

UTILIZAÇÃO DA NITRETAÇÃO SOB PLASMA COMO PRÉ-TRATAMENTO AO REVESTIMENTO TIN-PVD NA GERAÇÃO DE SUPERFÍCIES DÚPLEX NO AÇO AISI H13

Adonias Ribeiro Franco Junior ¹Carlos Eduardo Pinedo ²André Paulo Tschiptschin ³

Resumo

Este trabalho apresenta o estudo da adesão de revestimentos de TiN-PVD em aço ferramenta para trabalho a quente tipo AISI H13, após pré-tratamento de nitretação sob plasma. A nitretação sob plasma foi conduzida a 520°C, sob diferentes misturas gasosas e tempos. Após a nitretação sob plasma as amostras foram revestidas com TiN. A adesão do TiN foi avaliada pelo método de indentação Daimler-Benz. As cargas críticas de ensaio (L_c) foram avaliadas após o trincamento do revestimento (L_{c1}) e após a delaminação (L_{c2}). A adesão do revestimento é dependente das propriedades mecânicas da camada nitretada na região da interface. A adesão aumenta quando a relação H/E e o grau de recuperação elástica da camada nitretada torna-se próximo ao do TiN.

Palavras-chave: Nitretação por plasma; Superfícies; Revestimento; Adesão.

USE OF PLASMA A NITRIDING PRE-TREATMENT AND TIN-PVD FOR GENERATION OF DUPLEX SURFACE ON AISI H13 STEEL

Abstract

Coating adhesion on hot work tool steels type AISI H13 after plasma pre-nitriding treatment is studied. Nitriding treatments were carried out at 520°C using different gas mixtures and time. After plasma nitriding surfaces were TiN coated by PVD. Adhesion was evaluated using Daimler-Benz indentation method. Critical failure loads (L_c) were determined for coating cracking (L_{c1}) and coating delamination (L_{c2}). Coating adhesion is dependent on the mechanical properties of the pre-nitrided surface close to the interface. Adhesion increases when the H/E ratio and the degree of elastic recovery of the plasma nitrided case become close to that of TiN.

Key words: Plasma nitriding; Surface; Coating; Adhesion.

1 INTRODUÇÃO

A tecnologia de engenharia de superfície na geração de superfícies dúplex, combinando nitretação sob plasma e revestimento PVD (*Plasma Assisted Physical Vapor Deposition*), tem encontrado aplicação crescente na indústria como forma de elevar as propriedades tribológicas de componentes de aço.⁽¹⁻⁴⁾ Estas superfícies podem ser obtidas pela nitretação e revestimento em um mesmo reator, processo híbrido^(3,5-9) ou por um tratamento de duas etapas, com a pré-nitretação sob plasma seguida do revestimento PVD, processo descontínuo.⁽⁴⁾ O tratamento dúplex produz uma superfície com um revestimento de TiN fino, duro com elevada resistência térmica, química e ao desgaste, suportado por uma camada espessa e endurecida pelas reações de nitretação. Frequentemente, este conjunto é denominado superfície dúplex.

As propriedades obtidas pela pré-nitretação sob plasma, seguida do revestimento PVD, são resultado da divisão de funções entre substrato/camada nitretada/revestimento e da combinação das melhores propriedades de cada componente no conjunto. A melhoria de desempenho é de interesse especial para aplicações em condições complexas de solitação térmica, química e mecânica, especialmente em ferramentas.^(10,11)

Sabe-se que a presença da camada de compostos na interface entre o revestimento TiN e a zona de difusão afeta de maneira adversa as propriedades tribológicas. Atualmente, a nitretação sob plasma com baixo potencial de nitrogênio na mistura gasosa é utilizada em trata-

¹Membro da ABM. CEFET, Centro Federal de Educação Tecnológica do Espírito Santo. Avenida Vitória 1729 – 29040-780 – Vitória, ES, Brasil. adonias@cefetes.br

²Membro da ABM. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da USP. Heat Tech - Tecnologia em Tratamento Térmico e Engenharia de Superfície Ltda. Rodovia Índio Tibiriçá, 1555-B – 08620-000 – Suzano, SP, Brasil. pinedo@heattech.com.br

³Membro da ABM. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica da USP. Av. Prof. Melo Moraes 2463 – 05508-030 – São Paulo, SP, Brasil. antschip@usp.br

mentos dúplex de aço-ferramenta de alta liga, resultando em camadas nitretadas com elevada dureza, sem a presença da camada de compostos. Em aço rápidos, Perillo⁽¹²⁾ mostra que as propriedades tribológicas de superfícies dúplex, revestidas com TiN, são degeneradas pelo aumento no tempo de nitretação devido ao amolecimento da camada nitretada e à formação da camada de compostos. Kadléc, Hrubý e Novák⁽¹³⁾ observam que a nitretação em tempo curto, cerca de 1.800 segundos, fornece uma superfície dúplex com elevada resistência ao desgaste e adesão do revestimento, em aço ferramenta para trabalho a frio.

De acordo com a literatura, existe uma profundidade ótima e uma microestrutura ótima para a camada nitretada para obter uma superfície dúplex com elevada adesão do revestimento. Entretanto, as condições ótimas de pré-nitretação ainda não estão bem estabelecidas, variando de aço para aço. Os mecanismos básicos relacionados à elevação da adesão ainda permanecem pouco entendidos. Neste trabalho, os estudos são conduzidos de forma a entender os mecanismos relacionados à adesão de revestimentos duros em superfície dúplex, utilizando como substrato um aço ferramenta para trabalho a quente, tipo AISI H13. O uso de diferentes camadas nitretadas é estudado para esclarecer o mecanismo de adesão.

2 MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

Neste trabalho, foi utilizado como substrato o aço-ferramenta para trabalho a quente, tipo AISI H13, de composição química apresentada na Tabela 1. A barra recozida foi seccionada em fatias de 30 mm de diâmetro e 2,5 mm de espessura. As amostras foram retificadas e temperadas e revenidas para uma dureza entre 46 HRC-48 HRC. Antes da nitretação as amostras foram polidas para uma rugosidade (Rz) de 0,12 µm, adquirindo um aspecto espelhado.

Tabela 1. Composição química do aço AISI H13 (% em massa).

| C | Mn | Si | Cr | Mo | V |
|------|------|------|------|------|------|
| 0,38 | 0,28 | 0,92 | 5,13 | 1,25 | 0,80 |

A nitretação sob plasma foi conduzida em uma unidade de plasma pulsado-DC, fabricada pela Eltropuls GmbH. A limpeza e ativação superficial foram realizadas por bombardeamento iônico, sob plasma de alta intensidade, com hidrogênio puro a 400°C por 5.400 segundos. Os parâmetros experimentais de nitretação sob plasma são apresentados na Tabela 2. Todas as amostras foram resfriadas até a temperatura ambiente dentro da câmara de vácuo sob pressão de nitrogênio de 100 Pa. A deposição PVD-TiN foi realizada em um equipamento Balzers-PVD de implantação iônica com uma fonte de evaporação assistida por arco elétrico. A temperatura do substrato foi de 450°C-500°C, com tempo de deposição de 5.400 segundos, pressão de nitrogênio de 18×10^{-4} mbar, corrente de arco-DCP de 200 A, e BIAS de 50 V. Nestas condições foi objetivado um revestimento TiN com espessura entre 4 µm e 6 µm.

Tabela 2. Parâmetros de nitretação sob plasma.

| | |
|-------------------------|---|
| Temperatura (°C) | 520 |
| Pressão (Pa) | 250 |
| Duração de Pulso (µs) | 150 |
| Repetição de Pulso (µs) | 50 |
| Tensão (V) | 500 |
| Mistura Gasosa (%vol.) | a) 5N ₂ : 95H ₂ b) 20N ₂ : 80H ₂ |

As durezas superficiais do revestimento TiN e da camada nitretada foram determinadas por técnica de nanoindentação em um equipamento Fischerscope H100, com indentador Vickers. Os dados de indentação foram analisados utilizando um procedimento analítico descrito em trabalho anterior,⁽¹⁴⁾ baseado na aproximação descrita por Oliver e Pharr.⁽¹⁵⁾ Adicionalmente, as profundidades de nitretação foram determinadas pelo levantamento dos perfis de endurecimento obtidos por nanoindentação. As medidas de nanoindentação foram feitas com carga de 50 mN.

A adesão do revestimento sobre o substrato foi determinada pelo método de indentação Daimler-Benz utilizando indentador Rockwell C. As cargas críticas (L_c) foram avaliadas para o trincaimento (L_{c1}) e para a delaminação do revestimento (L_{c2}).⁽¹⁶⁾ Os testes foram conduzidos utilizando cargas estáticas de 15 kgf, 30 kgf, 60 kgf, 100 kgf, 125 kgf, 187 kgf e 250 kgf. As microestruturas foram observadas empregando a técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Para a caracterização microestrutural, as amostras foram atacadas com Nital 4%. As características morfológicas das falhas, após o ensaio Daimler-Benz, foram avaliadas pelas técnicas de MEV e de Microscopia Óptica.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A microestrutura da superfície nitretada é controlada pela seleção precisa dos parâmetros de processo, como temperatura, tempo e composição da mistura gasosa. Para uma temperatura constante, a determinação da curva do potencial limite de nitrogênio para a formação da camada de compostos é primordial na seleção das condições de pré-nitretação para atingir uma superfície nitretada com e sem a presença da camada de compostos.^(17,18) Em trabalho prévio,⁽¹⁹⁾ tais condições de nitretação sob plasma foram determinadas para o aço AISI H13 nitretado a 520°C. Estes resultados são utilizados como base para os presentes experimentos.

Para a condição de nitretação sem camada de compostos, as durezas superficiais do revestimento e da camada nitretada são apresentadas na Figura 1a, em função do tempo de nitretação a 520°C com 5% vol. N₂ na mistura gasosa. A espessura do TiN e a profundidade de camada nitretada são mostradas na Figura 1b. Para estas condições, a dureza inicial do substrato aumenta na superfície para valores próximos a 1.000 HV0,005, atingindo um máximo para 10.800 s de nitretação. A profundidade da camada nitretada aumenta com o aumento do tempo de nitretação, devido à difusão do nitrogênio. O endurecimento superficial após a nitretação sob plasma é fundamental para garantir um bom efeito de suporte de carga para o revestimento TiN. A espessura média do TiN é de 6,55 μm + 0,21 μm, e dureza superficial média de 2217,5 HV0,005 + 47,4 HV0,005.

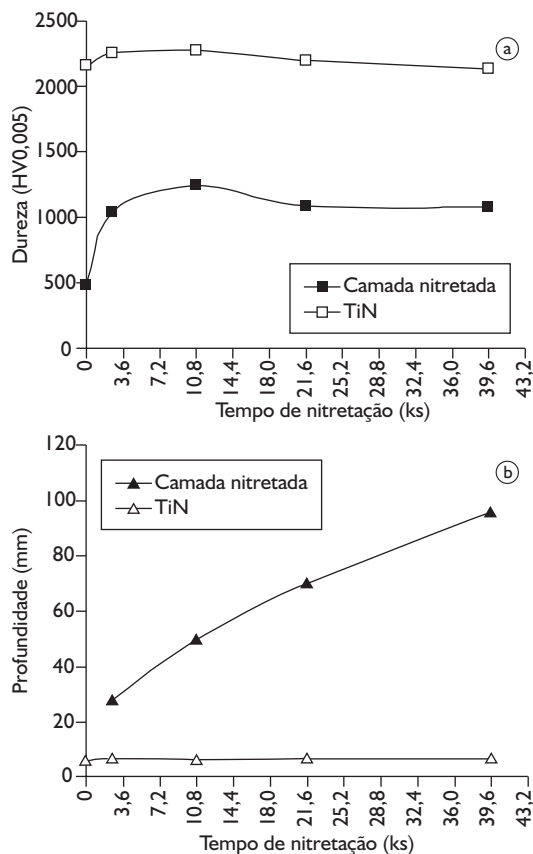


Figura 1. a) Dureza superficial; e b) espessura do revestimento de TiN e da camada nitretada nos diferentes tempos. 520°C, 5%vol. N₂.

Dois tipos de falha são observados durante o teste de adesão por indentação no revestimento TiN. O primeiro tipo de falha no revestimento é a formação de trincas radiais e do tipo Hertz, sob uma condição limite de carga definido como L_{C1}. As trincas de Hertz são formadas inicialmente como círculos ao redor da área indentada.⁽²⁰⁾ Com o aumento da carga de indentação são formadas trincas radiais durante a etapa de descarregamento.⁽²¹⁾ Nestes níveis de carregamento, não ocorre delaminação e o substrato não é exposto durante o processo de trincamento. O carregamento progressivo leva à falha por delaminação, carga L_{C2}, expondo o substrato. A delaminação do TiN é usualmente observada quando o substrato apresenta uma baixa capacidade de suporte de carga. A

Figura 2 apresenta os resultados de adesão para amostras pré-nitretadas com 5%vol N₂ na mistura gasosa, condição sem camada de compostos. A carga crítica para o trincamento do revestimento (L_{C1}) aumenta continuamente com o tempo de nitretação. A carga crítica para a delaminação (L_{C2}) excede a carga máxima de teste de 250 kgf, quando o tempo de nitretação é superior a 420 segundos.

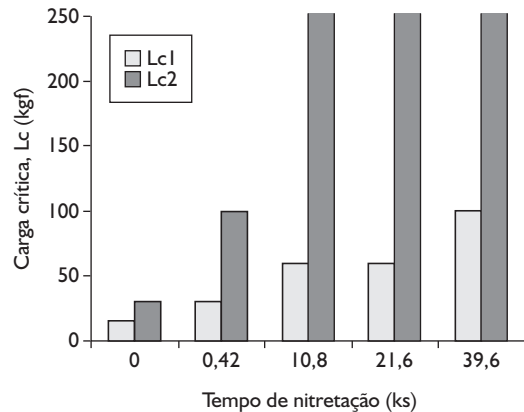


Figura 2. Cargas críticas para o trincamento (L_{C1}) e delaminação (L_{C2}) em função do tempo de nitretação a 520°C com 5%vol. N₂ na mistura gasosa.

A Figura 3 apresenta exemplos de regiões de indentação para o substrato não nitretado e para condições de pré-nitretação selecionadas. Verifica-se que, na condição sem nitretação e revestida, as trincas aparecem com carga de 30 kgf (a) e a delaminação está presente com 60 kgf (b). Para o tempo de 39,6 ks de nitretação, não se verifica trincamento com 30 kgf (c); e para carga de 250 kgf o deslocamento é nítido (d). Quando

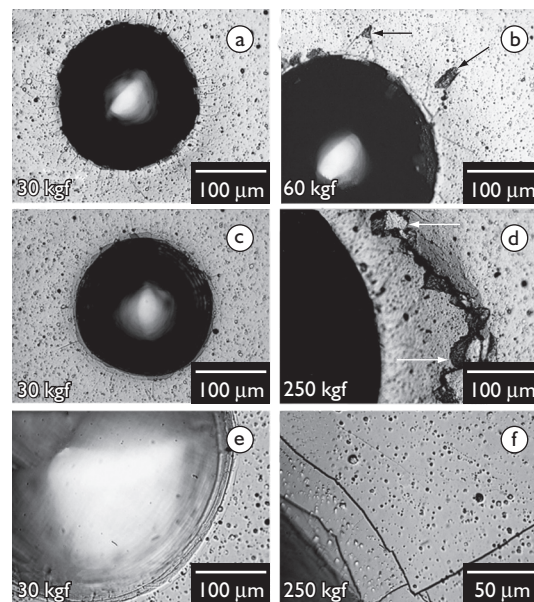


Figura 3. Trincamento e delaminação (setas) formadas durante o teste de indentação. Nitretação a 520°C/5%vol. N₂.

o tempo de nitretação é de 39,6 ks, não há trincamento em 30 kgf (e) e, para carga de 250 kgf, observam-se apenas as trincas de Hertz e radiais, sem delaminação (f). Estes resultados evidenciam com clareza a influência benéfica do uso da pré-nitretação para o aumento na adesão do TiN e o potencial da superfície dúplex no aumento de vida de ferramentas pela compatibilização entre as propriedades mecânicas do sistema substrato/camada nitretada/revestimento.

A Figura 4 apresenta a variação da relação H/E e do grau de recuperação elástica para a camada nitretada e TiN, determinadas por técnica de nanoindentação. Verifica-se que os valores de H/E e do grau de recuperação elástica aumentam com o aumento do tempo de nitretação sob plasma até um valor máximo, para 10.800 segundos de nitretação, que é próximo aos valores obtidos para o revestimento de TiN. Estes resultados permitem entender melhor o papel da camada pré-nitretada no aumento da adesão do TiN. As propriedades mecânicas na região nitretada, junto à interface entre a camada nitretada e o revestimento, determina o comportamento de adesão do revestimento. É nítido que o aumento de L_{c1} e L_{c2} coincide com o aumento da relação H/E e da recuperação elástica. Nestas condições, as propriedades mecânicas do substrato pré-nitretado aproximam-se do revestimento e conduzem a uma interface mais estável e menos susceptível a trincamento e delaminação.

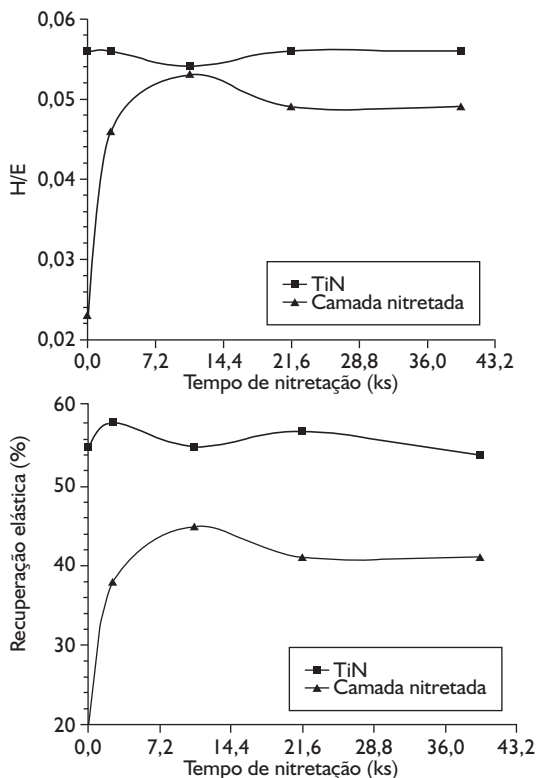


Figura 4. Comparação entre o grau de recuperação elástica e da relação H/E da camada nitretada e do revestimento TiN.

A Figura 5 compara o desempenho de superfícies pré-nitretadas com e sem a formação da camada de compostos. Os resultados evidenciam uma diminuição na propriedade de adesão quando a nitretação é realizada com a formação da camada de compostos. Neste caso, os resultados não podem ser explicados

apenas pelo efeito de suporte de carga, considerando o efeito endurecedor da superfície obtido na nitretação com 20%vol. N_2 . Os aspectos microestruturais relacionados à transformação de fase da camada de compostos durante o processo PVD afetam a adesão. A Figura 6 compara as áreas de indentação em diferentes condições de nitretação. Observa-se que, nas mesmas condições de temperatura de nitretação, o aparecimento de trinca e delaminação ocorre no material pré-nitretado com camada de compostos prematuramente quando comparado ao material testado na condição de ausência da camada de compostos, no qual se observa apenas a presença de trincas no revestimento.

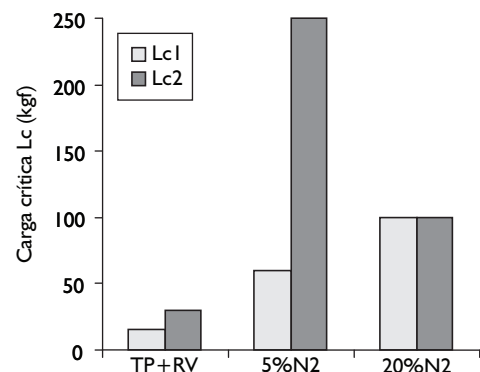


Figura 5. Carga crítica para o trincamento (L_{c1}) e delaminação (L_{c2}) em amostras pré-nitretadas sob diferentes teores de nitrogênio na mistura gasosa.

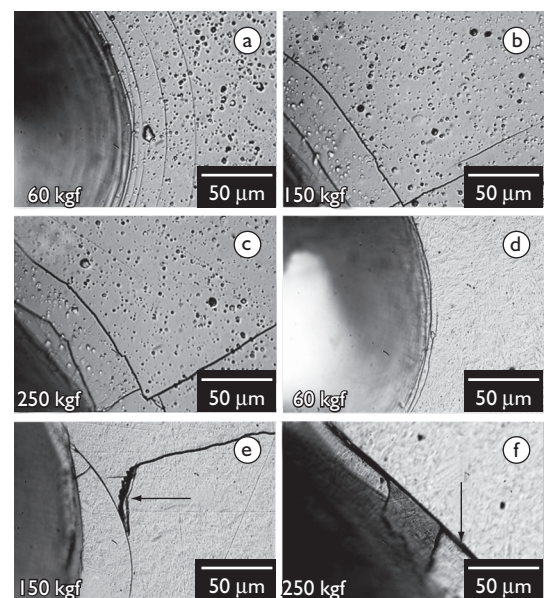


Figura 6. Regiões de indentação em amostras pré-nitretadas: a), b) e c) 5%vol. N_2 /39,6 ks; e d), e) e f) 20%vol. N_2 /21,6 ks.

A Figura 7 apresenta a microestrutura da camada nitretada a 520°C/21,6 ks com 20%vol. N_2 , antes e após o revestimento PVD. Antes do processo PVD observa-se a presença da camada

de compostos compacta e homogênea, Figura 7a. Após o PVD, verifica-se que a camada de compostos sofre uma transformação assumindo a morfologia de uma “camada preta”, localizada entre o revestimento TiN e a zona de difusão da camada nitretada, Figura 7b. Dingremont et al.⁽²⁾ e Sun e Bell,⁽⁴⁾ sugerem que esta camada seja constituída por ferrita e nitretos, formados como produto da transformação de fase da camada de compostos durante a etapa de bombardeamento para limpeza no PVD.

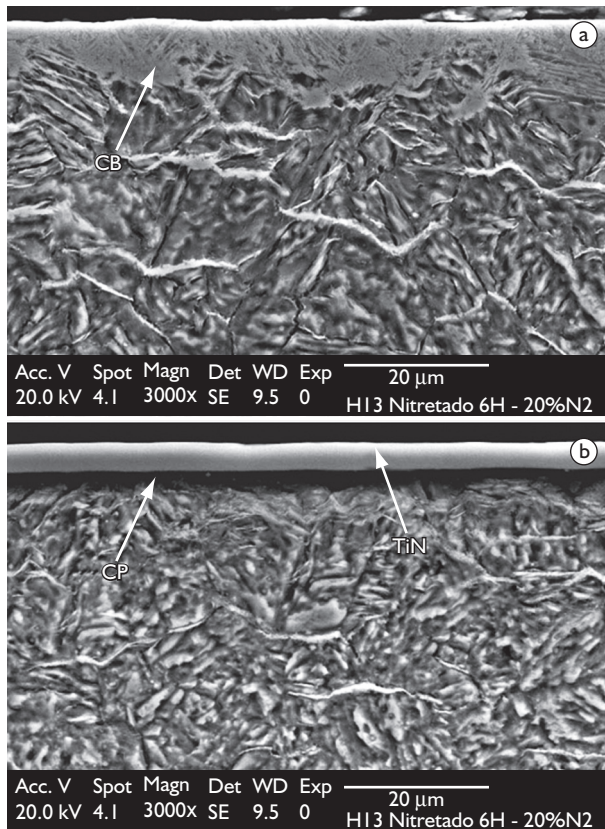


Figura 7. Superfície pré-nitretada, 520°C-20%vol. N₂-21,6 ks: a) antes e b) após revestimento TiN-PVD.

Avaliações em MEV das calotas geradas após o teste de adesão por indentação mostram claramente o comportamento de adesão. A Figura 8a apresenta o efeito de suporte de carga conseguido com a nitretação sem camada de compostos, onde se observa apenas a presença de trincas no revestimento e substrato sem delaminação. Na Figura 8b observa-se a deterioração promovida pela presença da camada de compostos após a pré-nitretação, com a formação de trincas mais profundas no revestimento, na interface e no substrato, com intensa perda de revestimento por delaminação.

A razão desta diferença de comportamentos, quanto à adesão, está relacionada às propriedades mecânicas do substrato na região da interface com o TiN. A Figura 9 mostra as propriedades mecânicas na camada nitretada, com camada de compostos, antes e após o tratamento de revestimento PVD. Verifica-se que, antes do revestimento, a dureza máxima atinge valor máximo de 1.052 HV0,005, com uma relação H/E próxima de 0,06 e, portanto, próxima da relação H/E do TiN. Estas propriedades mecânicas levariam a prever um bom desempenho com relação

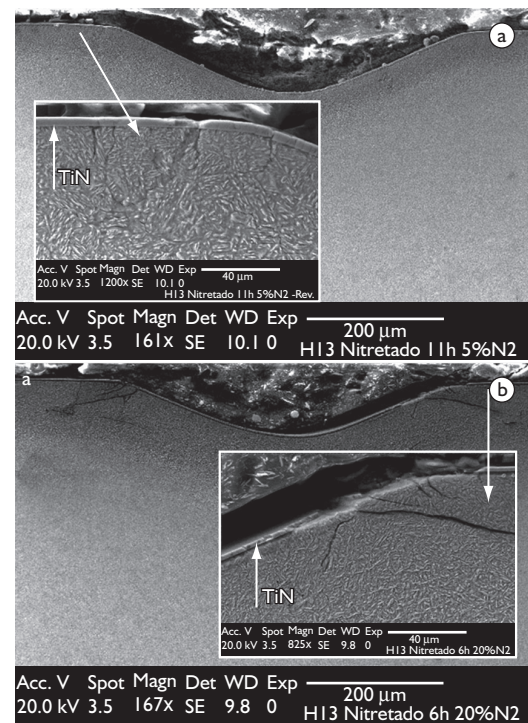


Figura 8. Calotas de indentação para superfícies dúplex, carga de 150 kgf: a) 520°C/11 h/5%vol.N₂; e b) 520°C/6 h/20%vol.N₂.

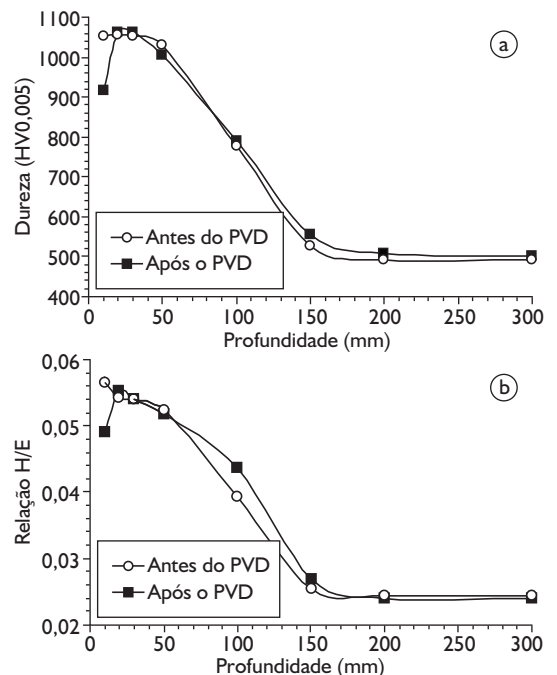


Figura 9. Variação da dureza e da relação H/E da superfície nitretada com camada de compostos, 20%vol. N₂, antes e após o revestimento TiN-PVD.

à adesão, já que estão próximas às do revestimento. Entretanto, a transformação de fase na camada de compostos que ocorre durante o PVD deteriora as propriedades mecânicas na região da interface, diminuindo localizadamente a dureza e

a relação H/E, sendo responsável pelo baixo desempenho destas superfícies dúplex comparadas com as da superfície nitretada sem camada de compostos. Neste caso, o efeito de suporte de carga para o TiN é reduzido na interface e as propriedades tribológicas são deterioradas.

4 CONCLUSÕES

A adesão do revestimento de TiN sobre o aço ferramenta para trabalho a quente AISI H13 depende não apenas das condições de pré-nitretação utilizadas no processamento sob plasma, mas também das condições de pós-processamento no processo PAPVD. A microestrutura da superfície nitretada sob plasma e seu efeito sobre as propriedades elásticas são os fatores responsáveis para atingir a melhor condição de efeito suporte de carga antes do revestimento. Para diferentes condições de pré-nitretação sob plasma, as seguintes conclusões podem ser inferidas para o melhor entendimento da propriedade de adesão na interface camada nitretada/TiN.

A superfície nitretada sob plasma é controlada pela seleção precisa dos parâmetros de processo como o potencial de nitrogênio. Para a temperatura de 520°C, é obtida uma microestrutura na superfície nitretada isenta de camada de compostos para 5% vol. de N₂ na mistura gasosa, para todos os tempos investigados. A camada de compostos é formada para um potencial de 20%vol. N₂ para um tempo de nitretação de 21,6 ks.

Após a nitretação a dureza superficial aumenta para cerca de 1000 HV, em ambos os potenciais de nitrogênio. A profundidade da camada nitretada aumenta com o tempo de nitretação, devido à difusão do nitrogênio. A espessura média do TiN foi de 6,55 μm ± 0,21 μm e a dureza média, de 2217,5 HV0,005 ± 47,4 HV0,005.

Dois modos de falha controlam a adesão do TiN. A falha inicia-se pela formação de trincas: de Hertz e radial. As trincas de Hertz são formadas primeiro na forma de círculos concêntricos à área de indentação. O aumento da carga de indentação leva ao aparecimento de trincas radiais que se formam na etapa de descarregamento. Durante a etapa de trincamento não ocorre delaminação e o substrato não é exposto. O carregamento progressivo induz a delaminação do revestimento, expondo o substrato.

REFERÊNCIAS

- 1 Schulz, A.; Stock, H.R.; Mayr, P.; Staeves, J.; Schomoeckel, D. Deposition and investigation of TiN PVD coatings on cast steel forming tools. **Surface and Coatings Technology**, v. 94-95, p. 446-450, Oct. 1997.
- 2 Dingremont, N.; Bergmann, E.; Collignon, P.; Michel, H. Optimization of duplex coatings built from nitriding and ion-plating with continuous operation for construction and hot working steels. **Surface and Coatings Technology**, v. 72, n. 3, p. 163-168, June 1995.
- 3 Vetter, J.; Michler, T.; Steuernage, I.H. Hard coatings on thermochemically pretreated soft steels: application potential for ball valves. **Surface and Coatings Technology**, v. 111, n.2-3 p. 210-219, Jan. 1999.
- 4 Sun, Y.; Bell, T. Plasma surface engineering of low alloy steel, **Materials Science and Engineering A**, v. 140, p. 419-434, July 1991.
- 5 Korhonen, A.S.; Sirvio, E.H., Sulonen, M.S. Plasma nitriding and ion plating with an intensified glow discharge. **Thin Solid Films**, v. 107, n.4, p.387-394, Sept. 1983.

Para a pré-nitretação isenta de camada de compostos, 5 vol% N₂, as cargas críticas para a falha L_{C1} e L_{C2} aumentam com o aumento do tempo de nitretação. A carga crítica para a delaminação, L_{C2}, excede o valor da carga máxima de ensaio, de 250 kgf, quando o tempo de nitretação é superior a 420 segundos.

As propriedades elásticas na região próxima da interface pré-nitretada/TiN controlam o comportamento de adesão do revestimento. O aumento das cargas críticas de falha L_{C1} e L_{C2} ocorrem simultaneamente com o aumento da relação H/E e da recuperação elástica na camada nitretada. O aumento das propriedades elásticas da camada nitretada, atingindo valores próximos do revestimento, resulta na melhor condição de adesão do TiN ao substrato pré-nitretado sob plasma.

Comparativamente, a adesão do TiN diminui após a pré-nitretação com a formação da camada de compostos. Esta diminuição é consequência da transformação de fase que ocorre na camada de compostos, formando ferrita e nitretos, durante o bombardeamento para limpeza física no PAPVD. Mesmo com o efeito endurecedor obtido após a nitretação sob plasma, esta transformação de fase deteriora as propriedades elásticas na interface. Com isto, ocorre uma perda do efeito de suporte de carga para o revestimento de TiN.

Agradecimentos

À Fapesp, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, pelo apoio financeiro a Adonias R. Franco Jr., bolsa de doutorado, processo 98/15757-8 e pelo projeto Pronex-Temático, processo 03/10157-2. À empresa Balzers Balinit do Brasil Ltda., pela realização dos revestimentos em TiN.

- 6 Bergmann, E.; van der Kolk, G.I.; Buil, B.; Hurkmans, T. The next generation of deposition equipment for wear protection coatings. **Surface and Coating Technology**, v. 114, n.1, p.101-107, Apr. 1999.
- 7 Sato, T.; Sugai, K.; Ueda, K.; Matsunami, K.; Yasuoka, M. Development of a hybrid coating process as an advanced surface modifications for cutting tools and moulds. **Surface and Coatings Technology**, v. 169-170, n. 2, p. 45-8, June 2003.
- 8 Höck, K.; Leonhardt, G.; Bücken, B.; Spies, H.J.; Larisch, B. Process technological aspects of the production and properties of in situ combined plasma-nitrided and PVD hard-coated high alloy tool steels. **Surface and Coatings Technology**, v. 74-75, n.1, p. 339-344, Sept. 1995.
- 9 Hüchel, U.; Bramers, S.; Crummenauer, J.; Dressler, S.; Kinkel, S. Single cycle, combination layers with plasma assistance. **Surface and Coatings Technology**, v. 76, n. 1-3, p. 211-217, Nov. 1995.
- 10 YAKUSHIJI, M.; IKENAGA, M.; ISHII, Y. Surface modification by duplex process consisted of radical nitriding and PVD. **Materials Science Forum**, v. 426-32, v. 3, p. 2611-6. July 2003.
- 11 Höck, K.; Spies, H.J. ; Larisch, B.; Leonhardt, G.; Bücken, B. Wear resistance of prenitrided hardcoat steels for tools and machine components. **Surface and Coatings Technology**, v. 88, n.1-3, p. 44-49, Jan. 1996.
- 12 Perillo, P. **Mejora de la adherencia de recubrimientos duros sobre aceros en base a métodos de pretratamiento del sustrato por procesos de plasma**. 1998. 94p. Tesis (Maestría) – Instituto Tecnológico Prof. J.A. Sabato/CNEA, Buenos Aires, 1998.
- 13 Kadléc, J.; Hrubý, V.; Novák, M. Influencing properties of high-speed cutting steel, ion-nitrided and subsequently coated. **Vacuum**, v. 41, n. 7-9, p. 2226-2229, 1990.
- 14 Franco Jr., A.R.; Pintaúde, G.; Sinatora A.; Pinedo, C.E.; TSCHIPTSCHIN, A. The use of a Vickers indenter in depth sensing indentation for measuring elastic modulus and Vickers hardness. **Materials Research**, v. 7., n. 3, p. 483-491, July-Sept. 2004
- 15 Oliver, W.C.; Pharr, G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and sensing indentation experiments. **Journal of Materials Research**, v. 7, n. 6, p. 1564-1582, June 1992.
- 16 Heinke, W.; Leyland, A.; Matthews, A.; Berg, G.; Friedrich, C.; Broszeit, E. Evaluation of PVD nitride coatings, using impact, scratch and Rockwell-C adhesion tests. **Thin Solids Films**, v. 270, n. 1-2, p. 431-438, Dec. 1995.
- 17 Sun, Y.; Bell, T. Computer prediction of threshold nitriding potential. **Heat Treatment of Metals**, v. 24, n.2, p. 43-49, Apr.-June 1997.
- 18 Franco Jr., A.R.; Pinedo, C.E.; Tschiptschin, A.P. Influence of the plasma nitriding pre-treatment on wear and adhesion of PVD/TiN coating. In: INTERNATIONAL TOOLING CONFERENCE, 7., 2006, Torino, Italy. Torino, 2006, v. 1, p. 457-463
- 19 Franco Jr., A.R.; Ospina, C.M.G.; Tschiptschin, A.P. Análise numérica e experimental da cinética de nitretação a plasma de aços-ferramenta. **Tecnologia em Metalurgia e Materiais**, v. 1, n.1, p. 6-11, July-Sept. 2004.
- 20 Souza, R.M.; Sinatora, A.; Mustoe, G.G.W.; Moore, J.J. Numerical and experimental study of the circular cracks observed at the contact edges of the indentation of coated systems with soft substrates. **Wear**, v. 251, n.1-12, p. 1337-1346, Oct. 2001.
- 21 Hedenqvist, P.; Olsson, M.; Söderberg, S. Failure mode analysis of TiN-coated high speed steel: In situ scratch testing in the scanning electron microscopy. **Surface and Coatings Technology**, v. 41, n.1, p. 31-49, Feb. 1990.

Recebido em: 26/11/2008

Aceito em: 5/03/2009

Proveniente de: ENCONTRO DA CADEIA DE FERRAMENTAS, MOLDES E MATRIZES, 5., 2007, São Paulo, SP. São Paulo: ABM, 2007.