

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO  
CENTRO TECNOLÓGICO  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA  
PROJETO DE GRADUAÇÃO**

**FELIPE COSTA NOVO MALHEIROS**

**MICRO-ABRASÃO EM DLC DEPOSITADO EM BORRACHA**

**VITÓRIA  
2013**

**FELIPE COSTA NOVO MALHEIROS**

**MICRO-ABRASÃO EM DLC DEPOSITADO EM BORRACHA**

Projeto de graduação apresentado ao Departamento de Engenharia Mecânica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do grau de Engenheiro Mecânico.

Orientador: Cherlio Scandian

VITÓRIA

2013

C.N. MALHEIROS, Felipe;

[Micro-abrasão em DLC depositado em borracha – Felipe Costa Novo Malheiros - 2013.

[Quantidade de páginas] 69f.

Orientador: Cherlio Scandian

Trabalho de Conclusão de Curso – Universidade Federal do Espírito Santo, Centro Tecnológico, Departamento de Engenharia Mecânica.

1. micro-abrasão. 2. DLC. 3. Revestimento. 4. Métodos de deposição. 5. Desgaste. 6. Ball-cratering. I. Felipe Costa Novo Malheiros. Universidade Federal Do Espírito Santo, Centro Tecnológico, Departamento de Engenharia Mecânica. II. Micro-abrasão em DLC depositado na borracha.

**FELIPE COSTA NOVO MALHEIROS**

**MICRO-ABRASÃO EM ELASTOMERO COM REVESTIMENTO DLC**

Projeto de graduação apresentado ao Departamento de Engenharia Mecânica do Centro Tecnológico da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do grau de Engenheiro Mecânico.

Aprovado em 22 de abril de 2013.

**COMISSÃO EXAMINADORA:**

---

Dr. CHERLIO SCANDIAN  
UFES  
Orientador

---

Dr. MARCELO CAMARGO  
UFES  
Examinador

---

Dr. DANTE FRANCESCHINI  
UFF  
Examinador

Ao meu orientador pela oportunidade.

A minha família pelo apoio.

Aos meus amigos da tribologia pela  
ajuda.

## RESUMO

Neste trabalho é realizado o ensaio de microabrasão em DLC depositado na borracha. O método de deposição utilizado foi o RF-PECVD. A espessura do revestimento variou conforme o tempo de deposição. Foram ensaiados amostras com três diferentes espessuras de DLC (125, 250 e 375 nm) na intenção de avaliar o coeficiente de desgaste abrasivo de cada amostra.

**Palavras-Chave:** 1. micro-abrasão. 2. DLC. 3. Revestimento. 4. Métodos de deposição. 5. Desgaste. 6. Ball-cratering

## ABSTRACT

This work is done in the test microabrasion DLC deposited on the rubber. The deposition method used was the RF-PECVD. The coating thickness varied depending on the deposition time. Samples were tested with three different thicknesses of DLC (125, 250 and 375 nm) in an attempt to assess the abrasive wear coefficient of each sample

**Keywords:** 1. micro-abrasion. 2. DLC. 3. Coating. 4. Methods of deposition. 5. Wear. 6. Ball-cratering

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Fluxograma tribológico .....	13
Figura 2 - Diagrama dos processos de desgaste em função do elemento interfacial e do tipo de movimento das interfaces. ....	14
Figura 3 - modos de desgaste .....	14
Figura 4 - modos de desgaste .....	15
Figura 5 - Micrimecanismos de desgaste .....	16
Figura 6 - Fluxograma dos micromecanismos de desgaste .....	16
Figura 7 - mecanismos tribológicos de desgaste para superfícies revestidas .....	17
Figura 8 - fratura de um revestimento duro depositado em um substrato macio ....	18
Figura 9 - estrutura cristalina do diamante (a) e do grafite (b). ....	19
Figura 10 - diagrama de fase ternário para carbonos amorfos .....	20
Figura 11 - etapas do processo CVD.....	23
Figura 12 – etapas do processo RF-PECVD .....	25
Figura 13 - Diagrama esquemático mostrando (a) o equipamento de micro-abrasão (b) e detalhes na interface AMOSTRA/LAMA/ESFERA .....	26
Figura 14 - Diferentes sistemas de ensaio: (a) esfera de eixo livre (b) esfera de duplo eixo livre (c) esfera fixa .....	27
Figura 15 - Marca do diâmetro da cratera de desgaste característica do ensaio de microabrasão.....	28
Figura 16 - Imagem obtida do microscópio de varredura eletrônica (MEV) da amostra DLC-375 após 500 revoluções. ....	28
Figura 17 - Variação do coeficiente de desgaste abrasivo do aço inoxidável superduplex UNS S32750 .....	29
Figura 18 - microabrasão em uma liga TA6V revestida com alumínio (a) micrografia; (b) perfilometria da secção de cratera. ....	30
Figura 19 - layout da realização dos ensaios nas amostras DLC-125 e DLC-375 ..	32
Figura 20 - layout da realização dos ensaios nas amostras DLC-250.....	32
Figura 21- Layout das amostras DLC-375S e S-REVESTIMENTO com número maior de revoluções .....	34
Figura 22 - Rugosidade da superfície da amostra S-REVESTIMENTO .....	35
Figura 23 - Modelagem 3D da amostra S-REVESTIMENTO .....	35

Figura 24 - Rugosidade da superfície da amostra DLC-375S .....	36
Figura 25 - Modelagem 3D da amostra DLC-375S .....	36
Figura 26 - Verificação da conformidade entre o contra-corpo e a cratera desgastada.....	37
Figura 27 - Superfície da amostra S-REVESTIMENTO sem nenhum desgaste, imagem do microscópio óptico .....	38
Figura 28 - Superfície da amostra DLC-250 sem nenhum desgaste, imagem do microscópio óptico .....	39
Figura 29 - ampliação da figura 28 .....	39
Figura 30 - Variação do coeficiente de desgaste (k) em função do número de voltas da amostra DLC-125.....	40
Figura 31 - Variação do coeficiente de desgaste (k) em função do número de voltas da amostra DLC-250.....	42
Figura 32 - Variação do coeficiente de desgaste (k) em função do número de voltas da amostra DLC-375.....	45
Figura 33 - - Variação do coeficiente de desgaste (k) em função do número de voltas da amostra DLC-375S.....	47
Figura 34 - - Variação do coeficiente de desgaste (k) em função do número de voltas da amostra S-REVESTIMENTO.....	48
Figura 35 - Comparação dos valores de k para as diferentes amostras.....	52
Figura 36 - Comparação de k das amostras DLC-375S e S-REVESTIMENTO .....	54
Figura 37 - Volume perdido da amostra DLC-375S após 600 revoluções.....	56
Figura 38 - Volume perdido da amostra S-REVESTIMENTO após 600 revoluções	57

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades de diferentes fases do carbono .....	21
Tabela 2 - Dureza e tensão interna de filmes a-C(N):H .....	22
Tabela 3 - nomenclatura das amostras em relação à espessura do revestimento ..	31
Tabela 4 - composição química (% em peso) do contra-corpo (esfera aço-cromo 52100) .....	31
Tabela 5 - Parâmetros do ensaio de microabrasão .....	33
Tabela 6 - cratera de desgaste proveniente do ensaio de microabrasão da amostra DLC-125, microscópio ótico.....	41
Tabela 7 - cratera de desgaste proveniente do ensaio de microabrasão da amostra DLC-250, microscópio ótico.....	43
Tabela 8 - cratera de desgaste proveniente do ensaio de microabrasão da amostra DLC-375, microscópio ótico.....	46
Tabela 9 - Comparação das amostras DLC-375S e S-REVESTIMENTO no microscópio óptico .....	49
Tabela 10 - Comparação do desgaste nas amostras DLC-375 e DLC-125 em função do número de voltas .....	53
Tabela 11 - Cratera de desgaste da amostra DLC-375S, imagens do microscópio de varredura eletrônica MEV. ....	55



## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>12</b>
<b>2 REVISÃO BIBLIOGRAFICA .....</b>	<b>13</b>
<b>2.1 TRIBOLOGIA .....</b>	<b>13</b>
<b>2.1.1 DESGASTE .....</b>	<b>14</b>
<b>2.1.2 ABRASÃO .....</b>	<b>15</b>
<b>2.1.3 MICROMECANISMOS DE DESGASTE .....</b>	<b>16</b>
<b>2.2 REVESTIMENTO .....</b>	<b>17</b>
<b>2.2.1 FRATURA DO REVESTIMENTO .....</b>	<b>17</b>
<b>2.2.2 FRATURA DAS ASPEREZAS .....</b>	<b>18</b>
<b>2.2.3 DESGASTE ABRASIVO .....</b>	<b>18</b>
<b>2.3 CARBONO TIPO DIAMANTE (DLC) .....</b>	<b>19</b>
<b>2.3.1 CARBONO AMORFO HIDROGENADO – a-C(H) .....</b>	<b>21</b>
<b>2.3.2 DUREZA E TENSÃO EM FILMES DLC .....</b>	<b>21</b>
<b>2.4 MÉTODO DE DEPOSIÇÃO DO FILME .....</b>	<b>22</b>
<b>2.4.1 DEPOSIÇÃO DE CARBONO PURO .....</b>	<b>23</b>
<b>2.4.2 CVD (DEPOSIÇÃO QUÍMICA DE VAPOR) .....</b>	<b>23</b>
<b>2.4.3 PECVD (DEPOSIÇÃO QUÍMICA DE VAPOR ASSISTIDA POR PLASMA) .....</b>	<b>24</b>
<b>2.5 MICRO-ABRASÃO .....</b>	<b>25</b>
<b>2.5.1 VALIDAÇÃO DOS ENSAIOS .....</b>	<b>27</b>
<b>2.5.2 AMPLIAÇÃO DA LEI DE ARCHAD PARA SISTEMAS SUBSTRATO/REVESTIMENTO .....</b>	<b>29</b>
<b>3 MATERIAIS E EXPERIMENTOS .....</b>	<b>31</b>
<b>4 RESULTADOS .....</b>	<b>38</b>
<b>4.1 AMOSTRA DLC-125 .....</b>	<b>40</b>
<b>4.2 AMOSTRA DLC-250 .....</b>	<b>42</b>
<b>4.3 AMOSTRA DLC-375 .....</b>	<b>45</b>
<b>4.4 AMOSTRA DLC-375S .....</b>	<b>47</b>
<b>4.5 AMOSTRA S-REVESTIMENTO .....</b>	<b>48</b>

<b>5 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS.....</b>	<b>51</b>
5.1 COMPARANDO AMOSTRAS DE BAIXO NÚMERO DE VOLTAS .....	51
5.2 COMPARANDO AMOSTRAS ACIMA DE 200 VOLTAS .....	53
5.3 RECURSOS ADICIONAIS .....	56
5.4 DIFICULDADES ENCONTRADAS E OBSERVAÇÕES .....	57
<b>6 CONCLUSÃO .....</b>	<b>59</b>
<b>7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>60</b>

## 1 INTRODUÇÃO

A ideia de se aplicar um filme duro em materiais elastoméricos foi considerada em um primeiro instante equivocado, pois não se encontra lógica em aplicar um filme fino e duro sobre um substrato deformável.

Uma vez provado ser possível, existe um vasto campo de aplicações para componentes elastoméricos revestidos.

Filmes DLC é uma solução ideal como protetor para muitas aplicações de revestimento, devido à combinação das propriedades de dureza, inércia química, baixo coeficiente de atrito e baixa taxa de desgaste.

Sua composição química, que é principalmente constituída por C e H, sugere uma boa compatibilidade com materiais de borracha.

Vedantes de borracha são amplamente e comumente utilizados em muitos campos técnicos e tem a principal intenção de evitar fuga do lubrificante e a entrada de sujeiras.

No entanto, sob operações dinâmicas, vedações de borracha sofrem desgaste severo, o que provoca elevada fricção, conduzindo a uma falha final do equipamento.

O objeto de estudo deste trabalho, elastômero com fino revestimento de DLC, se aplica a elementos selantes em compressores de refrigeração.

Por isso, um revestimento de proteção com bom desempenho tribológico é de muito interesse no que tange a economia de energia e proteção do meio ambiente.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRAFICA

### 2.1 TRIBOLOGIA

A palavra tribologia é derivada das palavras gregas *tribo* que significa esfregar e *logos* que significa estudo. Assim definimos tribologia como a ciência que estuda os processos que ocasionam a perda de material devido ao contato dinâmico entre duas superfícies.

Nesta ciência são estudados os processos de fricção, desgaste e lubrificação.

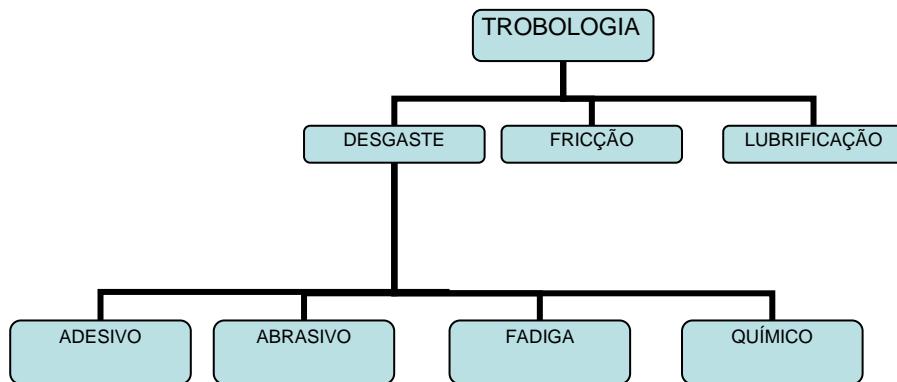


Figura 1 - Fluxograma tribológico

### 2.1.1 DESGASTE

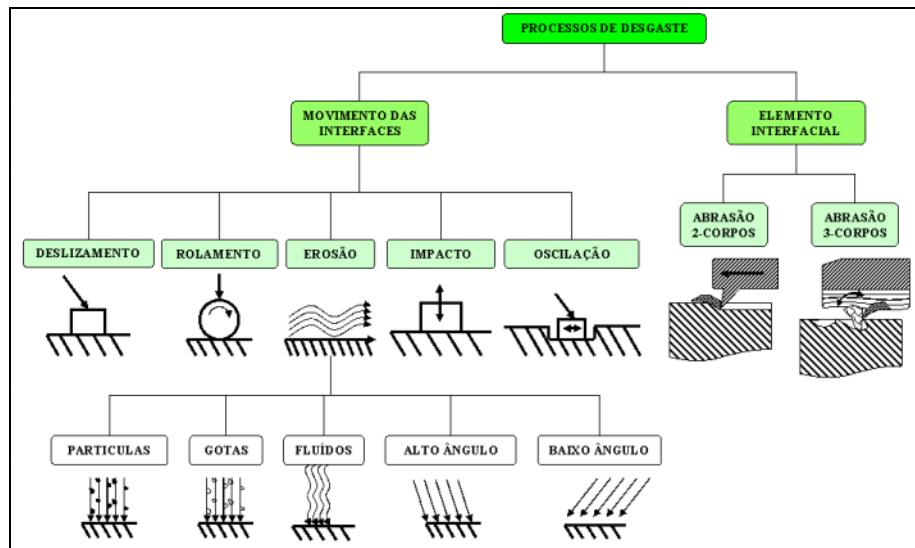


Figura 2 - Diagrama dos processos de desgaste em função do elemento interfacial e do tipo de movimento das interfaces.

Desgaste é a remoção de material de uma superfície sólida, que foi consequência de uma superfície movendo-se sobre a outra.

Dividiremos o desgaste em quatro tipos básicos:

- Adesão
- Abrasão
- Fadiga
- Químico

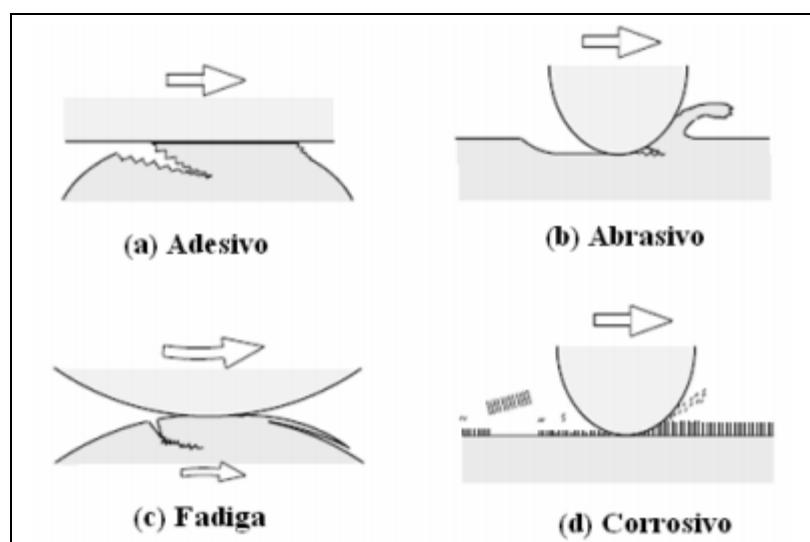


Figura 3 - modos de desgaste

## 2.1.2 ABRASÃO

Abrasão ocorre em sistemas tribológicos em que uma superfície é mais dura que a outra, ou quando partículas duras são introduzidas no contato.

A interação entre as superfícies pode provocar uma deformação plástica da superfície mais macia, devido às asperezas do contato.

Quando a superfície mais dura move-se tangencialmente, sulcamento e remoção do material mais macio ocorrem com formação de sulcos e riscos na superfície resultante.

Dependendo da geometria e do grau de penetração da superfície mais dura, o mecanismo de desgaste abrasivo pode ser dividido em dois corpos ou três corpos.

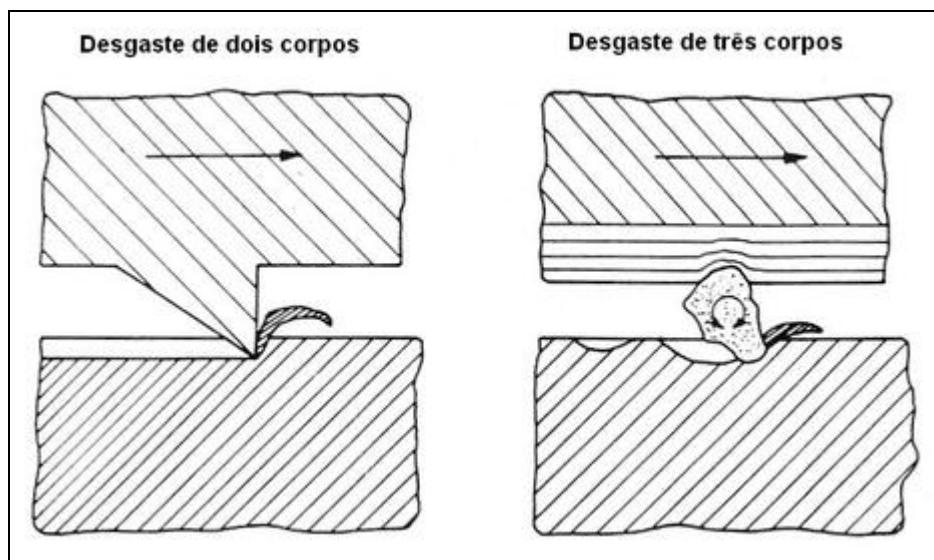


Figura 4 - modos de desgaste

O efeito da deformação de asperezas é devido à rugosidade e ondulações das superfícies em contato.

### 2.1.3 MICROMECANISMOS DE DESGASTE

Os micromecanismos de desgaste podem ocorrer por deformação plástica (materiais dúcteis) e por fratura frágil (materiais frágeis).

Em materiais dúcteis, que geralmente apresenta desgaste caracterizado por deformação plástica, os micromecanismos são microsulcamento, formação de proa e microcorte.

Quando o desgaste é caracterizado por fratura frágil o seu micromecanismo será o microtrincamento.

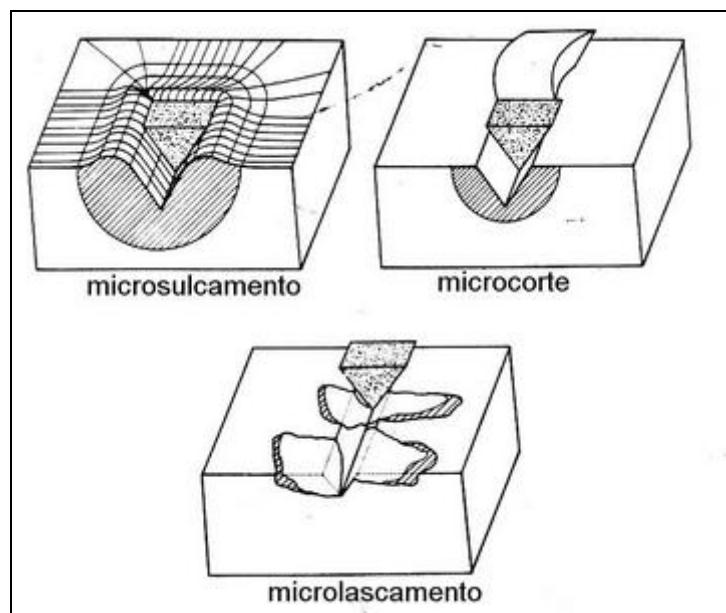


Figura 5 - Micromecanismos de desgaste

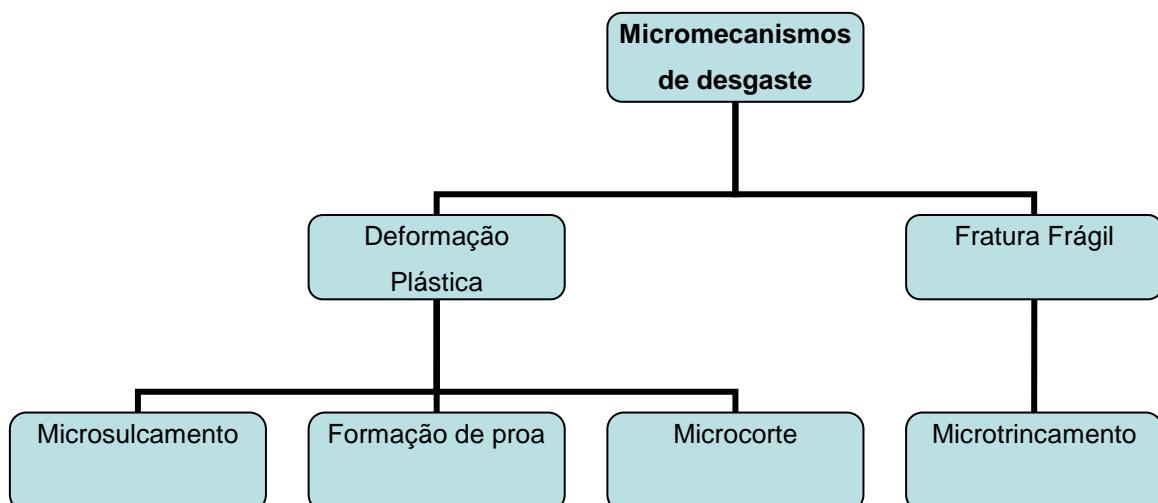


Figura 6 - Fluxograma dos micromecanismos de desgaste

## 2.2 REVESTIMENTO

Algumas das principais funcionalidades dos revestimentos são tanto na proteção contra corrosão como no controle da fricção e desgaste.

As principais variáveis em sistemas tribológicos revestidos são:

- Relação de dureza entre revestimento e substrato
- Espessura do revestimento
- Rugosidade superficial
- Partículas formadas no contato

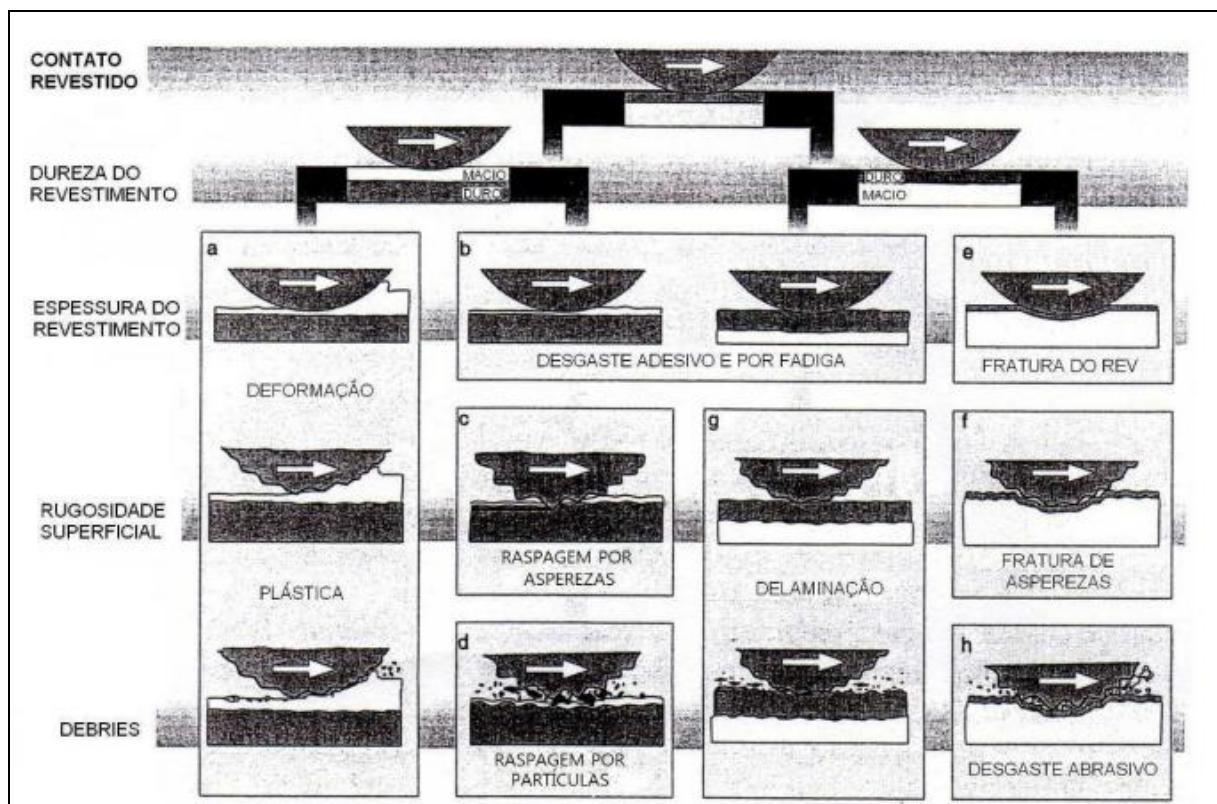


Figura 7 - mecanismos tribológicos de desgaste para superfícies revestidas

### 2.2.1 FRATURA DO REVESTIMENTO

O uso de filmes finos e duros é geralmente uma solução bastante favorável do ponto de vista de desgaste, mas se o substrato não for duro o suficiente para suportar a carga, ocorrerá à deformação plástica ou elástica do substrato.

Se a tensão gerada no revestimento ou na interface entre revestimento e substrato for maior que a tensão de ruptura do filme, ocorrerá a nucleação e propagação de trincas.

Quanto mais duro o substrato, maior a carga que o revestimento poderá suportar sem falha por fratura devido ao aumento da resistência a flexão.

Substrato macio, trincas ocorrerão na área de contato e nas regiões deformadas em seu entorno.

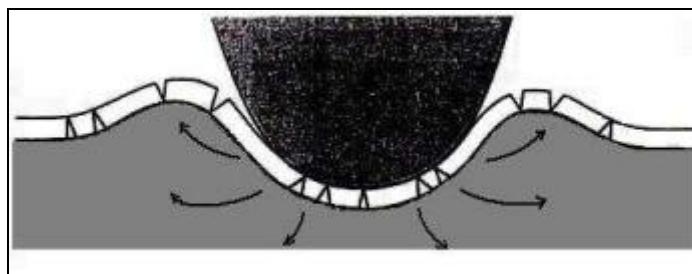


Figura 8 - fratura de um revestimento duro depositado em um substrato macio

## 2.2.2 FRATURA DAS ASPEREZAS

No contato entre um filme duro e um corpo duro deslizando, ambas com alta rugosidade superficial, existe uma forte tendência ao entravamento das superfícies. Alto desgaste no início do deslizamento com posterior aplainamento das superfícies. Os debríis de alta dureza podem afetar consideravelmente o desgaste ao continuar o deslizamento.

## 2.2.3 DESGASTE ABRASIVO

O desgaste abrasivo é típico de escorregamento de um corpo deslizante duro e áspero, com a presença de partículas duras e maiores que a magnitude da rugosidade superficial.

As partículas presas entre as duas superfícies deslizantes têm efeito de riscamento ou endentação em ambas e ainda, como suportam parte da carga aplicada, causam pontos concentradores de tensão em ambas as superfícies.

Esta concentração de tensão pode causar a nucleação de trincas no revestimento.

### 2.3 CARBONO TIPO DIAMANTE (DLC)

O carbono apresenta diversas estruturas cristalinas, as mais conhecidas são o diamante e o grafite.

Na estrutura do diamante cada átomo está unido a outros quatro átomos de carbono, encontrando-se os quatro elétrons em orbitais  $sp^3$ , apresentando uma estrutura cúbica de face centrada (CFC).

No grafite, os átomos de carbono estão arranjados de tal modo que constituem camadas. Em uma camada, cada carbono está ligado a três outros e disposto nos vértices de uma rede de hexágonos regulares, com elétrons em orbitais  $sp^2$ . Esses arranjos estão presos entre si por forças fracas de Van Der Waals.

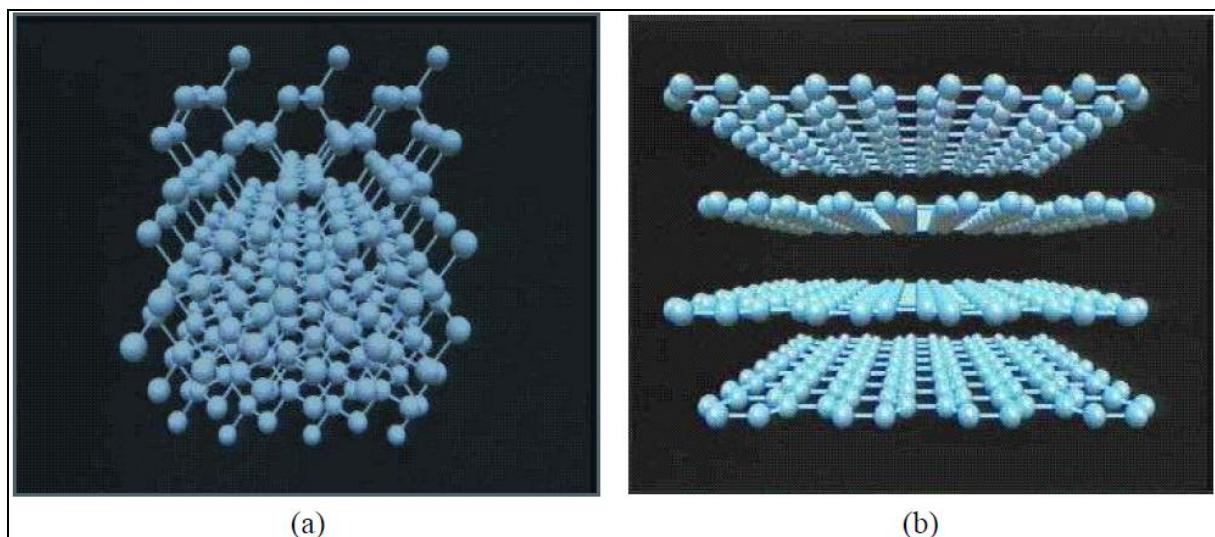


Figura 9 - estrutura cristalina do diamante (a) e do grafite (b).

O DLC tem atraído grande interesse tanto de pesquisadores quanto no ambiente industrial e tecnológico devido a importantes propriedades conferidas por ele quando usado em revestimentos, como alta dureza, baixo coeficiente de atrito, resistência ao desgaste e à corrosão, natureza biocompatível, inércia química, transparência óptica, resistividade elétrica e condutividade térmica elevada.

Definiremos DLC como uma forma metaestável de carbono amorfo, contendo significante fração de ligações  $sp^3$ , puro ou misturado com hidrogênio, que possui propriedades semelhantes a do diamante.

Os filmes DLC contém uma mistura de átomos de carbono coordenados  $sp^3$  e  $sp^2$ , em uma rede desordenada, podendo ainda fazer ligações com H.

A figura 8 apresenta um diagrama de fase ternário para carbonos amorfos em função das quantidades relativas de átomos coordenados  $sp^3$ ,  $sp^2$  e presença de H.

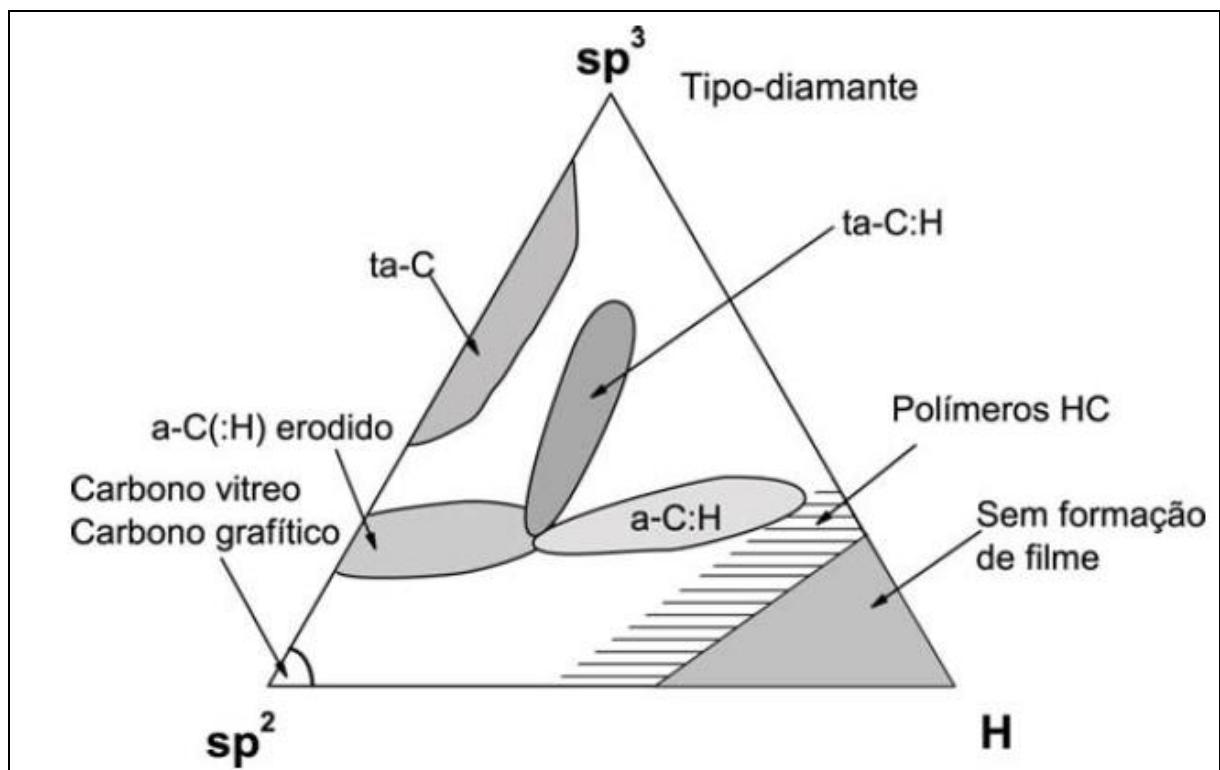


Figura 10 - diagrama de fase ternário para carbonos amorfos

Podemos classificar os filmes DLC basicamente em quatro tipos:

- DLC de carbono amorfó: a-C
- DLC de carbono amorfó hidrogenado: a-C(H)
- DLC de carbono amorfó tetragonal: ta-C
- DLC de carbono amorfó tetragonal hidrogenado: ta-C(H)

Tabela 1 - Propriedades de diferentes fases do carbono

	<b>Diamante</b>	<b>Grafite</b>	<b>a-C</b>	<b>a-C(H)</b>	<b>ta-C</b>
<b>Estrutura cristalina</b>	Cúbica	Hexagonal	Amorfo	Amorfo com pequenas regiões cristalizadas com ligações sp2 e sp3	Regiões cristalizadas com ligações sp2 e sp3
<b>Fração de orbitais híbridos</b>	100% sp3	100% sp2		(40-75)% sp3 (25-60)% sp2	>75% sp3
<b>Densidade (g/cm<sup>3</sup>)</b>	3,515	2,267	1,6-2,0	1,6-2,0	3,0-3,3
<b>Quantidade de H (H/C)</b>	0,001-0,01	-----	-----	0,15-0,6	-----
<b>Dureza (GPa)</b>	79-102	Macio	15	15-50	30-80

### 2.3.1 CARBONO AMORFO HIDROGENADO – a-C(H)

São átomos de carbono sp2 em grupos aromáticos condensados dispersos em uma matriz rica sp3, que confere a sua rigidez característica.

As propriedades destes filmes dependem fortemente do teor de hidrogênio no filme e da razão entre o número de ligações sp3/sp2, o qual depende significativamente do processo e dos parâmetros utilizados na deposição.

### 2.3.2 DUREZA E TENSÃO EM FILMES DLC

Alta tensão interna é uma limitação rigorosa para aplicação de filmes finos utilizados como revestimento de proteção mecânica.

Este alívio de tensão em filmes a-C(H) pode ser feito das seguintes maneiras:

- Aumento da fração sp2
- Aumento dos grupos aromáticos
- Adição de N

Forte diminuição da tensão ocorre com adição de N, sem alterações apreciáveis na dureza, como pode ser visto na tabela 2.

Tabela 2 - Dureza e tensão interna de filmes a-C(N):H

Referência	Método de deposição / gás de mistura	Máxima introdução de N (%)	Método de dureza	Faixa de tensão (GPa)	Faixa de dureza (GPa)
<b>Wood, Wyedeven e Tsuji</b>	RFPECVD / Hidrocarboneto/N2	16	Microdureza Vickers	0,4-0,8	10-20
<b>Jacobsohn</b>	RFPECVD / C2H2-N2	22	Nanoidentação	1,4-2,9	9,2-17,7
<b>Schwan</b>	RFPECVD / C2H2-N2	20	Knoop	1,4-0,5	9-17
<b>Franceschini, Achek e Freire</b>	RFPECVD / CH4-N2	11	Microdureza Vickers	1,5-2,4	19-21
<b>Franceschini</b>	RFPECVD / CH4-NH3	11	Microdureza Vickers	1,3-2,8	13-15
<b>Houert</b>	RFPECVD / DC C5H10-N2-Ar	8,2	Nanoidentação		13-23
<b>Chan</b>	ECRRF / CH4-N2-Ar	12	Nanoidentação		9,5-4,5

## 2.4 MÉTODO DE DEPOSIÇÃO DO FILME

Normalmente são utilizadas técnicas de deposição em fase gasosa para a obtenção de filmes finos, em particular a CVD (deposição química de vapor) que consiste em depositar material sólido a partir de uma fase gasosa.

Técnicas de deposição de filmes DLC geralmente envolvem o bombardeamento do filme por partículas em altas velocidades com a energia cinética da ordem de 100ev. A grosso modo podemos dizer que a condensação da energia e do momento da partícula, durante o crescimento da camada, localmente gera condições semelhantes à altas temperaturas e as pressões necessárias para a síntese do diamante.

#### 2.4.1 DEPOSIÇÃO DE CARBONO PURO

As partículas em altas velocidades penetram na superfície e para em um interstício da malha, gerando um estado de alta densidade local (sp3).

Para energias mais baixas, a partícula não pode penetrar na superfície e é portanto refletida ou aderida na configuração mais estável (sp2).

#### 2.4.2 CVD (DEPOSIÇÃO QUÍMICA DE VAPOR)

Na técnica CVD tradicional o substrato é colocado num reator que recebe alimentação de gases. O princípio do processo é uma reação química entre os gases. O produto desta reação é um material sólido que condensa sobre todas as superfícies dentro do reator, formando a película de revestimento desejada sobre o substrato.

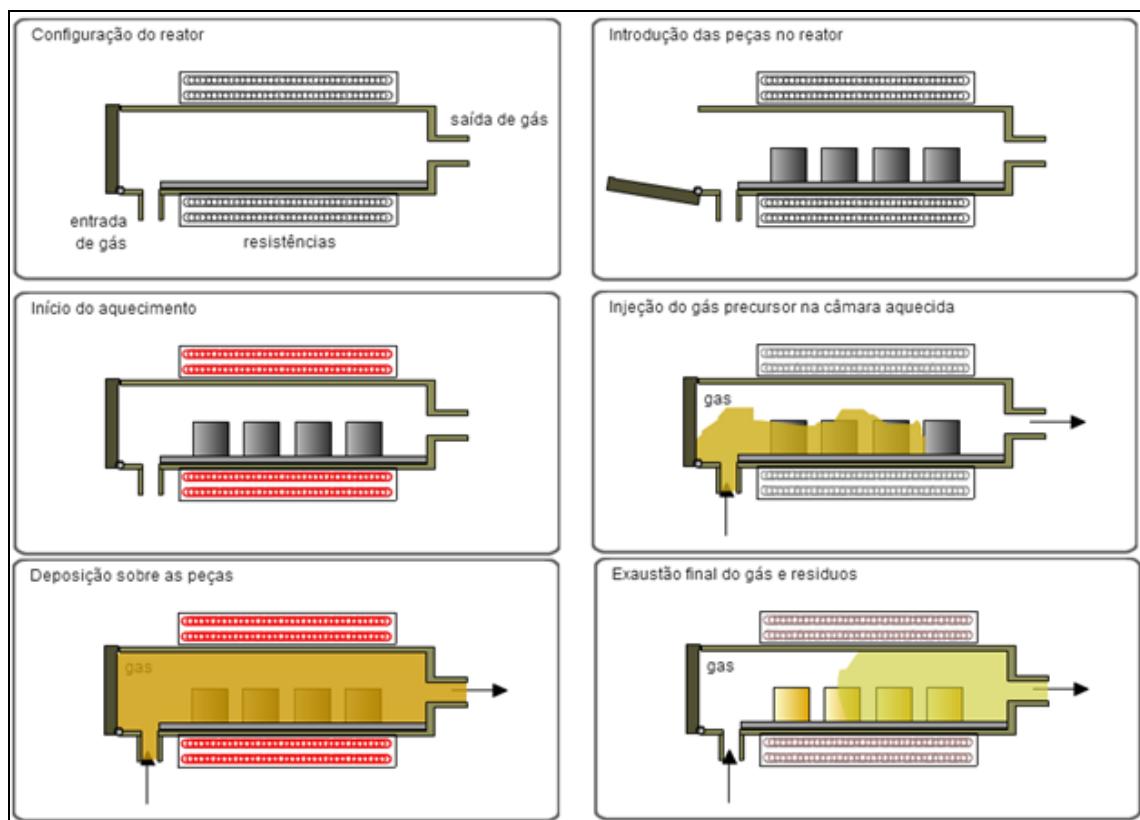


Figura 11 - etapas do processo CVD

As duas tecnologias CVD mais importantes são o CVD de baixa pressão (LPCVD) e o CVD assistido por plasma (PECVD).

O processo LPCVD produz camadas com excepcional uniformidade de espessura e qualidade de material. Os problemas do processo são as temperaturas de deposição muito altas (acima de 600 °C) e a taxa de deposição baixa.

O processo PECVD pode operar com temperaturas mais baixas (em torno de 300 °C) devido à energia fornecida às moléculas pelo plasma do reator. Entretanto, a qualidade do filme é inferior a dos processos conduzidos a temperaturas mais altas. A maioria dos sistemas PECVD deposita o filme de revestimento em uma das faces do substrato, enquanto os sistemas LPCVD depositam o filme em ambas as faces.

#### 2.4.3 PECVD (DEPOSIÇÃO QUÍMICA DE VAPOR ASSISTIDA POR PLASMA)

Essa técnica se baseia na formação de um plasma a partir de um gás hidrocarbonetado ( $\text{CH}_4$ ,  $\text{C}_2\text{H}_2$ , etc) excitado por uma fonte de corrente contínua ou de rádio frequência.

No nosso caso, é utilizado uma fonte de rádio frequência, pois o filme formado pelo carbono é dielétrico, o que causaria um acúmulo de cargas elétricas no filme depositado caso se utilize uma fonte de tensão contínua.

Uma câmara de deposição RF-PECVD é formada por dois eletrodos, no qual sua geometria varia conforme o sistema de deposição.

A fonte de RF geralmente é acoplada ao eletrodo menor, onde o substrato é montado, o outro eletrodo é aterrado.

O plasma produzido por uma fonte de RF com um acoplamento capacitivo acarreta a polarização negativa do eletrodo onde a fonte está ligada, com isso, uma bainha de plasma com excesso de íons é criada próximo dos eletrodos, sendo observada uma diferença de potencial entre o plasma e o eletrodo, onde a bainha terá polarização positiva com respeito ao eletrodo.

O eletrodo menor possui uma tensão de polarização maior e torna-se negativa em relação ao outro.

Essa voltagem negativa acelera os íons positivos, iniciando o processo de bombardeamento iônico que pode levar as mudanças estruturais nos filmes.

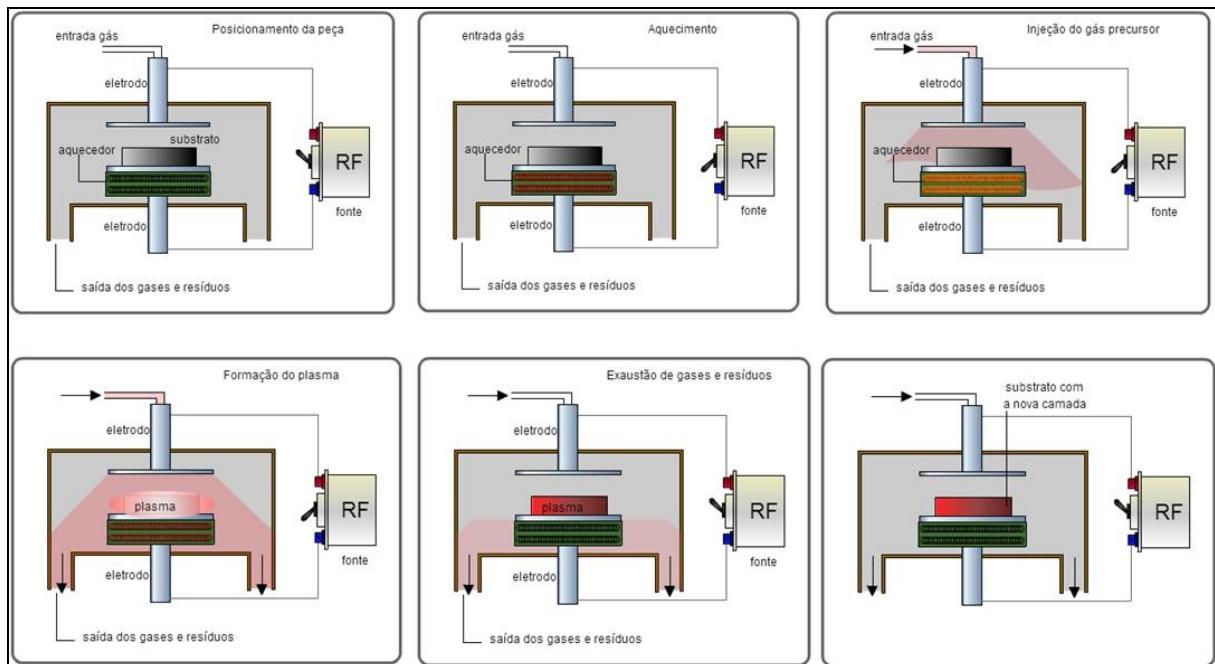


Figura 12 – etapas do processo RF-PECVD

## 2.5 MICRO-ABRASÃO

“Ball-Cratering” ou ensaio de micro-abrasão é utilizado na intenção de se melhorar a resistência ao desgaste e assim à durabilidade dos componentes e produtos.

Tendo em vista que a marca deixada na amostra é uma geometria conformal a uma esfera, fora inicialmente desenvolvido para determinar o perfil da cratera de desgaste. Logo em seguida foi notada sua eficiência para a medição da espessura de revestimentos, mas atualmente também vem sendo utilizado de forma conveniente tanto para avaliar o comportamento abrasivo de diferentes materiais quanto para se medir à eficiência de tratamentos de superfície.

O comportamento abrasivo de uma amostra é avaliada com base no tamanho da cratera desgastada quando forçada contra uma esfera rotativa na presença de uma lama abrasiva, como pode ser melhor descrito abaixo e ilustrado na figura 13:

- AMOSTRA é colocada em contato com uma ESFERA
- A pressão de contato é controlada por uma CARGA
- Um motor elétrico aciona o eixo no qual a ESFERA gira
- Enquanto isso, uma SOLUÇÃO ABRASIVA (LAMA) é gotejada na interface AMOSTRA/ESFERA
- A interação entre AMOSTRA/LAMA/ESFERA promove o desgaste.

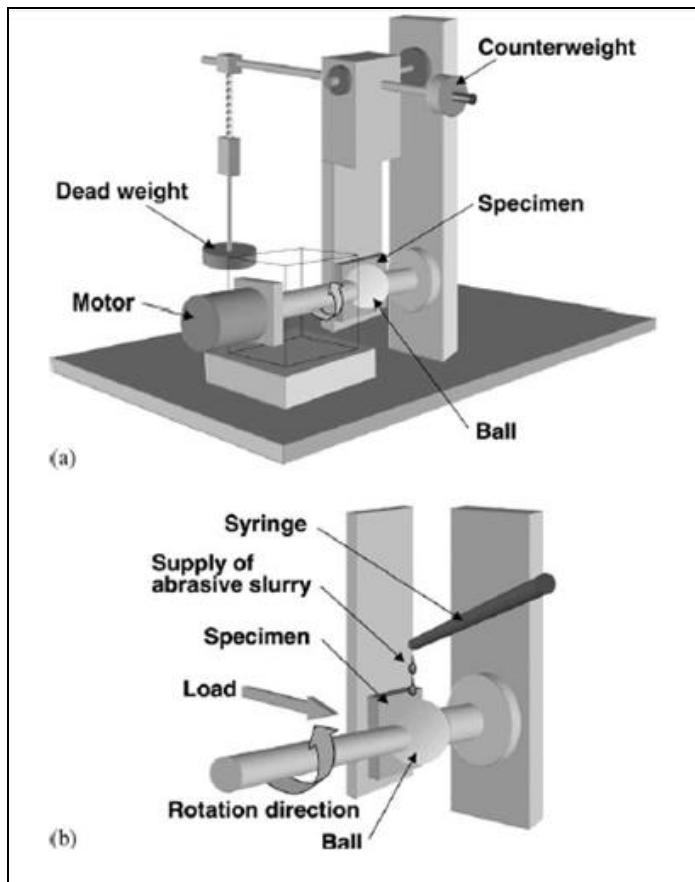


Figura 13 - Diagrama esquemático mostrando (a) o equipamento de micro-abrasão (b) e detalhes na interface AMOSTRA/LAMA/ESFERA

Os equipamentos de micro-abrasão (micro-abrasômetros) podem ser classificados basicamente em dois tipos, de esfera livre e de esfera rígida, a figura 14 mostra três tipos de micro-abrasômetro.

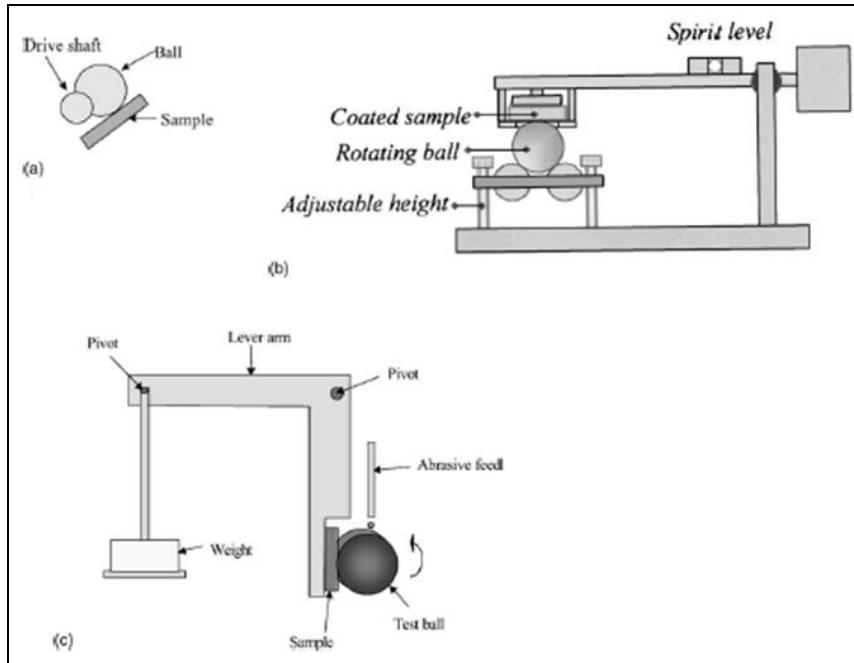


Figura 14 - Diferentes sistemas de ensaio: (a) esfera de eixo livre (b) esfera de duplo eixo livre (c) esfera fixa

O princípio do método consiste em definir um valor para o coeficiente de desgaste ( $k$ ) do material. Dessa forma, conforme a lei de Archad, para materiais homogêneos e não revestidos o volume de desgaste ( $V$ ) pode ser calculado em função da distância total de deslizamento ( $S$ ) e da força normal ( $N$ ) como se segue na equação (1).

### 2.5.1 VALIDAÇÃO DOS ENSAIOS

Em uma vista superior da amostra, o que se observa é uma circunferência, de raio  $b/2$ , que foi consequência do desgaste promovido pela esfera, de raio  $R$ .

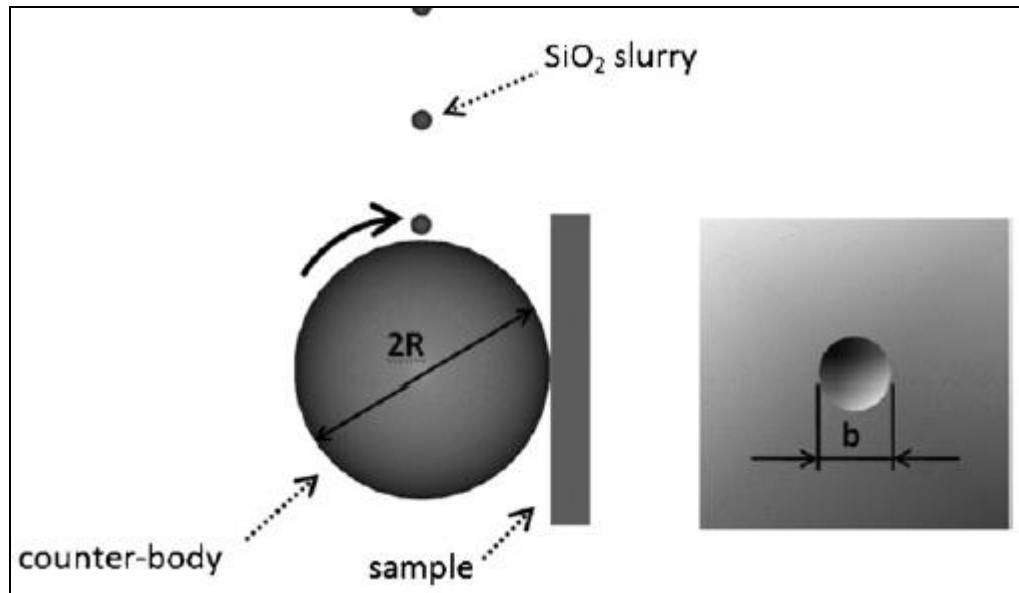


Figura 15 - Marca do diâmetro da cratera de desgaste característica do ensaio de microabrasão

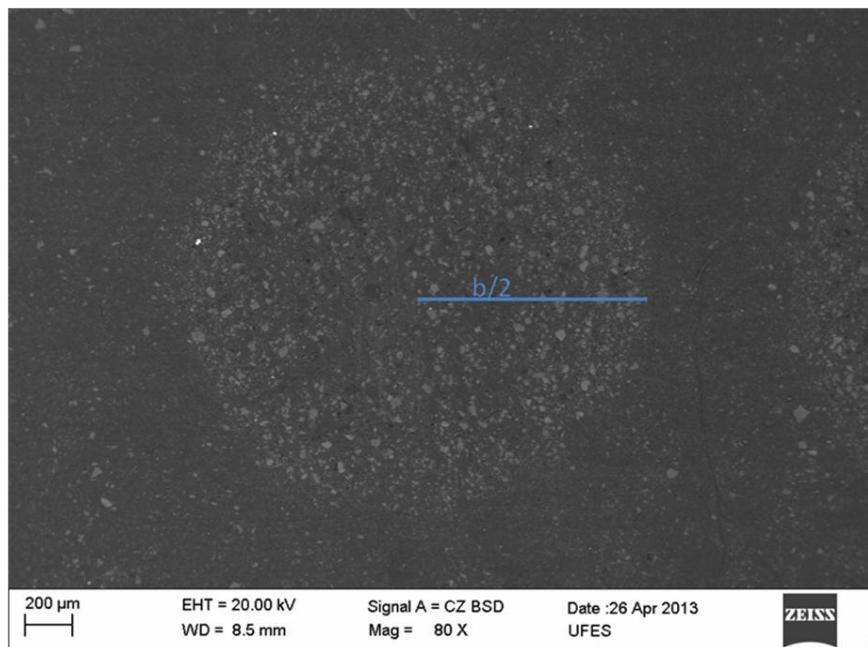


Figura 16 - Imagem obtida do microscópio de varredura eletrônica (MEV) da amostra DLC-375 após 500 revoluções.

O volume desgastado pode ser escrito conforme a equação (2), entretanto, para que as equações (1) e (2) sejam válidas é necessário que o diâmetro  $b$  seja muito menor do que  $R$  ( $b \ll R$ ), além disso, a calota esférica formada na amostra precisa ter a equação de uma circunferência conformal e de raio ( $R$ ) próximo ao da esfera (contra-corpo) como mostra a figura 18(b).

Durante o ensaio são feitas medições (valores de  $b$ ) do diâmetro da circunferência, assim são calculados os valores do coeficiente de desgaste ( $k$ ) em função do tempo, conforme figura 17.

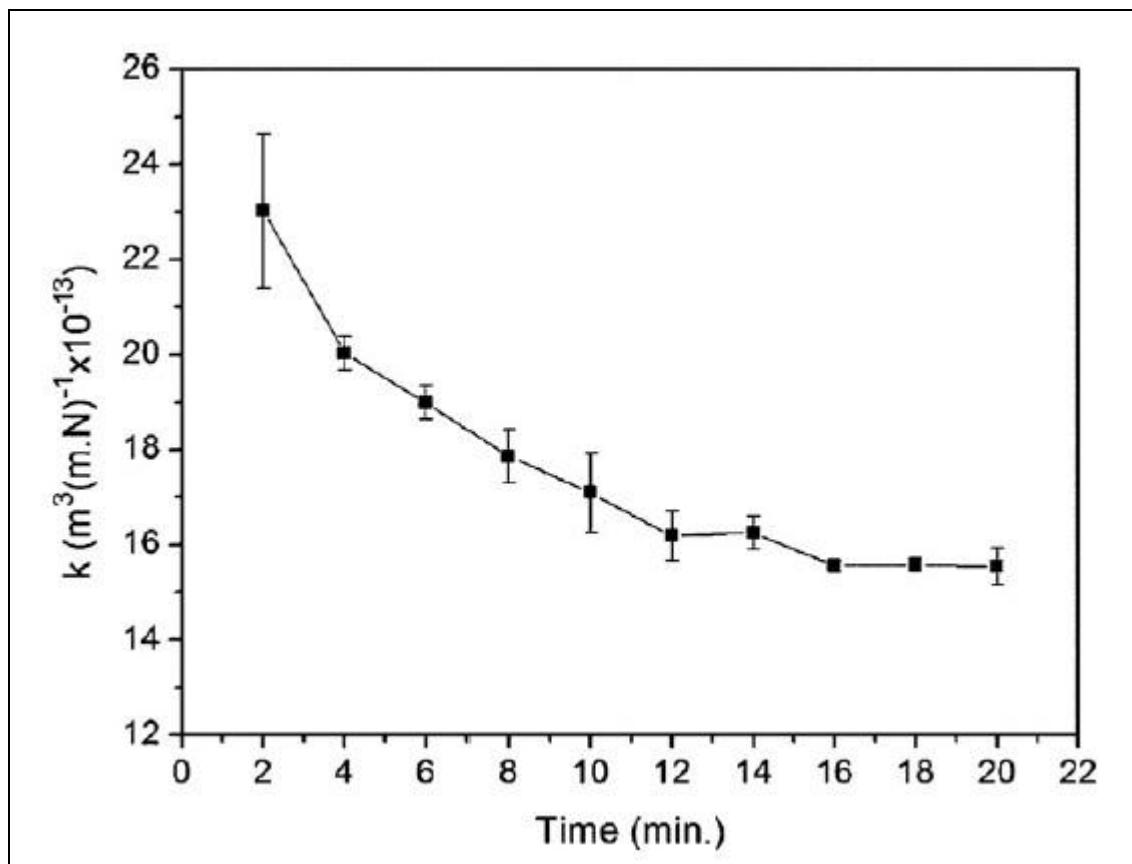


Figura 17 - Variação do coeficiente de desgaste abrasivo do aço inoxidável superduplex UNS S32750

Nota-se que o valor de  $k$  diminui em função do tempo até atingir um regime permanente, que será definido quando o desvio padrão normalizado for menor que 7%. Os pontos utilizados para o cálculo do valor de  $k$  devem pertencer à região de regime permanente.

## 2.5.2 AMPLIAÇÃO DA LEI DE ARCHAD PARA SISTEMAS SUBSTRATO/REVESTIMENTO

Em sistemas que possuem revestimento a formulação anterior, equação (1), não é verdadeira, pois para cada tipo de material (camada) haverá um desgaste ocorrendo de forma diferente.

Se a metodologia do ensaio é medir o valor de  $k$ , o importante é saber que cada material apresentará diferentes valores de  $k$ , por isso em um sistema multi-camadas não é conveniente se ter um valor global.

Assim como consta neste trabalho, em um sistema substrato/revestimento a lei de Archad pode ser escrita conforme a equação (3), no qual os índices  $c$  e  $s$  correspondem ao revestimento (coating) e ao substrato, respectivamente.

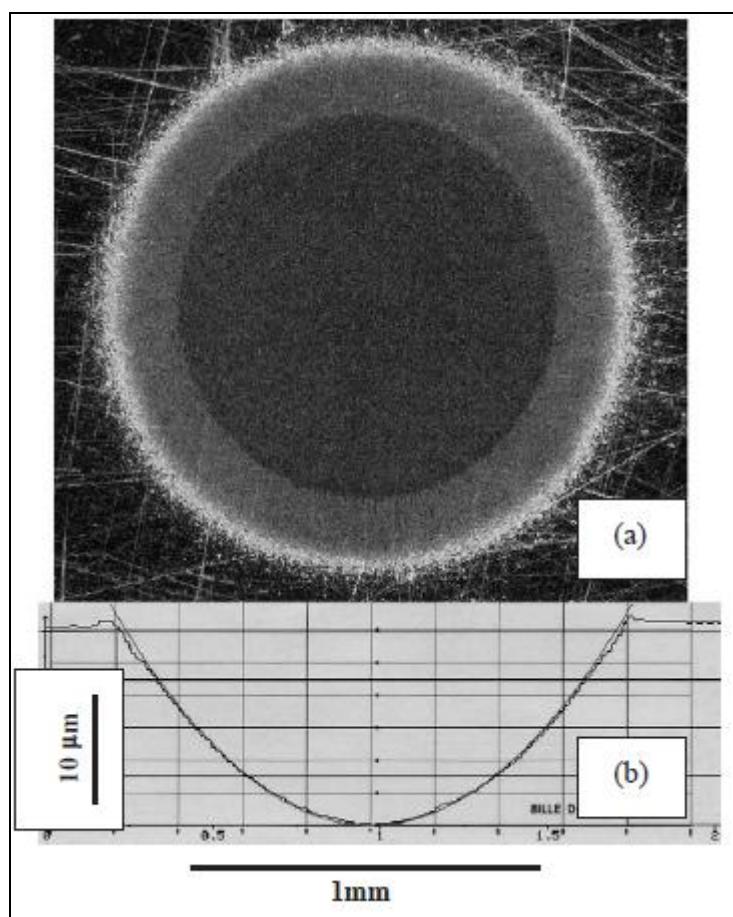


Figura 18 - microabrasão em uma liga TA6V revestida com alumínio (a) micrografia; (b) perfilometria da secção de cratera.

Apesar de ser um equipamento de simples operação alguns parâmetros, durante o ensaio, podem alterar os resultados. Mesmo com tais parâmetros controlados existem fatores que afetam as medições.

### 3 MATERIAIS E EXPERIMENTOS

Foi utilizado neste trabalho o DLC, classificado como carbono-tipo diamante amorfó hidrogenado, a-C(H), como revestimento em um elastómero (borracha natural) depositado pela técnica RF-PECVD.

Cada amostra possui um tamanho médio de 10X30 mm. As amostras se diferenciam no que se refere ao tempo de deposição, que está diretamente relacionada à espessura da camada revestida, como mostra a tabela 3.

Tabela 3 - nomenclatura das amostras em relação à espessura do revestimento

	Tempo de deposição (min)	Espessura do revestimento (nm)
<b>DLC-125</b>	20	125
<b>DLC-250</b>	40	250
<b>DLC-375</b> <b>DLC-375S</b>	60	375
<b>S-REVESTIMENTO</b>	Sem revestimento	Borracha natural

Para a realização do ensaio de microabrasão foi utilizado o microabrasômetro Plint TE-66 (Phoenix Tribology, Reading, UK) com auxílio de uma bomba peristáltica e um agitador magnético. O contra-corpo é uma esfera com diâmetro de 25,4 mm (1 pol) aço cromo (ABNT 52100) com dureza de  $63 \pm 3$  RC, com a composição química conforme tabela 4.

Tabela 4 - composição química (% em peso) do contra-corpo (esfera aço-cromo 52100)

C	Cr	Mn	Si	P	S
0,90-1,05	1,40-1,65	0,25-0,45	0,15-0,35	0,03 máx.	0,03 máx.

A carga utilizada para o ensaio foi de 0,25 N com velocidade de rotação de 80 rpm. O abrasivo utilizado foi a sílica (SiO<sub>2</sub>) na concentração de 0,09 g/ml, formando assim a lama abrasiva, gotejada na vazão de X gotas por minuto.

Foram realizados 3 ensaios por amostra conforme figuras 19 e 20.

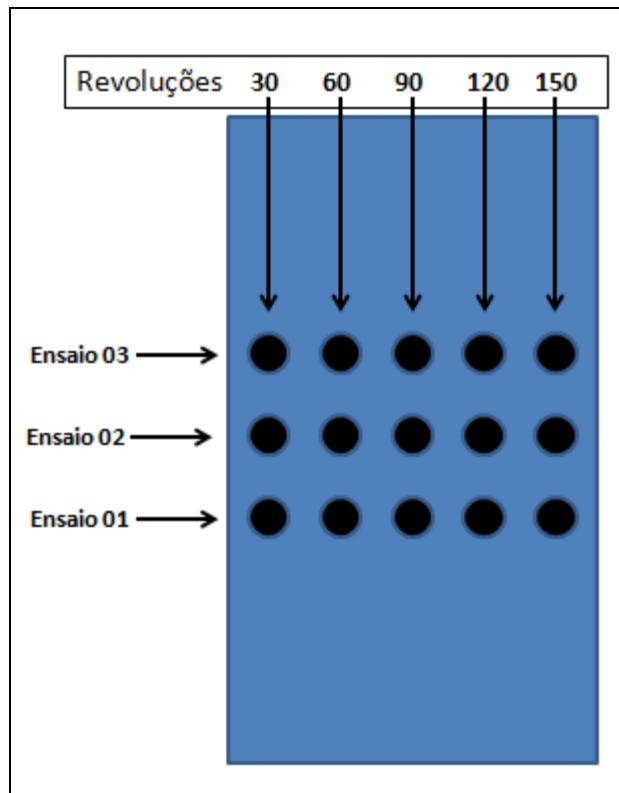


Figura 19 - layout da realização dos ensaios nas amostras DLC-125 e DLC-375

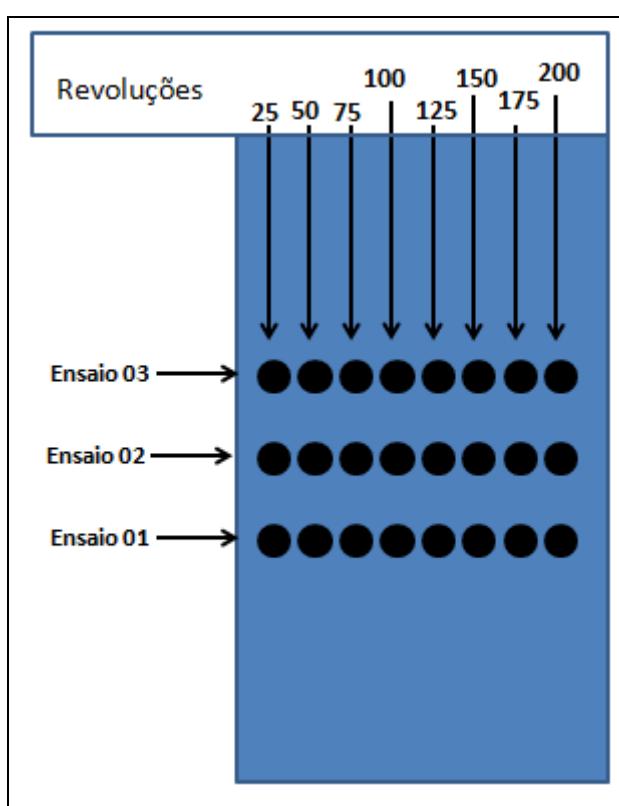


Figura 20 - layout da realização dos ensaios nas amostras DLC-250

Tabela 5 - Parâmetros do ensaio de microabrasão

<b>Rotação do motor</b>	80 rpm
<b>Distância percorrida</b>	2.4; 4.8; 7.2; 9.6; 12 m
<b>Carga Normal</b>	0,25 N
<b>Abrasivo (Sigma-Aldrich)</b>	Sílica (SiO <sub>2</sub> ) 0.5 e 0.10 µm: 80% entre 1 e 5 µm
<b>Concentração do abrasivo</b>	0,0909 g/ml (suspensão destilada em água)
<b>Vazão do abrasivo</b>	X gotas por minuto
<b>Quantidade de amostras</b>	10 amostras: <ul style="list-style-type: none"> <li>• 2 DLC-125</li> <li>• 2 DLC-250</li> <li>• 2 DLC-375</li> <li>• 2 DLC-375S</li> <li>• 2 S-REVESTIMENTO</li> </ul>

Foi realizado também ensaio nas amostras de DLC-375S e S-REVESTIMENTO com número de revoluções maiores, figura 21, a fim de avaliar se houve algum ganho na resistência ao desgaste com a deposição do DLC.

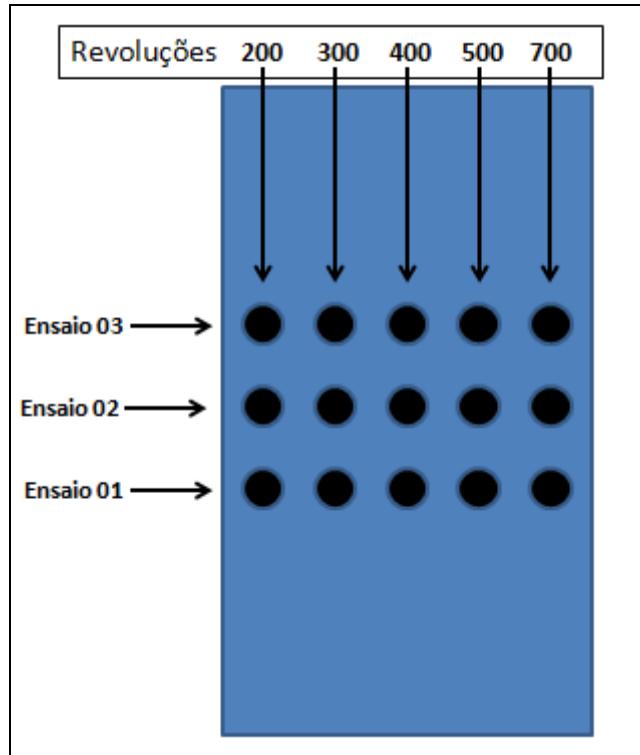


Figura 21- Layout das amostras DLC-375S e S-REVESTIMENTO com número maior de revoluções

Apesar de o microabrasômetro possuir um microscópio óptico embutido, preferiu-se a utilização, para a medição da cratera de desgaste, do microscópio óptico NIKON ECLIPSE MA200. Na intenção de se observar melhor a superfície desgastada foi utilizada, em algumas amostras, o microscópio de varredura eletrônica (MEV).

Através de um analisador de superfície tridimensional foi medida a rugosidade das superfícies revestidas, de diferentes espessuras, e da borracha. Além disso, também foi utilizado para criar modelos 3D da cratera desgastada.

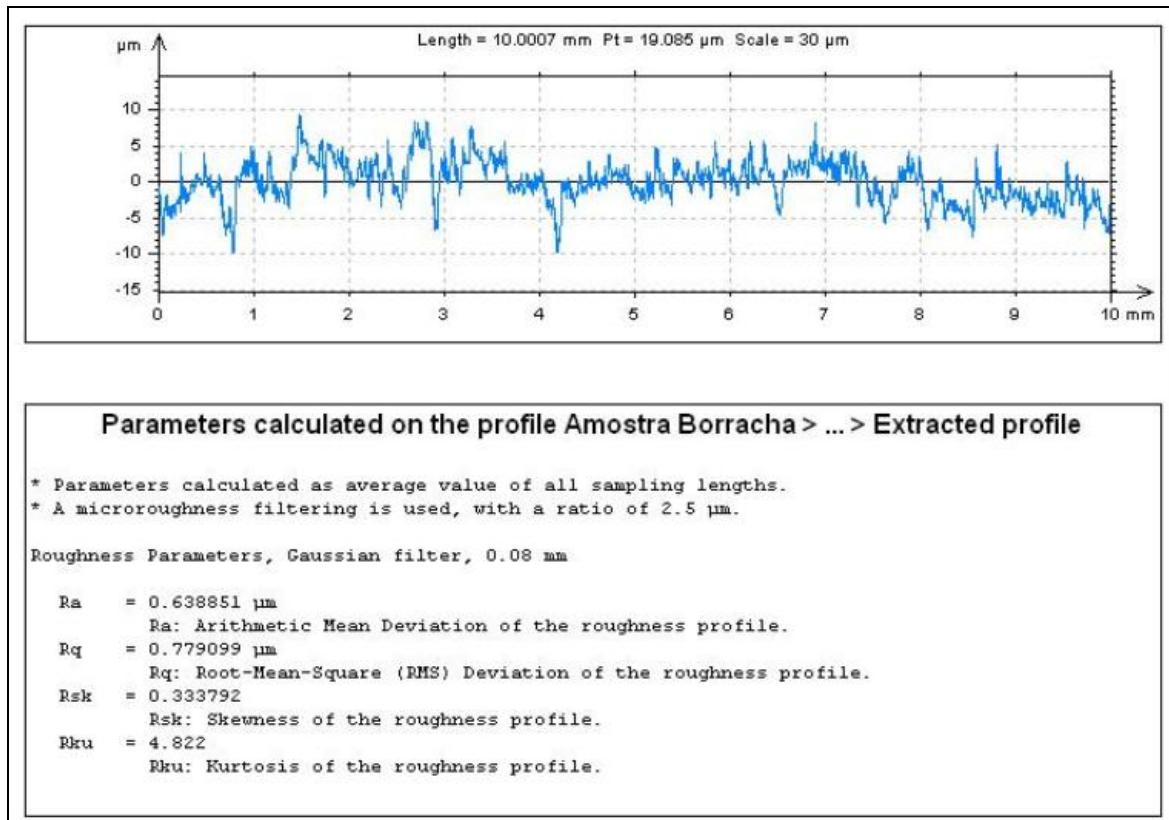


Figura 22 - Rugosidade da superfície da amostra S-REVESTIMENTO

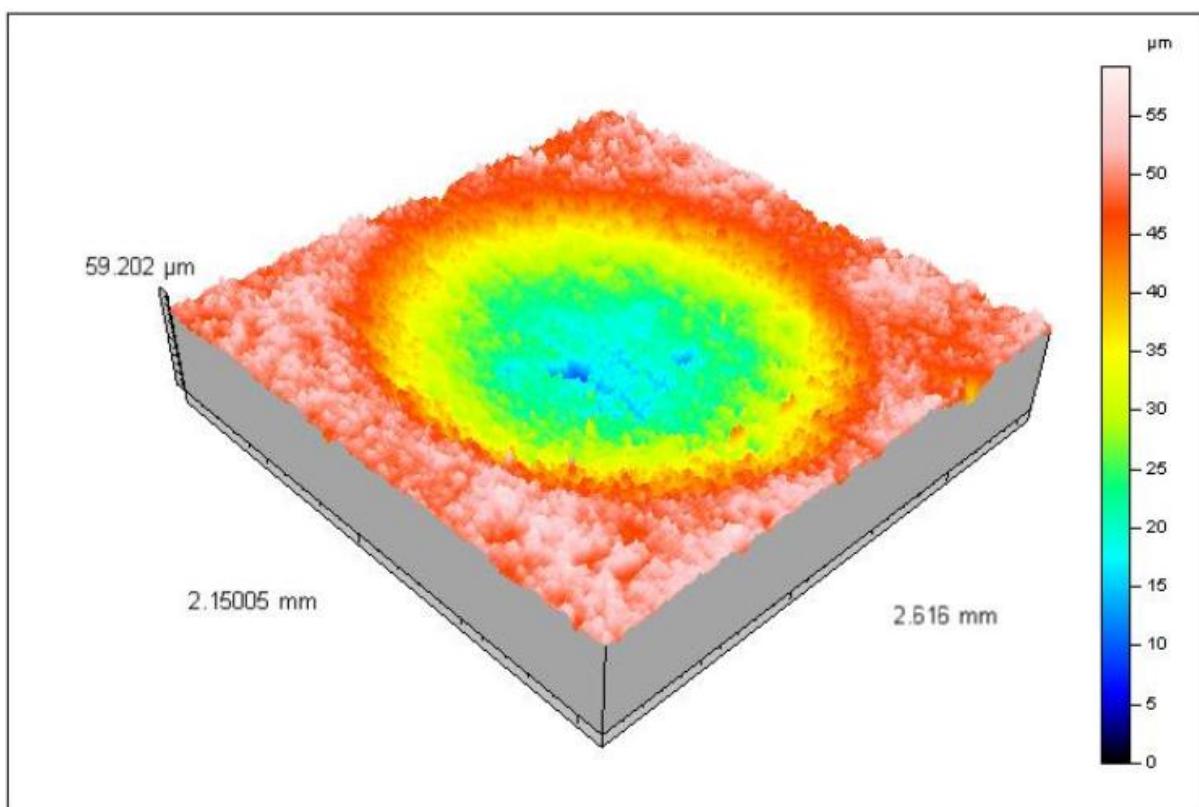


Figura 23 - Modelagem 3D da amostra S-REVESTIMENTO após 600 revoluções.

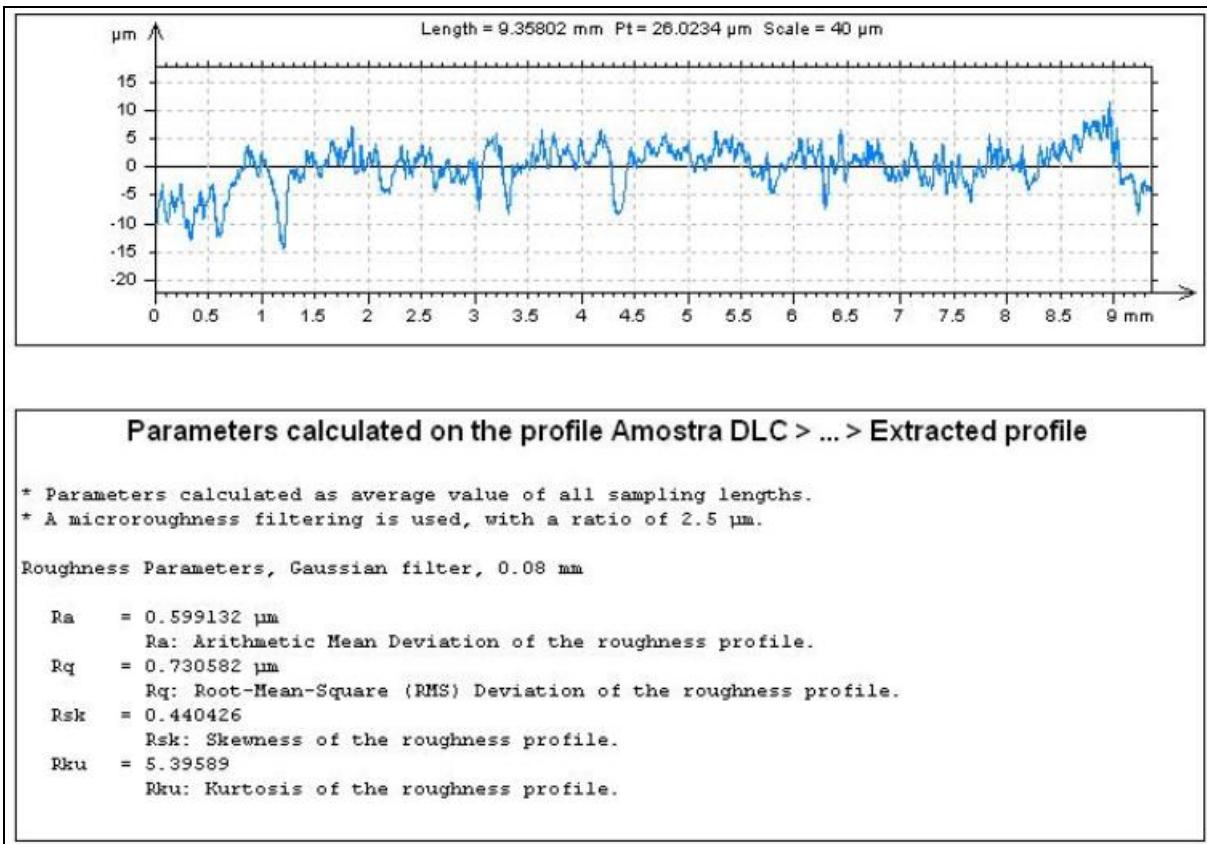


Figura 24 - Rugosidade da superfície da amostra DLC-375S

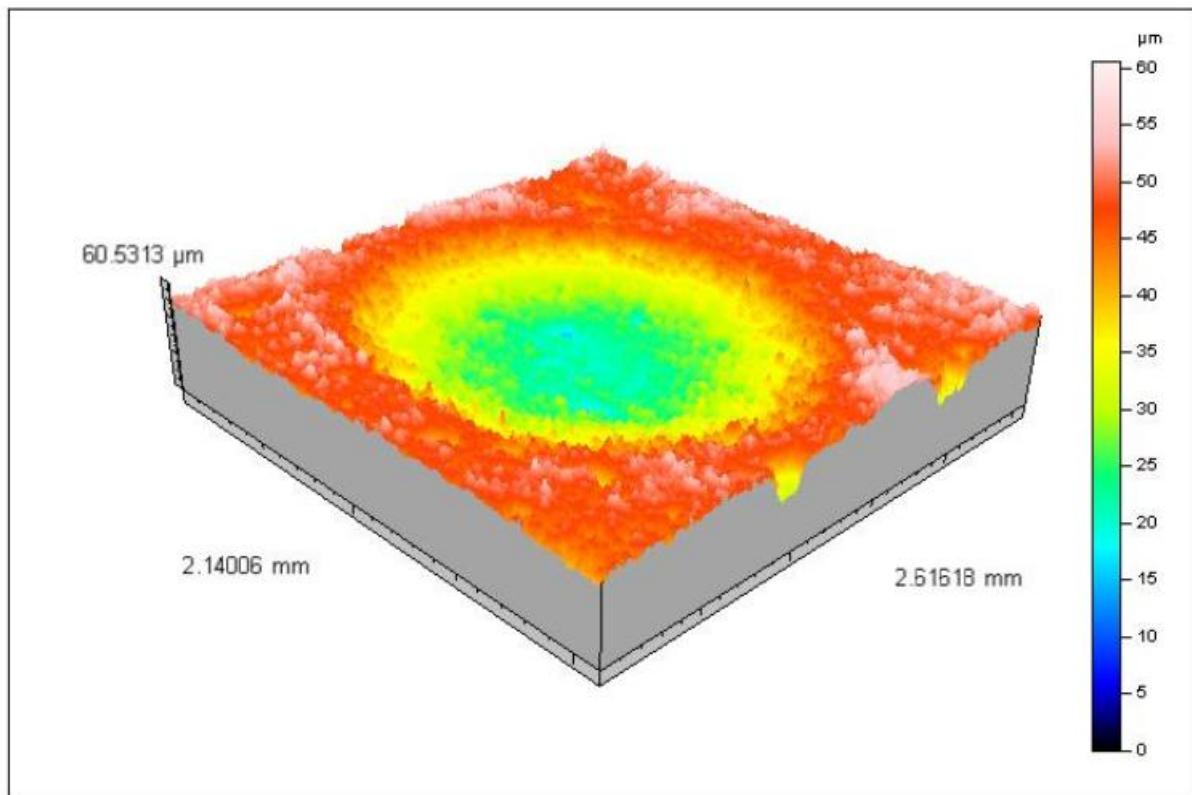


Figura 25 - Modelagem 3D da amostra DLC-375S após 600 revoluções.

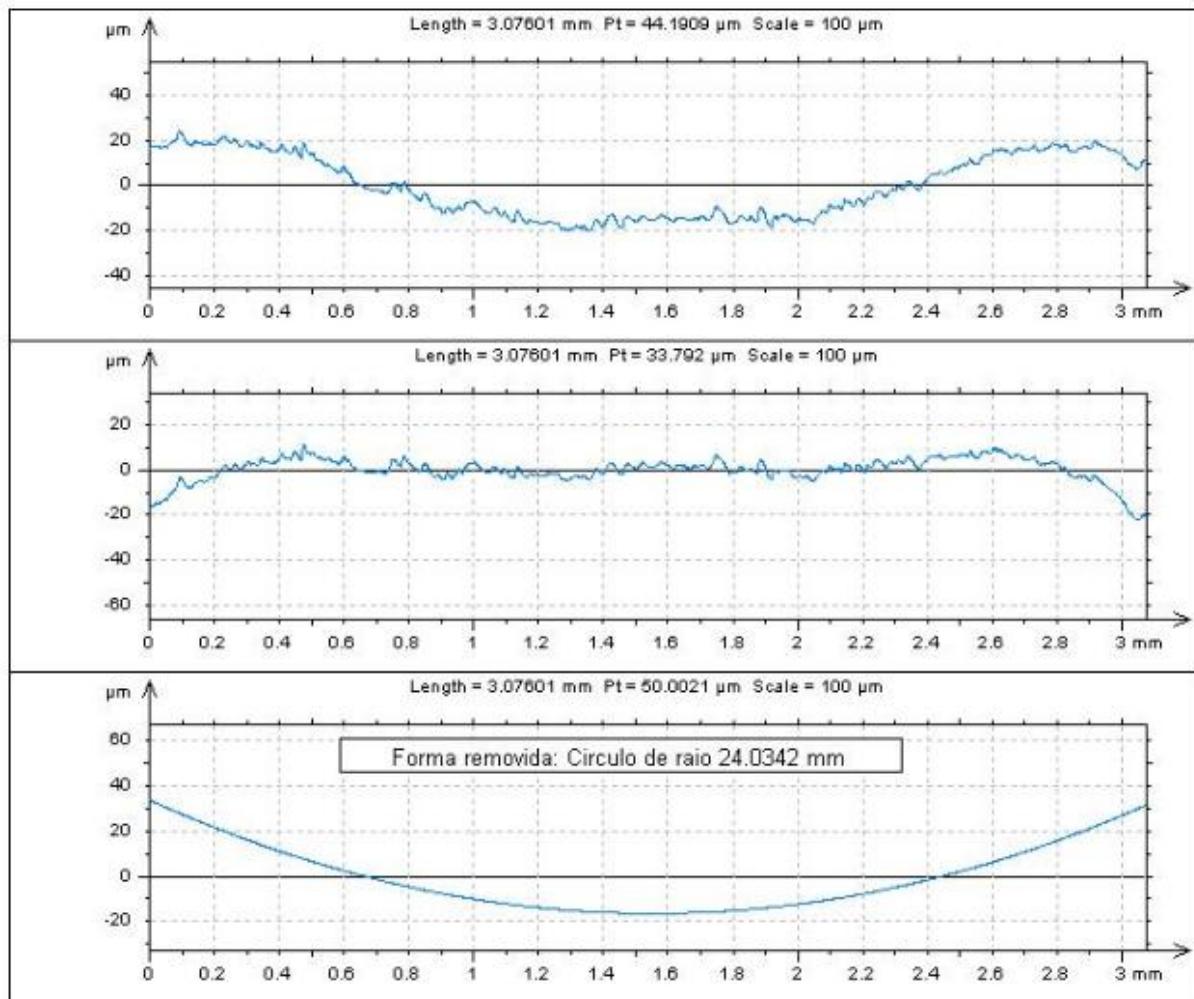


Figura 26 - Verificação da conformidade entre o contra-corpo e a cratera desgastada.

#### 4 RESULTADOS

Os ensaios realizados nas três diferentes amostras (DLC-125, DLC-250 e DLC-375) com número de voltas do contra-corpo variando de 30 a 150 revoluções tem a intenção de analisar qualitativamente apenas o revestimento, enquanto que os ensaios variando de 200 a 700 revoluções (DLC-375S e S-REVESTIMENTO) têm a intenção de avaliar quantitativamente o ganho que o revestimento pode proporcionar a amostra revestida.

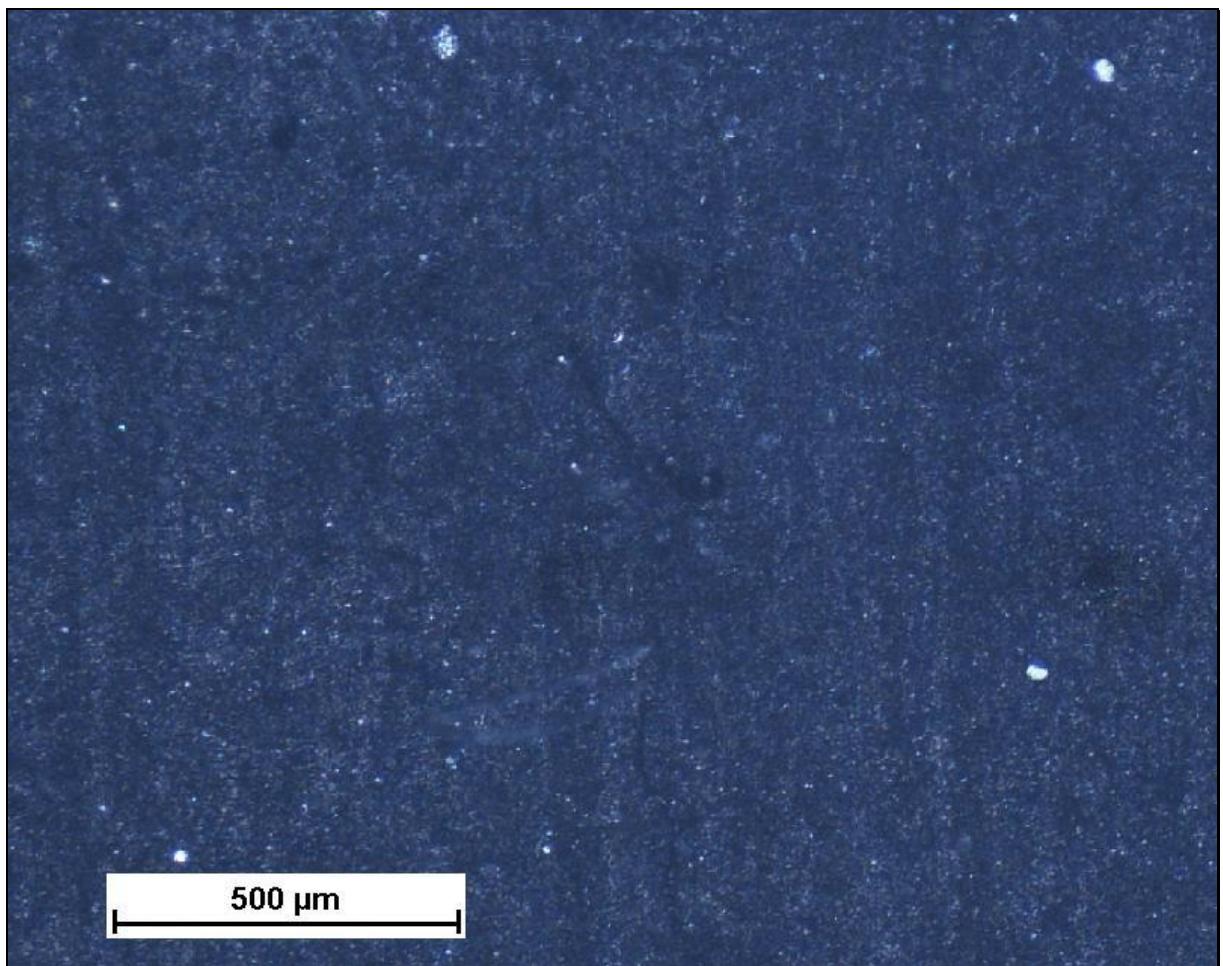


Figura 27 - Superfície da amostra S-REVESTIMENTO sem nenhum desgaste, imagem do microscópio óptico

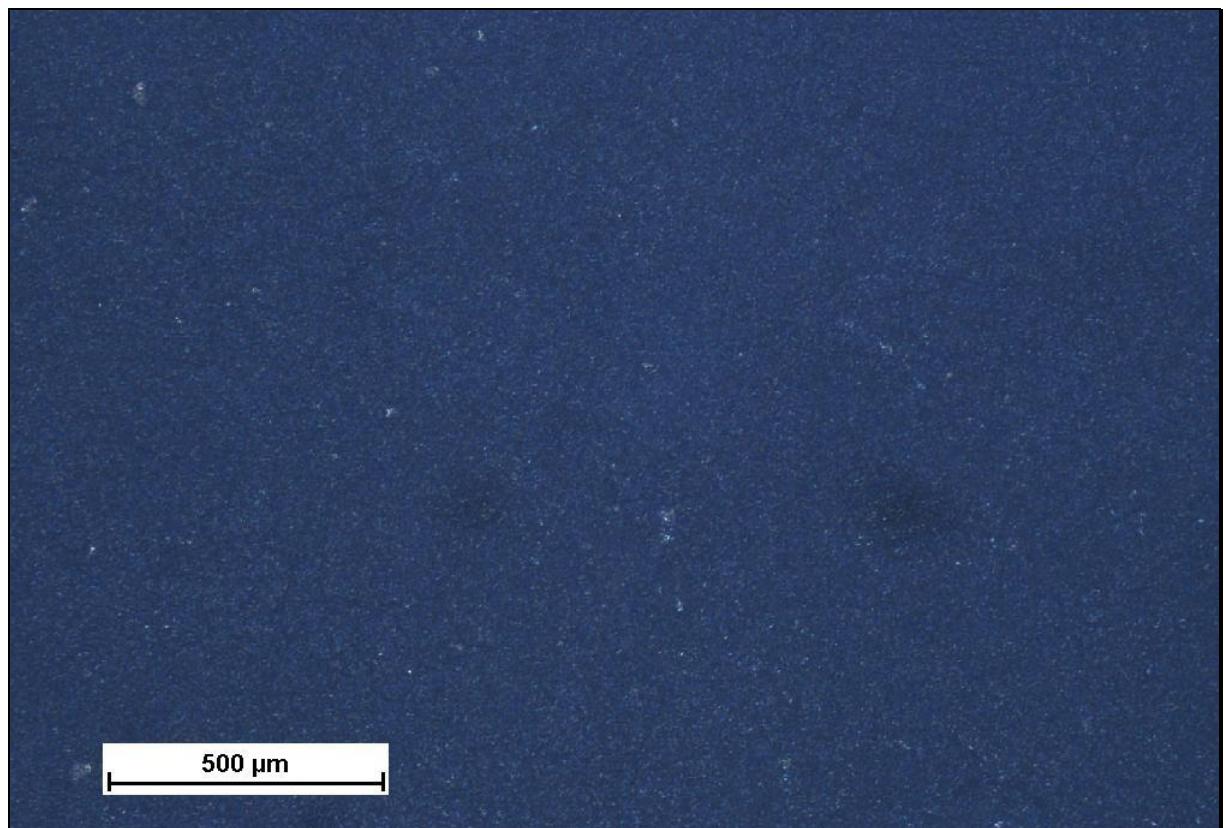


Figura 28 - Superfície da amostra DLC-250 sem nenhum desgaste, imagem do microscópio óptico

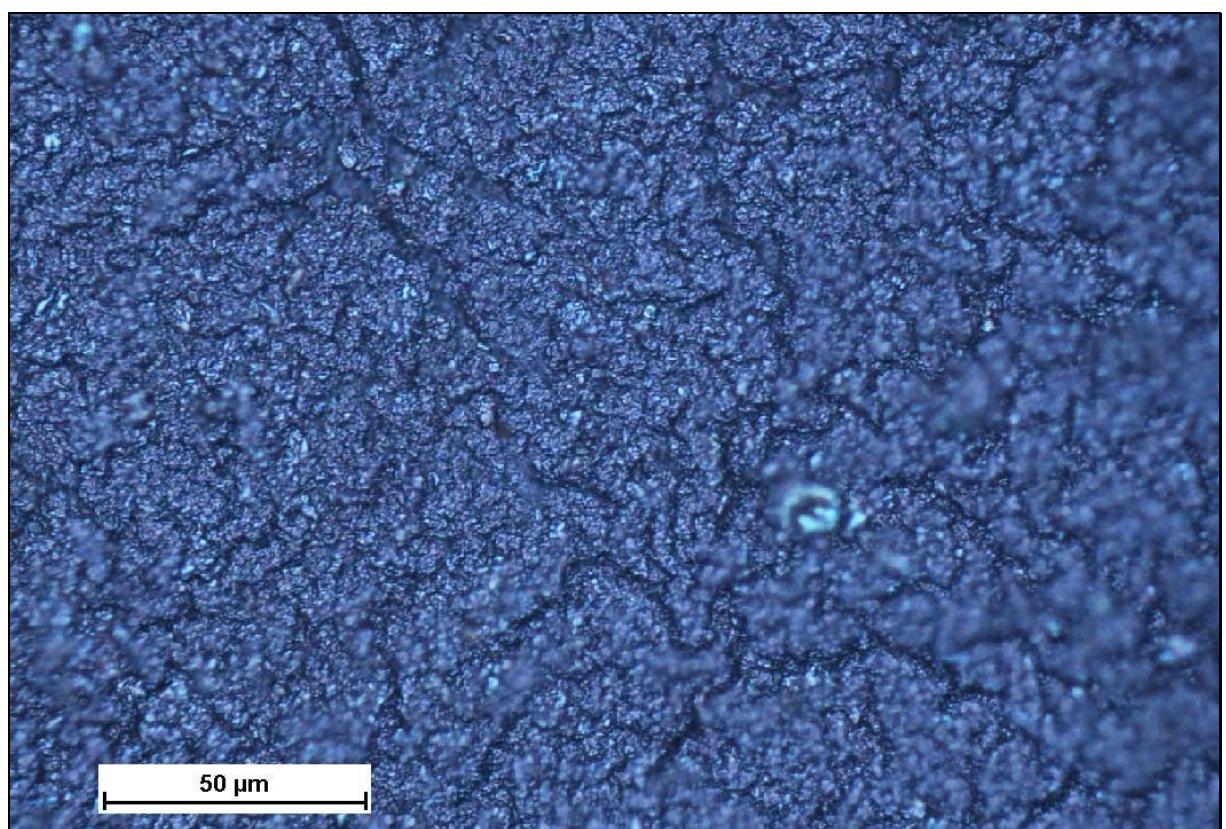


Figura 29 - ampliação da figura 28

#### 4.1 AMOSTRA DLC-125

O gráfico da figura 30 ilustra uma média da variação do coeficiente de desgaste abrasivo (k) em função do número de revoluções para a amostra DLC-125.

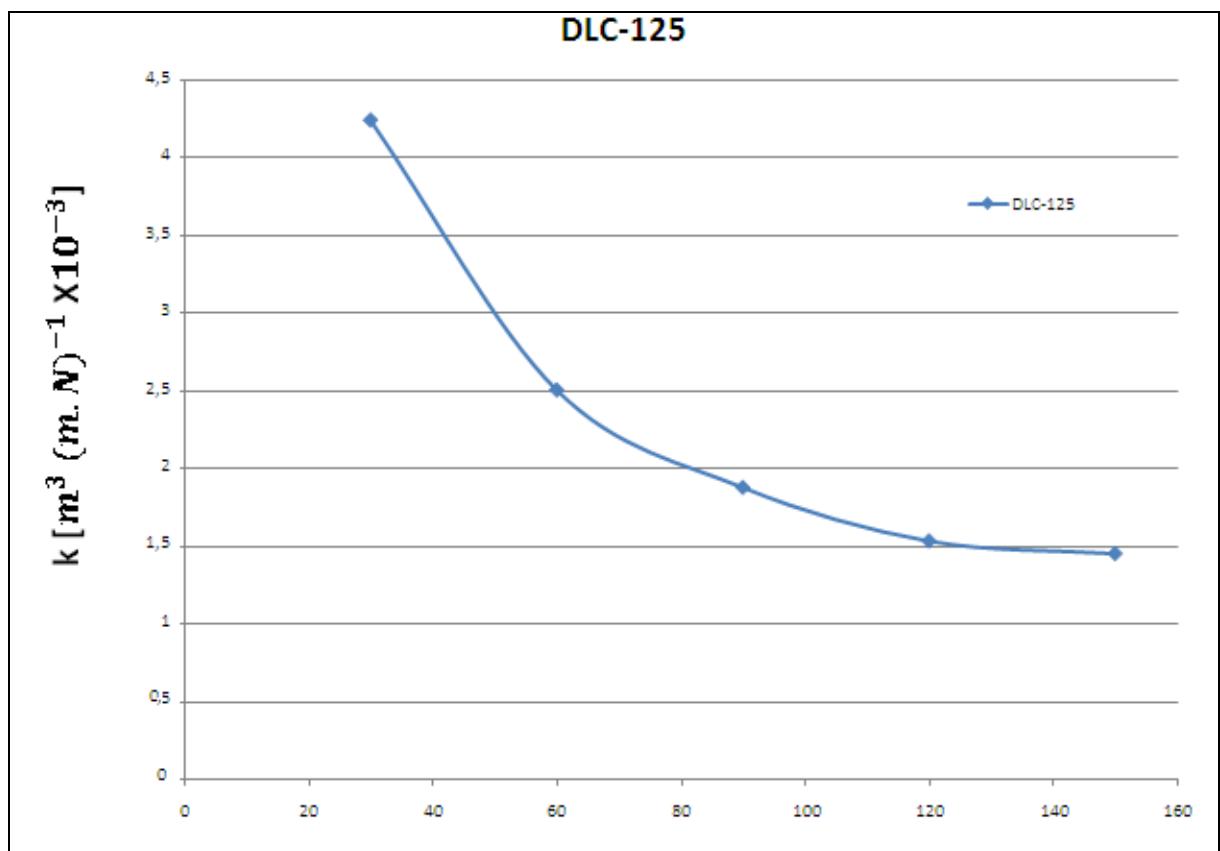


Figura 30 - Variação do coeficiente de desgaste (k) em função do número de voltas da amostra DLC-125.

Tabela 6 - cratera de desgaste proveniente do ensaio de microabrasão da amostra DLC-125, microscópio ótico.

Revoluções	DLC-125
30	
60	
90	
120	
150	

#### 4.2 AMOSTRA DLC-250

O gráfico da figura 31 ilustra uma média da variação do coeficiente de desgaste abrasivo (k) em função do número de revoluções.

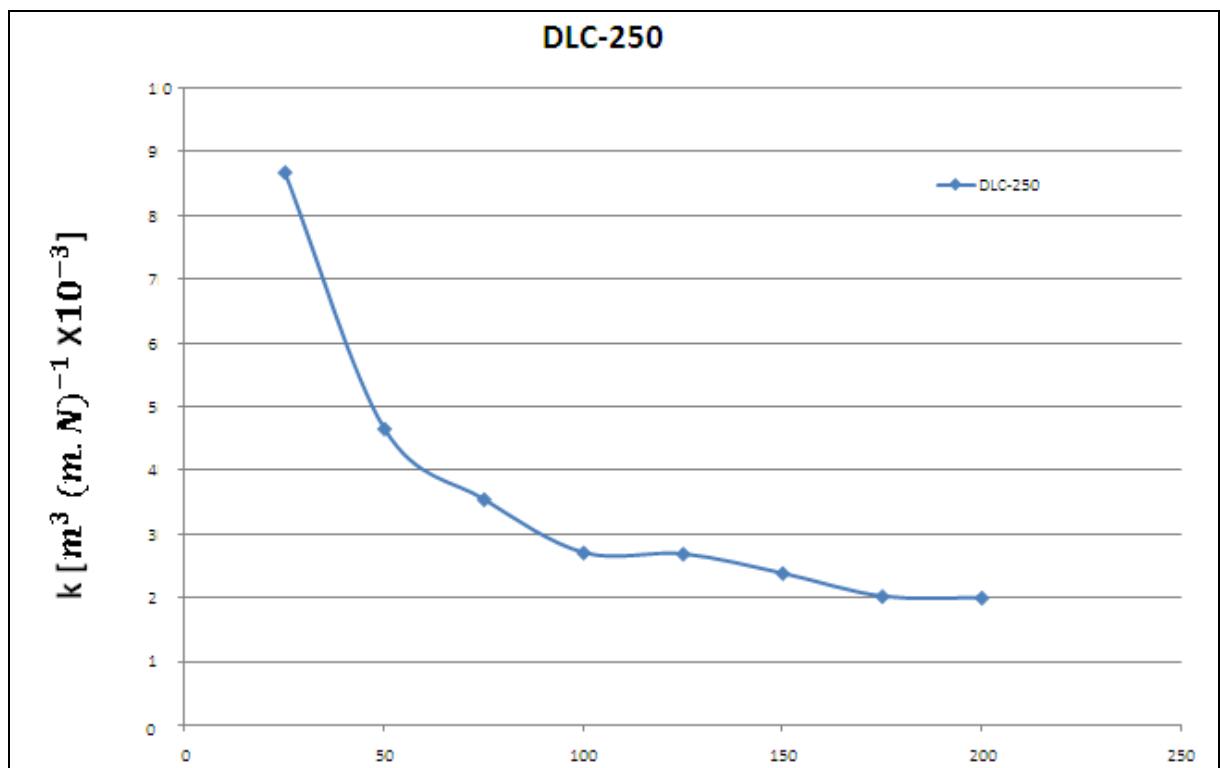
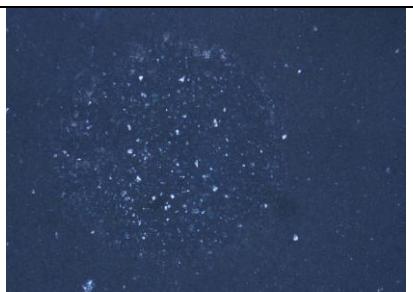
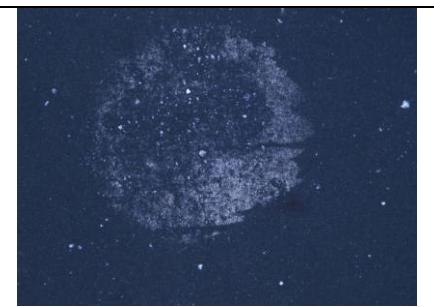
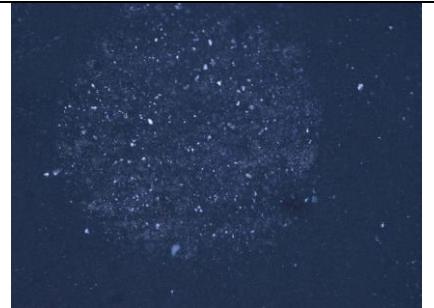


Figura 31 - Variação do coeficiente de desgaste (k) em função do número de voltas da amostra DLC-250.

Tabela 7 - cratera de desgaste proveniente do ensaio de microabrasão da amostra DLC-250, microscópio ótico.

Revoluções	DLC-250
25	
50	
75	
100	
125	

150			
175			
200			

#### 4.3 AMOSTRA DLC-375

O gráfico da figura 32 ilustra uma média da variação do coeficiente de desgaste abrasivo (k) em função do número de revoluções.

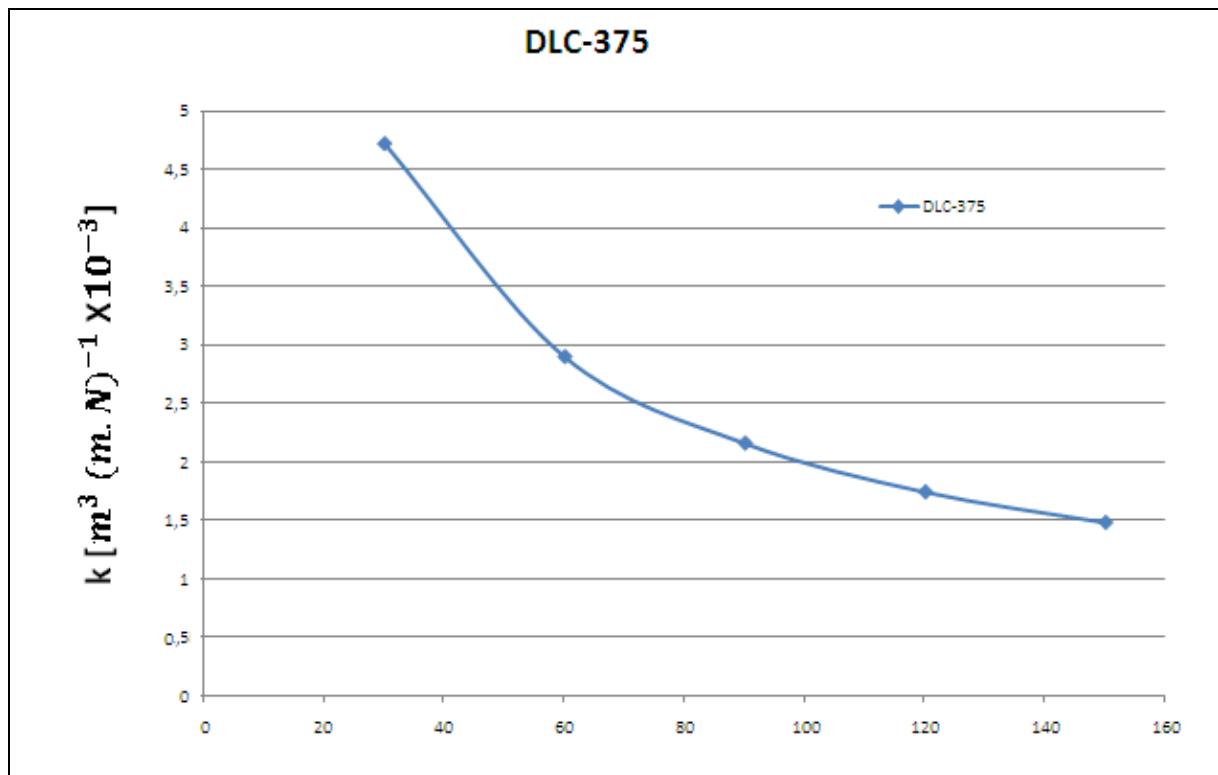
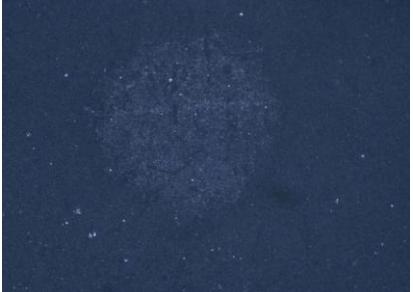
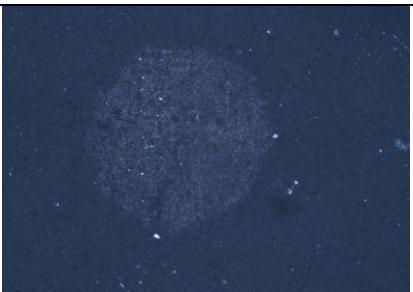
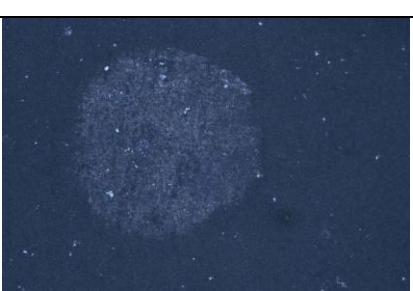
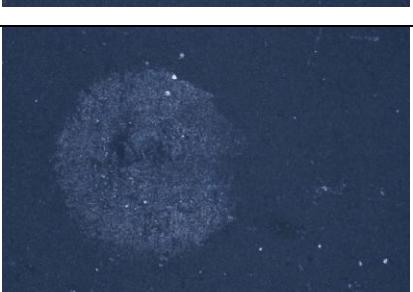
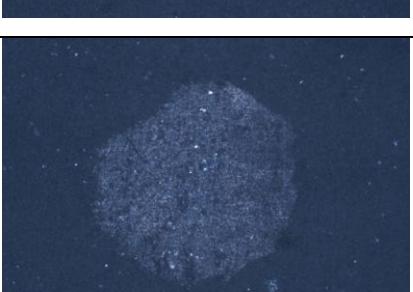


Figura 32 - Variação do coeficiente de desgaste (k) em função do número de voltas da amostra DLC-375.

Tabela 8 - cratera de desgaste proveniente do ensaio de microabrasão da amostra DLC-375, microscópio ótico.

Revoluções	DLC-375	
30		
60		
90		
120		
150		

#### 4.4 AMOSTRA DLC-375S

O gráfico da figura 33 ilustra uma média da variação do coeficiente de desgaste abrasivo (k) em função do número de revoluções.

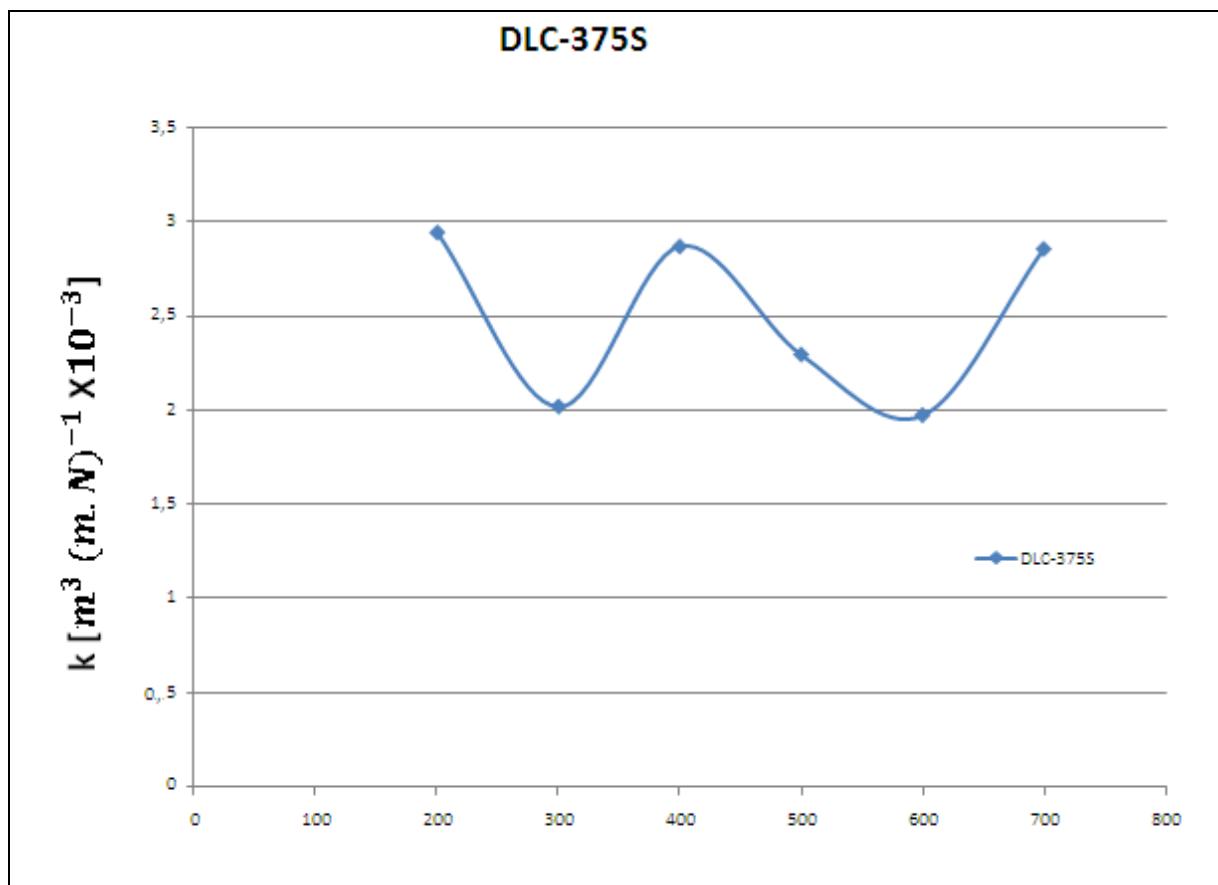


Figura 33 - - Variação do coeficiente de desgaste (k) em função do número de voltas da amostra DLC-375S.

#### 4.5 AMOSTRA S-REVESTIMENTO

O gráfico da figura 34 ilustra uma média da variação do coeficiente de desgaste abrasivo (k) em função do número de revoluções.

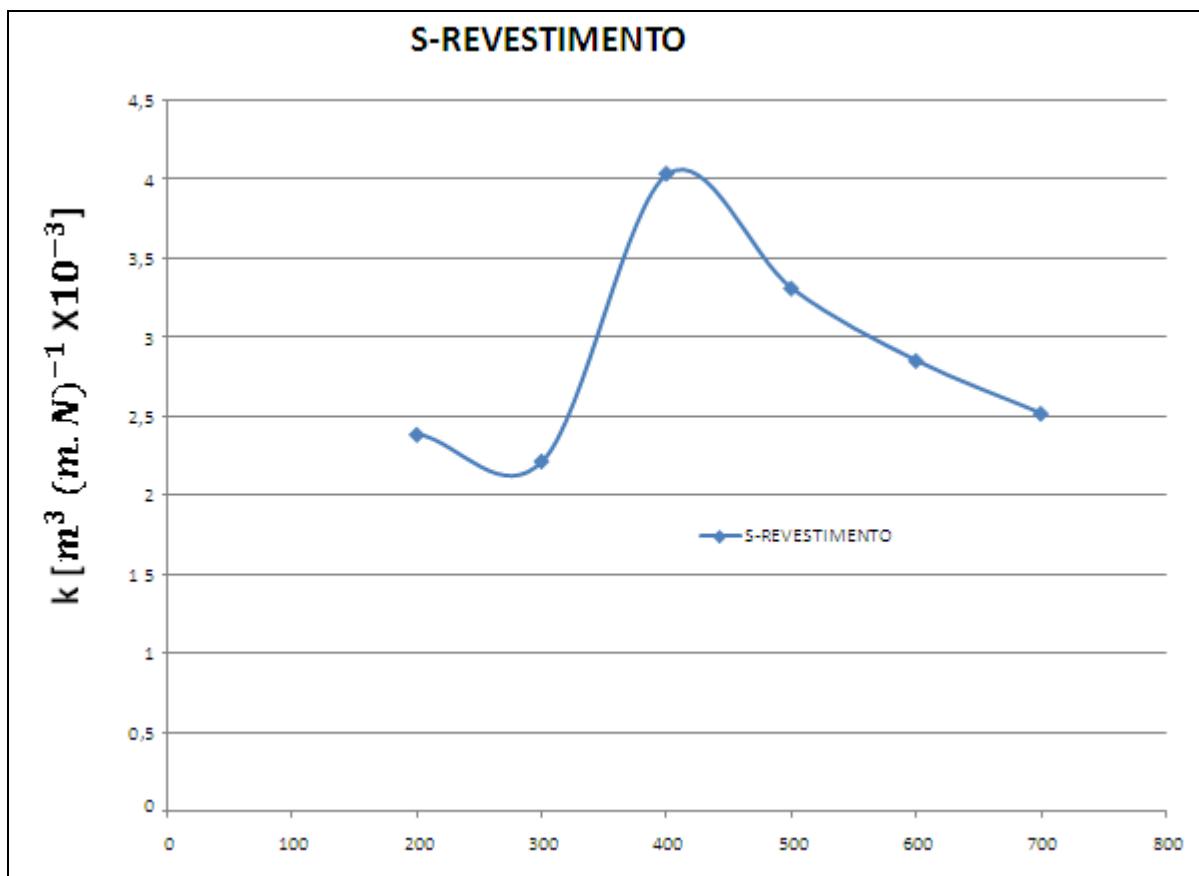
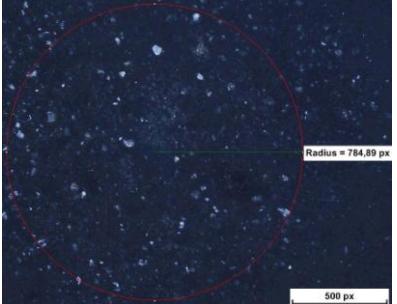


Figura 34 - - Variação do coeficiente de desgaste (k) em função do número de voltas da amostra S-REVESTIMENTO.

Tabela 9 - Comparação das amostras DLC-375S e S-REVESTIMENTO no microscópio óptico

Revoluções	DLC-375S	S-REVESTIMENTO
200		
300		
400		
500		
600		



## 5 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Apesar de se tratar de um sistema tribológico substrato-revestimento, foi utilizada a equação (1) para o cálculo do coeficiente de desgaste abrasivo, e não a equação (3). Tal fato se deve as dificuldades encontradas na medição do diâmetro da cratera de desgaste.

Como a espessura do revestimento é muito fina, não foi possível observar uma transição clara entre o substrato e o revestimento, como ilustra a figura 18.

### 5.1 COMPARANDO AMOSTRAS DE BAIXO NÚMERO DE VOLTAS

Primeiramente iremos comparar as amostras DLC-125, DLC-250 e DLC-375 que percorreram uma distância menor do que as amostras DLC-375S e S-REVESTIMENTO.

Nas amostras DLC-125 e DLC-375 a medição da circunferência de desgaste foi realizada a cada 30 revoluções (30 a 150) coletando 5 pontos por ensaio, enquanto que na amostra DLC-250 a mesma medição foi realizada a cada 25 revoluções (25 a 200) coletando 8 pontos por ensaio.

A figura 35 mostra uma comparação do valor de  $k$  para cada amostra.

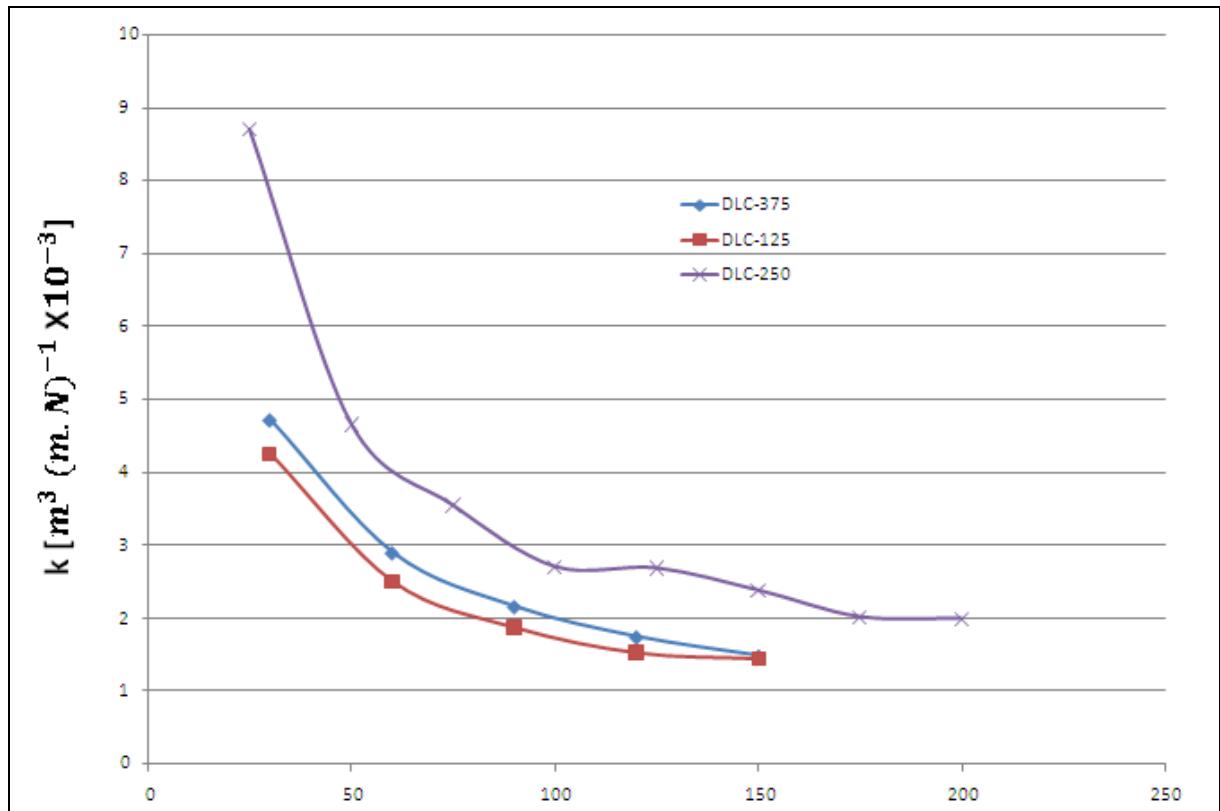


Figura 35 - Comparação dos valores de k para as diferentes amostras

Observa-se um comportamento esperado das três curvas conforme figura 17. Pois o valor de k diminui com o tempo e tende a estabilizar, isto é, encontrar um regime permanente.

Nas amostras DLC-125 e DLC-375 pode-se observar um comportamento tribológico em função da espessura do revestimento, ou seja, o aumento da espessura do revestimento aumenta o valor do coeficiente de desgaste abrasivo (k), o que não é observado na amostra DLC-250.

Como na amostra DLC-250 foram coletados mais pontos por ensaio é fato que a distância entre as crateras de desgaste são menores, podendo fazer com que o ensaio anterior interfira no seguinte.

Através da tabela 10 podemos verificar um desacordo com os valores de k para as amostras DLC-125 e DLC-375 se comparado com o gráfico da figura 35.

Tabela 10 - Comparação do desgaste nas amostras DLC-375 e DLC-125 em função do número de voltas

REVOLUÇÕES	DLC-375	DLC-125
30		
60		
90		
120		
150		

## 5.2 COMPARANDO AMOSTRAS ACIMA DE 200 VOLTAS

A amostra S-REVESTIMENTO apresentou valores de  $k$  superior ao da amostra DLC-375S, no intervalo de 200 a 700 revoluções.

Os valores de  $k$  para a amostra DLC-375S está oscilando entre o valor de 1.5, como pode ser visto na figura 36.

Na amostra S-REVESTIMENTO  $k$  não oscila em torno de um determinado valor, isso quer dizer que não foi possível estimar com precisão um valor médio para  $k$ .

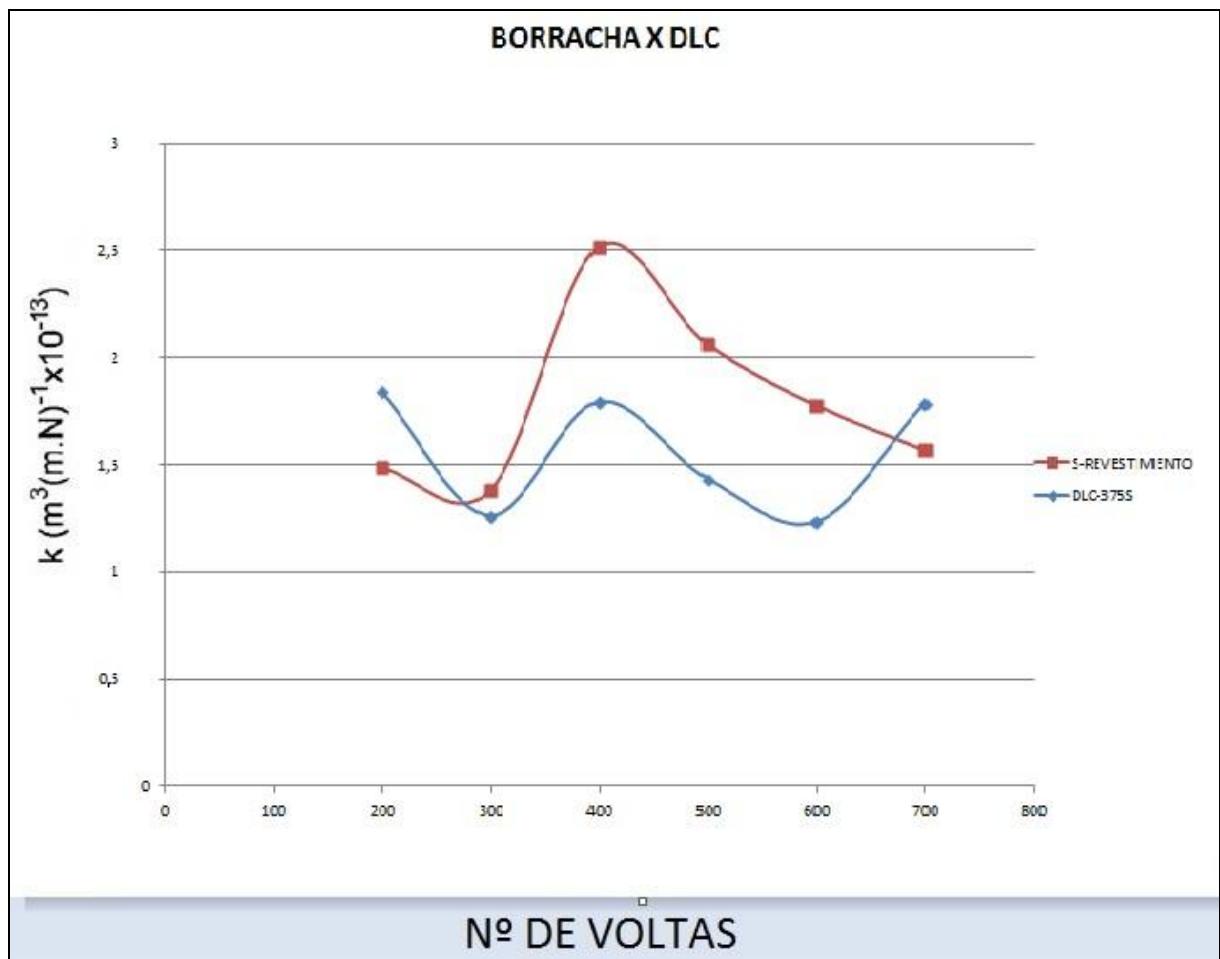
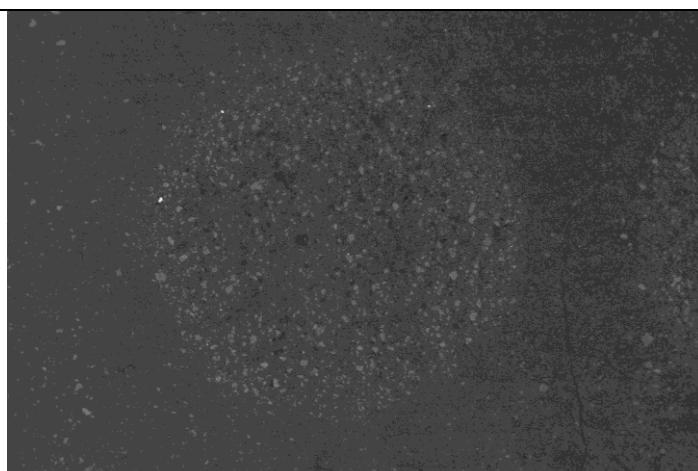


Figura 36 - Comparação de  $k$  das amostras DLC-375S e S-REVESTIMENTO

Tabela 11 - Cratera de desgaste da amostra DLC-375S, imagens do microscópio de varredura eletrônica MEV.

Revoluções	DLC-375S
200	 <p>200 µm      EHT = 20.00 kV      Signal A = CZ BSD      Date :26 Apr 2013    WD = 8.5 mm      Mag = 80 X      UFES      ZEISS</p>
500	 <p>200 µm      EHT = 20.00 kV      Signal A = CZ BSD      Date :26 Apr 2013    WD = 8.5 mm      Mag = 80 X      UFES      ZEISS</p>
700	 <p>100 µm      EHT = 20.00 kV      Signal A = CZ BSD      Date :26 Apr 2013    WD = 8.5 mm      Mag = 80 X      UFES      ZEISS</p>

### 5.3 RECURSOS ADICIONAIS

Através do analisador tridimensional de superfície foi feito um modelo 3D das crateras de desgaste de duas amostras, DLC-375S e S-REVESTIMENTO.

Essa modelagem tem a intenção de medir o volume que foi desgastado do material e comparar com o valor calculado neste trabalho, a fim de avaliar se a metodologia utilizada é válida.

Para a amostra DLC-375S foi calculado uma perda de volume, conforme equação (2), de  $23.596.100 \mu\text{m}^3$ , enquanto que o calculado pelo software foi de  $17.167.965 \mu\text{m}^3$ .

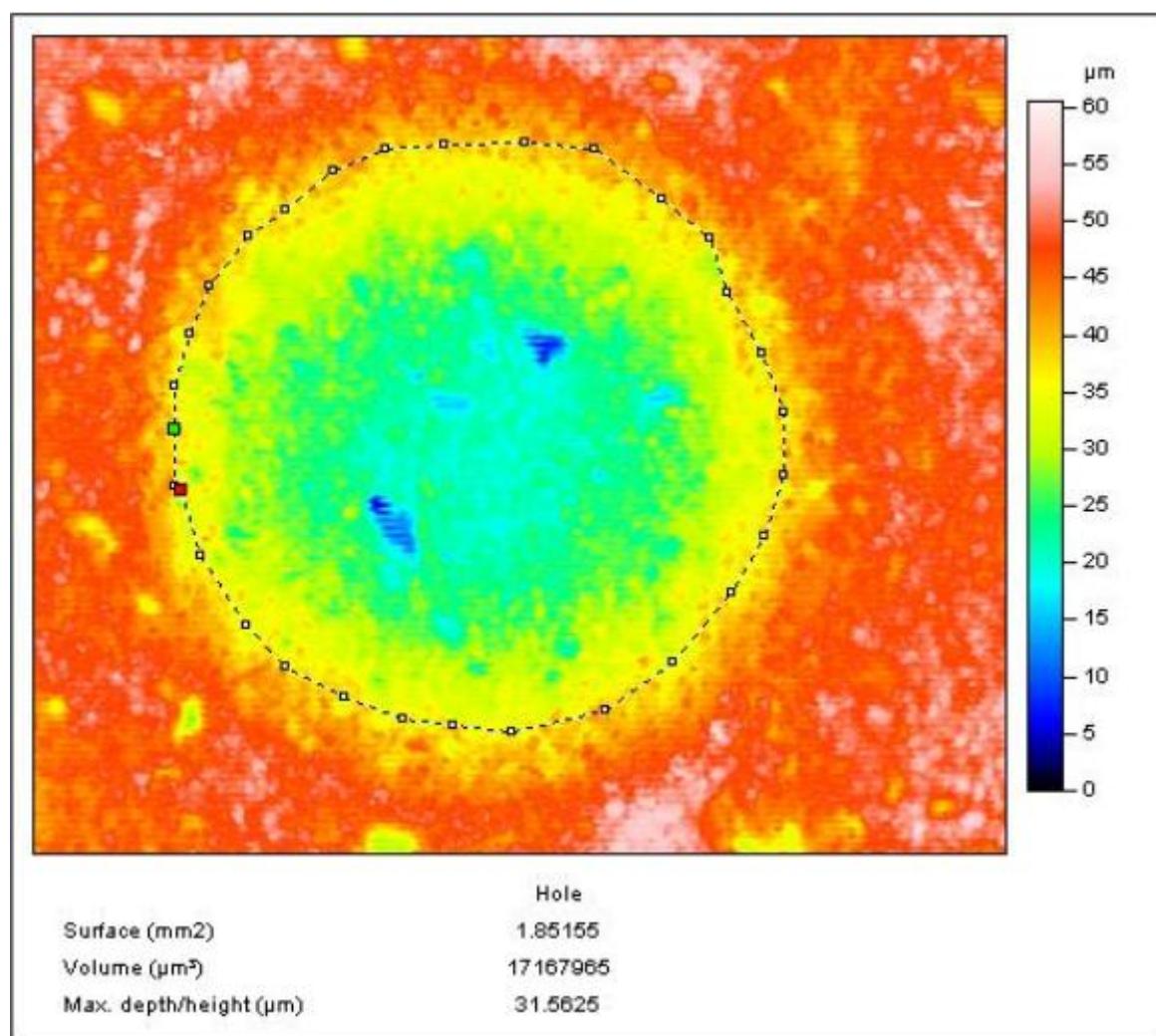


Figura 37 - Volume perdido da amostra DLC-375S após 600 revoluções

Para a amostra S-REVESTIMENTO o volume calculado pela equação (2) foi de  $34.063.700 \mu\text{m}^3$ , enquanto que o calculado pelo software foi de  $34.804.869 \mu\text{m}^3$ .

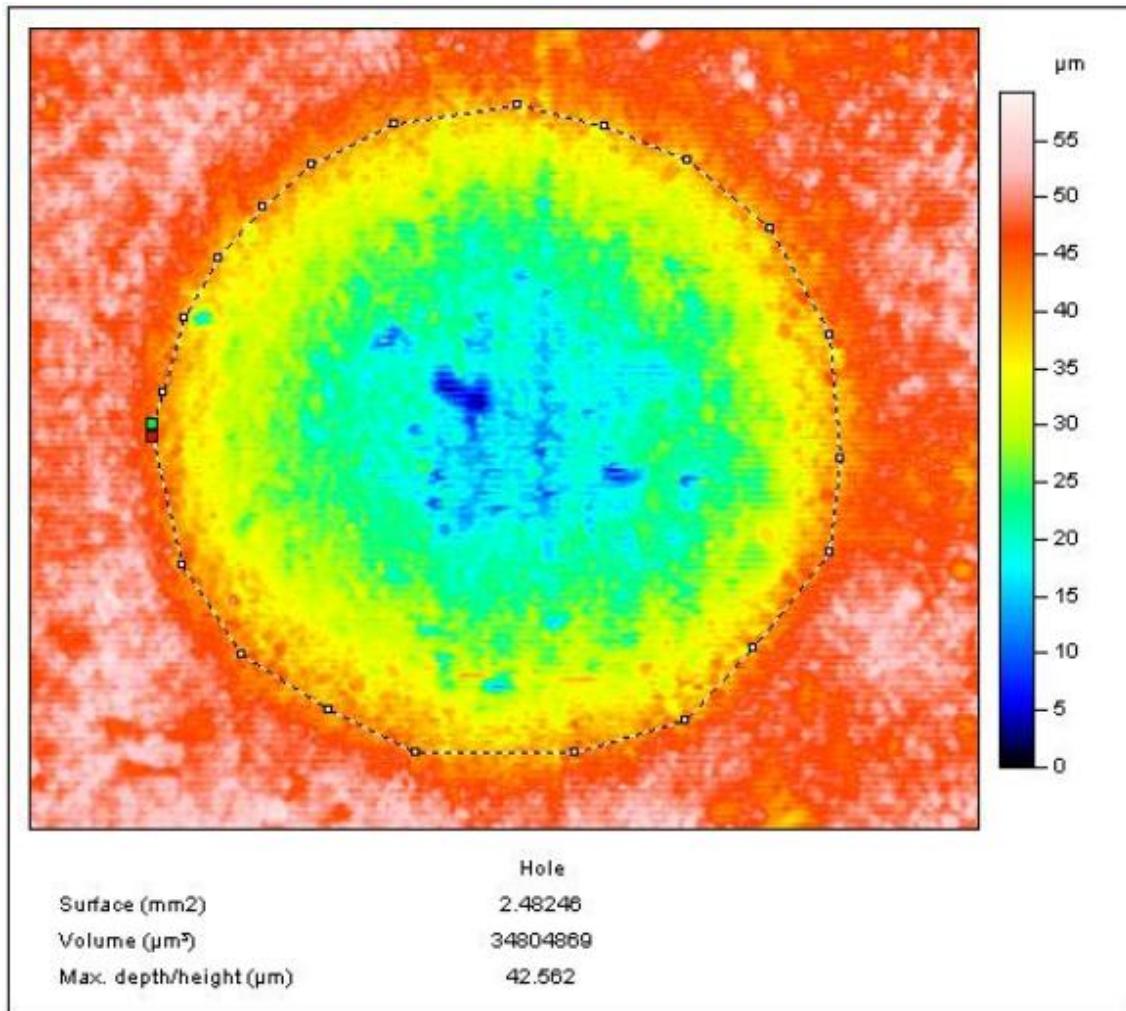


Figura 38 - Volume perdido da amostra S-REVESTIMENTO após 600 revoluções

#### 5.4 DIFICULDADES ENCONTRADAS E OBSERVAÇÕES

Uma das principais dificuldades encontrada neste trabalho foi como medir a circunferência da cratera de desgaste.

Por não apresentar uma forma circular perfeita e nem uma visualização clara entre a transição revestimento-substrato, a medição da circunferência foi feita através da média dos pontos que circundavam o desgaste.

Como não era possível a aplicação da equação (3), devido a não visualização da transição de desgaste, utilizou-se uma aproximação para a equação (1).

Essa opção pela utilização da equação (1) pode não ter sido conveniente para uma avaliação quantitativa do material.

É necessário avaliar qual deve ser a mínima distância entre a marca deixada pelo ensaio, de forma não interferir no resultado.

Houve grande dificuldade de observar a diferença entre o revestimento e o substrato devido à espessura do revestimento, o que dificultou avaliar em que momento ocorreu a perfuração do filme.

## 6 CONCLUSÃO

- Através dos valores calculados do coeficiente de desgaste abrasivo (k), figura 35, a amostra DLC-125 obteve um desempenho melhor que a amostra DLC-375.

$$k_{DLC-375} > k_{DLC-125}$$

- Utilizando o microscópio de varredura eletrônica (MEV) percebe-se que houve um desgaste menor na amostra DLC-375 do que na amostra DLC-125, tabela 10.

$$k_{DLC-375} < k_{DLC-125}$$

- Em relação às amostras DLC-375S e S-REVESTIMENTO observa-se que a primeira teve um melhor desempenho em relação ao desgaste, figura 36.

$$k_{S-REVESTIMENTO} > k_{DLC-375S}$$

- Para amostra sem revestimento, S-REVESTIMENTO, a metodologia utilizada mostrou-se eficaz, pois o volume desgastado teórico e o volume desgastado utilizando modelagem 3D apresentaram uma diferença de apenas 2%.
- Com a metodologia utilizada não foi possível avaliar quantitativamente o ensaio para as amostras revestidas.
- Deve ser utilizada outra metodologia para medição do desgaste nas amostras com revestimento.

## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] D. F. Franceschini, Thin Films and Nanostructures Vol.30
- [2] J. Robertson, Diamond-like amorphous carbon
- [3] Dai Tsubone, Terumitsu Hasebe, Aki Kamijo e Atsushi Hotta, FRACTURE MECHANICS OF DIAMOND-LIKE CARBON (DLC) FILMS COATED ON FLEXIBLE POLYMER SUBSTRATES, *Surface & Coatings Technology* 201 (2007) 6423–6430
- [4] F. Marquesa, W.M. da Silva, J.M. Pardal, S.S.M. Tavares e C. Scandian, INFLUENCE OF HEAT TREATMENTS ON THE MICRO-ABRASION WEAR RESISTANCE OF A SUPERDUPLEX STAINLESS STEEL, *Wear* 271 (2011) 1288– 1294.
- [5] Luciano de Oliveira Castro Lara, OTIMIZAÇÃO DE TRIBO REVESTIMENTOS MULTIFUNCIONAIS: UMA ABORDAGEM EXPERIMENTAL/COMPUTACIONAL, 2012
- [6] A. J. Gant e M.G.Gee, A REVIEW OF MICRO-SCALE ABRASION TESTING, *journal of physics d: applied physics* 2011.
- [7] M.G. Gee, A. Gant, I. Hutchings, R. Bethke, K. Schiffman, K. Van Acker, S. Poulat, Y. Gachon e J. von Stebut, PROGRESS TOWARDS STANDARDISATION OF BALL CRATERING, *Wear* 255 (2003) 1–13.
- [8] K. L. Rutherford e I. M. Hutchings, A MICRO-ABRASIVE WEAR TEST. WITH PARTICULAR APPLICATION TO COATED SYSTEMS, *Surface and Coatings Technology* 79 (1996) 231-239
- [9] R.I. Trezona, D.N. Allsopp e I.M. Hutchings, TRANSITIONS BETWEEN TWO-BODY AND THREE-BODY ABRASIVE WEAR: INFLUENCE OF TEST CONDITIONS IN THE MICROSCALE ABRASIVE WEAR TEST, *Wear* 225–229 (1999) 205–214.
- [10] D. Martinez-Martinez, J. P. van der Pal, Y. T. Pei, and J. Th. M. De Hosson, PERFORMANCE OF DIAMOND-LIKE CARBON-PROTECTED RUBBER UNDER CYCLIC FRICTION. I. INFLUENCE OF SUBSTRATE VISCOELASTICITY ON THE DEPTH EVOLUTION, *journal of applied physics* 110, 124906 (2011).
- [11] Y.T. Pei, X.L. Bui and J.Th.M. De Hosson, FLEXIBLE PROTECTIVE DIAMOND-LIKE CARBON FILM ON RUBBER, *Scripta Materialia* 63 (2010) 649–652.

- [12] X.L. Bui, Y.T. Pei, E.D.G. Mulder, J.Th.M. De Hosson, ADHESION IMPROVEMENT OF HYDROGENATED DIAMOND-LIKE CARBON THIN FILMS BY PRE-DEPOSITION PLASMA TREATMENT OF RUBBER SUBSTRATE, *Surface & Coatings Technology* 203 (2009) 1964–1970
- [13] D. Martinez-Martinez, M. Schenkel, Y.T. Pei, J.Th.M. De Hosson, MICROSTRUCTURAL AND FRICTIONAL CONTROL OF DIAMOND-LIKE CARBON FILMS DEPOSITED ON ACRYLIC RUBBER BY PLASMA ASSISTED CHEMICAL VAPOR DEPOSITION, *Thin Solid Films* 519 (2011) 2213–2217
- [14] Milton Ohring, MATERIALS SCIENCE OF THIN FILMS, 2<sup>a</sup> edição 2002.