

Metodologia para a aplicação da análise topográfica ao estudo de processos de superfície

UNDA, Andrés G.R.^I; LIN, Vanessa F.C.^{II}; DE GODOY, Geralda Cristina Durães^{III}

^I M.Sc., Engenheiro Químico, Laboratório de Corrosão e Análise de Superfície, UFMG
Rua Espírito Santo 35, 602, Belo Horizonte, MG. CEP: 30160-030.

e-mail: andresru@terra.com.br

^{II} Sc.D., Professor Adjunto, Laboratório de Corrosão e Análise de Superfície, UFMG
Rua Espírito Santo 35, 602, Belo Horizonte, MG. CEP: 30160-030

e-mail: vanessa.lins@terra.com.br

^{III} Sc.D., Professor Adjunto, Laboratório de Análise de Superfície, UFMG
Rua Espírito Santo 35, Belo Horizonte, MG. CEP: 30160-030

e-mail: gcgodoy@uaivip.com.br

RESUMO

A deposição de recobrimentos em uma superfície visa a melhoria de determinadas propriedades do material tais como as propriedades químicas e tribológicas. O desgaste pode ser minimizado seja pelo aumento da dureza da superfície seja pela diminuição da adesão entre as superfícies. Atualmente, ferramentas de corte são recobertas com TiN, TiCN e (TiAl)N, através de processos de deposição física a vapor, com o objetivo de aumentar a sua vida útil. Estes recobrimentos são caracterizados por uma alta dureza, excelente aderência, baixa porosidade, alta estabilidade química e térmica, entre outras características. As ferramentas de corte estão sujeitas a processos de degradação também por oxidação e corrosão. Nestes processos, a rugosidade da superfície tem um papel fundamental. O trabalho em questão objetiva o desenvolvimento de uma metodologia para aplicação de análise topográfica tridimensional (3D) ao estudo de processos de oxidação de recobrimentos e de superfícies. Neste estudo, realizou-se a oxidação do conjugado widea / nitreto de titânio e alumínio na faixa de temperaturas de 650°C a 800°C, para tempos de até 120 minutos. As amostras foram analisadas por perfilometria antes e após a oxidação. O resultado principal deste trabalho foi o desenvolvimento de uma metodologia de análise topográfica 3D, que pode ser aplicada ao estudo da superfície de materiais. A caracterização mais detalhada da topografia da superfície, usando-se diversos parâmetros além da medida usual de rugosidade, é de fundamental importância para a elucidação dos mecanismos atuantes nos processos de oxidação e corrosão dos materiais.

Palavras chaves: Perfilometria, oxidação, recobrimentos

Methodology for application of the topographical analysis to the study of surface processes

ABSTRACT

Coating deposition on material surfaces improves properties of the material such as the chemical and tribological properties. The durability of the material can be maximized and the wearing away of the surface can be minimized either by increasing the hardness of the surface or by reducing adhesion on the surface of the material submitted to wear. At the present time, cutting tools are coated with TiN, TiCN and (TiAl)N, using physical vapor deposition, PVD, in order to increase their useful life. These coatings are characterized by high degree of hardness, excellent adherence, low porosity, and a high chemical and thermal stability. The cutting tools are submitted to degradation processes of oxidation and corrosion. In these processes, the surface roughness plays an important role. This work objectifies the development of a methodology to apply a three-dimensional topographical analysis to the study of oxidation on coatings and surfaces. In this work, the oxidation of (TiAl)N coatings on widea substrate subjected to temperatures ranging from 650 °C to 800 °C was studied, for oxidation times up to 120 minutes. The samples were analyzed by profilometry before and after the oxidation. The principal result of this work was the development of a methodology of three-dimensional topographical analysis, which can be applied to study of the surface process of materials. The more rigorous characterization of the surface topography, using several

parameters beyond the usual roughness measurements, is important to elucidate the operating mechanisms in the processes of oxidation and corrosion of the materials.

Keywords: Topographical analysis, oxidation, coatings

1 INTRODUÇÃO

Na atualidade, diversos tipos de recobrimentos são utilizados para a proteção de materiais usados com fins decorativos, materiais de uso na engenharia, medicina, e outros. Dentre os materiais de engenharia, as ferramentas de corte vêm sendo utilizadas com recobrimentos cerâmicos, visando o aumento de sua vida útil pela melhoria de suas propriedades químicas e tribológicas. Os sistemas conjugados apresentam um desempenho superior, quando comparados com o obtido com a utilização individual do substrato ou do recobrimento [1, 2].

Particularmente nos processos de usinagem, espera-se obter de uma ferramenta de corte não somente um aumento em sua vida útil, mas, principalmente, um elevado grau de confiabilidade no seu desempenho em serviço. No setor industrial, muitas investigações estão sendo direcionadas para o estudo da usinagem de alta velocidade (HSM), usinagem de materiais endurecidos e usinagem sem nenhuma ou com mínima utilização de fluidos de corte [3-5]. O desempenho de ferramentas de corte revestidas depende do controle da cinética dos diferentes modos de desgaste que ocorrem na ferramenta em uso. O desgaste de cratera ocorre por mecanismo de deformação plástica sob altas solicitações mecânicas e é função de uma adesão química da ferramenta com a peça que está sendo trabalhada. A superfície da ferramenta pode ser descrita como formada por asperezas que, sob carga, formam pontos de contato real com a peça de trabalho. Sob forte adesão e tensões de cisalhamento, as asperezas são fraturadas, resultando em remoção de material.

A formação de óxidos na superfície de uma ferramenta diminui a tensão de cisalhamento interfacial, minimizando a adesão entre as superfícies em contato. A deposição de um recobrimento sob uma superfície visa a minimizar o desgaste, seja pelo aumento de dureza da superfície seja pela diminuição da adesão entre as superfícies. Atualmente, são usados diversos tipos de processo de Deposição Física a Vapor (PVD) para o revestimento de ferramentas de corte, principalmente com TiN, TiCN e (TiAl)N. Estes recobrimentos são caracterizados por uma alta dureza, excelente aderência, baixa porosidade, alta estabilidade química e térmica, entre outras características. A cinética de oxidação destes diferentes tipos de recobrimentos varia em função da temperatura e do tempo de oxidação. Desta forma, a determinação da cinética e elucidação dos mecanismos envolvidos no processo de oxidação contribuem na seleção do recobrimento mais adequado para uma aplicação específica onde a temperatura de contato alcançada é função das velocidades de deslizamento entre as superfícies em contato e do meio oxidante.

Recobrimentos de (TiAl)N são largamente utilizados na proteção de ferramentas de aço e metal duro devido à suas propriedades mecânicas e tribológicas [6, 7] bem como à resistência a oxidação [8-11].

O (TiAl)N foi utilizado nesta pesquisa uma vez que este composto, quando solicitado mecanicamente à altas temperaturas, forma o óxido Al_2O_3 que aumenta a proteção da ferramenta ao desgaste por crateramento. O (TiAl)N é uma evolução natural da camada dura mais utilizada até os dias de hoje, o nitreto de titânio. A adição de alumínio ao nitreto de titânio aumenta a resistência à corrosão dos sistemas revestimento/substrato [12]. Enquanto o TiN pode ser obtido pelo processo de Deposição Química a Vapor (CVD), o (TiAl)N só é possível de se obter usando processos PVD. Um aumento considerável na vida útil da ferramenta de corte tem sido obtido com o revestimento de nitreto de titânio e alumínio. A principal vantagem do (TiAl)N é a sua característica de formar um filme protetor extremamente denso e com alta adesão em sua superfície quando aquecido, aumentando a resistência à difusão e oxidação do material do revestimento na peça. A segunda grande vantagem desse revestimento em usinagem é a sua baixa condutividade térmica. Assim, maior quantidade de calor é dissipado pelo cavaco, permitindo que se utilizem velocidades de corte mais altas, já que a carga térmica no substrato é menor.

O trabalho em questão objetiva a aplicação de análise topográfica 3D ao estudo da oxidação de recobrimentos de nitreto de titânio e alumínio (TiAlN) depositados por PAPVD (Deposição Física de Vapor Assistida a Plasma) em widea.

A análise perfilométrica foi utilizada como técnica de monitoramento da formação do óxido e de determinação da textura superficial antes e após a oxidação. A análise perfilométrica pode ser um método alternativo complementar ao gravimétrico para a quantificação do ganho de massa na oxidação de filmes finos.

2 METODOLOGIA

O recobrimento das amostras de widea (carbeto de tungstênio) foi realizado pela empresa Balzers Balinit do Brasil Ltda, por Deposição Física a Vapor Assistida por Plasma (PAPVD). O recobrimento era

constituído de nitreto de titânio e alumínio, de 5µm de espessura, e foi feito seguindo procedimentos da empresa para preparação da amostra e deposição do filme fino de (TiAl)N.

Cada amostra foi tratada com acetona para remoção de matéria orgânica. A limpeza das amostras foi realizada em equipamento de ultra-som, modelo Thornton T₇ – 110 volts.

A pesagem das amostras em balança analítica e a análise topográfica em 3 Dimensões, usando-se um perfilômetro T4000 da Hommelwerke foram realizadas, antes e após a oxidação, para avaliação e verificação das modificações de massa e da textura superficial. A oxidação das amostras foi realizada em uma mufla, modelo FDG – 7.000 EDG COM 5P, com taxa de aquecimento de 20° C/min até se atingir a temperatura de trabalho.

Foram estudadas as temperaturas de 650°C, 700°C, 750°C e 800°C, e tempos de oxidação na faixa de 30 minutos a 4 horas.

Inicialmente, as amostras foram pesadas, com erro de ± 0,0001g. Em seguida, foram feitas varreduras utilizando-se o perfilômetro e arquivados os dados para posterior análise.

Na perfilometria, foi feito um estudo dos recursos disponíveis no equipamento que teriam relevância no estudo da oxidação e estabeleceu-se uma metodologia de análise. A metodologia utilizada na análise topográfica consistiu das seguintes etapas:

- a) Escolha da ponta de diamante
- b) Preparação e alinhamento das amostras
- c) Varredura
- d) Armazenamento dos dados – geração de um perfil 2D
- e) Geração de perfil inicial com melhor resolução
- f) Geração de perfil em 3D
- g) Remoção de forma
- h) Determinação de curvas de quantidade de material
- i) Corte superficial superior e inferior de 1% de material – Thresholding.
- j) Geração de perfil de rugosidade filtrado
- k) Seleção de Parâmetros - Para todos os parâmetros, existe uma norma associada tal como DIN ou ISO [13, 14]. Os parâmetros utilizados foram: Sa, Sq, Sp, Sku, Sz, Spc, Sk, Spk, Svk, Smmr, Smvr, Sdq e Ssc
- l) Determinação de curvas da Família SK
- m) Geração do perfil para cálculo do volume
- n) Determinação de curvas para cálculo de material e de vazios
- o) - Verificação da quantidade de material e de vazios a partir de 1% de material.
- p) - Verificação da quantidade de material e de vazios a partir da amplitude máxima de picos.
- q) Determinação de histogramas de distribuição de material e de densidade de picos para análise da oxidação.
- r) Geração da distribuição de picos em 2D para visualização dos mesmos
- s) Geração de imagens 3D em mesma escala para verificação do aparecimento de óxidos.

Após a análise perfilométrica, as amostras foram submetidas à oxidação nas condições citadas acima. O resfriamento posterior da amostra foi feito ao ar, em um tempo de 30 minutos.

Após a oxidação, as amostras foram pesadas e, em seguida, foram realizadas novamente as análises no perfilômetro, como descrito anteriormente.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste trabalho, foi feito um estudo do comportamento na oxidação do recobrimento de (TiAl)N, à temperatura de 750°C, em tempos de 30 minutos a 240 minutos, monitorado com o auxílio de um perfilômetro.

Inicialmente, foram realizados testes de oxidação da widea em temperaturas de 650° C à 800° C, em tempos de 30 minutos à 240 minutos de oxidação. Verificou-se que, para temperaturas de 650° C e 700° C e nos tempos de análise, obteve-se pequena variação de textura superficial e de massa, o que foi determinante para a escolha de uma temperatura maior, de 750° C para a realização da oxidação. Foi realizada também uma oxidação a 800° C durante 120 minutos e verificou-se o desprendimento de óxido (*spalling*).

As massas das amostras antes e após a oxidação a 750° C são mostradas na Tabela 1. Para o tempo de oxidação de 30 minutos, não foi observado ganho de massa após a oxidação. O ganho de massa da amostra após 90 minutos de oxidação, foi superior ao ganho de massa após 60 minutos, o que era esperado. Os resultados do ganho de massa após 120 minutos e 240 minutos foram inferiores aos valores obtidos após

60 e 90 minutos de oxidação. Tal resultado pode ser explicado pelo destacamento da camada de óxido na lateral da widea.

Tabela 1: Massa das amostras de widea recobertas com (TiAl)N antes e após a oxidação a 750°C

Amostras	Antes da Oxidação	Após a oxidação	Variação de massa (gramas)	Tempo de oxidação (minutos)
	Massa (gramas)	Massa (gramas)		
Amostra 1	30,1148	30,1150	0,0000	30
Amostra 2	30,2943	30,2980	0,0040	60
Amostra 3	30,3667	30,3710	0,0048	90
Amostra 4	30,3160	30,3180	0,0024	120
Amostra 5	30,2770	30,2800	0,0029	240

A análise topográfica das amostras antes e após a oxidação a 750° C é apresentada a seguir para o tempo de 240 minutos.

Como foi descrito na metodologia para a obtenção de imagens e parâmetros após a varredura no perfilômetro, tem-se algumas imagens importantes para a análise comparativa antes e após a oxidação.

Com o perfil preparado, passou-se um filtro de 1mm, sendo este o maior valor possível de filtro devido às dimensões da amostra, para separação da ondulação da rugosidade, obtendo-se a Figura 1 para a amostra não oxidada e a Figura 2 para a amostra oxidada a 750° C durante 240 minutos.

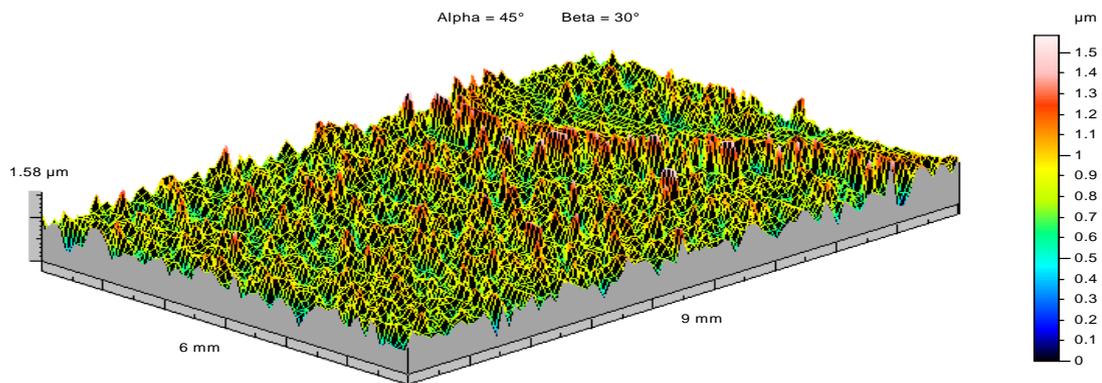


Figura 1: Imagem Topográfica Tridimensional de um perfil filtrado com filtro de 1mm para a widea.

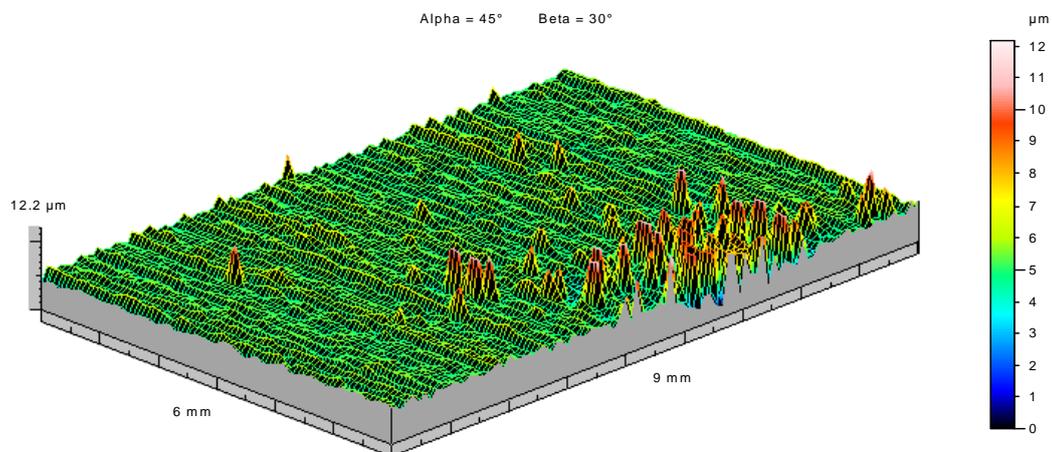


Figura 2: Imagem Topográfica Tridimensional de um perfil filtrado com filtro de 1mm para a widea oxidada na temperatura de 750° C durante 240 minutos.

Em seguida, foram gerados os parâmetros desejados, sendo que os de maior variação são apresentados na Figura 3, e os demais parâmetros são comentados a seguir.

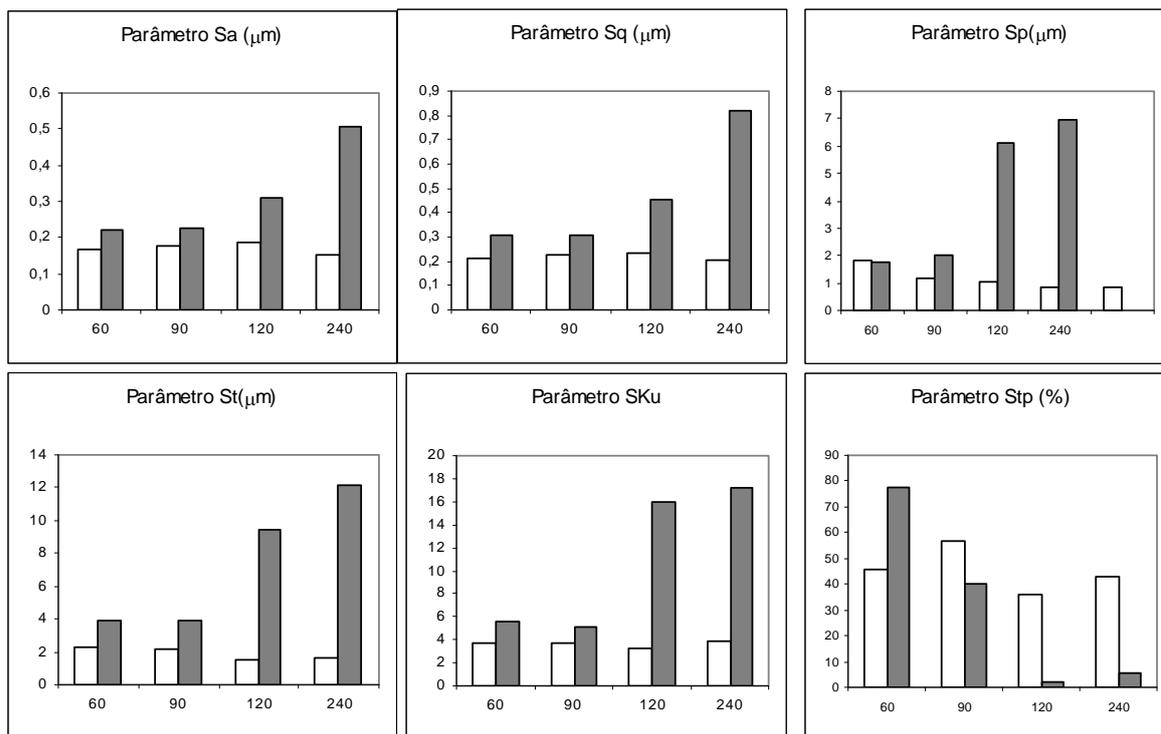


Figura 3: Parâmetros de oxidação, obtidos nos testes topográficos em cada tempo específico de oxidação. Estes parâmetros foram obtidos para: □ amostra não oxidada e ■ amostra oxidada nos tempos de 60, 90, 120 e 240 minutos.

O parâmetro Sa, média aritmética da rugosidade superficial, aumentou de valor após a oxidação. Verifica-se que este aumento foi maior para maiores tempos de oxidação.

O parâmetro Sq, que corresponde ao desvio padrão da curva de distribuição, apresentou o mesmo comportamento do parâmetro Sa.

O parâmetro Sp, que representa a máxima altura dos picos, também apresentou um aumento em seu valor, após a oxidação. Para tempos de oxidação maiores, este aumento foi mais significativo. Houve um aumento bastante acentuado do valor de Sp, após 90 minutos de oxidação a 750° C.

O valor de St, amplitude máxima entre o pico mais alto e o vale mais profundo, está relacionado com o parâmetro Sp, e apresentou o mesmo comportamento deste parâmetro.

O parâmetro SsK, que indica a simetria da curva de distribuição de amplitudes em relação a linha média do perfil, apresentou um aumento de seu valor absoluto, após a oxidação. Para tempos de oxidação até 90 minutos, seu valor foi negativo, indicando uma concentração de material próximo à superfície.

De maneira geral, os valores de Sku foram superiores a 3, indicando uma morfologia de picos e vales mais pontiagudos. O aumento do valor de Sku foi mais acentuado para tempos de oxidação de 120 e 240 minutos. Para os tempos de 120 e 240 minutos, pela análise do parâmetro Ssk, a distribuição de material se concentrou na região mais afastada da superfície, coincidindo com os picos e vales mais pontiagudos.

O parâmetro Sz corresponde aos valores de amplitude entre o mais alto pico e o mais profundo vale de cinco regiões da imagem, de comprimento λc . O comportamento deste parâmetro após a oxidação foi similar ao do parâmetro St.

O parâmetro STp indica a percentagem de material contido na região entre a maior altura até uma linha de referência, no caso adotada como 50% de St. Verificou-se que, para menores tempos de oxidação, a maior parte de material encontrava-se nesta região. Para tempos de oxidação de 120 e 240 minutos, após a oxidação, apenas uma pequena percentagem de material se encontrava nesta região, indicando picos mais agudos.

O parâmetro SHTp indica a altura correspondente a 98% de material, descartando-se 1% na região superior de picos e 1% na região inferior de vales. Este parâmetro apresentou um aumento após a oxidação.

O maior valor foi obtido para a oxidação a 750° C, após 240 minutos, indicando a distribuição de material numa maior faixa de altura, com o provável aumento no número de picos e vales mais agudos.

O parâmetro Smmr é a média de volume de material, que deveria aumentar com o ganho de massa ocorrido durante a oxidação, o que foi observado. O volume de vazios também experimentou um aumento após a oxidação, indicando uma variação do perfil topográfico. Foi observada uma tendência geral de diminuição da densidade de picos, com o processo de oxidação. Este fato foi confirmado com a análise feita através dos histogramas.

O parâmetro SK, profundidade da rugosidade do núcleo, apresentou uma tendência de aumento, principalmente para tempos maiores de oxidação.

Da mesma forma, a altura reduzida dos picos, Spk, e a profundidade reduzida dos vales, Svk, também aumentaram após a oxidação.

Estes resultados sugerem uma maior rugosidade da superfície após a oxidação, com a distribuição de material ocorrendo numa maior faixa de amplitude.

Uma proposta de pesquisa a ser testada é a utilização de parâmetros tais como Sp, St, Sz e Smmr como indicativos da taxa de evolução do processo de oxidação na determinação da cinética de oxidação do (TiAl)N.

A distribuição de material e picos na superfície pode ser representada por histogramas. A Figura 4a representa a distribuição de material, para a widea recoberta com (TiAl)N não oxidada. Verifica-se uma distribuição normal para a mesma, e com uma maior parte de material distribuído na faixa de amplitudes de 0,4 a 1,2 µm. A Figura 4b representa a distribuição de material das diversas amplitudes para a widea recoberta com TiAlN oxidada na temperatura de 750° C durante 240 minutos. Verifica-se uma distribuição da maior parte do material em amplitudes de 6,08 a 8,52µm.

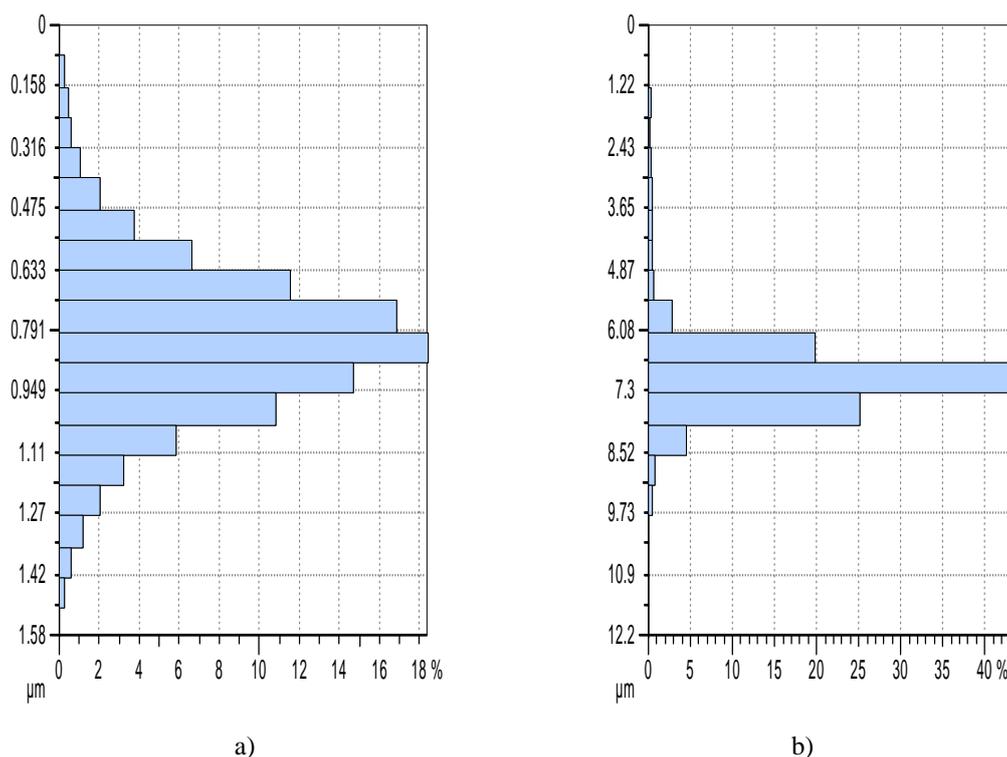


Figura 4: Histograma da distribuição de material na superfície analisada para a widea recoberta com (TiAl)N (a) amostra recoberta não oxidada e (b) widea recoberta com (TiAl)N oxidada a 750° C durante 240 minutos.

O histograma com a densidade de picos, Figura 5, também foi gerado para comparação da mesma antes e após a oxidação da amostra. Na figura 5b tem-se o histograma para a amostra oxidada. Pela análise desses histogramas, verificou-se que a distribuição de picos, densidade de picos na área de interesse, sofreu uma variação de uma densidade de picos de 1µm de amplitude para amplitudes de 5 a 6µm.

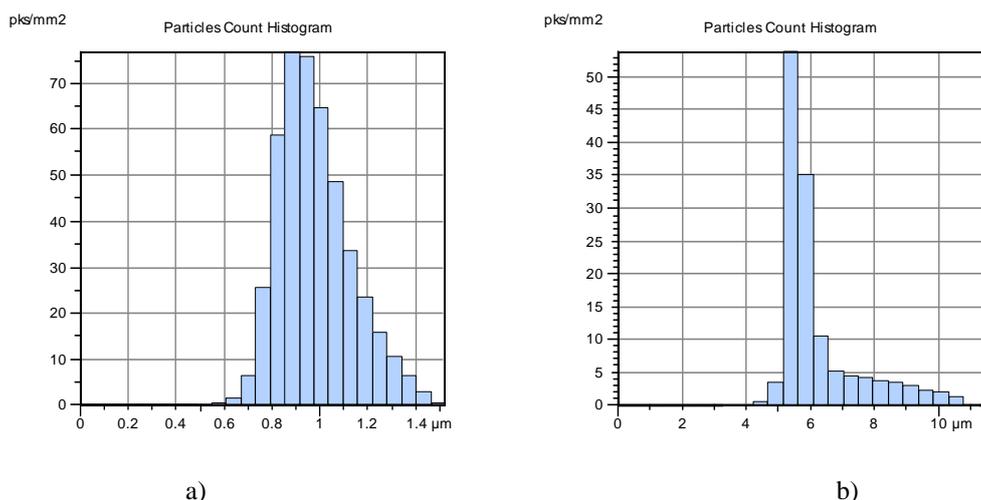


Figura 5: Histograma da distribuição de picos, densidade de picos sobre a área analisada. (a) Amostra recoberta não oxidada e (b) widea recoberta com (TiAl)N oxidada a 750° C durante 240 minutos.

4 CONCLUSÕES

Foi desenvolvida uma metodologia de análise topográfica tridimensional, que foi aplicada ao estudo da oxidação de recobrimentos de (TiAl)N depositados em widea por PAPVD.

Os parâmetros S_a , S_q tiveram um aumento de seu valor após a oxidação. Verifica-se que este aumento foi maior para maiores tempos de oxidação.

Os parâmetros S_p e S_t e S_z , também apresentaram um aumento em seu valor, após a oxidação. Para tempos de oxidação maiores, este aumento foi mais significativo.

O parâmetro S_{sK} , apresentou um aumento de seu valor absoluto, após a oxidação. Para tempos de oxidação até 90 minutos, seu valor foi negativo, indicando uma concentração de material próximo à superfície.

De maneira geral, os valores de S_{ku} foram superiores a 3, indicando uma morfologia de picos e vales mais pontiagudos e tendo um aumento mais acentuado para tempos de oxidação de 120 e 240 minutos. Para os tempos de 120 e 240 minutos, pela análise do parâmetro S_{sk} , a distribuição de material se concentrou na região mais afastada da superfície, coincidindo com os picos e vales mais pontiagudos.

O parâmetro ST_p indica a porcentagem de material contido na região entre a maior altura até uma linha de referência, no caso adotada como 50% de S_t . Verificou-se que, para menores tempos de oxidação, a maior parte de material encontrava-se nesta região. Para tempos de oxidação de 120 e 240 minutos, após a oxidação, apenas uma pequena porcentagem de material se encontrava nesta região, indicando picos mais agudos.

O parâmetro SHT_p indica a altura correspondente a 98% de material, descartando-se 1% na região superior de picos e 1% na região inferior de vales. Este parâmetro apresentou um aumento após a oxidação. O maior valor foi obtido para a oxidação a 750° C, após 240 minutos, indicando a distribuição de material numa maior faixa de altura, com o provável aumento no número de picos e vales mais agudos.

O parâmetro S_{mmr} é a média de volume de material, que deveria aumentar com o ganho de massa ocorrido durante a oxidação, o que foi observado. O volume de vazios também experimentou um aumento após a oxidação, indicando variação do perfil topográfico. Foi observada uma tendência geral de diminuição da densidade de picos, com o processo de oxidação. Este fato foi confirmado com a análise feita através dos histogramas.

Os parâmetros S_K , S_{pK} e S_{vK} , apresentaram uma tendência de aumento, principalmente para tempos maiores de oxidação.

Estes resultados sugerem uma maior rugosidade da superfície após a oxidação, com a distribuição de material ocorrendo numa maior faixa de amplitude.

De maneira geral, o ganho de massa observado para as amostras de widea recobertas com (TiAl)N após oxidação em temperaturas entre 650 e 800° C, e tempos de até 240 minutos não foi significativo, sendo comparável ao erro da balança.

5 BIBLIOGRAFIA

- [1] BATISTA, J.C.A., *Recobrimentos duplex produzidos por ion plating para aplicações em ferramenta de corte*, Sc.D. dissertation, Federal University of Minas Gerais -UFMG, Belo Horizonte, Brasil, 1999.
- [2] MANCOSU, R.D., *Conjugados monocamada e duplex resistentes à cavitação processados por ion plating*, Sc.D. dissertation, Federal University of Minas Gerais -UFMG, Belo Horizonte, Brasil, 2003.
- [3] BALDONI, J. G., “State of the art in coated carbides”, *The carbide and tool journal*, v. 12, n. 5, pp. 26- 29, 1980.
- [4] BOUZAKIS, K.D., MICHAILMIS, N., VMAKIS, N., EFSTATHIOU, K., “Failure mechanisms of physically vapour deposited coated hardmetal cutting inserts in turning”, *Wear*, v. 248, pp. 29-47, 2001.
- [5] BOUZAKIS, K.D., VMAKIS, N., KALLNIKIDIS, D., LEYENDECKER, T., ERKENS, G., WENKE, R., FUSS, H.G., “Fatigue failure mechanisms of multi and monolayer physically vapour-deposited coatings in interrupted cutting process”, *Surface and Coatings Technology*, v. 108/109, pp. 526-534, 1998.
- [6] IKEDA, T., SATOH, H., “Phase formation and characterization of hard coatings in the TiAlN system prepared by the cathodic arc ion plating”, *Thin Solid Films*, v. 195, pp. 99, Jan. 1991.
- [7] GUHRING, *Guhring Precision Cutting Tools Catalogue*, Birmingham, Guhring Ltd Edition, 1998.
- [8] HAKANSSON, G., SUNDGREN, J.E., MCINTYRE, D., GREENE, J.E., MUNZ, W.D., “Microstructure and physical properties of polycrystalline metastable $Ti_{0.5}Al_{0.5}N$ alloys grown by d.c magnetron”, *Thin Solid Films*, v. 153, pp. 55, Oct. 1987.
- [9] MCINTYRE, D., GREENE, J.E., HAKANSSON, G., SUNDGRWN, J.E., MUNZ, W.-D., “Oxidation of metastable single-phase polycrystalline $Ti_{0.5}Al_{0.5}N$ films: kinetics and mechanism”, *Journal of Applied Physics*, v. 67, pp. 1542-1553, 1990.
- [10] JOSHI, V, KULKARNI, K., SHIVPURI, R, BHATTACHARYA, R.S., DIKSHIT, S.J., BHAT, D., “Dissolution and soldering behavior of nitrided hot working steel with multilayer, *Surface and Coatings Technology*, v. 146/147, pp. 338-343, Sept 2001.
- [11] MENZEL, S., GOBEL, T., BARTSCH, K., WETZIG, K., “Phase transitions in PACVD-(Ti,Al)N coatings after annealing”, *Surface and Coatings Technology*, v. 124, n. 2-3, pp. 190-195, Feb. 2000.
- [12] FENKER, M, BALZER, M., JEHN, H.A., KAPPL, H., LEE, J.-J., LEE, K.-H., PARK, H.-S., “Improvement of the corrosion resistance of hard wear resistant coatings by intermediate plasma etching or multilayered structure”, *Surface and Coatings Technology*, v. 150, n. 1, pp. 101-106, Feb. 2002.
- [13] MUMMERY, L., *The Handbook, West Germany*, Hommelwerke GmbH, 1992.
- [14] MUMMERY, L., *Surface Texture Analysis: The Hand Book*, 1ed., West Germany, Hommelwerke GmbH, 105p, 1992.