

Triboquímica Analítica de Filmes à Base de Carbono

RELATÓRIO FINAL DE PROJETO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA (PIBIC/CNPq/INPE)

André Vasconcellos Bastos (INPE, Bolsista PIBIC/CNPq)

E-mail: andrebastos3@hotmail.com

Vladimir Jesus Trava Airoldi (INPE, Orientador)

E-mail: vladimir@las.inpe.br

Julho/2013

RELATÓRIO DE ATIVIDADES

TRIBOQUÍMICA ANALÍTICA DE FILMES À BASE DE CARBONO

RESUMO

Este relatório tem por finalidade apresentar as atividades desenvolvidas no Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, nos Laboratórios de Materiais e Sensores e também no Laboratório de Tribologia. Nesta iniciação científica, foi conhecido um novo campo de pesquisa e de trabalho: A deposição de filmes de DLC e os testes tribológicos. O estudo e desenvolvimento de materiais com filmes de Carbono tipo diamante (DLC, do inglês Diamond-like Carbon) ultimamente tem sido de grande interesse da comunidade científica e da indústria, em razão das excelentes propriedades do material, sendo assim usado em muitas aplicações, as mais usadas tem como finalidade aumentar a vida útil de componentes e sistemas, em produtos médicos e odontológicos, como prótese, bisturi e parafusos de implantes e também na indústria aeroespacial. Com os estudos a respeito do filme, pode-se perceber que cada material tem seu processo de deposição. Este trabalho de Iniciação Científica visa caracterizar tribologicamente o filme fino de DLC em liga Ti6Al4V. Realizou-se o lixamento, polimento e limpeza do substrato, Ti-6Al-4V, e em seguida foram realizada a deposição do filme fino de DLC pela técnica DC pulsada PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) variando os parâmetros de deposição, especificamente a tensão de autopolarização. A espectroscopia de espalhamento Raman foi utilizada para a identificação da composição e da qualidade estrutural dos filmes. O comportamento tribológico do filme de DLC foi avaliada pela adesão e o desgaste. A perfilometria óptica foi utilizada para medir a espessura, rugosidade dos filmes e para quantificar o desgaste nas esferas e nos filmes. Os resultados mostraram que os filmes de DLC ajudaram a proteger a superfície da liga de titânio. Este projeto contribuiu para as pesquisas do grupo DIMARE fortalecendo a tribologia dentro do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – INPE.

Palavras-chave: DLC. Tribologia. Aderência. Atrito.

INTRODUÇÃO

Apesar do enorme progresso realizado pela Ciência e Engenharia de Materiais nos últimos anos, ainda permanecem grandes desafios tecnológicos no desenvolvimento de materiais ainda mais sofisticados e especializados e, ao mesmo tempo, ecologicamente sustentáveis e de baixo custo. Existe uma grande demanda por materiais leves, duráveis e resistentes a: ambientes corrosivos; altas temperaturas e esforços mecânicos. Estes materiais são estudados para aplicações diversas que vão desde próteses biocompatíveis até peças de satélites (Radi, 2012).

Juntamente com esse desafio, existe a necessidade de conhecer e controlar o comportamento de atrito e desgaste desses materiais. A tribologia, ciência que estuda o comportamento de atrito e desgaste de materiais em contato e em movimento relativo, é uma ferramenta importante para o estudo do comportamento do material em função da carga aplicada, do material utilizado como contra corpo e do ambiente de medida (como por exemplo: atmosfera ambiente, gases inertes ou em alto-vácuo; diferentes temperaturas; ambiente quimicamente agressivo). Estes fenômenos têm sido extensivamente estudados, já que o atrito é uma resposta da interação do material com o meio e com os contatos existentes. Assim, o atrito dependerá de diversos fatores, tais como rugosidade da superfície, velocidade do deslizamento, pressão de contato e composição do ambiente onde os materiais estão inseridos. Dessa forma, evidencia-se a necessidade no aprofundamento dos estudos tribológicos para o melhor entendimento dos fenômenos que controlam o comportamento de atrito e desgaste dos materiais (Trava-Airoldi et al, 2007 e Radi, 2012).

Dentro dessa perspectiva de desenvolvimento de materiais, os filmes finos, principalmente os carbonosos, tais como, o DLC (Diamond-Like Carbon), tem se mostrado promissores para diversas aplicações. Além de suas excelentes propriedades químicas e mecânicas, com conhecimento das técnicas de deposição é possível controlar a hidrogenação desses filmes e também adicionar elementos químicos em sua estrutura. Dessa forma, torna-se cada vez mais necessário desenvolver meios científicos e tecnológicos inéditos para estudar os mecanismos envolvidos nos fenômenos de superfície e de interface que influenciam diretamente nos fenômenos tribológicos.

Este trabalho tem como objetivo estudar a deposição do filme fino de DLC em liga Ti6Al4V, pela técnica DC pulsada PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) variando os parâmetros de deposição, especificamente a tensão de autopolarização. Foram avaliados o comportamento tribológico dos filmes de DLC pela adesão e o desgaste. Todos esses testes visaram aumentar a aderência do filme e a melhoria do processo.

1. REVISÃO DE LITERATURA

Filmes de DLC

O DLC é uma forma metaestável do carbono amorfo que contém uma fração significativa de ligações do tipo sp^3 . (ROBERTSON, 2002). O carbono forma uma grande variedade de estruturas cristalinas e desordenadas, por existir em três diferentes hibridizações, sp^3 , sp^2 e sp^1 . A Figura 1 mostra uma representação esquemática das ligações hibridizadas do carbono.

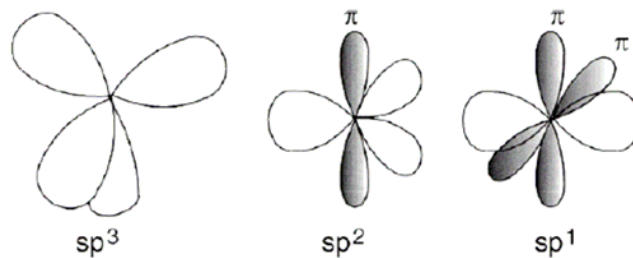


Figura 1 - Ligações hibridizadas do Carbono
Fonte: Robertson (2002)

Na configuração sp^3 , como no diamante, cada um dos quatro elétrons de valência do carbono está em um orbital sp^3 , fazendo uma forte ligação σ com o átomo adjacente. A configuração típica do grafite é a sp^2 , que tem número de coordenação 3, três dos quatro elétrons de valência estão em orbitais sp^2 , formando ligações σ com os átomos de carbono no plano. O quarto elétron encontra-se em um orbital p , formando ligações fracas π com um ou mais orbitais π vizinhos.

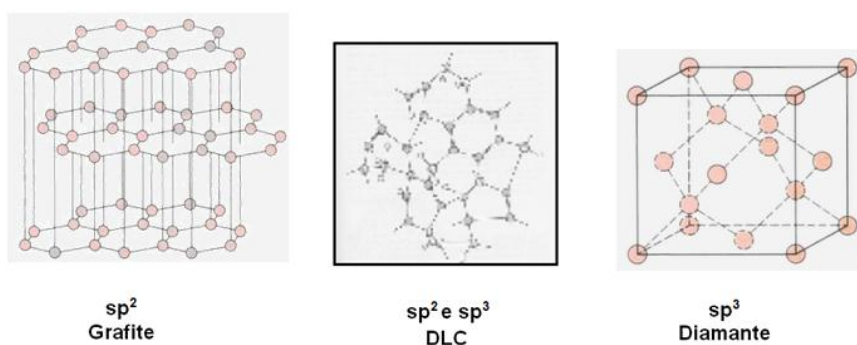


Figura 2 - Representação esquemática do arranjo atômico dos átomos de carbono.

Os filmes de DLC contêm uma parte significativa de ligações sp^3 e sp^2 , podendo ser classificados em três grupos (MARCIANO, 2008):

- Amorfos hidrogenados (a-C:H), contendo menos de 50% de ligações sp^3 com uma pequena porcentagem de hidrogênio;

- Amorfos tetraédricos não hydrogenados (ta-C), contendo alta porcentagem de ligações sp^3 (> 70 %) e um teor mínimo de hidrogênio.
- Amorfos tetraédricos hydrogenados (ta-C:H), contém menos do que 70 % de ligações sp^3 .

A Figura 3 mostra o diagrama de fase ternária mostrando os possíveis tipos de carbono amorfo em função das concentrações de ligações sp^2 , sp^3 e de hidrogênio.

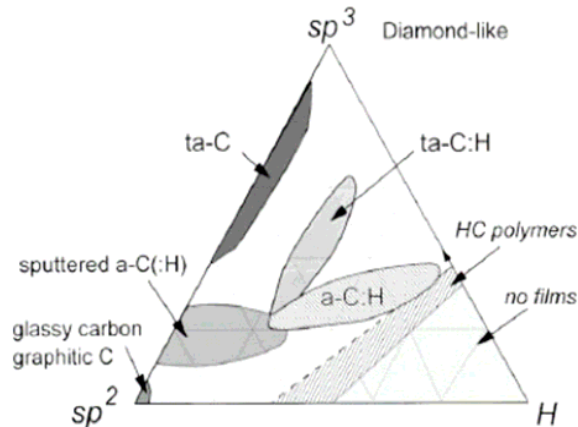


Figura 3 - Diagrama de fase ternária das ligações em ligas de carbono amorfo

Deposição dos filmes de DLC

A deposição de filmes de DLC tem como característica comum em alguns processos, o bombardeamento de átomos com energias que variam de 20 a 500 eV. De maneira geral, a diferença entre cada técnica está relacionada com: tipo de descarga elétrica, formato dos eletrodos, fonte de energia, temperatura do substrato e proporção entre os gases precursores de deposição. A superfície que receberá o bombardeamento dos íons deve ser cuidadosamente preparada por processos de polimento e limpeza, e eventualmente a inclusão de processos de difusão.

Utilizando o método de deposição via plasma assistido, PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition), a estrutura dos filmes é composta pelos aglomerados de hibridização sp^2 interconectados por carbonos com hibridização sp^3 . Aceita-se geralmente que a adsorção química da superfície dos radicais CH_3 é a forma principal para o crescimento deste tipo de filmes (BONETTI, 2005).

A deposição de filmes finos de DLC pela técnica DC pulsado PECVD trata-se de uma descarga em plasma de baixa pressão utilizando uma fonte chaveada pulsada para a geração do plasma e deposição dos filmes de DLC nos substratos (CAPOTE ET AL, 2006; TRAVA-AIROLDI ET AL, 2007).

Podem-se encontrar importantes resultados no trabalho de Trava-Airoldi (2007b), a respeito de deposição de filmes de DLC pela incorporação de interface de silício, por meio da técnica de DC – Pulsado PECVD. Neste trabalho, verificou-se que a técnica DC-Pulsado PECVD foi a que apresentou os melhores resultados de

aderência, baixo coeficiente de atrito, além de produzir filmes com uma relativa tensão interna reduzida, alta dureza e o menor custo de produção dentre as técnicas r.f. PECVD e IBAD. Além desse, outros trabalhos demonstram que a sintetização de intercadas com um material com características intermediárias em relação a ambos, filme e substrato, podem proporcionar filmes de DLC aderentes a materiais metálicos (JEONG et al., 2000; KIM et al., 2007, apud Silva 2011).

Tribologia

O termo tribologia é definido como a ciência e tecnologia que se dedica ao estudo do desgaste, do atrito e da lubrificação entre duas superfícies em contato e em movimento relativo e às práticas relacionadas. (MYIOSHI, 1998, apud RADI 2008).

O desgaste contribui para a curta duração dos produtos, e o atrito contribui para o consumo de energia. Uma análise dos danos em máquinas mostra que, na maioria dos casos, as falhas e obstruções estão associadas com a interação de partes móveis, tais como engrenagens, buchas, junções, embreagens, entre outros. Milhões de dólares têm sido desnecessariamente perdidos a cada ano através do atrito, desgaste e perdas de energia. Estes são os custos diretos do atrito e do desgaste. Existem ainda gastos indiretos relacionados com perda na produção, falha no cumprimento de missões importantes, ou custos de manutenção de máquinas e equipamentos. (RADI, 2008).

Ensaio de aderência

O ensaio de aderência (teste de riscamento) consiste em riscar a amostra, utilizando uma ponta de diamante, com aumento constante da força até que ocorra a trinca do filme, ou aparecimento do substrato. As trincas que ocorrem no filme são monitoradas utilizando-se um sensor de emissão acústica e o aparecimento do substrato pode ser observado utilizando-se um microscópio ótico. Este teste é considerado como semiquantitativo, devido ao fato da carga crítica não ser uma medida de adesão, segundo Bull et al. (2006, APUD COSTA). O valor de carga onde ocorre a trinca ou a delaminação do filme é chamado de carga crítica. A Figura 4 mostra um esquema deste teste.

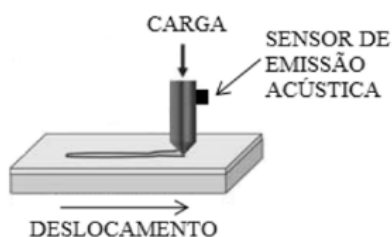


Figura 4 - Representação do ensaio de riscamento. Fonte: Costa, 2010

O valor de carga crítica é determinado através da análise da variação do coeficiente de atrito e da emissão acústica, que é o sinal emitido pelo material quando ocorrem as trincas.

O ensaio de desgaste pode ser representado de quatro modos, desgaste adesivo, abrasivo, fadiga e corrosivo. Este ensaio acontece para observar o quanto o filme aguenta até começar a se desgastar, e a forma que acontece este desgaste recebe a denominação. O desgaste pode ocorrer de diversos modos, como deslizamento, rolamento, erosão, impacto e oscilação, estes modos retratam como é o movimento do material que irá ficar em atrito com o substrato para realizar o desgaste. (KATO, 2001)

Espectroscopia Raman

A espectroscopia Raman é uma técnica muito utilizada para obter informações sobre a estrutura de materiais como o DLC e também com relação ao seu grau de desordem, segundo Tuinstra et. al. (1970, apud Marciano a 2008). Esta técnica é amplamente usada devido à sua simplicidade, por ser não-destrutiva e fornecer uma informação qualitativa sobre o material estudado (ROBERTSON, 2002).

O diamante tem uma única banda característica centrada em 1332 cm^{-1} e o cristal de grafite tem uma linha única centrada em 1580 cm^{-1} , denominada "G" (ROBERTSON, 2002). O grafite desordenado tem uma segunda banda ao redor de 1350 cm^{-1} chamada de "D" que está relacionada à desordem do material. Nos espectros Raman de materiais de carbono amorfo observa-se duas bandas largas denominadas de G e D, centradas por volta de 1560 cm^{-1} e 1350 cm^{-1} , respectivamente. No gráfico 1 é mostrado um espectro Raman de um filme de DLC obtido pela técnica de PECVD em um plasma de metano.

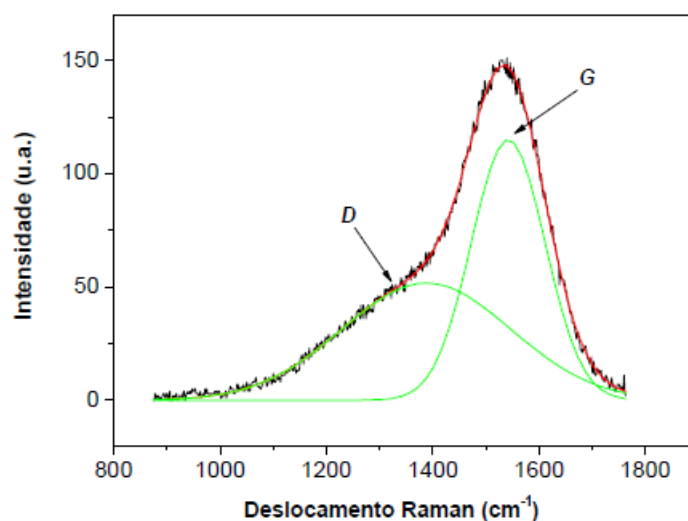


Gráfico 1 - Espectro Raman de um filme obtido por meio da técnica de deposição PECVD. Fonte: Marciano (2008)

Perfilometria Óptica

Segundo Radi (2008), a perfilometria óptica é uma técnica de não-contato que permite analisar a rugosidade de superfícies e degraus com até 2 mm de altura. O diferencial dessa metodologia em relação à perfilometria de contato é a maior precisão e a leitura de uma área mais representativa e não apenas de um ponto.

A perfilometria óptica é baseada no princípio da interferometria, onde a luz refletida de um espelho de referência é combinada com a luz refletida da amostra para produzir franjas de interferência. A melhor franja de contraste ocorre no melhor foco. Essa varredura descreve a topografia da amostra tridimensionalmente e viabiliza a execução de perfis em posições paralelas que varrem uma determinada área da amostra.

A rugosidade aritmética média é a média aritmética dos valores absolutos das ordenadas de afastamento, dos pontos do perfil de rugosidade em relação à linha média, dentro do percurso de medição. Essa grandeza pode corresponder à altura de um retângulo, cuja área é igual à soma absoluta das áreas delimitadas pelo perfil de rugosidade e pela linha média, tendo por comprimento o percurso de medição.

2. METODOLOGIA

2.1 - Preparação de amostras

Inicialmente foram cortadas as amostras de Ti6Al4V, em seguida as mesmas foram lixadas na ordem crescente de lixas d'água de 120 até 2000 grana. Após o lixamento realizou-se o polimento das amostras utilizando feltro e uma solução de sílica coloidal e peróxido de hidrogênio. Após o polimento as amostras foram submetidas ao banho de ultrassom com acetona PA, por 10 minutos e secas utilizando um jato de nitrogênio seco. É de suma importância o processo de preparação e limpeza da amostra para maximizar o efeito sobre a aderência do filme.

2.2 - Perfilometria Óptica

Para garantir a homogeneidade da rugosidade na superfície dos substratos realizaram-se, após o polimento das amostras, as medidas de rugosidade em um perfilômetro ótico, WYKO NT1100. Foram realizadas 5 medidas em pontos diferentes para cada amostra.

2.3 - Deposição do filme

A deposição dos filmes de DLC foi realizada utilizando-se a técnica de DC pulsada PECVD. Os parâmetros de deposição, bem como a disposição de catodo e anodo dentro da câmara de deposição sofreram variações.

A câmara de vácuo para deposição desses filmes, possui um volume interno de 130 L, com sistema de bombeamento composto por uma bomba mecânica de 90m³/h e difusora de 2000L/s. Estão acoplados à câmara medidores de vácuo do tipo Pirani, Penning e do tipo membrana capacitiva para medida de pressão total durante os estudos e crescimento dos filmes. O fluxo dos gases injetados é regulado por controladores eletrônicos de fluxos devidamente calibrados para cada tipo de gás. A fonte de descarga foi projetada pela equipe (Bonetti, 2008) e tem características especiais para garantir uma boa descarga. É possível variar a tensão de polarização desde -100V até -1000V, com corrente controlável de 5mA até cerca de 5A. É também utilizada uma fonte de alta tensão com capacidade de -1 a -6kV.

O processo de deposição de filmes se inicia com o preparo e limpeza das amostras, seguido pela inserção destas na câmara de vácuo, estabelecimento do vácuo, inserção de gás Argônio (Ar) para limpeza e remoção de impurezas, ficando assim por 60 minutos, inserção de Silano (SiH₄) por 30 minutos para formação da camada de Silício. Adiciona-se Hexano (C₆H₁₄) líquido, ao Silano (SiH₄) para formação do filme de DLC e após ficar por 30 minutos, desliga-se o Silano (SiH₄), ficando apenas o Hexano (C₆H₁₄) líquido por 120 minutos. Os parâmetros de deposição para amostras de Ti₆Al₄V estão representados na Tabela 1. O processo de limpeza manteve-se constante em 2kV em todos os experimentos. Nas demais etapas manteve-se constante a diferença de potencial (DDP) para cada condição estudada (0,8kV, 2kV, 4 kV, 6kV e 7kV).

TABELA 1 - Etapas da deposição dos filmes de DLC.

	GÁS	TEMPO (min)	DDP(V)
LIMPEZA	Ar	60 minutos	2000
INTERFACE DE SILÍCIO	SiH ₄	30 minutos	800 à 7000
DLC 1ª ETAPA	SiH ₄ + C ₆ H ₁₄	30 minutos	800 à 7000
DLC 2ª ETAPA	C ₆ H ₁₄	120 minutos	800 à 7000

2.4 - Caracterizações

Após a deposição do filme de DLC em amostras, ocorreu o processo de caracterização, com o objetivo de analisar a qualidade e aderência do filme produzido.

2.4.1 - Espectroscopia Raman

A estrutura dos filmes de DLC foi estudada utilizando a espectroscopia de espalhamento Raman. As medidas dos espectros Raman foram feitas utilizando um sistema Renishaw 2000, com um laser iônico de Ar⁺ ($\lambda = 514,5 \text{ nm}$) com geometria de retroespalhamento. A potência do laser sobre a amostra foi de aproximadamente 0,6 mW e a área do laser de aproximadamente $10 \mu\text{m}^2$. O deslocamento Raman foi calibrado usando o pico do diamante em 1332 cm^{-1} . As medidas foram realizadas no ar e à temperatura ambiente.

A taxa de hidrogenação nos filmes de DLC pode ser medida pelo Espectro Raman, pois com este aparelho é possível apresentar a concentração de hidrogênio presente em cada amostra de DLC, a porcentagem de carbono ideal para um filme de DLC tipo carbono é de 22% (CASIRAGHI, 2005). A porcentagem de hidrogênio é calculada a partir de uma equação 1, que conta com os valores da razão entre a inclinação m do ajuste linear em relação à linha de base e à intensidade do pico G, m/I_G , onde a equação completa é dada por:

$$H(\%) = 21,7 + 16,6 \times \log\left[\frac{m}{I_G} (\mu\text{m})\right] \quad (1)$$

2.4.2 - Ensaio de aderência

Para os ensaios de aderência, utilizou-se o tribômetro modelo UMT-2, produzido pela CETR. As amostras foram fixadas na porta amostras por meio de parafusos e fita dupla-face com espessura de ordem micrométrica, com o objetivo de evitar a movimentação da amostra durante o teste. Foi utilizada uma ponta de diamante do tipo Rockwell C 120° com raio de curvatura de $200\mu\text{m}$. A carga foi aplicada de forma crescente e linear com o tempo, variando de 0,2N até 25N e os limites de carga foram determinados de acordo cada material. O ponto onde ocorreu a primeira trinca foi determinado como a carga crítica.

Neste mesmo tribômetro foi feito o ensaio de desgaste, na ponta foi presa uma esfera de titânio, antes do teste foi calculada o volume da esfera a partir do perfilômetro óptico. Os parâmetros utilizados para o teste foram 500 ciclos, com uma força de 2N e a trilha foi de 4mm. Após feito o teste foi calculado novamente o volume da esfera de titânio e com esta diferença de volume fica evidenciado o comportamento do filme.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 - Perfilometria Óptica

A média da rugosidade aritmética (Ra) e desvio padrão dos substratos em estudo estão apresentados na Tabela 2. Observa-se uma padronização nos resultados mantendo a reprodutividade das amostras em estudo. Isso se torna importante, já que os filmes de DLC são muito finos (cerca de 400nm) e acompanham a rugosidade do substrato.

TABELA 2: Valores de rugosidade aritmética obtido através de testes realizados nas amostras de liga de titânio (Ti6Al4V) após o polimento.

Substrato	Média	Desvio Padrão	Unidade
0,8kV	18,69	1,42	nm
2 kV	20,93	1,71	nm
4 kV	20,43	1,44	nm
6 kV	21,35	1,75	nm
7 kV	21,61	1,41	nm

3.2 - Espectroscopia Raman

A Figura 5 mostra o espectro Raman dos filmes de DLC crescidos com diferentes parâmetros, nesta mesma figura é possível observar as bandas D e G do substrato.

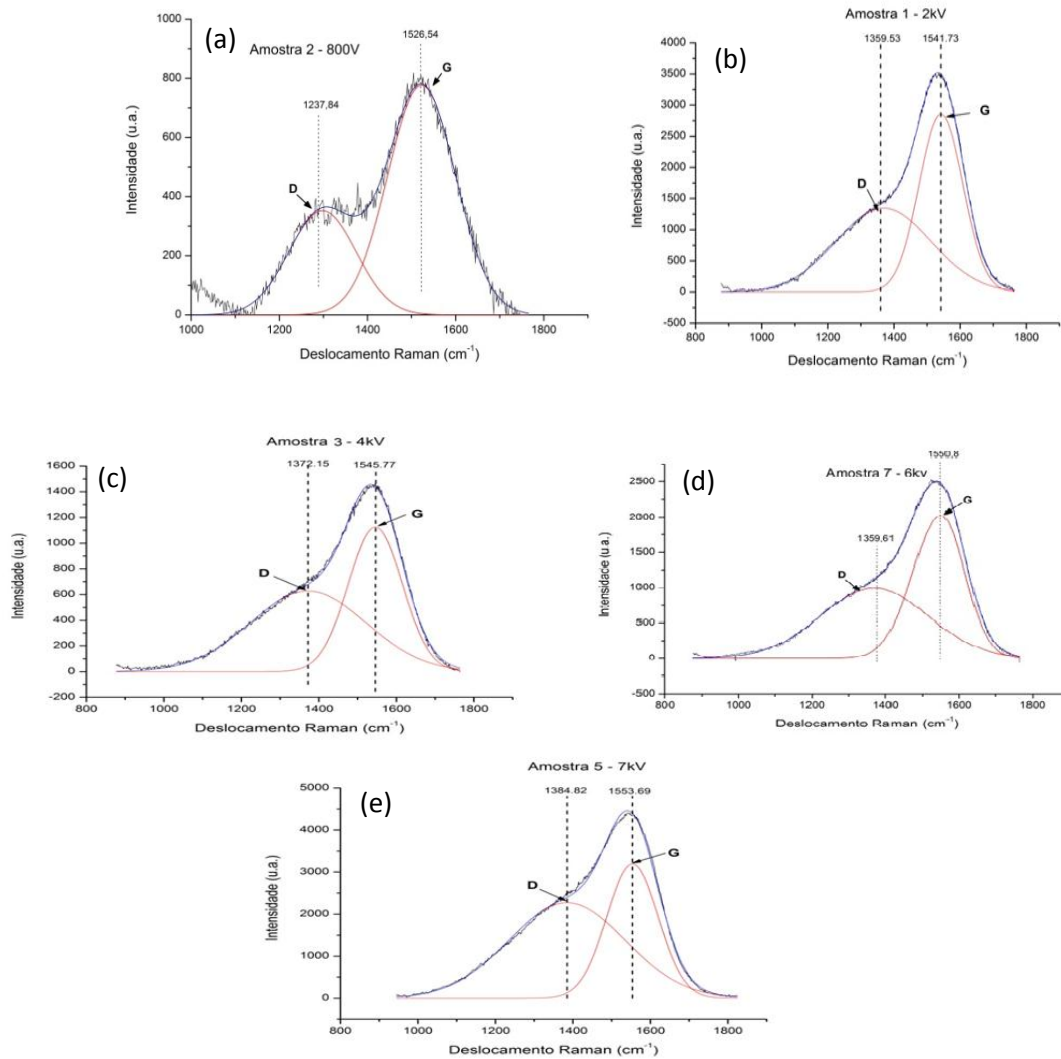


Figura 5 - Espectro Raman da liga Ti6Al4V com filme de DLC utilizando tensão autopolarização: (a) 0,8kV, (b) 2kV, (c) 4kV, (d) 6kV (e) 7kV.

Pela Tabela 3 observam-se os valores da posição da banda D e G e a relação entre a intensidade da banda D e a intensidade da banda G dos espectros de Raman das condições estudadas. As posições das bandas D e G caracterizam os filmes de DLC, a intensidade da banda D refere-se ao nível de sp³ do substrato, e a intensidade da banda G refere-se ao nível de sp² do substrato estudado. Pode-se observar que as posições das bandas de 2, 4 e 6kV não tiveram alterações significativas, já as bandas de 0,8kV e 7kV entra-se em extremos se comparadas às demais. A posição da banda G aumenta para maiores valores de tensão de autopolarização. Os valores da relação entre o I_D e I_G, não apresentaram variação significativa entre eles, apenas a amostra de 7kV ficou com um valor muito acima das demais.

TABELA 3 - Resultados obtidos através dos espectros Raman das amostras.

Amostra	Posição da Banda D	Posição da Banda G	I _D /I _G
0,8 kV	1237,84	1526,54	0,47
2 kV	1360,19	1532,69	0,47
4 kV	1369,88	1546,03	0,55
6kV	1359,61	1550,80	0,51
7 kV	1384,82	1553,69	0,67

Pela Tabela 4 que representa a porcentagem de hidrogênio em cada filme de DLC é possível observar que as amostras de 4kV e 6kV apresentam os valores entre 22%, segundo estudos esta faixa é a ideal para filmes de DLC. Os outros filmes estudados apresentaram valores próximos do ideal, apenas o filme de 7kV apresentou um filme com uma porcentagem inferior às demais.

TABELA 4 – Resultados da taxa de hidrogenação obtidos através da equação 1.

Amostra	Intensidade Banda G (u.a.)	Hidrogenação (%)
800V	821	26,81
2kV	2858	29,87
4kV	1096	20,74
6kV	1991	23,72
7kV	1081	14,49

3.3 - Ensaio de aderência

Neste capítulo serão exibidos alguns resultados de ensaio de aderência para amostras de Ti₆Al₄V. A Figura 6 mostra o ensaio de aderência realizado em uma amostra de Ti₆Al₄V para a deposição de DLC com a voltagem de 0,8kV. A carga crítica foi realizada através do monitoramento do ponto onde ocorreu a primeira trinca no filme. Pode-se, na Figura 6, observar que o coeficiente de atrito foi constante até a carga 13,1N em seguida verifica-se uma variação a abrupta evidenciando, assim, que o filme rompeu-se assim que a carga chegou neste valor.

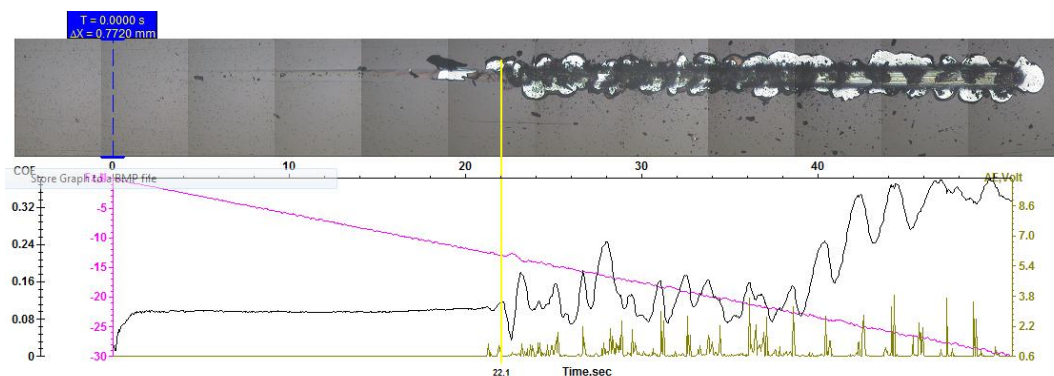


Figura 6 - Ensaio de aderência para a amostra feita com 0,8kV.

No ensaio de aderência da amostra de Ti_6Al_4V feita com 2kv para ser testada a aderência do filme, a força aplicada foi de 0,2N até 25N. Pode-se observar que o filme aguentou uma carga maior de 800v, o filme foi rompido com 14,55N, sendo evidenciado na Figura 7.

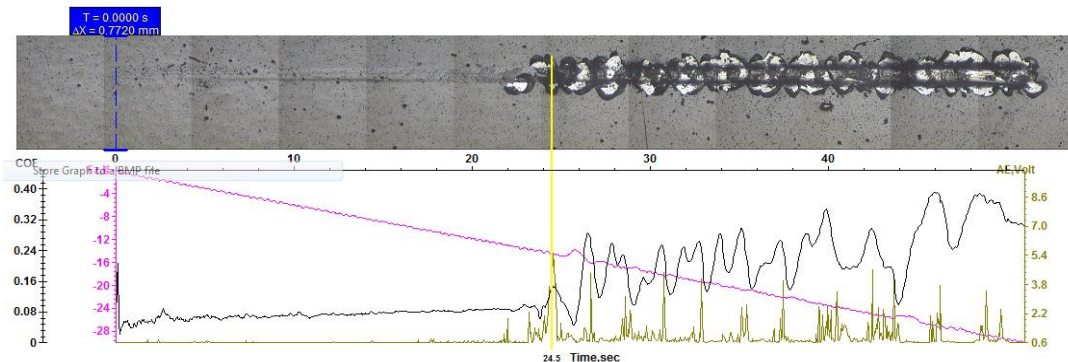


Figura 7 - Ensaio de aderência, amostra feita com 2kv.

Para o ensaio da amostra de Ti_6Al_4V , feita com 4kv de voltagem, foi utilizada uma força inicial de 0,2N até uma força de 25N. O filme de DLC após o ensaio aguentou uma carga de 21,46N. Mostrando assim que este filme foi o de melhor substrato entre os filmes estudados neste projeto, pode-se visualizar este dado na Figura 8.

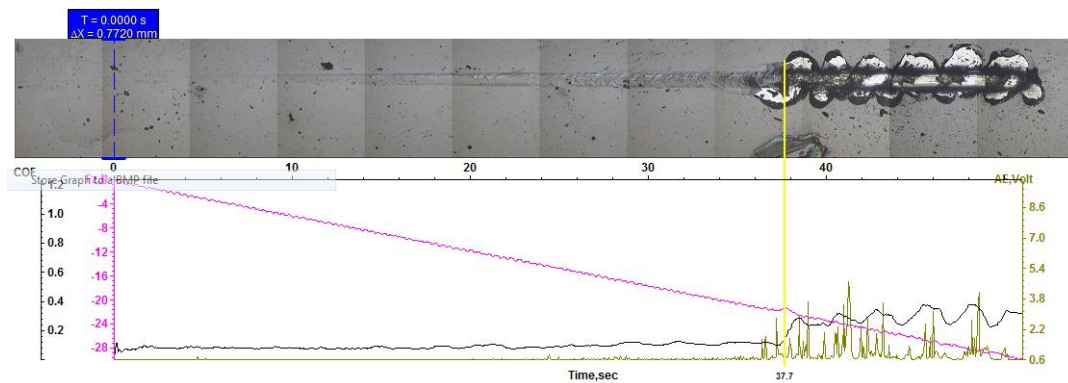


Figura 8 - Ensaio de aderência, amostra feita com 4kv.

No quarto ensaio, feito para a amostra de voltagem 6kv foi utilizada uma força inicial de 0,2N até uma força de 25N. O filme aguentou até a carga crítica de 14,98N, onde pode ser visto na Figura 9.

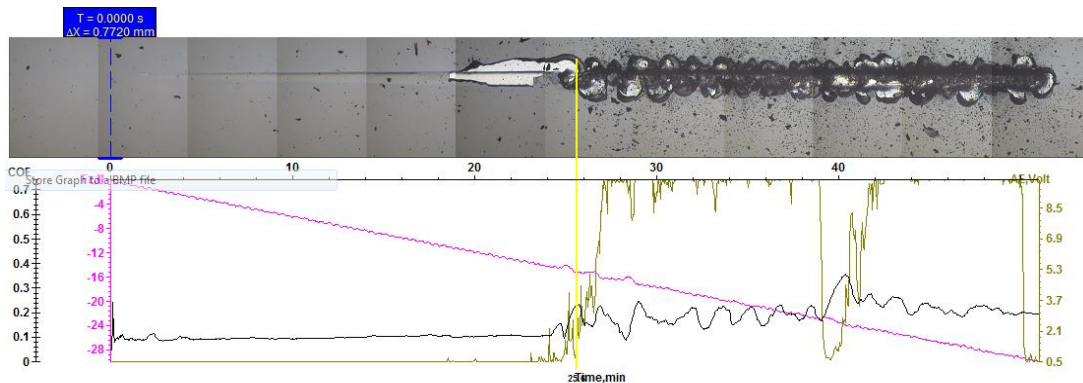


Figura 9 - Ensaio de aderência, amostra feita com 6kv.

O último ensaio feito com uma força inicial de 0,2 até uma força de 25N, para a amostra de 7kv, foi observado que o filme aguentou uma força de até 20,16N, evidenciando esta ser a amostra com o segundo substrato que mais aguentou a carga imposta pelo tribômetro, representado pela Figura 10.

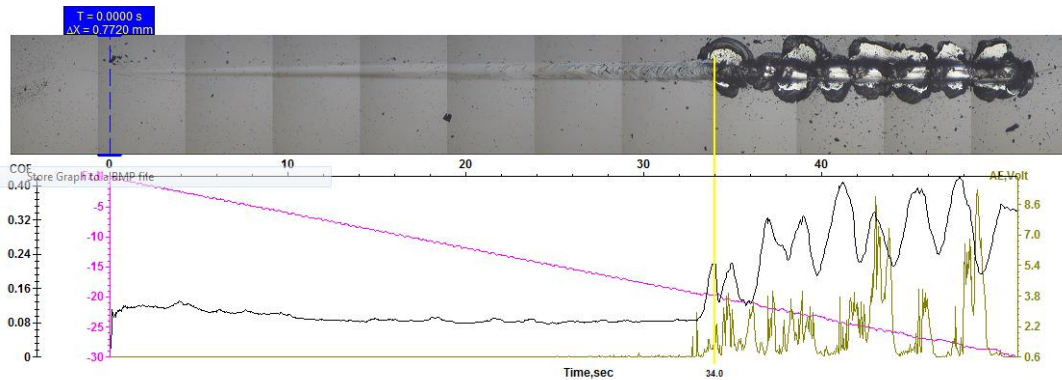


Figura 10 - Ensaio de aderência, amostra feita com 7kv.

3.4 Ensaio de desgaste

O volume das esferas de titânio para as amostras de 800V até a de 7kV, está contido na Tabela 5, é observado que a amostra de 4kV o volume desgastado foi o maior entre as amostras, evidenciando que o filme aguentou mais os ciclos do desgaste. Na Figura 11, são mostradas as imagens por perfilometria do topo da esfera de titânio antes e depois de ser utilizada na amostra de 4kV, seu volume é calculado pelo programa Vision.

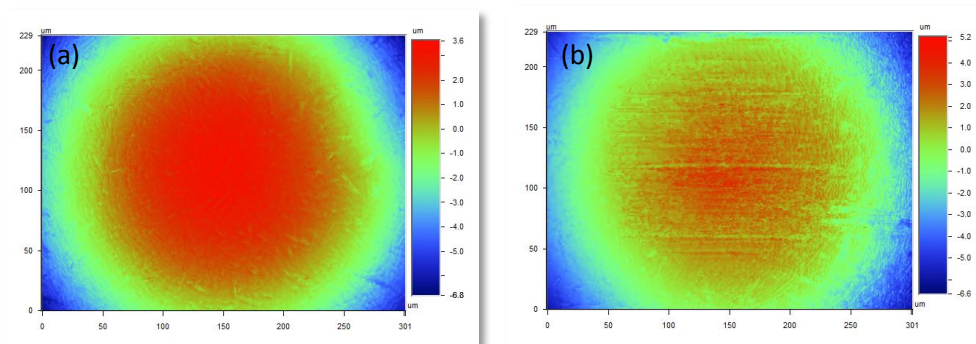


Figura 11 – Imagens referentes ao volume da esfera (a) antes e (b) após o teste de desgaste.

TABELA 5 – Tabela referente aos valores do volume da esfera de titânio.

Amostra	Volume da Esfera (Antes)	Volume da Esfera (Depois)	Volume da Esfera (Desgastado)
800v	203530,3 um ³	196157,9 um ³	7372,42 um ³
2kv	207213,3 um ³	197961,7 um ³	9251,58 um ³
4kv	195247,7 um ³	135475 um ³	59772,7 um ³
6kv	200094,9 um ³	199670,2 um ³	424,64 um ³
7kv	191395,2 um ³	190605,5 um ³	789,77 um ³

4 CONCLUSÃO

O aprendizado e a experiência trabalhos neste projeto até o momento foi de extrema evolução para o meu estudo acadêmico e pessoal, estar entre pessoas que dominam este assunto foi muito bom para o aprendizado ser feito da melhor forma possível. Este campo de atuação mostra ser uma tecnologia a ser explorada na atualidade e sendo muito importante para o futuro.

Foi possível o aprendizado sobre a deposição de filmes de carbono tipo diamante a partir de substratos de Ti_6Al_4V e a exploração de um novo material, que permite diversas aplicações.

Na área de tribologia, as tarefas e estudos permitiram a construção de conhecimento sobre atrito, desgaste, aderência e rugosidade de filmes finos.

Como resultado final, foi observado que a melhor condição para a deposição de DLC em amostras do tipo Ti_6Al_4V foi para a condição de tensão auto polarização de 4kV. Nos testes de aderência, riscamento e valores de taxa de hidrogenação os resultados mostraram que os filmes de DLC ajudaram a proteger a superfície da liga de titânio. Este projeto contribuiu para as pesquisas do grupo DIMARE fortalecendo a tribologia dentro do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais – INPE.

5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BONETTI, L.F.; CAPOTE, G.; TRAVA-AIROLDI, V.J.; CORAT, E.J.; SANTOS, L.V. **Adherent a-C:H films deposited by IBAD method.** Brazilian Journal of Vacuum Applications, v. 25, n. 4, p. 227-231, Sept. 2006a.

BONETTI, L.F.; CAPOTE, G.; SANTOS, L.V.; CORAT, E.J.; TRAVA-AIROLDI, V.J. **Adhesion studies of diamond-like carbon films deposited on Ti6Al4V substrate with a silicon interlayer.** Thin Solid Films, v. 515, p. 375-379, Mar. 2006b.

CAPOTE, G. **Produção e caracterização de filmes finos de carbono amorfo hidrogenado depositados em plasmas de metano diluídos por gases nobres.** Rio de Janeiro. 181p. Tese (Doutorado em Física) - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2003.

CAPOTE, G.; BONETTI, L.F.; TRAVA-AIROLDI, V.J.; SANTOS, L.V.; CORAT, E.J. **Deposition of adherent DLC films using a low-cost enhanced pulsed-DC PECVD method.** Brazilian Journal of Vacuum Applications, v. 25, n. 4, p.209-213, Sept. 2006.

COSTA, R. P. de C. **Estudo da lubrificação híbrida usando filmes de DLC com lubrificantes nas áreas espacial, automotiva e médica.** 2010. 180f. Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Sensores e Materiais). - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2010.

DECHANDT, S.T. **Características de filmes duros de carbono amorfo DLC depositados em polietileno de peso molecular ultra alto empregado em próteses ortopédicas.** Curitiba. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Paraná, 2005.

DONNET, C.; FONTAINE, J. ; GRILL, A. ; PATEL, V. ; JAHNES, C. ; BELIN, M. **Wear-resistant fluorinated diamond like carbon films.** Surface and Coatings Technology, v. 94-95, p. 531-536, Oct. 1997.

LETTINGTON, A.H. **Applications of diamond-like carbon thin films.** Carbon, v. 36, n.5-6, p. 555-560, Dec. 1997.

LOBACH, B. **Design industrial:** bases para a configuração dos produtos industriais. São Paulo: Edgard Blücher, 2001.

MARCIANO F. R. **Estudo de crescimento de filmes de DLC com nanocristais de diamante para aplicações tecnológicas e industriais.** 2011. 151f. Tese (Doutorado em Física e Química de Materiais Aeroespaciais). - Instituto Tecnológico da Aeronáutica, São José dos Campos, 2010 a.

MARCIANO F. R. **Estudo de crescimentos de filmes de DLC com nanopartículas de prata para aplicações espaciais e biomédicas.** 2008. 110f. Dissertação. (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Sensores e Materiais). - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2008 b.

RADI P. A. **Estudos de fenômenos tribológicos em materiais carbonosos**. 2008. 148f. Dissertação (Mestrado Física e Química de Materiais Aeroespaciais). - Instituto Tecnológico da Aeronáutica, São José dos Campos, 2008

ROBERTSON, J. **Diamond-like amorphous carbon**. Materials Science and Engineering R, v. 37, p. 129-281, May 2002.

SILVA W. de M. **Modificação da superfície do aço para melhorias na aderência de filmes de DLC**. 2011. 96f. Tese. (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Sensores e Materiais). - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2011.

TRAVA-AIROLDI, V.J.; SANTOS, L.V.; BONETTI, L.F.; CAPOTE, G.; RADII, P.A.; CORAT, E.J. **Adherent amorphous hydrogenated carbon films on metals deposited by plasma enhanced chemical vapor deposition**. Thin Solid Films, Aug. 2007a

TRAVA-AIROLDI, V.J.; BONETTI, L.F.; CAPOTE, G.; SANTOS, L.V.; CORAT, E.J. **A comparison of DLC film properties obtained by r.f. PECVD, IBAD, and enhanced pulsed-DC PECVD**. Surface and Coatings Technology, v. 202, n. 3, p. 549- 554, Dec. 2007b.

TRAVA-AIROLDI, V.J.; SANTOS, L.V.; BONETTI, L.F.; CAPOTE, G.; RADII, P.A.; CORAT, E.J. **Tribological and mechanical properties of DLC film obtained on metal surface by enhanced and low-cost pulsed-DC discharge**. International Journal of Surface Science and Engineering, v. 1, n. 4, p. 417-427, Dec. 2007c.

ESCUDEIRO, A. I C. **Estudo do Comportamento Tribológico em Ambientes Biológicos de Revestimentos DLC Dopados com Ti, 2010**. Coimbra – Portugal, 79 f. Dissertação (Mestrado no programa de pós-graduação em Engenharia Biomédica na Especialidade de Instrumentação Biomédica e Biomateriais) – Faculdade de Ciências e Tecnologias da Universidade de Coimbra, Coimbra, 2010.

CASIRAGHI, C.; PIAZZA, F.; FERRARI, A.; GRAMBOLE, D.; ROBERTSON, J. Bonding in hydrogenated diamond-like carbon by raman spectroscopy. **Diamond and Related Materials**, v. 14, n. 3-7, p. 1099 - 1101, 2005b. ISSN0925-9635.

KATO, K. ADACHI, K. 2001, **“Wear Mechanisms”, MODERN TRIBOLOGY HANDBOOK**, Ed. CRC Press LLC Vol.2, Cap 22.