.

VAN LANDEGHEM, H. P.; GOUNÉ, M.; REDJAÏMIA, A. Nitride precipitation in compositionally heterogeneous alloys: Nucleation, growth and coarsening during nitriding. **Journal of Crystal Growth**, v. 341, n. 1, p. 53–60, fev. 2012.

VIDAKIS, N.; ANTONIADIS, A.; BILALIS, N. The VDI 3198 indentation test evaluation of a reliable qualitative control for layered compounds. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 143–144, p. 481–485, dez. 2003.

WANG, X. et al. High temperature tribology behavior of silicon and nitrogen doped hydrogenated diamond-like carbon (DLC) coatings. **Tribology International**, v. 175, p. 107845, nov. 2022.

WU, W.-J.; HON, M.-H. Thermal stability of diamond-like carbon films with added silicon. **Surface and Coatings Technology**, v. 111, n. 2–3, p. 134–140, jan. 1999.

YAŞAR, N. Thrust force modelling and surface roughness optimization in drilling of AA-7075: FEM and GRA. **Journal of Mechanical Science and Technology**, v. 33, n. 10, p. 4771–4781, out. 2019.

ZAGONEL, L. F. et al. Influence of the process temperature on the steel microstructure and hardening in pulsed plasma nitriding. **Surface and Coatings Technology**, v. 201, n. 1–2, p. 452–457, set. 2006.

ZHANG, D. et al. In situ imaging based thermo-mechanical analysis of built-up edge in cutting process. **Journal of Manufacturing Processes**, v. 71, p. 450–460, nov. 2021.

ZHAO, Y. et al. The role of cermet interlayer on tribological behaviors of DLC/Cr₃C₂–NiCr duplex coating from the perspective of carbonaceous transfer film formation. **Ceramics International**, ago. 2022a.

ZHAO, Y. et al. Effect of the bias-graded increment on the tribological and electrochemical corrosion properties of DLC films. **Diamond and Related Materials**, v. 130, p. 109421, dez. 2022b.