

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/2014

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 pode ser encontrado na indústria aeroespacial.

Com os estudos a respeito do filme, pode-se perceber que cada material tem seu processo de deposição. Sendo assim foram feitas observações com determinada tensão de autopolarização da câmara de vácuo, e no tempo de deposição da interface de silício. Com isso foram feitas mudanças no arranjo interior da câmara de deposição, na concentração e uniformidade do plasma formado. Todos esses testes visaram aumentar a aderência do filme e a melhoria do processo.

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

1. 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.

2. OBJETIVO

Este trabalho tem como objetivo estudar os diversos fenômenos que estão envolvidos na adesão dos filmes, conhecer os mecanismos envolvidos nos fenômenos de superfície que influenciam diretamente os fenômenos tribológicos.

2.1. Objetivos Específicos

- Realizar uma busca bibliográfica atualizada e completa na área em estudo.
- Familiarizar com as técnicas de deposição dos filmes de DLC com alta aderência e com o controle do grau de hidrogenação.
- Realizar ensaios tribológicos e de resistência mecânica e térmica nos corpos de prova produzidos
- Caracterizar a composição química da superfície dos filmes de DLC e dos NCPNE antes e depois do ensaio de atrito.

3. REVISÃO DE LITERATURA

3.1. 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.

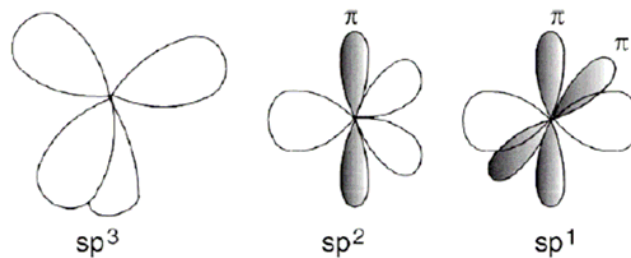


Figura 1 - Ligações hibridizadas do Carbono
Fonte: Robertson (2002)

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 π , formando ligações fracas π com um ou mais orbitais π vizinhos.

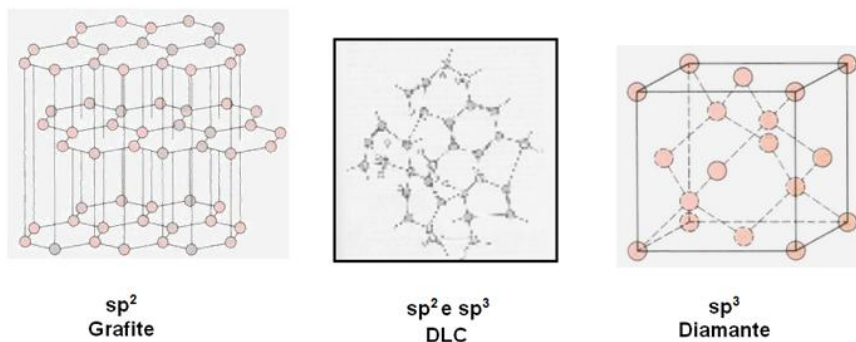


Figura 2 - Representação esquemática do arranjo atômico dos átomos de carbono.

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 hidrogenados (ta-C), contendo alta porcentagem de ligações sp^3 (> 70 %) e um teor mínimo de hidrogênio.
- Amorfos tetraédricos hidrogenados (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.

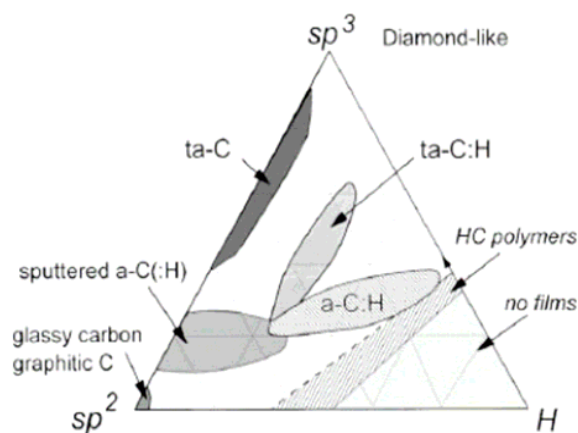


Figura 3 - Diagrama de fase ternária das ligações em ligas de carbono amorfo

3.2. 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-Airolidi (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).

3.3. 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 processo tribológico é muito complexo, pois envolve todos os processos de atrito, desgaste e mecanismos de deformação em diferentes níveis de escalas simultaneamente. Para ter um bom entendimento do processo tribológico e compreender as interações, é necessário analisar separadamente as mudanças tribológicas de cada processo. (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).

3.4. Caracterização dos filmes

3.4.1. 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.

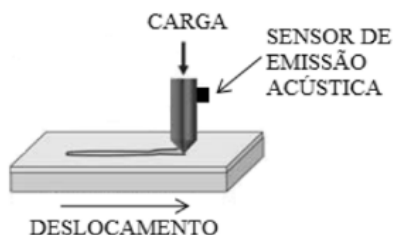


Figura 4 - Representação do ensaio de riscamento. Fonte: Costa, 2010

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).

3.4.2. 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.

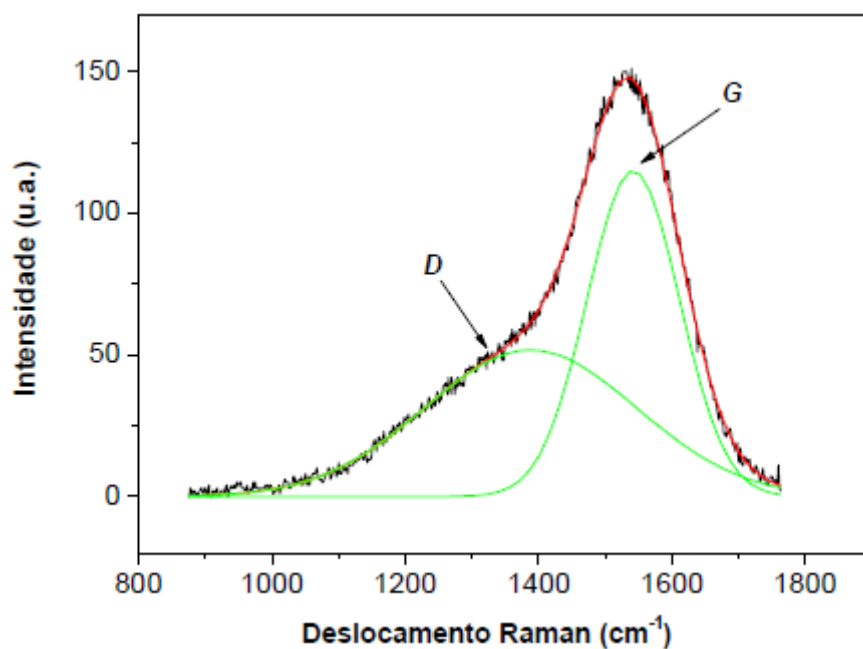


Gráfico 1 - Espectro Raman de um filme obtido por meio da técnica de deposição PECVD.
Fonte: Marciano (2008)

3.4.3. 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.

4. METODOLOGIA

4.1. 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.

4.2. 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.

4.3. 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 -8kV.

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 20 minutos. O processo de limpeza manteve-se constante em 800V em todos os experimentos. Na segunda etapa é inserido Silano (SiH₄) por 5 minutos em baixa pressão, para formação da camada de Silício. Após para a realização da terceira etapa, adiciona-se Acetileno (C₂H₂) juntamente ao Silano e é mantido por 5 minutos em baixa pressão. Na quarta etapa, onde ocorre a formação do filme de DLC continua-

se com o Acetileno e o Silano, e as amostras são deixadas por 1 hora no reator a uma diferença de potencial de 750V. Os parâmetros de deposição para amostras de Ti6Al4V estão representados na Tabela 1. Na segunda e terceira etapa manteve-se constante a tensão elétrica para cada condição estudada (2kV, 4 kV, 6kV e 8kV). E na última etapa manteve-se constante em 750V.

TABELA 1 - Etapas da deposição dos filmes de DLC.

	GÁS	PRESSÃO (torr)	TEMPO (min)	Tensão elétrica (V)
LIMPEZA	Ar	4×10^{-3}	20 minutos	800
INTERFACE DE SILÍCIO	SiH ₄	5×10^{-3}	5 minutos	2000 à 8000
INTERFACE DE SILÍCIO	SiH ₄ + C ₂ H ₂	5×10^{-3}	5 minutos	2000 à 8000
DLC	SiH ₄ + C ₂ H ₂	4×10^{-3}	60 minutos	750

5. 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.

5.1. 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+ ($\lambda = 514,5$ 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:

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

5.2. 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 200µm. A carga foi aplicada de forma crescente e linear com o tempo, variando de 0,2N até 30N e os limites de carga foram determinados de acordo com 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 calculado 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.

6. RESULTADOS E DISCUSSÕES

6.1. 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 reprodutibilidade 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.

Tensão Elétrica (kV)	Rugosidade (nm)
2	19,93 ± 1,56
4	22,43 ± 1,18
6	21,35 ± 1,22
8	21,91 ± 1,82

6.2. 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.

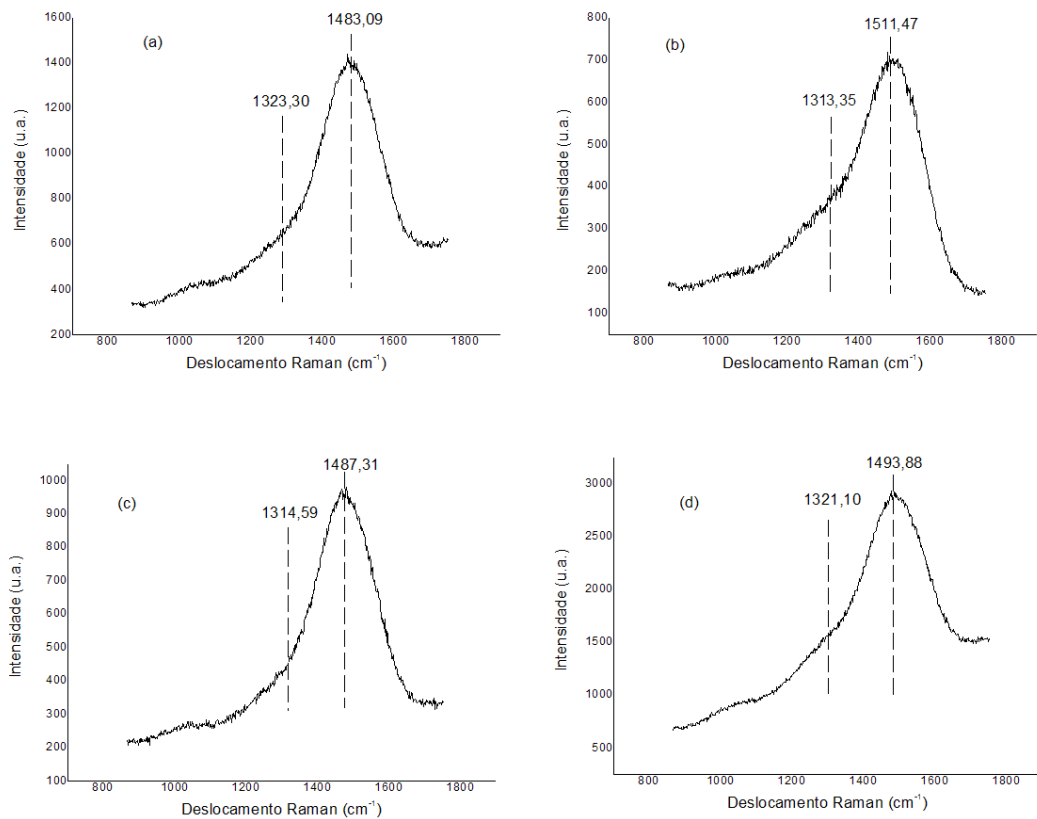


Figura 5 - Espectro Raman da liga Ti6Al4V com filme de DLC crescidos: (a) 2kv, (b) 4kv, (c) 6kv e (d) 8kv.

Pela Tabela 3 observam-se os valores da posição da banda D e G dos espectros de Raman das condições estudadas. Um cristal de grafite apresenta uma linha centrada em 1580 cm^{-1} , que é conhecida como banda G. A grafite desordenada consiste em uma segunda banda com valores aproximadamente 1350 cm^{-1} denominada banda D. A intensidade da banda D refere-se ao nível de sp^3 do substrato, e a intensidade da banda G refere-se ao nível de sp^2 do substrato estudado (Tamor, 1994). Pode-se afirmar que há uma forte dependência da posição G com o conteúdo de hidrogênio presente nos filmes, conforme a posição da banda G vai para frequências inferiores, há um aumento na porcentagem de hidrogênio no filme (Tamor, 1994). Pode-se observar que as posições das bandas D e G em todas as amostras não sofreram alterações significativas, porém há um deslocamento para frequências inferiores nos filmes depositados. A posição da banda G aumenta para maiores valores de tensão de autopolarização. Considera-se que a posição da banda G para um número de onda inferior e um decréscimo na razão I_D/I_G , e inversamente há um aumento no número de átomos sp^3 (Tamor, 1994). A razão entre as intensidades da banda D e da banda G, I_D/I_G , é um valor para método de comparação entre as amostras, podendo ser visualizado através da Tabela 3 que não houve diferença significativa entre os valores.

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

Amostra	Posição da Banda D	Posição da Banda G	I _d /I _g
2kV	1323,30	1483,09	0,22
4kV	1313,35	1511,47	0,30
6kV	1314,59	1487,31	0,17
8kV	1321,10	1493,88	0,30

Pela Tabela 4 que representa a porcentagem de hidrogênio em cada filme de DLC é possível observar que em todas as amostras desde 2kV até 8kV apresentam os valores entre 22%, segundo estudos esta faixa é a ideal para filmes de DLC.

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

Amostra	Intensidade Banda G (u.a.)	Hidrogenação (%)
2kV	1784	21,71
4kV	1932	23,89
6kV	1882	19,33
8kV	1876	22,12

6.3. 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 2kV. A carga crítica foi realizada através do monitoramento do ponto onde ocorreu a primeira trinca no filme. Foi aplicada uma força inicial de 0,2N e esta força foi sendo aumentada até atingir a carga de 30N, na Figura 6 pode-se observar que o coeficiente de atrito foi constante até a carga de 11,32N em seguida verifica-se uma variação a abrupta evidenciando, assim, que o filme se rompeu a essa força.

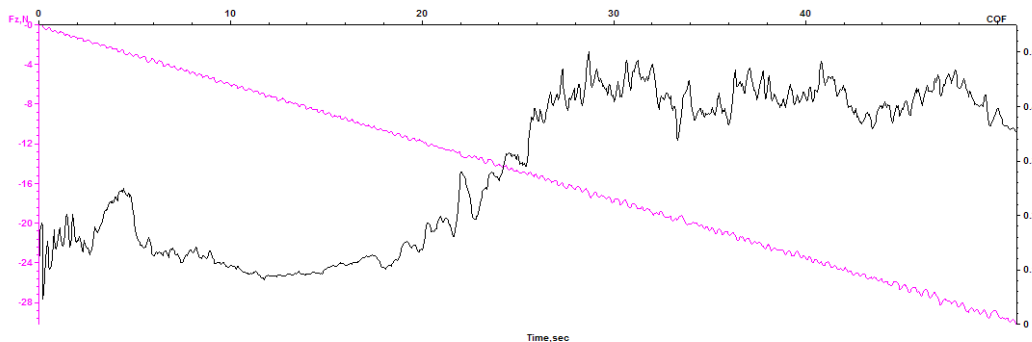


Figura 6 - Ensaio de aderência para a amostra feita com 2kV.

No ensaio de aderência da amostra de Ti6Al4V feita com 4kv para ser testada a aderência do filme, a força aplicada foi de 0,2N até 25N, com uma trilha no tamanho de 5mm. Pode-se observar que o filme aguentou uma carga menor que a carga crítica da amostra de 2kv, aguentando apenas 7,92N, o que pode ser visto na Figura 7.

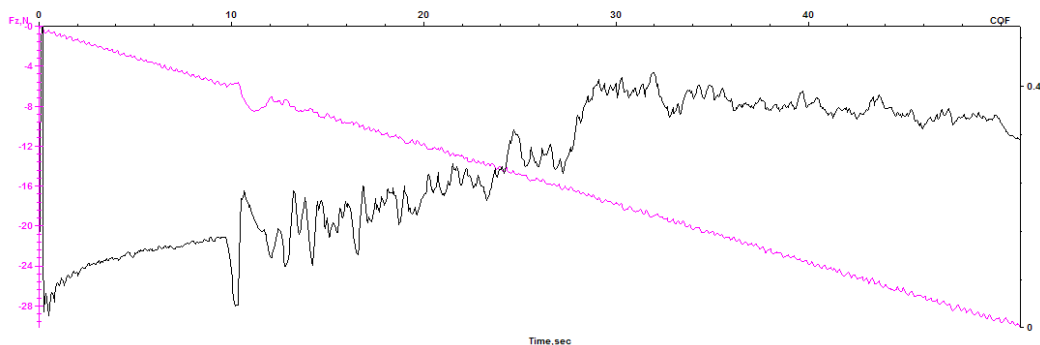


Figura 7 - Ensaio de aderência, amostra feita com 4kv.

Para o ensaio da amostra de Ti6Al4V, feita com 6kv de voltagem, inicialmente foi utilizada a força de 0,2N variando até 30N, com uma trilha de 5mm. Neste ensaio o valor do coeficiente de atrito manteve-se constante até a carga de 10,74N, houveram ainda oscilações mostrando assim o valor da carga crítica. Estas observações podem ser visualizadas na Figura 8.

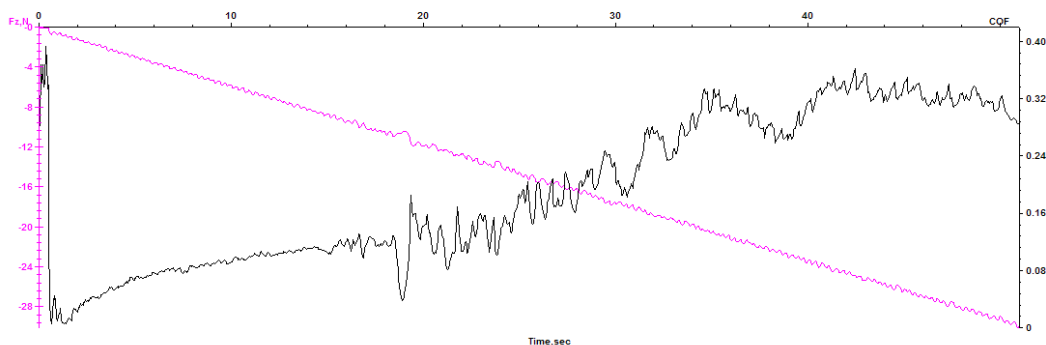


Figura 8 - Ensaio de aderência, amostra feita com 6kv.

No quarto e último ensaio, feito para a amostra de voltagem 8kv foi também utilizada uma força inicial de 0,2N até uma força de 30N, fazendo uma trilha no tamanho de 5mm na amostra estudada. O ensaio manteve o coeficiente de atrito sem alterações até a carga de 17,64N, a partir deste valor houve uma mudança no valor do coeficiente de atrito, o que pode ser considerada a carga crítica, evidenciado na Figura 9.

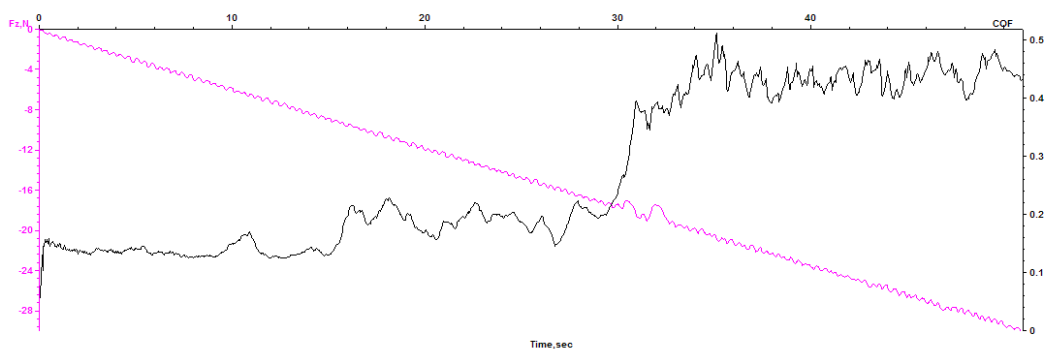


Figura 9 - Ensaio de aderência, amostra feita com 8kv.

6.4. Ensaio de desgaste

O volume das esferas de titânio para as amostras de 2kV até a de 8kV, está contido na Tabela 5, é observado que a amostra de 8kV o volume desgastado foi o maior entre as amostras, evidenciando que o filme aguentou mais os ciclos de 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 kV, seu volume é calculado pelo programa Vision.

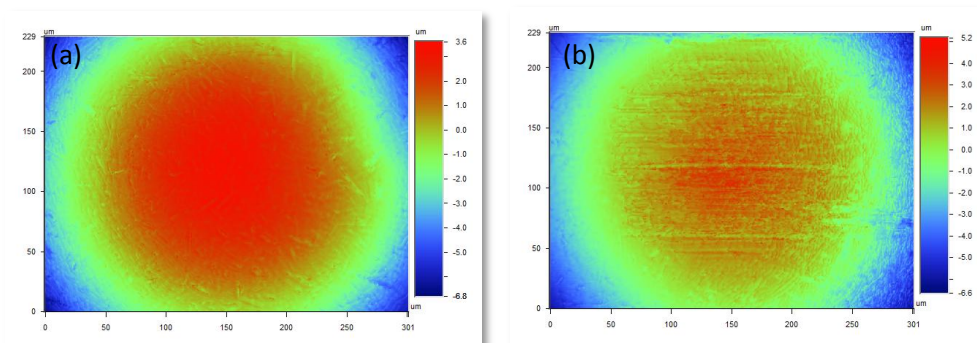


Figura 11 – Imagens referentes ao volume da esfera (a) antes e (b) após o teste de desgaste.

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)
2kV	200030,8 um ³	196189,3 um ³	3841,5 um ³
4kV	200319,3 um ³	198051,9 um ³	2267,4 um ³
6kV	200074,3 um ³	196860,2 um ³	3214,1 um ³
8kV	198361,4 um ³	125475,6 um ³	72885,8 um ³

7. CONSIDERAÇÕES FINAIS

7.1. Conclusão

Neste trabalho de iniciação científica, foram feitas buscas intensas sobre as diversas formas de deposição de DLC (diamond-like carbon) pulsada e geração de plasmas e os parâmetros de obtenção do filme de DLC, foi realizada uma busca bibliográfica sobre estes materiais e seus métodos de deposição, por razão deste assunto ser de vanguarda.

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

Através dos estudos, foi possível o aprendizado sobre a deposição de filmes de carbono tipo diamante a partir de substratos de Ti6Al4V 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.

7.2. Sugestões

Para o seguimento do projeto é necessário realizar nova busca bibliográfica, uma vez que esse é um assunto da área de alta tecnologia com constantes melhorias e aumento de gama de aplicações. Serão preparadas amostras que passarão por processos de lixamento, polimento e limpeza química. Serão feitas deposições de DLC em diferentes espessuras. Para cada espessura de filme de DLC, as técnicas de espectrometria Raman, testes tribológicos de riscamento, dureza e aderência serão utilizadas para caracterização dos filmes. Mapas de desgaste em relação ao coeficiente de atrito e carga para as melhores espessuras dos filmes de DLC serão gerados. Uma vez estabelecidos esses parâmetros, serão feitos novos crescimentos de DLC alterando os parâmetros de deposição. Procurar conhecer mais sobre a deposição de 8kV pois foi a que apresentou melhores resultados, podendo assim melhorar ainda mais este parâmetro de deposição.

8. 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.; RADY, 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.; RADY, 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.