

# Deposição de Filmes de Carbono Tipo Diamante em Liga Aeronáutica de Aço Inoxidável 15-5PH Visando Aumento de Propriedades Mecânicas

*Deposition of Diamond-Like Carbon Films on 15-5PH Stainless Steel Aerospace Alloy Aiming at Enhanced Mechanical Properties*

Alessandro M. Candido, Lúcia Vieira & Paulo H. S. Carvalho

Este estudo teve como principal finalidade revestir a superfície da liga de aço 15-5 PH com filmes de carbono tipo diamante. As deposições foram efetuadas utilizando a técnica de PECVD. O Carbono Tipo Diamante (DLC) é um material amplamente empregado para revestimentos superficiais, representando uma forma metaestável do carbono amorfo que contém ligações  $sp^3$  e  $sp^2$ , características do diamante e do grafite. Essa composição permite unir propriedades de ambos os materiais, como excelente resistência ao desgaste e um baixo coeficiente de atrito. Foram realizadas análises detalhadas para avaliar as propriedades estruturais e mecânicas, incluindo espectroscopia Raman, perfilometria, MEV e tribometria. A presente pesquisa busca aprofundar os processos de tratamento superficial, com o objetivo de aumentar a durabilidade de peças e componentes.

**Palavras-chave:** *diamond-like carbon (DLC); aço inoxidável 15-5 PH; tratamentos superficiais.*

The main purpose of this study was to coat the surface of the 15-5 PH steel alloy with diamond-like carbon films. The depositions were carried out using the PECVD technique. Diamond-Like Carbon (DLC) is a material widely used for surface coatings, representing a metastable form of amorphous carbon that contains  $sp^3$  and  $sp^2$  bonds, characteristic of diamond and graphite. This composition allows the properties of both materials to be combined, such as excellent wear resistance and a low coefficient of friction. Detailed analyzes were carried out to evaluate the structural and mechanical properties, including Raman spectroscopy, profilometry, SEM and tribometry. This research seeks to delve deeper into surface treatment processes, with the aim of increasing the durability of parts and components.

**Keywords:** *diamond-like carbon (DLC); stainless steel 15-5 PH; surface treatments.*

## Introdução

Filmes finos de carbono tipo diamante (DLC) têm atraído atenção significativa devido às suas propriedades mecânicas únicas, como alta dureza, resistência ao desgaste, baixo atrito, inércia química e biocompatibilidade. Essas características tornam os filmes DLC ideais para diversas aplicações industriais e tecnológicas, incluindo revestimentos protetores, dispositivos biomédicos e componentes eletrônicos. Os trabalhos de Robertson e Grelha<sup>1,2</sup> apontaram que a estrutura amorfa dos filmes DLC, composta por uma mistura de ligações  $sp^2$  (tipo grafite) e  $sp^3$  (tipo diamante), permite a customização dessas propriedades através da manipulação de parâmetros de deposição.

Sob as lentes do trabalho de Robertson,<sup>1</sup> pode-se apontar que a estrutura amorfa dos filmes DLC consiste em uma mistura de ligações  $sp^2$  e  $sp^3$ , sendo a proporção dessas ligações um determinante chave das propriedades do filme. Filmes com maior fração de ligações  $sp^3$  discute extensivamente como a deposição de filmes DLC pode ser ajustada para controlar a proporção dessas ligações.

A deposição de filme DLC pode ser alcançada através de várias técnicas, incluindo deposição química de vapor aprimorada por plasma (PECVD), deposição física de vapor (PVD) e arco de vácuo catódico filtrado (FCVA). A escolha da técnica e dos parâmetros do processo, como energia iônica e fluxo iônico, são cruciais na determinação da proporção de ligações  $sp^3$ , o que influencia diretamente nas propriedades mecânicas e tribológicas do filme.<sup>3,4</sup> Além disso, a aplicação de campos magnéticos durante a deposição provou ser um método eficaz para melhorar a densidade do plasma e controlar a energia dos íons, resultando em filmes DLC com maior dureza e menor rugosidade superficial. No entanto, a deposição de filmes DLC também enfrenta desafios como interferência de filmes finos e tensão residual, que podem afetar a uniformidade do filme e a adesão ao substrato. Técnicas de dopagem e melhoram ainda mais as propriedades do filme DLC.<sup>5,6</sup>

O fluxo de íons durante a deposição, por sua vez, impacta significativamente a estrutura e as propriedades do filme DLC. O trabalho de Silva<sup>6</sup> relatou que fluxos iônicos moderados são preferíveis para formar filmes DLC de alta

densidade e baixas tensões. Além disso, o estudo aponta que fluxos iônicos elevados podem introduzir defeitos estruturais e tensões internas, comprometendo a qualidade do filme.

É importante ressaltar que os filmes DLC amorfos podem exibir orientações preferidas em suas ligações atômicas. Estudos de Schwan et al. e Mariano *et al.*<sup>7,8</sup> investigaram como as condições de deposição influenciam a orientação dos planos atômicos em filmes DLC, destacando a importância do controle preciso dos parâmetros de deposição para alcançar as propriedades desejadas.

A tensão residual é uma preocupação significativa na deposição de filmes DLC, pois pode causar delaminação e falha prematura. Wei et al.<sup>9</sup> estudaram o controle de tensão ajustando os parâmetros de deposição, enfatizando a necessidade de equilibrar a energia e o fluxo de íons para minimizar a tensão e, ao mesmo tempo, maximizar a fração de ligação  $sp^3$ . Por conta disso se faz necessário o uso da intercâmara de silício para diminuir as tensões residuais.<sup>9</sup>

Às vezes, a espessura obtida na deposição dos filmes DLC pode não ser uniforme, fazendo com que os valores de espessura fiquem dependentes da posição. Quando esse fenômeno ocorre em filmes DLC é denominado Interferência de Filme Fino, e tal espessura do filme pode ser comparada ao comprimento de onda da luz visível, resultando em padrões de interferência. Os Padrões de Interferência podem ser usados para medir a uniformidade e espessura do filme. Embora a presença de tais padrões, às vezes, possam ser usados para confirmar a presença de um filme fino, eles são frequentemente considerados um indicador negativo, uma vez que indicam tensão residual, problemas de adesão, problemas ópticos e estéticos e impacto nas propriedades mecânicas.<sup>10</sup>

A dopagem de filmes com elementos como nitrogênio, silício e metais de transição pode alterar significativamente suas propriedades. A dopagem com nitrogênio pode aumentar a dureza e a resistência ao desgaste, enquanto a dopagem com silício pode melhorar a estabilidade térmica. O trabalho de Ferrari e Robertson<sup>11</sup> discutiu extensivamente os efeitos do doping em filmes DLC.

A microestrutura dos filmes DLC pode ser adaptada variando os parâmetros de deposição, como pressão do gás, energia iônica e temperatura do substrato. As técnicas

PECVD permitem a deposição de filmes DLC em baixas temperaturas, crucial para aplicações que envolvem substratos sensíveis ao calor. Altas frações de ligações  $sp^3$  correlacionam-se com propriedades mecânicas superiores, tornando tais filmes adequados para ferramentas de corte e componentes de motores.<sup>11</sup>

A resistência ao desgaste dos filmes DLC também está fortemente ligada à fração da ligação  $sp^3$ . Estudos demonstraram que filmes DLC com alto teor de  $sp^3$  apresentam menores coeficientes de atrito e maior resistência ao desgaste em comparação com filmes com mais ligações  $sp^2$ . A incorporação de hidrogênio em filmes DLC influencia significativamente suas propriedades tribológicas. Os filmes DLC hidrogenados (aC) normalmente apresentam menor dureza, mas melhor comportamento de fricção devido ao hidrogênio atuar como lubrificante.<sup>12, 13</sup>

A temperatura do substrato durante a deposição do filme DLC afeta criticamente a microestrutura e as propriedades do filme. Temperaturas mais altas geralmente promovem mobilidade atômica, resultando em frações de ligação  $sp^3$  mais altas. No entanto, temperaturas excessivas podem causar tensões térmicas e defeitos estruturais.<sup>12</sup> Indica que temperaturas moderadas do substrato otimizam as propriedades mecânicas e tribológicas.

Além dos filmes DLC, outras técnicas de revestimento são amplamente utilizadas para melhorar as propriedades de superfície para aplicações industriais. O cromo duro é uma técnica tradicional que oferece alta dureza e resistência ao desgaste, mas apresenta problemas ambientais devido ao cromo hexavalente. Revestimentos alternativos como nitreto de titânio PVD (TiN) e carbonitreto de titânio (TiCN) melhoram a resistência ao desgaste e a dureza, ao mesmo tempo que são mais ecológicos do que as técnicas de cromagem dura.<sup>13, 14, 15</sup>

Adicionalmente, é importante contextualizar que muitas empresas aeroespaciais ainda utilizam cromo hexavalente em processos de tratamento de superfície devido ao seu baixo custo e excelentes propriedades mecânicas e tribológicas. No entanto, é crucial superar as limitações inerentes ao processo de galvanoplastia, uma vez que as peças cromadas apresentam frequentemente defeitos e irregularidades. Essas

características exigem a usinagem da camada galvanizada, um processo que além de caro, apresenta alto índice de não conformidade. A usinagem induz tensões residuais que podem levar à delaminação da camada, comprometendo a integridade e funcionalidade do revestimento.

Outro parâmetro importante, que raramente é abordado na coleta de dados sobre técnicas de revestimento, é a geometria e orientação do substrato, uma vez que em aplicações industriais existem diversas geometrias diferentes que serão cobertas com DLC para projetos reais. A geometria e a orientação do substrato afetam significativamente a estrutura e as propriedades dos filmes DLC depositados usando PECVD. O trabalho de Nelson *et al.*<sup>16</sup> estudou o impacto do posicionamento do substrato (horizontal vs. vertical) na uniformidade e propriedades mecânicas de filmes DLC. Eles descobriram que os substratos verticais experimentaram variações mais significativas na espessura do filme, rugosidade e taxas de ligação  $sp^3/sp^2$  em comparação com substratos horizontais. Essas variações foram atribuídas a diferenças no fluxo de íons e nas taxas de deposição devido à orientação do substrato.

O aço inoxidável 15-5PH é um material martensítico de endurecimento por precipitação amplamente utilizado em diversas indústrias, devido às suas excelentes propriedades mecânicas e resistência à corrosão. Sua composição química inclui cromo, níquel e cobre, proporcionando alta resistência, boa ductilidade e estabilidade térmica. Essas características tornam o 15-5PH ideal para aplicações estruturais e componentes de alto desempenho em setores como aeroespacial, automotivo, petroquímico e defesa.<sup>17,18</sup>

Na indústria aeroespacial, especificamente, o 15-5PH é empregado em componentes críticos onde uma combinação de resistência mecânica e resistência à corrosão é essencial. Um exemplo notável é sua aplicação em trens de pouso, onde o material deve suportar cargas elevadas, choques e ambientes agressivos sem comprometer a integridade estrutural.<sup>19,20</sup>

A aplicação de carbono tipo diamante (DLC) nos componentes do trem de pouso pode trazer benefícios consideráveis. O DLC possui um coeficiente de atrito extremamente baixo, reduzindo significativamente o

desgaste de peças móveis, como eixos e amortecedores, resultando em uma operação mais suave e menos manutenção. Além disso, a alta dureza do DLC protege contra impactos e abrasão, prolongando a vida útil dos componentes. A resistência à corrosão proporcionada pelo DLC é outra vantagem crucial, especialmente em ambientes expostos a condições severas, como umidade e produtos químicos corrosivos.

Com base nesses fundamentos teóricos, este estudo tem como objetivo explorar a eletrodeposição de filmes de DLC no substrato aeroespacial 15-5PH, tema pouco abordado na literatura atual. O objetivo é realizar uma caracterização detalhada e testes de desempenho, com foco na aplicabilidade no ambiente industrial.

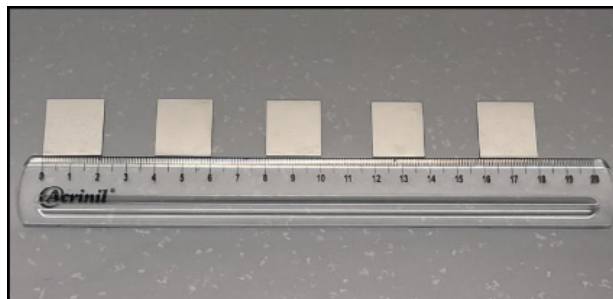
## Materiais e Métodos

### PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

As amostras deste estudo foram retiradas de chapas de 1 mm de espessura das ligas de aço AISI 15-5PH e cortados corpos de prova com dimensão de 20 mm x 20 mm. Esses corpos de prova foram submetidos a processos de limpeza para a remoção de impurezas como poeira, óxidos, sais, graxas, óleos, entre outros sujidades. Para o nivelamento da superfície foi utilizado o processo de polimento eletrolítico leve por 4 minutos com concentração de 590 mL/L de ácido fosfórico e 115 mL/L de ácido sulfúrico com temperatura constante de 65 °C, conforme ASTM B912.<sup>21</sup> Este processo utiliza as próprias peças como ânodo e tem por finalidade a suavização da superfície removendo o metal mais rapidamente das saliências do que das depressões, tentando assim eliminar quaisquer fatores que pudessem vir a comprometer a aderência dos filmes de DLC na superfície das amostras.<sup>21</sup>

Finalizado o processo de eletropolimento, iniciou-se o processo de limpeza utilizando sistema de ultrassom, onde as amostras foram inseridas em banho com detergente por 15 minutos, seguido por 10 minutos em água destilada e então por mais 10 minutos com acetona no banho ultrassônico. As amostras foram então secas em ar comprimido e separadas em lotes de processamento,

em seguida foram protegidas em papel Kraft e embaladas em sacos de Zip Lock, para posterior inserção no reator para as deposições.



**Figura 1.** Contém um lote de 5 amostras preparadas utilizando o polimento eletrolítico.

### PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Os filmes de DLC foram depositados em corpos de prova de aço inoxidável AISI 15-5PH previamente preparados pelo processo de polimento eletrolítico. Foi utilizado o processo de deposição química por vapor assistida por plasma (PECVD) com fonte DC pulsada usando acetileno como fonte de hidrocarbonetos, sendo que substratos Si <100> foram usados para medir a espessura dos filmes de DLC. Adicionalmente, durante a fase pré-deposição, as amostras passaram por um processo de limpeza física por plasma para remoção de óxidos, através de uma descarga de íons de gás de argônio nesta etapa os íons do plasma agiram na superfície removendo possíveis impurezas e contaminantes orgânicos. Após a limpeza a plasma, foram feitos depósitos com e sem a utilização da intercâmara de silício amorfo (~ 100 nm) 10 amostras para cada procedimento, utilizando o gás silano como gás precursor para melhorar a adesão entre o filme de DLC e o substrato, evitando a delaminação devido a tensões residuais geradas pelo processo de resfriamento. A adição de Si ao filme a-C: H tem um papel principal de reduzir a tensão de compressão crescente, melhorando a estabilidade térmica e mantendo o baixo coeficiente de atrito.<sup>22</sup>

As amostras foram dispostas em um cátodo de 10 cm de diâmetro, polarizado com uma fonte pulsada bipolar assimétrica. Os filmes foram depositados conforme parâmetros definidos na Tabela 1.

**Tabela 1.** Parâmetros de deposição de filmes DLC.

Etapas do processo	Gás	Pressão de Trabalho [Torr]	Tensão [V]	Corrente [A]	Fluxo de Gás [sccm]	Tempo [min]
Limpeza	Argônio	$1.3 \times 10^{-3}$	600	0,01	10	20
Transição	Argônio Silano	$1.7 \times 10^{-2}$	700	0,05	5	5
Intercamada	Silano	$1.7 \times 10^{-2}$	700	0,05	5	20
Transição	Silano Actileno	$1.7 \times 10^{-2}$	700	0,05	5	5
Deposição	Actileno	$6.3 \times 10^{-3}$	700	0,05	15	120

## PARTICULARIDADES DO REATOR

A Figura 2 mostra a representação esquemática da câmara de vácuo, utilizada na montagem do sistema empregado para as deposições dos filmes de DLC. A pesquisa foi realizada e desenvolvida utilizando o reator instalado no laboratório Nanotecplasma – IP&D da Universidade do Vale do Paraíba – Univap.



**Figura 2.** Contém a fotografia completa do reator.

A câmara de vácuo possui geometria cilíndrica, com diâmetro de aproximadamente 50 cm e altura de 60 cm, feita de aço inoxidável. Dentro da câmara de vácuo, possui a gaiola interna do reator com diâmetro de 42,5 cm por 43,5 cm de altura. Uma gaiola catódica de 22 cm de diâmetro, 25 cm de altura, com 70% de transparência e com abertura superior de 6 cm de diâmetro, constituída de perfil de aço trançado, foi utilizada para confinar os íons do plasma gerado diretamente sobre as amostras para melhorar a qualidade e homogeneidade do filme. A Figura 2 mostra o esquema de montagem das amostras para a deposição do filme de DLC.<sup>23</sup>

O sistema foi equipado com uma bomba de vácuo mecânica (marca PFEIFFER) capacidade operativa de 24 m<sup>3</sup>/h e uma bomba turbo-molecular de alto vácuo (marca Boc Edwards), sistema de injeção de gases com 3 reguladores de fluxo de massa com fundo de escala de 200 sccm e uma fonte de alimentação DC pulsada de alta tensão de 1500VA. Para a deposição do filme de DLC.<sup>23</sup>

## CARACTERIZAÇÃO DA ESTRUTURA QUÍMICAS DOS FILMES

Foi realizada através da espectroscopia Raman a caracterização das estruturas químicas dos filmes de DLC, onde podemos verificar a posição da banda D, que indica a desordem do filme em relação a proporção das hibridizações sp, sp<sup>2</sup> e sp<sup>3</sup> nas amostras, e a posição da banda G, que remete a fase grafitica do filme no que tange a proporção de hibridização sp<sup>2</sup>. As mudanças na posição, na largura e na intensidade das bandas G e D estão relacionadas as variações na microestrutura dos filmes, tais como a razão entre as hibridizações sp<sup>2</sup>/sp<sup>3</sup> presentes, o tamanho dos cristais no filme, da desordem em relação ao comprimento das ligações e seus ângulos. A fim de se obter interpretações mais assertivas, foi necessário a aplicação de deconvolução das bandas e aplicar análise estatística. Este tipo de método estatístico visa realizar um ajuste fino da curva. Sendo possível obter a relação de intensidade entre as bandas ID/IG, que irá indicar o grau de desordem do carbono amorfo, possivelmente podendo caracterizar seu estágio de amorfização.<sup>23,24</sup>

## TÉCNICA DE MACRO-IDENTAÇÃO

A delaminação de filmes de DLC quando submetidos a cargas mecânicas geralmente implica que os recobrimentos não são aptos para aplicações industriais. Utilizou-se o teste de indentação VDI 3198 para o controle qualitativo da aderência dos recobrimentos depositados.

Em consequência deste fato os dados que serão apresentados neste estudo serão apenas da deposição que utilizou a intercamada durante o processo de deposição. Assim as macro-indentações HR-C foram realizadas somente sobre os substratos recobertos com filmes de DLC que utilizou a intercamada de silício.

## ADESÃO DO FILME – ESCLEROMETRIA E COEFICIENTE DE ATRITO

Para verificar a adesão do filme e sua propensão a delaminação, foi feito o teste de esclerometria e mensuração das características de rugosidade dos filmes e substratos.

O teste de esclerometria foi realizado nas amostras revestidas com DLC. Após o ensaio, a carga crítica foi calculada e o tipo de fragmentações e fissuras formadas foram avaliadas por microscopia em cada uma das trilhas.

Para as amostras de aço inoxidável 15-5PH revestidas com DLC, duas cargas normais críticas foram utilizadas como medida de coesão e resistência adesiva do revestimento. A menor carga crítica ( $Lc1$ ) corresponde ao primeiro evento de fratura ou evento de falha inicial e a carga crítica superior ( $Lc2$ ) indica a carga na qual ocorre uma falha catastrófica no revestimento. As cargas normais críticas ( $Lc$ ) foram determinadas a partir das curvas de força de atrito e da observação cuidadosa das micrografias das trilhas de riscamento obtidas através de MEV. Os filmes obtidos foram todos finos e para todas as amostras testadas, os  $Lc1$  e  $Lc2$  ocorreram com uma carga normal baixa.

## Resultados e discussão

### CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DOS FILMES

As bandas D e G das amostras de DLC sem intercamada, variaram de 1290 a 1410 e 1460 a 1570  $\text{cm}^{-1}$ , e a relação  $I_D/I_G$  média foi de 0,4 para os filmes de DLC. Os filmes de DLC sem intercamada, caracterizados neste trabalho estão condizentes com a assinatura dos filmes de DLC descrito na literatura.<sup>25</sup>

E para as bandas D e G das amostras de DLC com a aplicação da intercamada, apresentou uma variação de 1345 a 1364 e 1523 a 1563  $\text{cm}^{-1}$ , e a relação  $I_D/I_G$  média foi de 0,61 para os filmes de DLC. Conforme apresentado na Tabela 2.

**Tabela 2.** Posição das bandas D e G e razão  $I_D/I_G$  - encontradas nos Espectros Raman.

	Banda D	Banda G	
Tipo de amostra	Posição da banda [ $\text{cm}^{-1}$ ]	Posição da banda [ $\text{cm}^{-1}$ ]	$I_D/I_G$
Filme de DLC	1345 -1364	1523 - 1563	0,61

Em espectros Raman de filmes de DLC as mudanças na posição, na intensidade e na largura à meia altura das bandas D e G podem relacionar-se com possíveis variações microestruturais dos recobrimentos.<sup>24</sup>

Podemos observar que os filmes deste trabalho apresentaram deslocamento das bandas D e G para a esquerda em relação a posição inicial de 1360  $\text{cm}^{-1}$ . O deslocamento para esquerda indica a formação de fases com anéis de grafite microcristalino, sendo assim o deslocamento da banda G para esquerda em relação ao centro do pico de grafite, centralizado em 1580  $\text{cm}^{-1}$ , indica a amorfização do filme segundo a literatura estudada.<sup>23,26</sup>

Ainda de acordo com a literatura,<sup>27</sup> quando a posição da banda G cai abaixo de 1520  $\text{cm}^{-1}$  o filme está mais amorfo e a razão  $I_D/I_G$  ficando em torno de 0,5, como podemos concluir com a deposição sem a intercamada de silício.

Estas variações nas posições das bandas D e G podem ser atribuídas ao confinamento de íons e elétrons que produzem um aumento na densidade do plasma, alterando assim as características microestruturais dos filmes de DLC. Em geral, foram sugeridas algumas explicações para o deslocamento das bandas D e G, estas incluem as modificações no tamanho dos aglomerados de átomos, a distribuição deles a presença de esforços internos na microestrutura do filme e a natureza das ligações químicas.<sup>27</sup>

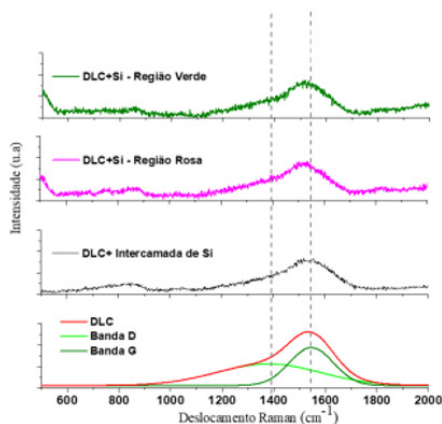


Figura 3. Espectroscopia Raman das amostras.

### TÉCNICA DE MACRO-IDENTAÇÃO

Apresentadas na Figura 4 as amostras deste estudo de deposição de DLC em liga de aço inox 15-5PH, quando comparados ao padrão VDI 3198, mostraram que os recobrimentos obtidos em pressões em torno de  $6.3 \times 10^{-3}$  Torr, apresentam um padrão de falhas aceitáveis e, portanto, uma aderência interfacial adequada entre os filmes e os substratos.

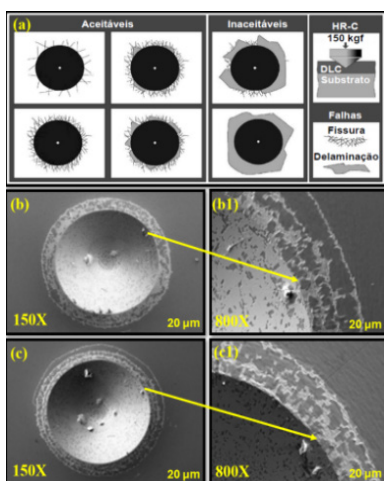


Figura 4. (a) Contém o Padrão da norma VDI 3198 (b,c) Micrografia (MEV) das indentações Rockwell C com aumento de 150X (b1,c1) Micrografia (MEV) das indentações Rockwell C com aumento de 800X.

### ADESÃO DO FILME – ESCLEROMETRIA E COEFICIENTE DE ATRITO

A falha ocorreu em resposta às tensões de compressão induzidas a frente do movimento do riscador, e se caracteriza pelo descolamento de fragmentos de revestimento nas laterais ao longo da trilha, devido a uma combinação de fratura adesiva (ao longo da interface) e fratura coesiva (no revestimento) e sobre a trilha de riscamento por “bucking spallation”.<sup>28</sup> As fraturas com um certo grau de curvatura estendem-se até as bordas ou arestas da trilha e, em algumas situações, para além da trilha. Esta forma de falha ocorre pela presença de fraca aderência do revestimento em determinadas regiões do material, levando a flambagem do revestimento em resposta às tensões impostas. O resultado é o acúmulo de material à frente do penetrador/riscador, que passa sobre o material delaminado, fazendo com que o revestimento se fragmente e os fragmentos penetrem na trilha.<sup>29</sup> A Figura 5 apresenta as micrografias de testes de risco que foram realizadas em amostras com filmes DLC em substrato aço inox 15-5PH usando um penetrador Rockwell C, em conjunto com a análise do coeficiente de atrito (COF) linha azul e a curva de força normal (FZN) representado pela linha vermelha.

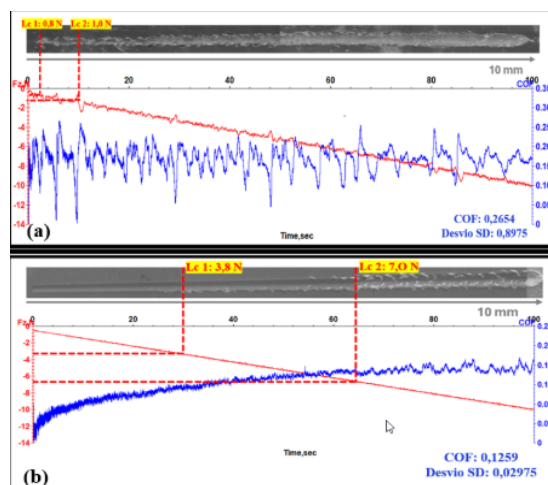


Figura 5. Micrografias em MEV do teste de esclerometria e coeficiente de atrito (COF) das amostras de DLC – (a) sem a intercamada, (b) com a intercamada.

O teste de risco revelou uma redução no deslocamento e na força necessária para iniciar os modos de falha, levando a um esgotamento muito rápido da sua capacidade de lubrificação, este esgotamento foi particularmente notável e mais pronunciado nas amostras de filme DLC.

As cargas críticas ocorreram precocemente nas deposições realizadas sem a utilização da intercâmara de silício, quando então começou o processo de delaminação do filme, ou seja, o filme não estava aderente ao substrato quando ocorreu o desprendimento, mostrando assim, a baixa aderência a esforços mecânicos (riscos), característica de material grafitico. A falha do revestimento está correlacionada com o aumento abrupto da força de atrito,<sup>30</sup> que são visualizadas através do aumento do coeficiente de atrito (COF).<sup>31</sup> A ruptura inicial ocorreu com Lc1 próximo a 0,8 N e a ruptura total do filme ocorreu com Lc2 próximo 1 N. O coeficiente de atrito (COF) para as amostras ensaiadas sem a intercâmara não foi satisfatório devido à baixa adesão do filme e, no entanto, esta diminuição de camada significativamente provocou a falha prematura do filme de DLC, que apresentou um COF médio de 0,265 e desvio padrão de 0,897.

Os filmes depositados e utilizados como lubrificantes sólidos devem apresentar resistência ao desgaste, bem como a adesão deste filme ao substrato, correlacionando assim a vida do lubrificante com o nível de atrito. Esta resistência ao desgaste e ao atrito propõe ao filme um parâmetro de avaliação tribológico quanto ao seu desempenho nas propriedades estruturais e tribológicas. Através do ensaio tribológico foi possível verificar os valores de carga crítica e coeficiente de atrito das amostras com a intercâmara de silício e identificaram-se melhores condições comparadas com as amostras que não utilizaram a intercâmara. A ruptura inicial das amostras com a intercâmara ocorreu com Lc1 próximo a 3,8 N e a ruptura total do filme ocorreu com Lc2 próximo a 7 N. O coeficiente de atrito (COF) para as amostras ensaiadas com a intercâmara foi satisfatório para este estudo. O filme de DLC que utilizou a intercâmara para dar uma boa adesão ao filme durante a deposição, apresentou um COF médio de 0,126 e desvio padrão de 0,029. Comparado com Macário et al.,<sup>23</sup> é

possível concluir que este processo apresentou uma boa adesão, e podemos considerar que os resultados obtidos, ao serem comparados à literatura, indicam que o DLC com a intercâmara de silano atende os requisitos.<sup>23</sup>

## Conclusão

Neste estudo, filmes finos de DLC foram depositados sobre um substrato de aço inoxidável 15-5PH aeronáutico usando a técnica PECVD, que se mostrou eficiente na deposição de filmes de DLC, podendo através das análises, encontrar os pontos ótimos de parâmetros a serem seguidos para se obter repetibilidade nas deposições.

A adesão dos filmes foi avaliada através de um teste de risco seguindo as normas de referência citadas neste trabalho. Os filmes de DLC apresentaram desempenho não tão satisfatório para a aplicação sem utilização da intercâmara de silano, indicando uma melhora necessária na adesão do filme.

Contudo, para as deposições realizadas utilizando a intercâmara de silício, obteve-se um resultado promissor, necessitando de ajustes nos parâmetros listados neste trabalho. Para este experimento foram utilizadas amostras de mesmo material e de geometria idênticas, permitindo não só um melhor controle de rastreabilidade como também fatores importantes para comparações e análises subsequentes.

Após as caracterizações foi possível levantar dados da composição estrutural do filme depositado, podendo observar-se a formação de filme de DLC, conforme apresentado nos espectros do Raman. Através dos ensaios tribológico foi possível observar que os recobrimentos apresentaram baixo coeficiente de atrito e resistência mecânica aceitável das amostras com a utilização da intercâmara silício, apontando que este processo pode sim ser mais estudado e utilizados como processos alternativos para tratamentos superficiais na indústria aeronáutica que utilizam cromo hexavalente em composições de banhos químicos.

As caracterizações realizadas neste estudo, mostraram que as deposições de DLC com a intercâmara de silício sobre o aço inoxidável 15-5PH têm boas características e que pode ser uma opção para tratamentos superficiais na indústria aeronáutica aumentando a durabilidade de peças e componentes.

# Referências

1. ROBERTSON, J. (2002). Diamond-like amorphous carbon. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 37(4-6), 129-281.
2. GRELHA, A. (1999). Diamond-like carbon coatings as biocompatible materials – an overview. *Diamond and Related Materials*, 8(2-5), 428-434.
3. LIFSHITZ, Y. (1999). Hydrogen-free amorphous carbon films: correlation between growth conditions and properties. *Diamond and Related Materials*, 8(8-9), 1659-1676.
4. ERDEMIR, A., DONNET, C. (2006). Tribology of diamond-like carbon films: recent progress and future perspectives. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 39(18), R311-R327.
5. TAMOR, M.A., VASELL, D. (1994). Ion energies and properties of DLC films. *Journal of Applied Physics*, 76(6), 3823-3830.
6. SILVA, S., GASKELL, K., MCKENZIE, DR, BILEK, MMM (2000). Ionic flux and structure of DLC films. *Surface and Coatings Technology*, 133-134, 419-424.
7. SCHWAN, J., ULRICH, S., BATORI, V., EHRHARDT, H., SILVA, S.R.P. (1996). Raman spectroscopy on amorphous carbon films. *Journal of Applied Physics*, 79(3), 1416-1422.
8. MARIANO, SFM, PILLACA, EJDM, UEDA, M., DE MORAES, RO (2014). Influence of magnetic field on DLC coatings grown by plasma immersion ion implantation and crossed field deposition. *Surface and Coatings Technology*, 260, 171-177.
9. WEI, Q., LI, L., WEI, S. ZHANG, Z. (1999). Residual stress in diamond-like carbon films. *Surface and Coating Technology*, 123(2-3), 292-296.
10. SCHMID, P. E., STEINER, P., WEHRLI, B., SCHLAPBACH, L. (1994). Optical properties and interference in DLC thin films. *Applied Physics Letters*, 65(6), 631-633.
11. FERRARI, AC, ROBERTSON, J. (2000). Interpretation of Raman spectra of disordered and amorphous carbon. *Physical Review B*, 61(20), 14095-14107.
12. ERDEMIR, A., ERYILMAZ, OL, NILUFER, IB (2000). The role of hydrogen in the tribological properties of diamond-like carbon films. *International Tribology*, 33(7), 523-530.
13. OGWU, AA, LAMBERTON, RW, MAGUIRE, PD, MCLAUGHLIN, JA (1999). Deposition of amorphous carbon films in a RF PECVD system. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 32(9), 981-986.
14. TEER, DG, OGLE, JC (2004). Investigations on ultra-high-speed laser material deposition as an alternative to hard chrome plating. *Journal of Laser Applications*, 16(1), 10-15.
15. PERSSON, M., KARLSSON, S. (2003). Simulation-assisted design and manufacturing of anodes for the hard chrome plating process. *Surface and Coating Technology*, 167(1), 23-29.
16. NELSON, N., RAKOWSKI, R.T., FRANKS, J., WOOLLIAMS, P., WEAVER, P., JONES, B.J. (2014). The effect of substrate geometry and surface orientations on the structure of DLC film deposited using PECVD. *Surface and Coatings Technology*, 254, 73–78.
17. IA GHAIE-KHAFRI, M., ADHAMI, F. (2010). The effect of aging on microstructure and hardness of 15-5 PH stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 527, pp. 199-200.
18. IHERNY, E. (2009). Precipitation behavior in stainless steels. *International Heat Treatment and Surface Engineering*, 3, pp.
19. FLUGGE, W. (1952). Landing gear impact. National Advisory Committee for Aeronautics – Technical Note 2743, Washington, pp 1-91.
20. ZHOU, T., PRASATH BABU, R., ODQVIST, J., YU, H., HEDSTRÖM, P. (2018). Quantitative electron microscopy and physically based modeling of Cu precipitation in 15-5PH precipitation hardening martensitic stainless steel. *Materials and Design*, 143, pp. 149–150.
21. ASTM- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM B912-02. Standard Specification for Passivation of Stainless Steels Using Electropolishing, 2018. 4p.
22. OGURI, K.; ARAI, T. Two different low friction mechanisms of diamond-like carbon with silicone coatings formed by plasma-assisted chemical vapor deposition. *Journal of Materials Research*, vol. 7, no. 6, p. 1313–1316, 1992.
23. MACÁRIO, PF, VIEIRA, A., MANFROI, L., DA SILVA, MGP, LEITE, P., AND VIEIRA, L. (2019) Corrosion behavior of aluminum Al2024-T3, Al5052-H32 and Al6061-T6 alloys coated with DLC films in aviation fuel, Jet A-1 and AVGAS 100LL media. *Matter. Corrosion*, 70 (12), 2278–2291.
24. KASIOROWSKI, T. et al. Microstructural and tribological characterization of DLC coatings deposited by plasma enhanced techniques on steel substrates. *Surface and Coatings Technology*, vol. 389, p.1-10: 125615, 2020.
25. FERRARI, AC; ROBERTSON, J. Interpretation of Raman spectra of disordered and amorphous carbon. *Surface and Coatings Technology*, vol. 61, no. 4, p. 1–13, 2000.
26. DE OLIVEIRA, SMM et al. Comparative Study of Candida albicans Inactivation by Nonthermal Plasma on Stainless Steel with and without Diamond-like Carbon Film. *ACS Omega*, vol. 4, no. 4, p. 6891–6902, 2019.
27. SCHWAN, J. et al. Raman spectroscopy on amorphous carbon films. *Journal of Applied Physics Letters*, vol. 80, p. 440-447, 1996.
28. BULL, SJ Failure mode maps in the thin film scratch adhesion test. *Tribology International*, vol. 30, no. 7, p. 491-498, 1997.

29. BURNETT, PJ; RICKERBY, DS The relationship between hardness and scratch adhesion. *Thin Solid Films*, vol. 154, no. 1–2, p. 403–416, Nov. **1987**.
30. SVEEN, S. et al. Scratch adhesion characteristics of PVD TiAlN deposited on high-speed steel, cemented carbide and PCBN substrates. *Wear*, vol. 308, no. 1–2, p. 133–141, **2013**.
31. VIEIRA, L. et al. Scratch testing for micro- and nanoscale evaluation of tribocharging in DLC films containing silver nanoparticles using AFM and KPFM techniques. *Surface and Coatings Technology*, vol. 260, p. 205–213, Dec. **2014**.

---

## Alessandro M. Candido\*, Lúcia Vieira & Paulo H. S. Carvalho

Laboratório NanotecPlasma, Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento,  
Universidade do Vale do Paraíba, São José dos Campos. Av. Shishima Hifumi,  
nº2911, CEP 12244-000, Brasil.

\*E-mail: [aero.maia@hotmail.com](mailto:aero.maia@hotmail.com)