



UNIVERSIDADE D  
COIMBRA

João David Monteiro Brandão

**FERRAMENTAS REVESTIDAS EM FSW: A  
INFLUÊNCIA DO TIPO DE REVESTIMENTO NAS  
CONDIÇÕES TERMOMECÂNICAS**

VOLUME 1

Dissertação no âmbito do Mestrado Integrado em Engenharia Mecânica no ramo de Produção e Projeto orientada pelo Professor Doutor Albano Augusto Cavaleiro Rodrigues de Carvalho e pelo Professor Doutor Carlos Miguel Almeida Leitão e apresentada ao Departamento de Engenharia Mecânica da Faculdade de Ciências e Tecnologias da Universidade de Coimbra.

Setembro de 2022



1 2



9 0

FACULDADE DE  
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA  
UNIVERSIDADE DE  
COIMBRA

# **Ferramentas revestidas em FSW: a influência do tipo de revestimento nas condições termomecânicas**

Dissertação apresentada para a obtenção do grau de Mestre em Engenharia Mecânica na Especialidade de Produção e Projeto

## **FSW coated tools: the influence of the coating on the thermomechanical conditions**

**Autor**

**João David Monteiro Brandão**

**Orientadores**

**Professor Doutor Albano Augusto Cavaleiro Rodrigues de Carvalho**

**Professor Doutor Carlos Miguel Almeida Leitão**

**Júri**

**Presidente** Professora Doutora Marta Cristina Cardoso Oliveira  
Professora Associada da Universidade de Coimbra

**Orientador** Professor Doutor Albano Augusto Cavaleiro Rodrigues de Carvalho  
Professor Catedrático da Universidade de Coimbra

**Vogais** Professor Doutor Ivan Rodolfo Garcia Galvão  
Professor Adjunto do Instituto Superior de Engenharia de Lisboa

Professor Doutor Filipe Daniel Fernandes  
Professor Adjunto do Instituto Superior de Engenharia do Porto

**Coimbra, Setembro, 2022**







## Agradecimentos

Não teria sido possível realizar este trabalho sem a ajuda de algumas pessoas a quem quero deixar o meu agradecimento.

Aos responsáveis pela orientação desta dissertação o Professor Doutor Carlos Leitão pelos conhecimentos transmitidos, boa disposição, disponibilidade e ajuda incansável, o Professor Doutor Albano Cavaleiro pela possibilidade de realização desta tese, e por fim o Doutor David Andrade pelos conselhos, pela companhia no gabinete e ajuda no laboratório.

Quero também deixar um agradecimento especial ao Professor Doutor Filipe Fernandes pelo apoio em determinados ensaios e pelo aconselhamento ao longo destes meses.

Aos meus colegas pelo companheirismo e pela amizade.

À Beatriz pelo carinho e motivação e por ter estado presente quando precisei.

Quero também agradecer aos meus pais por serem pilares de amor incondicional, paciência e compreensão nos momentos mais complicados.

Por último agradecer o apoio dado a esta investigação pelo FEDER através dos fundos PT2020, COMPETE 2020 e FCT, através dos projetos: UIDB/00285/2020, UIDB/04029/2020, POCI-01-0145-FEDER-00763 e Friction 4.0 (POCI-01-01-0145-FEDER-032089).

A todos, o meu obrigado.





## Resumo

O *Friction Stir Welding* (FSW) é um processo de união no estado sólido onde o calor gerado entre a ferramenta e os materiais a soldar é originado pelo atrito desenvolvido entre si durante todo o processo. Não havendo qualquer tipo de lubrificação na zona de contacto, poder-se-á afirmar-se que o atrito é de crucial relevância para a produção de boas soldaduras quando se usa este tipo de processo. Deste modo, a possibilidade de controlar o coeficiente de atrito na interface de contacto, entre material base e a ferramenta, assume elevado interesse técnico-científico para o processo e daí ser o assunto chave abordado na presente dissertação.

A alteração do coeficiente de atrito na zona de interface, para além das técnicas de alteração da geometria da superfície de ferramenta, poderá também ser obtida com recurso a ferramentas revestidas. Assim, na presente dissertação, foram revestidas ferramentas FSW com dois tipos de revestimento, um com o qual se pretende promover alto atrito e outro para promover condições de baixo atrito, i.e., TiSiN e DLC, respetivamente, e foi analisada a influência destes nos valores de temperatura, binário e forças axial registados durante o processo de soldadura. Estes revestimentos foram depositados por pulverização catódica em ferramentas de carboneto de tungsténio (WC). Foram realizadas soldaduras por pontos na liga de alumínio 6082-T6 com diferentes condições de processo, nomeadamente diferentes diâmetros de ferramenta e velocidades de rotação. Após tratamento de dados verificou-se influência direta do tipo de revestimento nas temperaturas médias e máximas registadas na zona de interface durante o processo. Porém, tendo em conta que o revestimento promove a alteração de condições numa região muito restrita, a influência do tipo de revestimento quer no binário quer na força axial não se verificou, concluindo-se que as condições termomecânicas são maioritariamente reguladas, de uma forma global, pela velocidade de rotação e pelo diâmetro da base da ferramenta.

Os ensaios tribológicos realizados em pino-disco, onde foi adquirido o coeficiente de atrito, não permitem estabelecer qualquer relação com a temperatura gerada no processo, já a condutividade térmica dos revestimentos parece influenciar a temperatura gerada no contacto.

**Palavras-chave:** Revestimentos finos, DLC, TiSiN, FSSW, liga de alumínio série 6XXX, soldadura.

## Abstract

Friction Stir Welding (FSW) is a solid-state joining process where the generated heat between tool and workpiece is originated by the friction developed between these two parts during the entire process. Since there is no lubrication on the contact, it is possible to say that the friction is of crucial relevance for the manufacturing of sound welds when using this type of process. This way, the possibility of controlling the friction coefficient on the contact interface, between base material and tool, is of high technical-scientific interest and hence is the key subject addressed in this thesis.

Changing the friction coefficient on the contact interface, can be achieved not only by changing the tool's surface geometry but also by resorting to coated tools. With this in mind, in the present dissertation, FSW tools were coated with two types of film, one that promotes high friction and one that promotes low friction, TiSiN and DLC, respectively, and their influence on temperature, torque and axial force values, registered during the welding process, was analyzed. These films were deposited by sputtering on tungsten carbide (WC) tools. The welds were manufactured by spot welding on 6082-T6 aluminum alloy with different process conditions, namely different tool diameters and rotational speeds. After process data analysis it was observed a direct influence of the type of film on the maximum and maintenance temperatures measured during the process. However, since the film only promotes the change of the process conditions on a very restricted area, no influence of the type of film on the torque and on the axial force was observed, which made possible to conclude that global thermomechanical conditions are mainly regulated by tool rotational speed and tool diameter.

The pin-on-disk tribological tests didn't allow for the establishment of a correlation with the generated temperature in the process, however the thermal conductivity of the films seems to have an influence on the measured temperature.

**Keywords:** Thin solid films, DLC, TiSiN, FSSW, aluminium alloy series 6xxx, weld.



## Índice

Índice de Figuras .....	ix
Índice de Tabelas .....	xi
Simbologia e Siglas .....	xiii
Simbologia.....	xiii
Siglas .....	xiii
1. INTRODUÇÃO.....	1
2. ESTADO DA ARTE .....	3
2.1. Ligas de alumínio em aeronáutica .....	3
2.1.1. Importância das ligas de Al na aeronáutica .....	3
2.1.2. Ligas de alumínio .....	4
2.2. Processos de soldadura para ligas de alumínio .....	5
2.2.1. Problemática da soldadura convencional em ligas de alumínio .....	5
2.2.2. FSW ( <i>Friction stir welding</i> ) .....	6
2.2.3. TAFW ( <i>Tool assisted friction welding</i> ).....	9
2.2.4. FSSW ( <i>Friction stir spot welding</i> ) .....	10
2.2.5. Parâmetros do processo FSW e influência nas condições termomecânicas do processo.....	11
2.3. Deposição física em fase de vapor (PVD) .....	13
2.3.1. Pulverização catódica ( <i>Sputtering</i> ).....	14
2.4. Revestimento DLC .....	15
2.5. Revestimento TiSiN.....	18
3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL .....	21
3.1. Deposição dos filmes .....	21
3.2. Caracterização dos filmes e do substrato .....	22
3.2.1. Estrutura cristalina .....	22
3.2.2. Morfologia e composição química .....	23
3.2.3. Dureza dos revestimentos e do WC.....	23
3.2.4. Ensaio tribológico.....	23
3.3. Procedimentos de soldadura .....	24
3.3.1. Material base.....	24
3.3.2. Ferramentas .....	25
3.3.3. Parâmetros de fabrico .....	26
3.4. Pós-processamento das soldaduras .....	27
4. DISCUSSÃO DE RESULTADOS.....	29
4.1. Composição química e dureza dos revestimentos e substrato .....	29
4.2. Morfologia dos revestimentos .....	30
4.3. Estrutura cristalina dos revestimentos .....	31
4.4. Comportamento tribológico dos revestimentos .....	33
4.4.1. Coeficiente de atrito.....	33
4.4.2. Resistência ao desgaste e caracterização dos mecanismos de desgaste .....	34
4.5. Caracterização das ferramentas após soldadura.....	37

4.6.	Análise dos dados do processo.....	39
4.6.1.	Influência do diâmetro da ferramenta.....	40
4.6.2.	Influência da velocidade de rotação da ferramenta.....	42
4.6.3.	Influência do revestimento.....	43
5.	CONCLUSÕES.....	51
6.	TRABALHOS FUTUROS.....	53
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	55

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1. Materiais utilizados em aviões civis e militares- adaptado [4].	3
Figura 2.2. Representação esquemática do processo FSW em soldadura linear.	6
Figura 2.3. Diferentes geometrias de pino [16].	7
Figura 2.4. Defeito: a) hook-[21](adaptado), b) hook-[20], c) <i>pinhole/keyhole</i> [22].(adaptado).	8
Figura 2.5. a) ferramenta sem pino (TAFW), b) ferramenta com pino (FSW)[21]- adaptado.	9
Figura 2.6. Secção transversal de soldadura obtida por TAFW (ferramenta sem pino)[21]- adaptado.	10
Figura 2.7. Ligações do carbono -[36].	16
Figura 2.8. Diagrama ternário do DLC.	17
Figura 3.1. Duas das ferramentas utilizadas a) PL12(TiSiN) e b) PL16(TiSiN).	25
Figura 4.1. Morfologia da, a) superfície do DLC, b) superfície do TiSiN, c) superfície do WC, d) secção transversal do DLC, e) secção transversal do TiSiN.	31
Figura 4.2. Espectros de difração raios-x dos revestimentos e material de base.	32
Figura 4.3. Coeficiente de atrito em função da distância de deslizamento para: a) temperatura ambiente, b) 200°C, c) 400°C.	34
Figura 4.4. Pistas de desgaste a TA de: a) WC, d) TiSiN, g) DLC, a 200°C de: b) WC, e) TiSiN, h) DLC, a 400°C de c) WC, f) TiSiN, i) DLC. .... <b>Erro! Marcador não definido.</b>	
Figura 4.5. Crateras das esferas utilizadas a TA para: a) WC, d) TiSiN, g) DLC, a 200°C para: b) WC, e) TiSiN, h) DLC, a 400°C para c) WC, f) TiSiN, i) DLC.	37
Figura 4.6. Superfície das ferramentas: a) PL12, b) PL12(TiSiN), c) PL12(DLC após soldadura).	38
Figura 4.7. Indentações de carga deslizante realizada à ferramenta: a) PL16(DLC) e b) PL16(TiSiN).	38
Figura 4.8. Evolução de binário, temperatura e força axial durante o processo.	39
Figura 4.9. Resumo dos valores de temperatura: a) máximos, b) médios.	41
Figura 4.10. Resumo dos valores de binário: a) máximos, b) médios.	41
Figura 4.11. Resumo dos valores de força axial: a) máximos, b) médios.	42
Figura 4.12. Temperatura máxima em função do revestimento.	44
Figura 4.13. Relação entre condutividade térmica e temperatura.	45
Figura 4.14. Binário médio registado.	46

Figura 4.15. Secções transversais das soldaduras. ....	47
Figura 4.16. Perfis de dureza. ....	48
Figura 4.17. Perfis de dureza das soldaduras DLC. ....	49



---

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1. Resumo da evolução de binário e temperatura com o diâmetro de ferramenta para $w$ constante. ....	12
Tabela 2.2. Valores máximos de temperatura e binário com variação de velocidade de rotação para diâmetro de base constante. ....	13
Tabela 2.3. Coeficientes de atrito obtidos por outros autores para revestimentos do sistema DLC .....	17
Tabela 2.4. Coeficientes de atrito obtidos por outros autores para TiSiN.....	19
Tabela 3.1. Resumos dos ensaios tribológicos .....	24
Tabela 3.2. Composição química do material base .....	25
Tabela 3.3. Designação das ferramentas. ....	26
Tabela 3.4. Parâmetros utilizados em cada soldadura. ....	27
Tabela 4.1. Propriedades mecânicas e composição química dos revestimentos e do substrato.....	29
Tabela 4.2. . Condutividade Térmica do Revestimento e material revestido.....	44



## SIMBOLOGIA E SIGLAS

### Simbologia

$\omega$ – Velocidade de rotação

$d_z$ - Profundidade de penetração

### Siglas

DLC – *Diamond Like Carbon*

EDS – *Energy Dispersive Spectroscopy*

FSW – *Friction Stir Welding*

FSSW – *Friction Stir Spot Welding*

MB – Material base

PVD – *Physical Vapour Deposition*

SEM – *Scanning Electron Microscopy*

TA – Temperatura Ambiente

TAFW – *Tool Assisted Friction Welding*

TWI – *The Welding Institute*

ZAC – Zona Afetada pelo Calor

ZAP – Zona afetada pelo processo



## 1. INTRODUÇÃO

As ligas de alumínio são muito utilizadas na indústria aeronáutica dadas as boas propriedades mecânicas e baixa densidade. No entanto estas ligas apresentam-se difíceis de soldar através dos processos convencionais onde existe fusão do material e consequentes: formação de zonas termicamente afetadas de grandes dimensões, porosidade e grande perda de propriedades mecânicas em relação ao material base. Todos estes aspetos contribuem para a falha precoce da junta soldada quando esta é sujeita a solicitações mecânicas.

A tecnologia de ligação no estado sólido surgiu como alternativa aos processos de soldadura convencionais que envolvem fusão do material base. Uma das formas de fabricar soldaduras no estado sólido é utilizar técnicas que recorrem ao calor gerado por atrito e pressão entre a ferramenta e o material a unir, para fazer a ligação. O calor promove o amaciamento do material e posterior união dos componentes.

Em 1991 foi patenteado, pelo *The Welding Institute* - (TWI), o *Friction Stir Welding* - (FSW) que foi inicialmente utilizado para soldar ligas de alumínio e mitigar as dificuldades de soldabilidade das mesmas. Atualmente o processo é amplamente visado para aplicações na indústria automóvel, aeronáutica e aeroespacial.

Em FSW as condições de contacto entre a ferramenta e a peça a soldar são cruciais para a obtenção de uma junta soldada com boa qualidade, visto que o atrito gerado no contacto poderá influenciar fortemente as condições termomecânicas durante o processo. É ainda importante referir que, dada a ausência de lubrificação, a ferramenta utilizada neste processo é sujeita a solicitações térmicas e mecânicas severas que, sob determinadas condições de processo podem levar ao seu rápido desgaste.

Por outro lado, sabe-se que os revestimentos finos depositados por pulverização catódica são conhecidos por apresentar boas propriedades mecânicas, térmicas e tribológicas numa vasta gama de temperaturas. Quando aplicados à superfície de componentes estes permitem normalmente estender a sua vida. Além disso, dependendo do material depositado, podem ser obtidos diferentes coeficientes de atrito.

Considerando que a qualidade das soldaduras obtidas por FSW depende muito do atrito gerado no contacto entre ferramenta e material base, nesta tese, dois revestimentos, um com alto atrito e outro com baixo atrito vão ser depositados sobre ferramentas FSW de modo a

estudar a sua influência nas condições termomecânicas do processo, ou seja, temperatura, binário e força axial bem como nas propriedades da soldadura obtida e comparar com os resultados obtidos com ferramentas sem revestimento. O efeito dos parâmetros do processo, tais como, velocidade de rotação e diâmetro de ferramenta também vai ser alvo de estudo.

A presente dissertação está dividida em 5 capítulos. O primeiro capítulo diz respeito à introdução onde é feito um pequeno resumo dos desafios e objetivos da presente dissertação. O segundo capítulo corresponde ao estado da arte, onde será realizada uma contextualização baseada na literatura sobre: i) as tecnologias que se baseiam em *Friction Stir Welding*, ii) o processo de deposição por pulverização catódica, *Physical Vapour Deposition* (PVD), iii) as características e aplicações dos revestimentos do tipo DLC e TiSiN. No terceiro capítulo descreve-se procedimento experimental, onde serão detalhados todos os procedimentos realizados para a caracterização dos revestimentos e das soldaduras. No quarto capítulo faz-se uma análise de resultados onde se apresentam e discutem os resultados produzidos para os diferentes ensaios realizados ao longo do trabalho desenvolvido. No quinto capítulo são apresentadas as conclusões mais importantes que conseguimos retirar deste trabalho. Por último serão apresentadas as sugestões para trabalhos futuros.

## 2. ESTADO DA ARTE

### 2.1. Ligas de alumínio em aeronáutica

#### 2.1.1. Importância das ligas de Al na aeronáutica

A redução de custos é um desafio intemporal em qualquer indústria principalmente na indústria aeronáutica. Uma das formas de reduzir custos neste caso é reduzir o consumo de combustível de aviões bem como aumentar o intervalo de tempo entre revisões que implicam custos adicionais[1]. A seleção de materiais de engenharia, para construção de aviões, que sejam leves, é uma forma de reduzir custos visto que materiais leves implicam diminuição de peso e por sua vez de consumo de combustível. Por outro lado, a utilização de materiais de engenharia com propriedades mecânicas que permitam que as revisões sejam feitas com maior espaçamento temporal sem comprometer a integridade do avião, é também importante para se conseguir uma redução de custos [1]. Desta forma desde os primórdios da aviação a razão entre a tensão de rotura e a densidade do material, que tem a designação de resistência específica, é um dos principais critérios para a seleção de materiais utilizados na construção de componentes [2]. O alumínio, na sua forma pura, apresenta uma resistência mecânica muito reduzida, no entanto ao ligar este material com diferentes metais são adquiridas propriedades muito atrativas para as mais diversas aplicações[3]. Desta forma são obtidas ligas de alumínio com boas propriedades mecânicas e baixo peso que, tal como mostra a Figura 2.1, são materiais muito utilizados para fabrico de componentes de aviões.

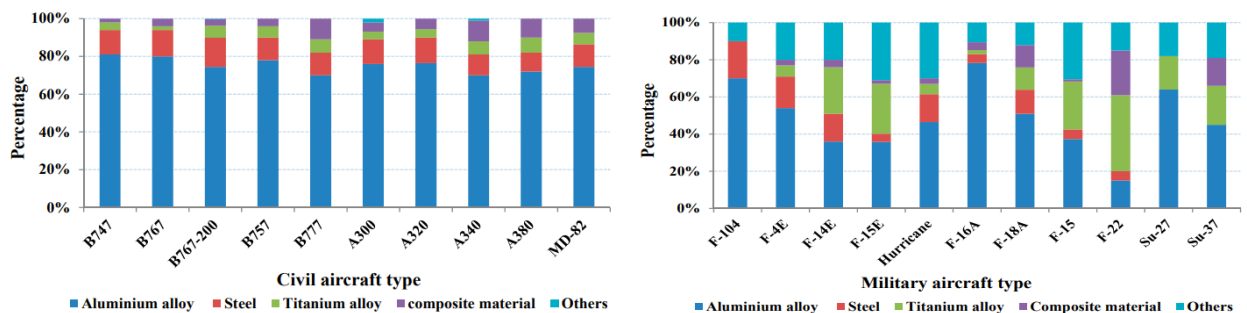


Figura 2.1. Materiais utilizados em aviões civis e militares- adaptado [4].

### 2.1.2. Ligas de alumínio

Para identificar diferentes ligas de alumínio é utilizado um sistema de designação composto por 4 dígitos.

Nestas ligas o primeiro dígito indica o grupo da liga ou o elemento ligante mais presente, o segundo indica modificações à liga original ou limite de impurezas e os últimos dois indicam a liga de alumínio específica[2].

As ligas de alumínio de série 2XXX (Al-Cu) tem o cobre como principal elemento ligante e são tratáveis termicamente. Estas ligas são muito utilizadas em aplicações estruturais nas indústrias aeronáutica e automóvel. As propriedades mecânicas destas ligas são conseguidas por precipitação através de tratamentos térmicos (endurecimento por envelhecimento). A resistência mecânica destes materiais aumenta devido ao aparecimento de precipitados com uma estrutura atômica ordenada[1,5].

As ligas de alumínio de série 5XXX (Al-Mg) têm como principal elemento ligante o magnésio e não são tratáveis termicamente. Este material é utilizado para fabrico de navios, tanques de pressão e também construção de pontes e edifícios [6].

As ligas de alumínio de série 6XXX (Al-Mg-Si) têm como principais elementos ligantes o magnésio e o silício e são tratáveis termicamente. Estas ligas apresentam elevada resistência à corrosão, fácil maquinação e soldabilidade, o que faz delas boas candidatas para aplicações estruturais [7]. Estas ligas são utilizadas em carcaças de automóveis, vagões, estruturas em alto mar e componentes eletrónicos[8].

A liga 6082, utilizada no presente trabalho, apresenta um dos maiores valores de resistência mecânica comparando com outras ligas da mesma série se for utilizado um tratamento térmico adequado. Desta forma este material é ideal para aplicações estruturais que envolvam maquinação e soldadura [7].

As ligas de alumínio de série 7XXX (Al-Zn) têm como principal elemento ligante o zinco e são tratáveis termicamente. Este material é utilizado no fabrico de rolamentos, mastros e longarinas. Apresentam alta resistência específica, rigidez específica e dureza [4].



## 2.2. Processos de soldadura para ligas de alumínio

### 2.2.1. Problemática da soldadura convencional em ligas de alumínio

Na indústria aeronáutica, as juntas não permanentes como as aparafusadas ou rebitadas ainda são bastante utilizadas como forma de ligar componentes de aviões que normalmente são feitos de liga de alumínio. No entanto neste tipo de junta os rebites e/ou parafusos são responsáveis por aumentar o peso da estrutura e também pelo aparecimento de concentrações de tensões, que posteriormente podem levar a iniciação e propagação de fissuras por fadiga e consequente rotura dos componentes [1]. Outra forma de ligar os componentes é através da soldadura, no entanto como grande parte destes são fabricados em ligas de alumínio de alta resistência, ou seja, séries 2XXX e 7XXX, a soldabilidade das mesmas pode ser baixa. Para além disto em soldaduras obtidas por processos convencionais, onde existe fusão do material base, a zona afetada termicamente tem normalmente dimensões elevadas o que reduz bastante as propriedades mecânicas da soldadura em relação ao material base e pode levar à falha precoce da ligação. Existe ainda o problema da porosidade na zona de fusão e também o aparecimento de tensões residuais na zona soldada devido à solidificação brusca do material, o que também contribui para a perda de resistência mecânica [1].

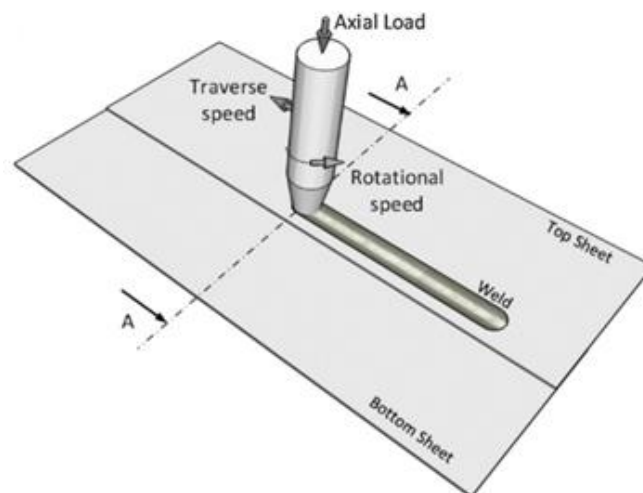
A porosidade é um dos grandes problemas associados às soldaduras obtidas por processos onde ocorre fusão do material. Esta desenvolve-se devido ao aprisionamento de gás, geralmente hidrogénio, na soldadura, que por sua vez ocorre devido à grande diferença de solubilidade do hidrogénio no alumínio líquido e no alumínio sólido, este gás é mais solúvel no líquido do que no sólido. As principais fontes de hidrogénio são normalmente o gás protetor, impurezas, ar e água [3]. A porosidade fragiliza a ligação perdendo-se assim resistência mecânica.

Tendo tudo isto em conta torna-se desafiante obter soldaduras em ligas de alumínio com boas propriedades mecânicas, utilizando processos convencionais de soldadura onde existe fusão [9]. Uma solução capaz de contornar este problema é evitar a fusão durante o processo de soldadura, que pode ser conseguido utilizando técnicas de soldadura menos convencionais. De facto, os processos de ligação no estado sólido como o FSW (*Friction Stir Welding*), permitiu mitigar alguns dos problemas associados a soldaduras obtidas por processos convencionais, principalmente por se atingirem temperaturas inferiores às temperaturas de fusão dos materiais.

### 2.2.2. FSW (*Friction stir welding*)

O FSW é um processo de ligação no estado sólido muito utilizado nas indústrias aeronáutica e automóvel para ligação de chapas finas principalmente em junta de topo e sobreposta realizada por pontos ou linear. A representação esquemática do FSW está apresentada na Figura 2.2. O princípio de funcionamento do processo é bastante simples. Uma ferramenta não consumível, animada de velocidade de rotação é colocada em contacto com os componentes a soldar, gera-se calor por atrito na interface que amacia o material sem ser atingida a temperatura de fusão. De seguida, com o material amaciado, por ação da geometria da ferramenta e com a ajuda do movimento de translação da mesma dá-se a mistura do material e consequente união das chapas. Numa primeira fase quase todo o calor é gerado por atrito, sendo uma pequena parte gerado por deformação plástica. Com o decorrer do processo a parte de calor gerado por deformação plástica aumenta, no entanto, segundo [9], o atrito que se desenvolve entre a base da ferramenta e a chapa é responsável pela maior parte do calor gerado durante a soldadura.

Apesar do conceito deste processo ser simples o modo como o material flui é bastante complexo e é objeto de estudo de muitos investigadores[10–13]. O material flui do lado de avanço para trás do pino e de seguida por ação da pressão da base este material é forçado a preencher a cavidade formada pelo pino durante o avanço [14], ocorrendo mistura de material que é o mecanismo responsável pela união neste processo.



**Figura 2.2.** Representação esquemática do processo FSW em soldadura linear.

A ferramenta convencional utilizada neste processo é constituída por uma base (*shoulder*) geralmente cônica ou cilíndrica e um pino que pode ter diversas geometrias tal como mostra a Figura 2.3. As ferramentas têm duas funções principais que são a de promover a geração de calor por atrito e de mover o material. Devido ao papel crucial da ferramenta, a sua geometria é o parâmetro de processo que mais tem sido alvo de desenvolvimento. De facto, a geometria da ferramenta é a principal responsável pela forma como o material flui e por esse motivo dita a velocidade com que a soldadura pode ser realizada [9]. Dada a sua importância, vários autores têm estudado o efeito de diferentes geometrias de ferramenta no desenvolvimento do processo, recorrendo à alteração da geometria do pino [15,16].

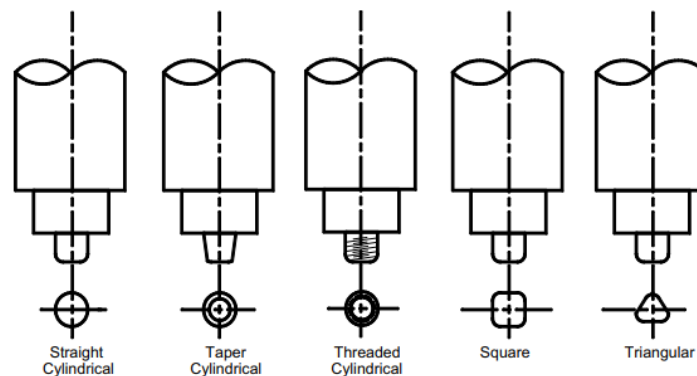
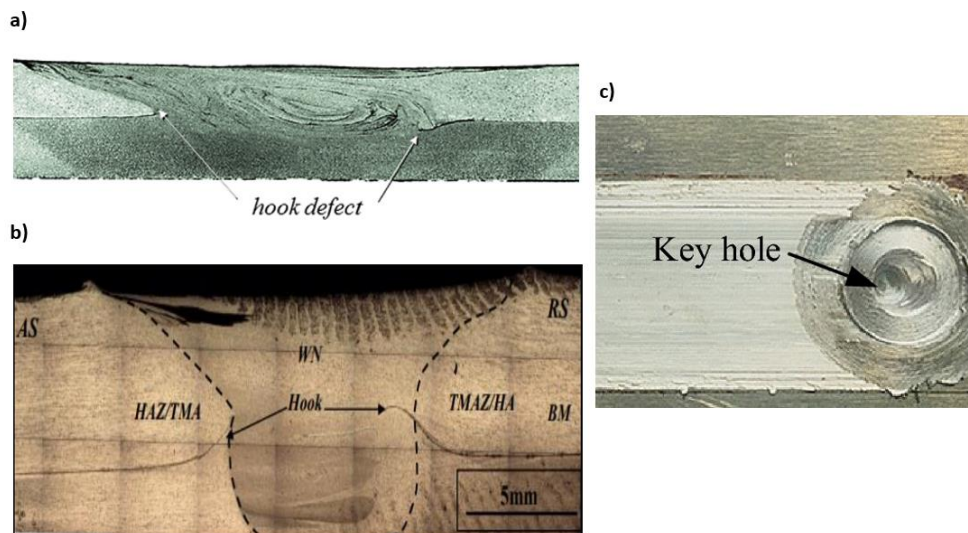


Figura 2.3. Diferentes geometrias de pino [16].

No que diz respeito ao pino, este tem a função importante de promover a mistura do material na direção da espessura, no entanto as condições do processo onde está incluída a geometria da ferramenta, e por sua vez o pino é responsável por defeitos que se verificam na soldadura, os quais prejudicam as propriedades finais do cordão, tais como o *hooking* e o *pinhole* ou *keyhole*. O defeito *hooking*, que se mostra na Figura 2.4, é frequentemente reportado e estudado em diversos trabalhos de investigadores da área [17–20]. Este verifica-se em junta sobreposta devido ao fluxo ascendente de material, causado pelo pino da ferramenta, a partir da chapa inferior. Assim, observa-se uma descontinuidade, em forma de gancho na secção transversal da soldadura, resultando numa redução severa da resistência mecânica do cordão. Este defeito é mais uma prova de que em FSW a união das chapas se dá por mistura do material [21].

Quanto ao *pinhole*, visível na Figura 2.4, este forma-se quando a ferramenta se afasta da chapa deixando para trás uma cavidade na qual o pino da ferramenta estava inserido. A cavidade implica a existência de concentrações de tensões que reduzem a resistência mecânica da soldadura.



**Figura 2.4.** Defeito: a) hook-[21](adaptado), b) hook-[20], c) *pinhole/keyhole* [22].(adaptado).

De uma forma simplificada, o processo FSW é composto por 4 etapas: i) *plunging stage*, fase de penetração em que a ferramenta animada com velocidade de rotação e sujeita a uma força axial penetra na chapa até esta ficar em contacto com a base da ferramenta, ii) *dwelling stage*, fase de permanência em que a ferramenta se encontra animada com velocidade de rotação, sujeita à força axial e com a base em contacto com a chapa. A ferramenta permanece algum tempo nesta posição 5 -10 segundos dependendo da espessura da chapa. Este período serve para que seja gerado calor por atrito suficiente para amaciar o material nas imediações da zona de contacto de forma a reduzir o esforço da ferramenta na fase seguinte e promover uma trajetória de soldadura mais suave, iii) *welding stage*, fase do processo na qual a ferramenta está animada de velocidades de rotação e de avanço. Está ainda sujeita a uma força axial e a base está envolvida no material amaciado. A ferramenta avança ao longo da trajetória pela qual se pretende soldar, a gerar continuamente calor por

atrito e por deformação plástica, iv) retracting, fase de retração em que a ferramenta, depois de concluída a soldadura, se afasta da chapa [9, 14].

Quanto à forma como o processo é controlado existem dois tipos possíveis de controlo que são o controlo de força e de posição. No primeiro, o controlo da posição da ferramenta é feito através da pressão no contacto desta com a chapa e, no segundo caso, o controlo é feito posicionalmente através da posição relativa, pré-estabelecida, a um referencial fixo [14]. A alteração de controlo poderá beneficiar o processo na produção de soldaduras sem defeitos. Porém, a prática corrente resume-se à otimização de parâmetros ou ao desenvolvimento de vias alternativas à tecnologia existente. É neste contexto que surge o *Tool Assisted Friction Welding* (TAFW) que com recurso a ferramenta sem pino permite mitigar alguns dos defeitos mais comuns em junta sobreposta.

### 2.2.3. TAFW (*Tool assisted friction welding*)

Esta variante do FSW foi proposta por investigadores da Universidade de Coimbra [21]. Os princípios de operação do TAFW são semelhantes aos do FSW, ou seja, uma ferramenta não consumível animada de velocidade de rotação e velocidade de avanço é utilizada para gerar calor por atrito e promover a união de chapas finas. A única diferença é que a ferramenta utilizada em TAFW é *pinless*, ou seja, não tem pino apresentando uma superfície de contacto plana. Na Figura 2.5 a) e b) estão representadas as ferramentas sem e com pino, respetivamente.

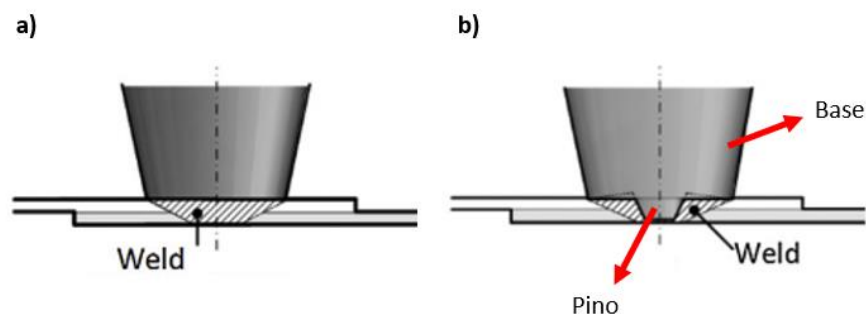
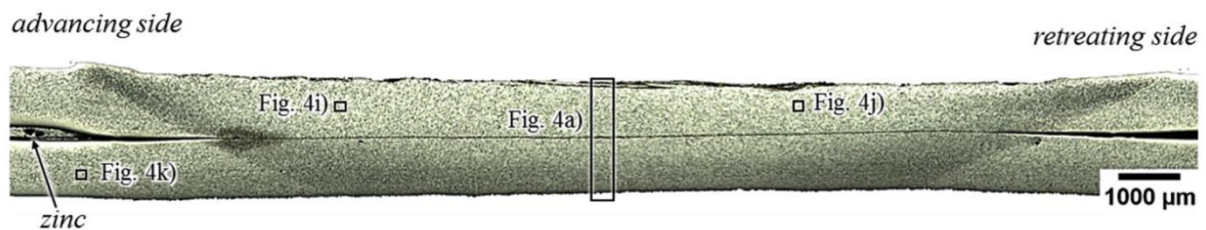


Figura 2.5. a) ferramenta sem pino (TAFW), b) ferramenta com pino (FSW)[21]- adaptado.

Em [21] os autores realizaram a soldadura em junta sobreposta de chapas finas de aço utilizando ferramenta sem pino e observaram, a partir da secção transversal do cordão, a existência de uma linha contínua negra, na interface das duas chapas que se pode observar na Figura 2.6. Esta linha é o resultado da existência de detritos de óxidos superficiais do material base. A existência desta linha indica que a união das chapas não se deu por mistura de material como acontece em FSW convencional, ou seja, utilizando ferramenta com pino. Os autores concluíram ainda que não existem diferenças significativas na resistência mecânica dos dois lados da soldadura, lado de avanço e lado de recuo ao contrário do que acontece no FSW convencional. Nas soldaduras obtidas por TAFW não se observa o defeito *hooking* o que é mais um indicador de que a união dos materiais em TAFW não se dá por mistura. Os autores concluíram assim que os principais mecanismos responsáveis pela união dos materiais neste processo são deformação plástica na interface entre as chapas e a difusão atômica a alta temperatura e pressão.



**Figura 2.6.** Secção transversal de soldadura obtida por TAFW (ferramenta sem pino)[21]- adaptado.

#### 2.2.4. FSSW (*Friction stir spot welding*)

O processo FSSW é uma variante da FSW onde a principal diferença é a realização de soldadura por pontos, em junta sobreposta. Este processo é ainda uma boa alternativa à utilização de rebites visto que também é feito por pontos sem a desvantagem do peso adicional que os rebites representam.

O processo é caracterizado por ter 3 fases: primeiro a penetração (*plunging*), onde a ferramenta animada de velocidade de rotação, sujeita a uma força axial desloca-se no sentido descendente até a chapa ficar em contacto com a base da ferramenta, nesta fase a temperatura

---

aumenta continuamente. Segue-se a fase de soldadura (*dwelling*) em que a ferramenta permanece apenas com velocidade de rotação em contacto com a chapa de modo a realizar ligação do material. Por último a fase de retração (*retracting*) em que a ferramenta se afasta da chapa [23, 24].

Na fase de penetração a velocidade de penetração e a profundidade de penetração são parâmetros do processo muito importantes. A profundidade de penetração é definida com base na espessura das chapas e no comprimento do pino.

A fase de soldadura é necessária para garantir que a base da ferramenta está em contacto com o MB tempo suficiente para realizar a ligação. Durante este período a contribuição da base da ferramenta para a geração de calor e fluxo de material aumenta de tal forma que a maior parte da energia gerada durante o processo é nesta fase. O tempo de soldadura necessário para obtenção da ligação é maior para materiais com ponto de fusão mais elevado.

À semelhança do que ocorre nas variantes de soldadura contínua, também em FSSW, existe tendência à formação de defeitos tipo *hook* e *pinhole* que foi demonstrado poderem ser mitigados através do uso de ferramentas sem pino [25].

### **2.2.5. Parâmetros do processo FSW e influência nas condições termomecânicas do processo**

Os parâmetros mais relevantes no processo FSW são: geometria e dimensões de ferramenta, velocidade de avanço e de rotação e velocidade e profundidade de penetração. Estes parâmetros têm influência nas condições termomecânicas do processo de soldadura, isto é, ciclo térmico, binário, força axial etc. Como tal têm também grande influência nas propriedades morfológicas e mecânicas das soldaduras.

Segundo [9] a geometria da ferramenta é o que mais influencia o desenvolvimento do processo no que diz respeito à uniformidade da microestrutura e também nas propriedades mecânicas da soldadura. Assim têm sido desenvolvidas várias geometrias de forma a condicionar o fluxo de material e reduzir os esforços a que a ferramenta está sujeita. Como já referido o atrito entre a base da ferramenta e a chapa é responsável pela maior parte do calor gerado. Assim um aumento do diâmetro e, conseqüentemente, da dimensão da base leva a um aumento da quantidade de calor gerado e da temperatura registada durante o processo de soldadura [26, 27]. Por outro lado, este aumento de área implica que a superfície

de contacto entre ferramenta e chapa seja maior. Quanto maior for esta superfície de contacto maior será também a quantidade de material movimentado pela ferramenta e desta forma maior será o binário exigido à mesma[27, 28]. Na Tabela 2.1 estão resumidos valores de temperatura e binário registados, em função do diâmetro de base, para velocidade de rotação constante, de trabalhos de outros autores.

**Tabela 2.1.** Resumo da evolução de binário e temperatura com o diâmetro de ferramenta para  $w$  constante.

Referência	MB	$\omega$ (rpm)	Diâmetro da base (mm)	Temperatura (°C)		Binário (N.m)	
[26]	AA7075-T6	560	De: 15	348	Aumento contínuo	-	-
			Até: 35	468		-	
[27]	AA2014-T6	1000	De: 5,75	178	Aumento contínuo	-	-
			Até: 12	245		-	
			De: 11,5	-	-	14	Aumento contínuo
			Até: 24	-		28	
[28]	AA6061	900	De:12	-	-	7	Aumento contínuo
			Até: 27	-		20	
[29]	AA2017	1140	De:10	360	Aumento contínuo	-	-
			Até:18	500			
	AA5083	1500	De:10	350	Aumento contínuo		
			Até:18	520			

Segundo a literatura, a velocidade de rotação também tem um papel importante na geração de calor, no fluxo de material, e conseqüentemente na microestrutura e propriedades mecânicas da junta[30]. Um aumento do valor da velocidade de rotação, mantendo os outros parâmetros do processo constantes, implicam uma maior geração de calor e



consequentemente maiores temperaturas atingidas durante o processo [31, 32] .Com uma maior taxa de aquecimento o material amacia, o que reduz os esforços necessários para movimentar o material, por sua vez isto implica que o binário seja menor. Na Tabela 2.2 estão resumidos valores de binário e temperatura registados, em função da velocidade de rotação para diâmetro de base constante, de trabalhos de outros autores.

**Tabela 2.2.** Valores máximos de temperatura e binário com variação de velocidade de rotação para diâmetro de base constante.

Referência	MB	Diâmetro da base (mm)	Velocidade de rotação (RPM)	Temperatura (°C)		Binário (N.m)	
[31]	AA7050-T7451	17,8	De: 150	370	Aumento contínuo	115	Diminuição contínua
			Até: 1000	500		40	
[32]	AA6061-T651	25,4	De: 160	435	Aumento contínuo	280	Diminuição contínua
			Até: 240	470		225	
[28]	AA6061	27	De: 900	-	-	20	Diminuição contínua
			Até 1500	-		12	
[29]	AA6082	10	De:660	230	Aumento	-	-
			Até:1500	340			
	AA7075	18	De:660	475	Aumento		
			Até:1500	520			

### 2.3. Deposição física em fase de vapor (PVD)

PVD (*Physical Vapour Deposition*) é um processo de deposição atômica utilizado para deposição de filmes finos, geralmente com uma espessura inferior a 5 micrómetros. Este processo pode ser dividido em 3 fases:

- Transformação do material a depositar para fase gasosa
- Transporte das partículas no estado gasoso até ao substrato

- Condensação e crescimento do filme no substrato

### **2.3.1. Pulverização catódica (*Sputtering*)**

O processo de *sputtering*, envolve a ejeção de átomos de uma superfície (alvo) com recurso a bombardeamento de iões energéticos. Neste processo é estabelecido um campo elétrico entre dois elétrodos, em cada um deles está colocado o substrato, a ser revestido, e o alvo, que contem o material que se quer depositar. É introduzido um gás inerte na câmara de deposição, que vai ionizar formando iões positivos. Dada a diferença de potencial entre os dois elétrodos estes iões são acelerados em direção ao eléctrodo que está carregado negativamente, o do alvo. Dá-se assim um bombardeamento da superfície do alvo que promove a emissão de diferentes tipos de radiação, a reflexão de iões e por último, aquilo que é necessário para o processo de deposição, a ejeção de átomos do material que vai ser utilizado para revestir e também electrões secundários.

No processo de ionização estabelece-se no interior da câmara plasma que precisa de ser mantido para que o processo ocorra continuamente.

Para garantir que o plasma é mantido, deve-se utilizar uma diferença de potencial entre elétrodos suficientemente elevada para que na colisão dos iões de gás com o alvo sejam ejetados electrões secundários. Devem ser ejetados electrões suficientes para induzir a formação de iões que por sua vez devem ser capazes, no choque com o alvo, de ejetar electrões secundários novamente em número semelhante, de modo a termos um processo contínuo de ionização do gás. Para que o processo de ionização se mantenha devemos também garantir que a pressão dentro da câmara não seja muito baixa, de modo a promover um número de colisões suficiente entre electrão e átomo de gás. No entanto, para valores demasiado elevados de pressão o ião vai sofrer demasiadas colisões, o que leva à perda de muita energia impedindo assim que na colisão com o alvo tenha energia suficiente para ejetar electrões secundários, o que prejudica a manutenção do plasma.

Dado que a colisão tem carácter elástico nem toda a energia é consumida no embate, o átomo do material a depositar possui, após o bombardeamento, energia cinética que será utilizada para o transportar até ao substrato. Como já referido a pressão não deve ser muito baixa, o que quer dizer que o número de partículas dentro da câmara será relativamente

---

elevado, que nos leva a concluir que os átomos ejetados do alvo vão sofrer muitas colisões (processo de difusão gasosa) durante o percurso entre elétrodos. A distância livre média, ou seja, a distância média que uma partícula percorre sem sofrer uma colisão, torna-se muito baixa, mais baixa que a distância entre elétrodos. Isto leva a que se dê a termalização das partículas, perda da sua energia inicial, numa distância muito pequena, ou seja antes de chegar ao substrato, o que promove a deposição das partículas nas paredes da câmara e diminui a taxa de deposição.

Os átomos que conseguem chegar ao substrato, provenientes do alvo, condensam, acomodam-se na rede e o filme cresce [33].

## 2.4. Revestimento DLC

Os revestimentos *Diamond-like carbon* têm uma aplicabilidade muito variada dado o seu excelente comportamento tribológico. Este sistema de revestimentos é conhecido por apresentar valores de dureza e densidade elevados e baixo coeficiente de atrito. A última propriedade permite que a maquinagem feita com ferramentas revestidas com DLC seja feita sem utilização de lubrificantes líquidos. Dadas estas propriedades estes revestimentos são bastante utilizados para proteção de peças metálicas e cerâmicas contra o desgaste [34]. Estes filmes são também utilizados em várias indústrias de estampagem e fabrico componentes plásticos para evitar desgaste das matrizes durante a estampagem. Na indústria automóvel são também usados para revestir os segmentos dos pistões de modo a reduzir o atrito [35].

Os revestimentos DLC são caracterizados por ter ligações do tipo  $sp^2$  e  $sp^3$ , presentes na Figura 2.7. Na configuração  $sp^3$  cada um dos 4 eletrões de valência do átomo de carbono percorre orbitas tetraédricas o que cria uma ligação  $\sigma$  forte com o átomo adjacente. Na configuração  $sp^2$  três dos quatro eletrões de valência do átomo de carbono percorrem orbitas trigonais o que cria ligações  $\sigma$  planares, o quarto eletrão percorre uma órbita  $p\pi$ , normal ao plano de ligação  $\sigma$  [36].

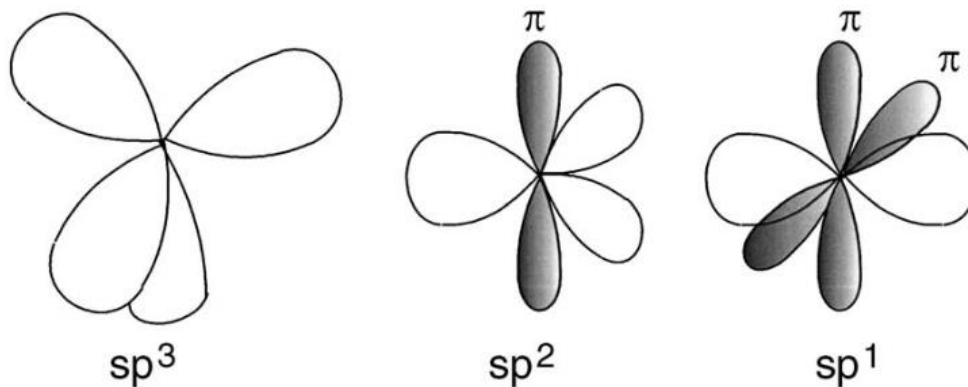


Figura 2.7. Ligações do carbono -[36].

No diagrama ternário da Figura 2.8 podemos observar as variantes de DLC em função da quantidade de ligações  $sp^2$  e  $sp^3$  na rede e do teor de azoto. No canto inferior esquerdo temos carbono amorfo com grande percentagem de ligações  $sp^2$  e sem hidrogénio, típico do carbono sob a forma de grafite. Ao longo do eixo esquerdo, aumentando a quantidade de ligações  $sp^3$ , obtêm-se o que se designa por carbono amorfo (a-C). Este material pode ser obtido facilmente por pulverização catódica. Aumentando ainda mais a quantidade de ligações  $sp^3$ , forma-se um carbono amorfo com uma microestrutura tetraédrica (ta-C) e pode ser obtido sob condições de alta ionização. No canto superior temos praticamente só ligações do tipo  $sp^3$ , típicas do carbono sob a forma de diamante. Estas ligações conferem aos filmes DLC as propriedades que normalmente atribuímos ao diamante, isto é, dureza e módulo de elasticidade elevados e o facto de ser quimicamente e electroquimicamente inerte, com a vantagem de ser muito mais económico. Daí a grande variedade de aplicações na indústria. No canto direito existe uma concentração tão elevada de hidrogénio que não é possível formarem-se ligações completas, mas apenas moléculas de gás. Entre estas duas regiões, o eixo da esquerda e o canto direito, temos a zona em que se encontram os DLC hidrogenados [35, 36].

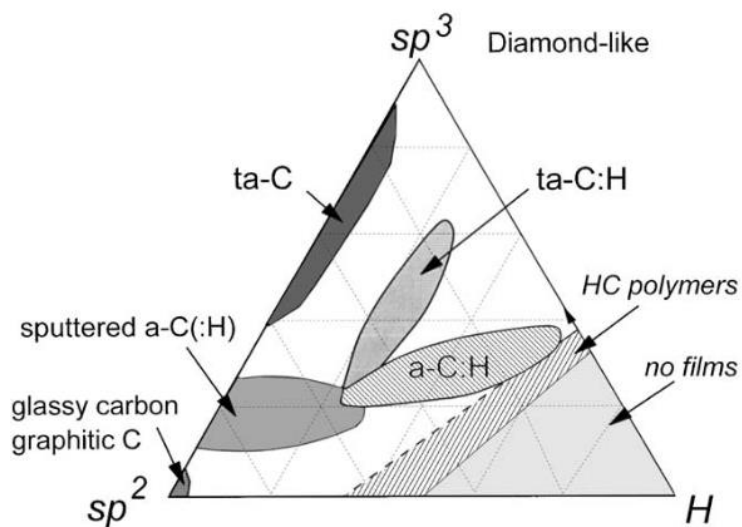


Figura 2.8. Diagrama ternário do DLC.

Na Tabela 2.3 estão apresentados os parâmetros de ensaios (carga normal e temperatura a que foi realizado o teste), bem como o coeficiente de atrito na fase estável, obtido para os revestimentos testados de ensaios realizados por outros autores.

Tabela 2.3. Coeficientes de atrito obtidos por outros autores para revestimentos do sistema DLC

Referência	Ensaio	Filme	Esfera	Carga Normal (N)	Temperatura (°C)	Coeficiente de atrito
[37]	Pino-disco	ta-C	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	1	TA	0,07
					400	< 0,03
					600	0,02
[38]	Deslizamento alternativo	DLC	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	TA	0,1
					100	0,06
					200	0,08
					400	0,05
[39]	Pino-disco	DLC		5	TA	0,15
					200	0,06

			Liga de Al 319		400	0,64
[40]	Deslizamento Alternativo	DLC	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,2	TA	0,13
		DLC-N				0,08

## 2.5. Revestimento TiSiN

Os revestimentos do sistema TiN têm sido amplamente utilizados como material duro para proteção de rolamentos, engrenagens e ferramentas de corte de modo a aumentar a sua vida. Um dos problemas deste tipo de revestimento é a baixa resistência à oxidação a elevadas temperaturas. Uma forma de ultrapassar este obstáculo é com a incorporação de um elemento mais resistente à oxidação no revestimento do sistema TiN. Dependendo das condições de deposição e da concentração de silício, o revestimento TiSiN pode ser depositado como: i) uma solução sólida em que o silício ocupa posições substitutas com o Ti na rede CFC do TiN, ou ii) como um nanocompósito. Nesta última forma-se um nanocompósito com duas fases, que permite evitar a instabilidade a altas temperaturas, os filmes TiSiN são superiores aos TiN não só em resistência à oxidação a altas temperaturas como também em dureza[41].

Os revestimentos TiSiN consistem em grãos de TiN embebidos numa matriz amorfa de SiN. No entanto, de acordo com a literatura, acima de 4 at.% de Si a estrutura nanocompósita é sempre formada, já que se atinge a saturação da formação da solução sólida. Os revestimentos com estrutura nanocompósita têm ganho grande atenção nas últimas décadas devido á sua elevada dureza, elevada resistência à oxidação e alta resistência à abrasão e erosão.

O teor de Si no filme influencia bastante as propriedades mecânicas, a estrutura e o comportamento tribológico deste. Genericamente aumentando a percentagem atômica de Si até valores de 7-12%, observa se uma diminuição dos grãos de TiN e conseqüente aumento de tensões internas, dureza e módulo de elasticidade. Percentagens atômicas superiores

causam diminuição do valor destes parâmetros [42]. Estes revestimentos apesar das boas propriedades referidas apresentam alto coeficiente de atrito.

Na Tabela 2.4 estão apresentados os parâmetros de diversos ensaios pino-disco realizados por diversos autores com diferentes temperaturas, contra corpos e cargas normais aplicadas. Está também apresentado o valor do coeficiente de atrito médio registado na fase estável da curva de atrito.

**Tabela 2.4.** Coeficientes de atrito obtidos por outros autores para TiSiN.

Referência	Composição química (%at)	Esfera	Carga Normal (N)	Temperatura (°C)	Coeficiente de atrito
[43]	-	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	TA	1
	-			600	1,5
[44]	Ti: 41 Si: 7 N: 52	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10	TA	1,4
[45]		Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	TA	1,05
		Aço rápido	5	TA	1,15
[46]	Ti: 47,46 Si: 6,42 N: 46,08 Cr:0,03	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	TA	0,7
				300	Valores instáveis
				500	0,7
[47]		WC-6%Co	10	-	0,45
[48]	Ti: 77,2 Si: 3,5 N: 19,3	Zircónia	6	TA	0,5





### 3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

#### 3.1. Deposição dos filmes

Neste trabalho foram depositados por pulverização catódica dois tipos de filme: um de baixo atrito e um de alto atrito, DLC e TiSiN respectivamente. Os revestimentos foram depositados em ferramentas sem pino, de carboneto de tungstênio (WC) para avaliar a sua influência nas condições termomecânicas dos processos de soldadura. Os resultados foram comparados com soldaduras produzidas com ferramenta sem revestimento. Além disso os revestimentos e o material base das ferramentas, o carboneto de tungstênio, foram caracterizados relativamente a diferentes propriedades.

Os revestimentos foram depositados sobre ferramentas de WC com diferentes diâmetros, amostras de silício e bolachas circulares de WC. As amostras de silício foram utilizadas para caracterizar os revestimentos relativamente à estrutura cristalina, morfologia e composição química. As bolachas de WC foram utilizadas para avaliar o comportamento tribológico e dureza dos revestimentos e do substrato. As ferramentas foram utilizadas para produzir as soldaduras. As soldaduras foram produzidas a diferentes velocidades de rotação e com diferentes diâmetros de ferramenta.

O revestimento do sistema DLC foi depositado numa máquina semi-industrial utilizando 2 alvos de carbono (C). A distância dos alvos ao substrato era de 15mm. Antes da deposição os substratos foram limpos em banho de ultrassons durante 15 min em acetona e de seguida em álcool. Os substratos foram colocados no porta substratos e a câmara evacuada a uma pressão base de  $5 \times 10^{-6}$  mbar. Seguidamente os alvos foram limpos aplicando 1750 W aos alvos de C e utilizando um bias de -600V. De seguida um alvo de Crómio (Cr), colocado na câmara para depositar uma intercamada para melhorar a adesão do revestimento ao substrato, foi limpo utilizando as mesmas condições. A limpeza dos alvos foi feita alternadamente. Depois da limpeza foi depositada uma intercamada de Cr a partir do alvo de Cr, aplicando-lhe uma potência de 2000W durante 10 min. O fluxo de árgon usado na deposição e a pressão de deposição foram 46 sccm e  $3,5 \times 10^{-3}$  mbar, respectivamente. Durante a deposição da intercamada foi aplicado um bias de -110V aos substratos. Seguidamente procedeu-se à deposição do filme DLC aplicando uma potência de 1750 W aos alvos de C.

O fluxo de gás e pressão de deposição utilizados foram de 46 sccm e  $4 \times 10^{-3}$  mbar. Durante a deposição da camada de C o valor do bias utilizado continuou a ser de -110 V. O tempo de deposição foi de 4 horas e 10 minutos.

O revestimento TiSiN foi depositado utilizando uma máquina laboratorial constituída por dois magnetrons. No magnetron 1 foi colocado um alvo de Ti contendo 7 cilindros de Si para depositar TiSi. No magnetron 2 foi colocado um alvo de Cr, utilizado para depositar uma intercamada para melhorar a adesão dos revestimentos aos substratos. O procedimento de limpeza de substratos, antes de os colocar na câmara, foi semelhante ao aplicado ao revestimento DLC. A intercamada de Cr foi depositada aplicando uma potência de 1200W ao alvo, durante 5 min, usando 19 sccm de fluxo de argon o que correspondeu a uma pressão de deposição de  $3,2 \times 10^{-3}$  mbar. A voltagem aplicada ao substrato (bias) foi de -50V. Seguidamente procedeu-se à deposição da camada de TiSiN. A deposição desta camada foi realizada ligando o alvo de TiSi a uma fonte de potência de alta intensidade de pulsos (HiPIMS), utilizando parâmetros de deposição otimizados em [49], i.e. duração do pulso (D) 1500  $\mu$ s, período de oscilação (T) 80  $\mu$ s e “*voltage on time*” (ton) 6  $\mu$ s, voltagem de carga da fonte DC interna do HiPIMS de 350 V e potência média aplicada aos condensadores de 1200 W. Segundo [50], estas condições permitem depositar filmes com uma estrutura nanocompósita. A introdução de azoto (N) no filme foi conseguida introduzindo durante a deposição um fluxo de N de 52 sccm (correspondendo a uma pressão parcial  $N_2/Ar$  de  $1/4$ ). O tempo de deposição foi 1h 30min e a pressão de deposição  $9,0 \times 10^{-3}$  mbar. Durante a deposição desta camada não foi aplicada qualquer voltagem aos substratos.

## 3.2. Caracterização dos filmes e do substrato

Neste subcapítulo serão descritos os procedimentos experimentais utilizados para a caracterização dos revestimentos e do material base da ferramenta.

### 3.2.1. Estrutura cristalina

A identificação das fases cristalinas dos revestimentos foi feita por difração de raios-x. Os espectros foram adquiridos em modo rasante em que a fonte de raios-x é posicionada a um ângulo fixo de  $3^\circ$  em relação à superfície da amostra, sendo o recetor o componente que

se move. A aquisição do espectro foi realizada utilizando um passo de 0,025° com 3 segundos de aquisição para intervalo compreendido entre 20° e 80°.

### **3.2.2. Morfologia e composição química**

A morfologia e composição química dos revestimentos foram avaliadas com recurso a um microscópio de varrimento eletrónico, (*Scanning Electron Microscopy, SEM*) com espectroscopia dispersiva de energia, (*Energy Dispersive Spectroscopy, EDS*). As amostras de silício com os respetivos revestimentos, TiSiN e DLC, foram utilizadas para a obtenção da morfologia da secção transversal e da morfologia superficial dos revestimentos e uma amostra de WC foi utilizada para obtenção da morfologia superficial do material da ferramenta.

### **3.2.3. Dureza dos revestimentos e do WC**

A dureza dos revestimentos foi avaliada por nano indentação. O equipamento utilizado foi *MicroMaterials – NanoTest platform*. Este equipamento é um indentador do tipo Berkovich. Foi utilizada uma carga máxima de 10 mN e profundidade de indentação não superior a 1/10 da espessura do filme. A profundidade de indentação nunca deve ultrapassar este valor para não existir influência do substrato no valor de dureza obtido.

Para o WC foi utilizado um equipamento de medição de microdureza, HMV-G Shimadzu. O valor de dureza para cada material foi obtido por cálculo da média de 10 indentações.

### **3.2.4. Ensaio tribológico**

Foram realizados ensaios de desgaste num equipamento pino-disco de modo a avaliar o comportamento tribológico dos revestimentos produzidos e do material base das ferramentas (WC). As amostras utilizadas para avaliação da resistência ao desgaste foram discos de WC, previamente polidos, com e sem revestimentos.

Os ensaios tribológicos foram realizados a 3 temperaturas diferentes: temperatura ambiente (TA), 200°C e 400°C. As temperaturas de 200°C e 400°C foram selecionadas de acordo com as medições de temperatura máxima registadas nas soldaduras. A temperatura de 200°C corresponde à menor temperatura máxima atingida e a de 400°C corresponde à maior temperatura máxima atingida. Os testes de desgaste foram realizados usando uma

carga normal de 5N, raio de 4mm e velocidade de rotação de 238 rpm durante 3000 ciclos. O contracorpo utilizado para todos os testes foi uma esfera de alumínio. O resumo dos testes apresenta-se na Tabela 3.1. Durante os ensaios foi obtida a evolução do valor de coeficiente de atrito. Após os testes, os mecanismos de desgaste foram caracterizados em SEM. A cratera produzida no contracorpo foi também caracterizada no mesmo equipamento.

**Tabela 3.1.** Resumos dos ensaios tribológicos

Amostra	Nº de ciclos	Raio (m)	Temperatura (°C)	$\omega$ (rpm)	Carga (N)
DLC	3000	0,004	TA	238	5
DLC	3000	0,004	200	238	5
DLC	3000	0,004	400	238	5
TiSiN	3000	0,004	TA	238	5
TiSiN	3000	0,004	200	238	5
TiSiN	3000	0,004	400	238	5
WC	3000	0,004	TA	238	5
WC	3000	0,004	200	238	5
WC	3000	0,004	400	238	5

### 3.3. Procedimentos de soldadura

Nesta secção apresentam-se os processos e as técnicas experimentais utilizadas para produção e na caracterização das soldaduras estudadas no âmbito desta dissertação.

#### 3.3.1. Material base

O material base utilizado para realização dos testes de soldadura foi a liga de alumínio Al-Mg-Si 6082-T6. Este material apresenta uma tensão de cedência de 255 MPa e tensão de

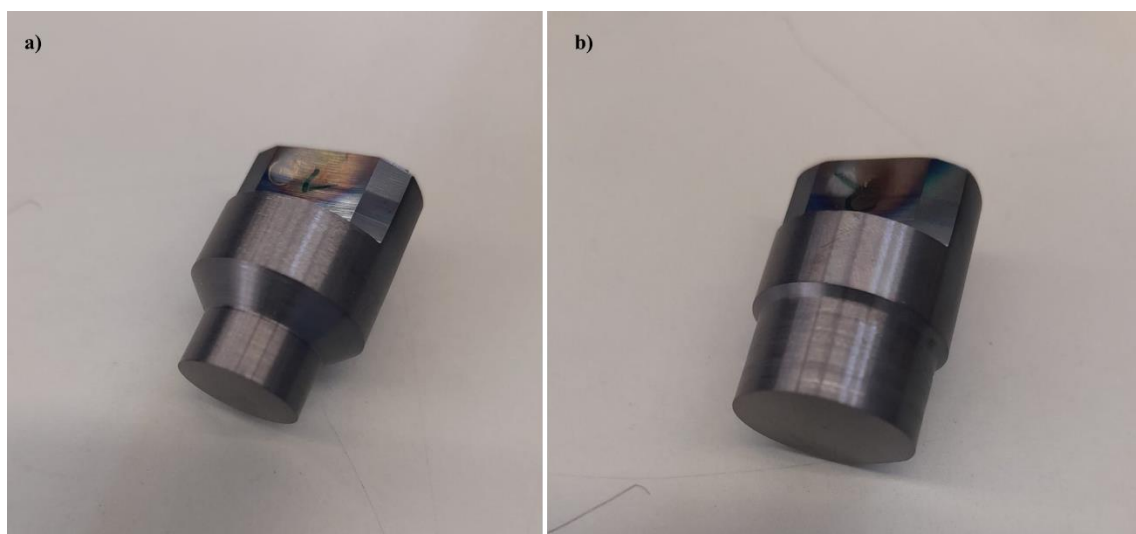
rotura de 290 MPa. Foram utilizadas chapas deste material com 10 mm de espessura. A composição química do material base está apresentada na Tabela 3.2.

**Tabela 3.2.** Composição química do material base

Elementos	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
% Peso	0,7-1,3	0-0,5	0-0,1	0,4-1	0,6-1,2	0-0,25	0-0,2	0-0,1	Resto

### 3.3.2. Ferramentas

As ferramentas utilizadas na produção das soldaduras, produzidas em carboneto de tungstênio (WC), apresentam uma geometria *pinless*, como se mostra na Figura 3.1. Para a realização do presente estudo foram utilizadas ferramentas sem revestimento, e com revestimento, sendo que estas últimas apresentam revestimentos TiSiN e DLC. De modo a facilitar a leitura do documento, daqui para a frente, tal como se descreve na Tabela 3.3, as ferramentas sem revestimento e com diâmetro 12 mm e 16 mm serão designadas por PL12(WC) e PL16(WC), respetivamente, as ferramentas revestidas com TiSiN e com diâmetro 12 mm e 16 mm serão designadas por PL12(TiSiN) e PL16(TiSiN), respetivamente, e, as ferramentas revestidas com DLC e com diâmetro de 12 mm e 16 mm serão designadas por PL12(DLC) e PL16(DLC), respetivamente.



**Figura 3.1.** Duas das ferramentas utilizadas: a) PL12(TiSiN) e b) PL16(TiSiN).

**Tabela 3.3.** Designação das ferramentas.

Revestimento	Diâmetro (mm)	Designação adotada
Nenhum	12	PL12 (WC)
	16	PL16(WC)
TiSiN	12	PL12 (TiSiN)
	16	PL16(TiSiN)
DLC	12	PL12(DLC)
	16	PL16(DLC)

### 3.3.3. Parâmetros de fabrico

Os parâmetros de processo considerados para o fabrico das soldaduras foram: velocidade de rotação da ferramenta ( $\omega$ ), profundidade de penetração ( $d_z$ ), tempo de penetração, e tempo de soldadura.

Durante o processo de soldadura o binário e a força axial aplicados na ferramenta foram sempre registados. Os ciclos térmicos foram também registados com recurso a uma câmara termográfica FLIR A655sc, seguindo os procedimentos descritos em [51, 52].

As soldaduras foram realizadas por FSSW na máquina MTS I-STIR PDS que é dedicada ao processo FSW e na qual o controlo é feito por posição. Foram utilizadas duas velocidades de rotação 660 rpm e 1500 rpm e dois diâmetros de ferramenta 12 e 16mm. A profundidade de penetração foi de 0,5 mm, o tempo de penetração e o tempo de soldadura foram de 4 e 30s, respetivamente, para todas as soldaduras. Na Tabela 3.4 estão resumidos os parâmetros do processo utilizados para cada uma das soldaduras.

Pela observação da Tabela 3.4 pode-se verificar que as soldaduras 1 e 2 foram realizadas com a mesma ferramenta, uma PL12 (WC) e as soldaduras 7 e 8 também foram realizadas com a mesma ferramenta, uma PL16(WC). Todas as outras soldaduras foram realizadas com ferramentas utilizadas apenas uma vez. As ferramentas foram utilizadas

apenas uma vez de modo a poder avaliar corretamente o efeito do revestimento. Se fossem utilizadas mais do que uma vez o material aderido à ferramenta iria alterar o contacto entre ferramenta e material base comprometendo a correta avaliação do efeito do revestimento nos ciclos de temperatura, binário e força axial.

**Tabela 3.4.** Parâmetros utilizados em cada soldadura.

Número da soldadura	Material base	Ferramenta	$\omega$ (rpm)	$d_z$ (mm)	Tempo de penetração (s)	Tempo de Soldadura (s)
1	6082-T6	PL12(WC)	660	0,5	4	30
2			1500			
3		PL12(TiSiN)	660			
4		PL12(TiSiN)	1500			
5		PL12(DLC)	660			
6		PL12(DLC)	1500			
7		PL16(WC)	660			
8			1500			
9		PL16(TiSiN)	660			
10		PL16(TiSiN)	1500			
11		PL16(DLC)	660			
12		PL16(DLC)	1500			

### 3.4. Pós-processamento das soldaduras

Após a obtenção das soldaduras procedeu-se ao seccionamento das mesmas de modo a observar a secção transversal. De seguida todas as amostras foram colocadas em resina e posteriormente polidas de acordo com os procedimentos convencionais de metalografia. De forma a revelar a morfologia das diferentes regiões microestruturais da soldadura, as

amostras de soldadura foram atacadas com Pooulton modificado tal como descrito em [53]. Para observação e registo da macro e microestrutura foi utilizado um microscópio ótico Leica DM4000 M LED.

A heterogeneidade de propriedades mecânicas ao longo da secção transversal foi ainda aferida através da realização de perfis de dureza Vickers na direção da espessura das amostras com recurso ao equipamento Shimadzu HMV-G.



## 4. DISCUSSÃO DE RESULTADOS

### 4.1. Composição química e dureza dos revestimentos e substrato

**Tabela 4.1.** Propriedades mecânicas e composição química dos revestimentos e do substrato

	<b>Dureza (GPa)</b>	<b>Composição química (%at)</b>
<b>TiSiN</b>	32 ± 2	N-52,45 Si-10,56 Ti-36,99
<b>DLC</b>	34±1	C-95,99 O-0,53 Ar-3,48
<b>WC</b>	16±2	C- 48,59 O-5,92 Co-1,44 W-44,05

Por análise da Tabela 4.1 conclui-se que o WC apresenta o menor valor de dureza dos três materiais. Quanto aos revestimentos estes apresentam valores de dureza muito semelhantes sendo a do DLC ligeiramente superior.

Os valores de dureza de filmes TiSiN reportados na literatura, nomeadamente por [44,45], são 22GPa e 27GPa, respetivamente. Estes valores são menores que aquele obtido neste trabalho 32 GPa. Como referido no capítulo anterior, os parâmetros de deposição utilizados foram otimizados de tal forma que o filme é depositado com uma estrutura nanocomposita que contribui para os valores mais elevados de dureza. Por outro lado, a utilização de uma fonte HiPIMS promove uma maior mobilidade das partículas ao chegar ao substrato o que implica uma estrutura de filme mais compacta. Estes fatores são responsáveis pelo valor de 32 GPa de dureza

Quanto ao DLC o valor de dureza obtido é 34 GPa. Um dos aspetos que mais influencia a dureza de filmes DLC é a quantidade de ligações do tipo sp<sup>3</sup>, quanto mais ligações deste tipo existirem maior é a dureza como demonstrado por[54, 55]. Estas ligações precisam de muita energia para serem formadas. Como foi utilizado um processo de deposição

convencional para a deposição do DLC, o DCMS (*Direct Current Magnetron Sputtering*) é de esperar que a quantidade de ligações sp<sup>3</sup> seja menor que aquela observada para outras técnicas de deposição. Segundo [56] a gama de ligações do tipo sp<sup>3</sup> para o carbono não hidrogenado a-C é de 20% a 40 % aproximadamente. Já para o carbono não hidrogenado de estrutura tetraédrica (ta-C), a gama de ligações sp<sup>3</sup> é aproximadamente, segundo [56, 57], de 60% a 90%. Os autores em [58] reportam valores de dureza de 30 GPa para uma percentagem de ligações sp<sup>3</sup> de cerca de 85%. Seria de esperar que o valor de dureza obtido no presente trabalho fosse menor que 30 GPa visto que a percentagem de ligações sp<sup>3</sup> espera-se ser menor, no entanto o valor de dureza é 32GPa, assim uma possível explicação para isto é a existência de tensões residuais de compressão que surgiram durante a deposição do filme, estas tensões causam um aumento de dureza.

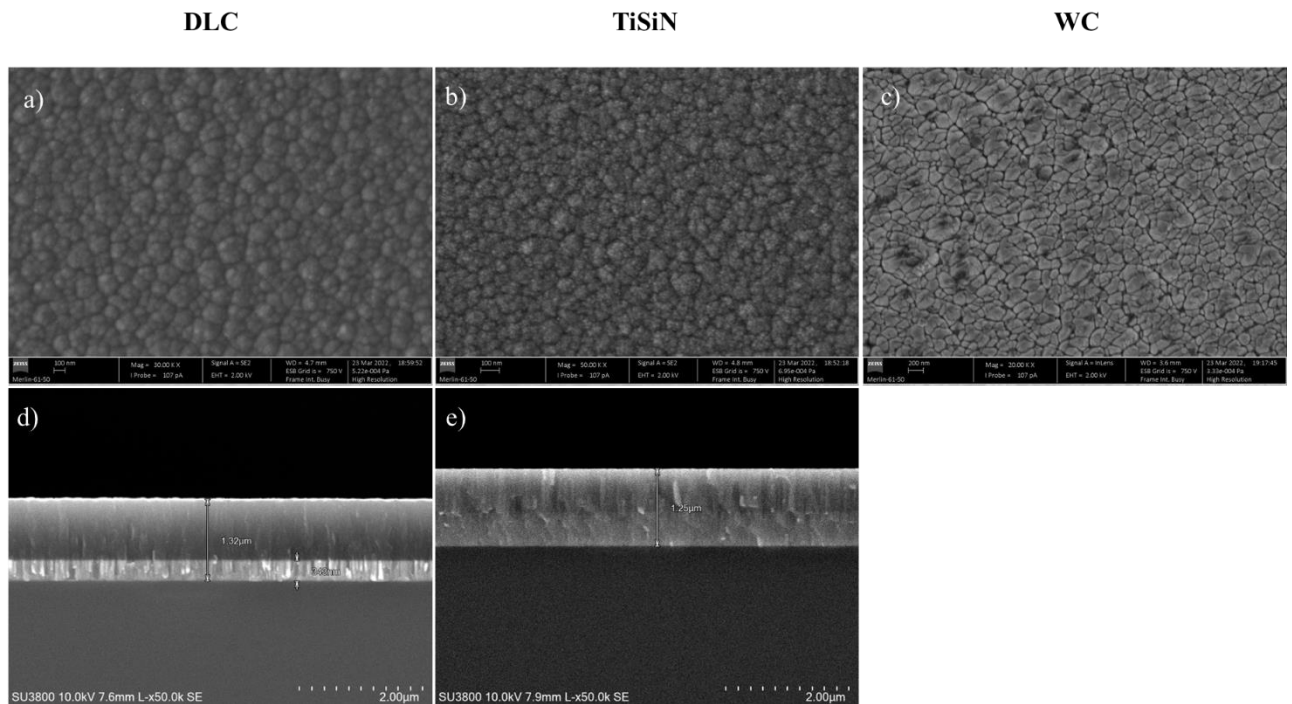
Quanto à composição química do TiSiN, observa-se que a razão (Ti+Si)/N é ligeiramente inferior a 1 ou seja não é exatamente estequiométrica. No caso do DLC como esperado o elemento dominante é o carbono com a presença de oxigénio e árgon. No WC existe estequiometria entre W e C que são os elementos dominantes deste material, verifica-se a presença de algum oxigénio e cobalto que é o elemento aglomerante do WC.

## 4.2. Morfologia dos revestimentos

A Figura 4.1 apresenta a morfologia em secção transversal e superficial dos revestimentos e morfologia superficial do WC. Na secção transversal dos revestimentos podem ser observadas 3 zonas distintas. O substrato de silício onde foi depositado o revestimento, a inter-camada de Cr que apresenta uma estrutura colunar compacta e por último a camada final do DLC ou TiSiN, que também apresenta uma estrutura colunar.

No revestimento TiSiN a inter-camada apresenta uma espessura de cerca de metade da espessura total do revestimento, quanto ao revestimento DLC a inter-camada deste apresenta um valor de espessura de um terço do valor total de espessura do revestimento. Estas diferenças de espessura são propositadas para se conseguir uma boa adesão do revestimento ao substrato. Esta otimização foi feita anteriormente por investigadores do CEMMPRE. Salienta-se ainda que a distinção entre as camadas constituintes do revestimento é mais

difícil no caso do revestimento TiSiN, do que no DLC, isto verifica-se devido à diferença nos valores de massa atômica dos elementos presentes nos revestimentos.



**Figura 4.1.** Morfologia da, a) superfície do DLC, b) superfície do TiSiN, c) superfície do WC, d) secção transversal do DLC, e) secção transversal do TiSiN.

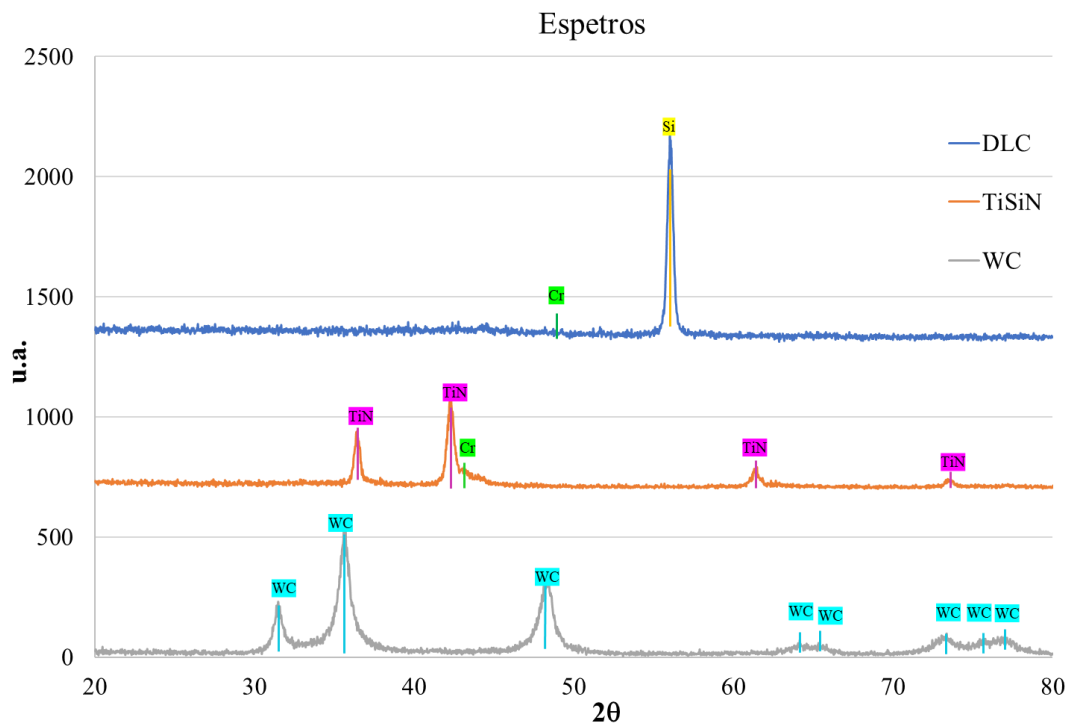
### 4.3. Estrutura cristalina dos revestimentos

Os espectros de difração raios-x dos revestimentos e do material base apresentam-se na Figura 4.2. As únicas fases que podem ser indexadas ao espectro de difração do revestimento DLC são o silício e o crómio. Estas fases correspondem a sinais do substrato e intercamada, respetivamente. Tal como esperado, não existem picos de difração da fase de carbono devido ao seu caráter amorfo, tal como reportado na literatura [59].

No caso do revestimento TiSiN, os picos de difração podem ser indexados a uma fase cúbica de faces centradas do tipo TiN. À semelhança do que foi observado para o DLC verifica-se também a presença de crómio correspondente ao sinal da intercamada. Neste espectro não pode ser indexada nenhuma fase do tipo Si-N ao espectro de difração visto que é uma fase amorfa tal como reportado na literatura [60–62]. De facto, tal como observado por [63] as condições descritas no procedimento experimental permitem produzir revestimento

TiSiN com estrutura nanocomposita, constituída por grãos de TiN e uma matriz Si-N. Apesar da temperatura de deposição ser baixa ( $< 150^{\circ}\text{C}$ ) o nível de ionização promovido pela fonte HiPIMS permite aumentar a mobilidade das espécies depositadas e consequentemente promover a segregação das duas fases. No entanto a presença de Si em solução sólida na rede TiN não deve ser desconsiderada [50].

Quanto ao material de base como esperado pode indexar-se a fase carboneto de tungstênio (WC) a mais dominante na microestrutura. Apesar da composição química indicar a presença de Co, este não é detetado por difração de raios-x devido à sua baixa concentração.



**Figura 4.2.** Espectros de difração raios-x dos revestimentos e do WC.

---

## 4.4. Comportamento tribológico dos revestimentos

### 4.4.1. Coeficiente de atrito

As evoluções do coeficiente de atrito dos revestimentos e do material de que é feita a ferramenta (WC) em função da distância de deslizamento mostram-se na Figura 4.3.

Nos testes realizados à temperatura ambiente observa-se uma clara diferença entre os coeficientes de atrito dos diferentes revestimentos/materiais. Para o carboneto de tungsténio o valor de coeficiente de atrito é de aproximadamente 0,9. No caso do TiSiN o valor do coeficiente de atrito é cerca de 0,7, o que corrobora os valores apresentados no estado da arte para condições de teste e composição química do filme semelhantes [46]. Por último o DLC, como esperado, apresenta o menor valor de coeficiente de atrito dos 3 revestimentos/materiais com valores que não ultrapassam 0,2. Este baixo coeficiente de atrito deve-se à formação de uma tribocamada de grafite no contacto que protege a superfície do material a testar do desgaste e ao mesmo tempo contribui para o baixo atrito [59].

Nos ensaios realizados a 200°C não se verifica uma alteração significativa no valor do coeficiente de atrito para o carboneto de tungsténio em relação ao ensaio realizado à temperatura ambiente. No caso do TiSiN o valor do coeficiente de atrito na fase estável é de 0,5, já para o DLC os valores do coeficiente de atrito mantêm-se abaixo de 0,1 até uma distância percorrida de 30 m. Para o último, no fim do ensaio são atingidos valores de coeficiente de atrito de cerca de 0,25.

Por fim quanto aos ensaios realizados a uma temperatura de 400°C conseguimos verificar que os valores de coeficiente de atrito dos diferentes materiais são muito semelhantes, (cerca de 0,5), apesar do carboneto de tungsténio apresentar um valor um pouco superior. Além disso no caso do WC observam-se ondulações no coeficiente de atrito.

As diferenças nos valores de coeficiente apresentados para os diferentes revestimentos/materiais e condições de ensaio estão diretamente relacionadas com os mecanismos de desgaste observados em cada um dos casos. Os mecanismos de desgaste e a sua relação com o coeficiente de atrito serão discutidos na próxima secção.

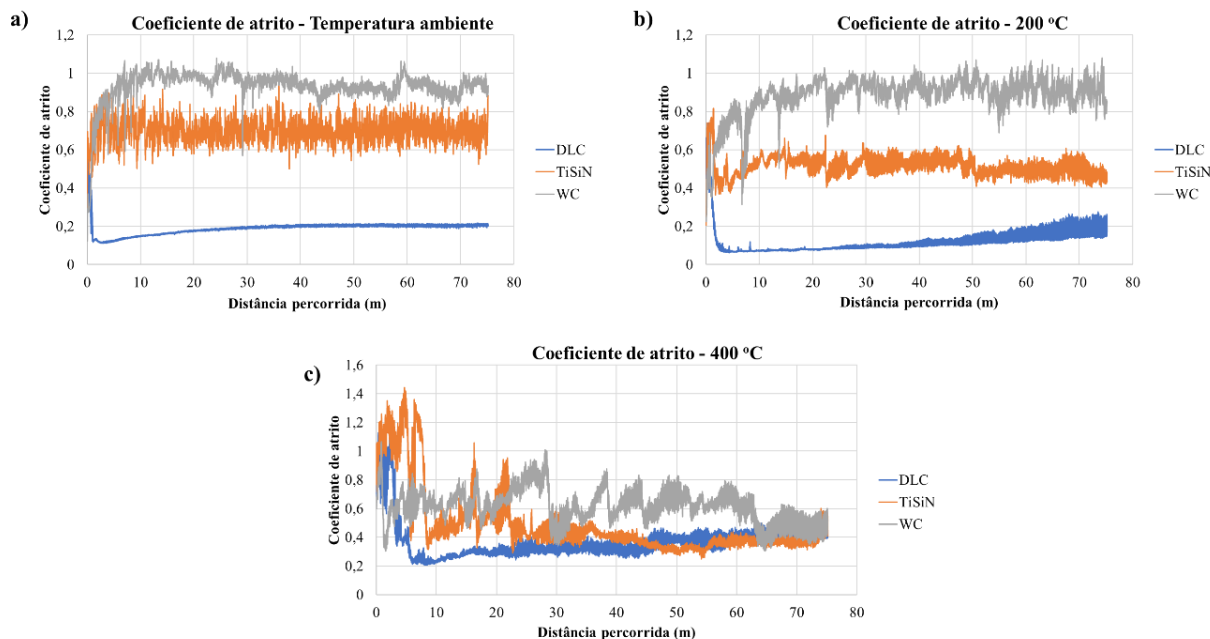


Figura 4.3. Coeficiente de atrito em função da distância de deslizamento para: a) temperatura ambiente, b) 200°C e c) 400°C.

#### 4.4.2. Resistência ao desgaste e caracterização dos mecanismos de desgaste

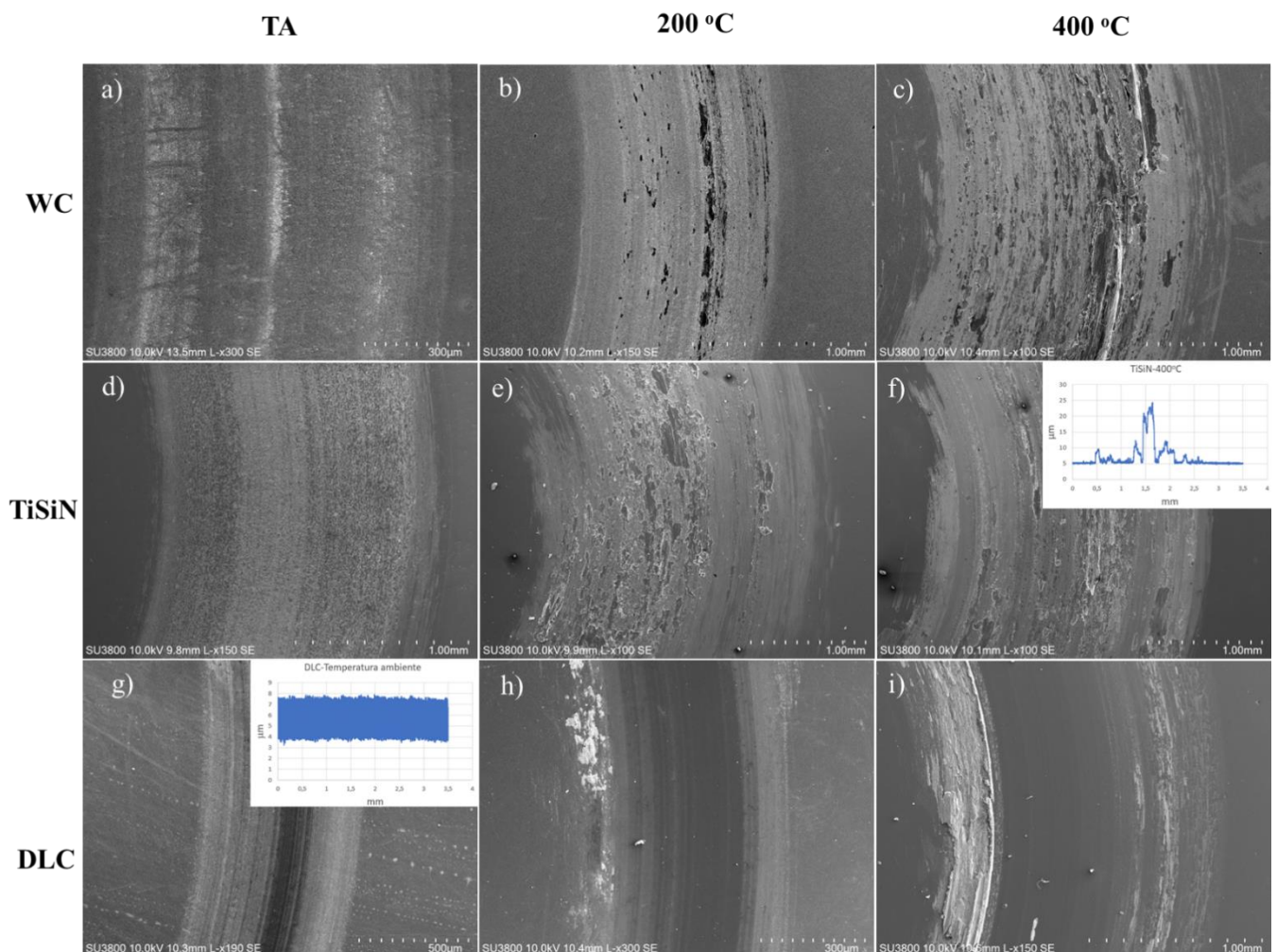
Na Figura 4.4 estão apresentadas as imagens SEM das pistas de desgaste obtidas após a realização dos ensaios pino-disco às diferentes temperaturas. À temperatura ambiente, o mecanismo de desgaste observado para o WC é polimento. As análises de composição química (EDS) realizadas à pista permitem observar a presença de oxigénio o que é indicador da existência de óxido de alumínio e/ou óxido de tungsténio. O óxido de alumínio é formado devido á transferência de material, proveniente do contracorpo, para a amostra. Devido ao movimento da bola sobre a superfície e ao conseqüente calor gerado no contacto as partículas de alumínio oxidam e assim é formado óxido de alumínio. O óxido de W é formado pela oxidação do tungsténio existente na amostra também devido ao contacto entre o contracorpo e a amostra testada. No caso do TiSiN o mecanismo de desgaste observado é adesão. Por EDS verifica-se mais uma vez a presença de óxidos de alumínio em maior quantidade que no caso do WC. As imagens da Figura 4.5 mostram as crateras observadas nas esferas após os ensaios. Nos ensaios realizados à temperatura ambiente, a esfera com maior desgaste

verificou-se para o revestimento TiSiN. Isto deve-se à maior presença de material duro (óxido de alumínio) aderido na pista de desgaste que leva a um maior desgaste do contracorpo. Por último para o DLC conseguem-se observar riscos contínuos na pista causados pelo deslizamento de partículas que são pressionadas contra a amostra, assim o mecanismo de desgaste neste caso é abrasão. A cratera da esfera utilizada no DLC tem muito menor dimensão que as outras duas, isto deve-se à formação de uma tribocamada de grafite na interface que protege tanto a esfera como o revestimento e é responsável pelo baixo atrito observado para o DLC. O perfil 2 D da pista obtida no ensaio para o DLC indica que não existe desgaste do filme nem adesão do alumínio à pista de desgaste.

No caso dos ensaios realizados a 200°C a pista do WC, mais uma vez demonstra a presença de óxidos de alumínio e tungstênio, aderidos à amostra, mas em maior quantidade que no ensaio realizado a TA. No caso do TiSiN verifica-se a presença de aglomerações de óxido de alumínio aderidas à superfície da amostra. Novamente, para 200°C a esfera utilizada no TiSiN apresenta o maior desgaste das 3. Quanto ao DLC verifica-se a presença de material aderido de cor clara apenas nas extremidades da pista de desgaste. Por EDS confirma-se que se trata de óxido de alumínio.

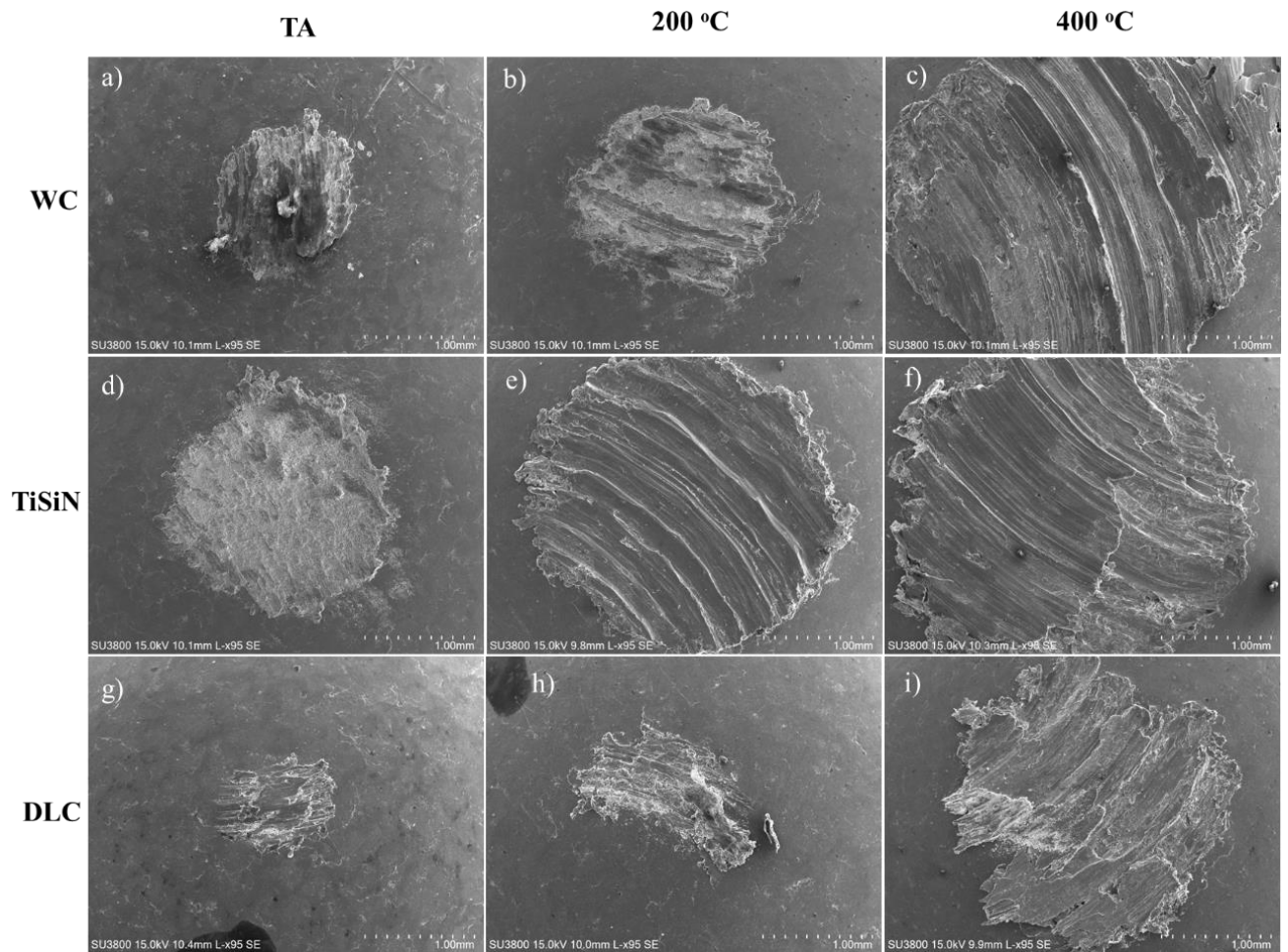
Por último para os ensaios realizados a 400°C, na pista do WC é possível observar grandes aglomerações de material aderido que por EDS confirma-se ser mais uma vez ser óxido de alumínio. No caso do TiSiN, à semelhança do que acontece no WC também existem grandes aglomerações de óxidos de alumínio que adere à pista devido à elevada temperatura a que o ensaio é feito e baixo ponto de fusão do alumínio. O perfil 2D, na Figura 4.4f), da pista obtida no ensaio a 400°C para o TiSiN confirma a adesão de alumínio à amostra. Por último no DLC mais uma observa-se claramente a presença de óxidos de alumínio na extremidade da pista. Salienta-se ainda a presença de carbono e algum cromo na esfera. A presença do carbono na esfera indica transferência de material do revestimento para o contracorpo. Por outro lado, a presença de cromo apenas pode ser proveniente da intercâmara do filme. Isto confirma que houve transferência do material do revestimento para a superfície do contracorpo a 400°C. Nos ensaios realizados a 400°C é possível verificar por análise da Figura 4.5, que a quantidade de material perdido pela esfera é muito maior que nos ensaios a outras temperaturas. Para além disso a diferença de dimensões das crateras é muito menor que nos ensaios a TA e 200°C, isto é, a quantidade de alumínio transferida da esfera para a pista, a 400°C, é semelhante para o WC e TiSiN e ligeiramente menor para o

DLC devido à tribocamada que protege a esfera. É transferido muito material devido ao amaciamento severo a altas temperaturas do alumínio, que como se sabe tem baixo ponto de fusão. A quantidade de alumínio transferido para a pista é tão grande que a partir dum certo momento o contacto é regido entre alumínio/óxido de alumínio aderido à pista de desgaste contra alumínio do contracorpo em vez de alumínio contra o material do revestimento. Por este motivo é que nos ensaios a 400°C o coeficiente de atrito registado para os 3 materiais é muito semelhante.



**Figura 4.4.** Pistas de desgaste a TA de: a)WC, d)TiSiN, g)DLC, a 200oC de: b) WC, e) TiSiN, h) DLC, a 400oC de c) WC, f) TiSiN, i) DLC.



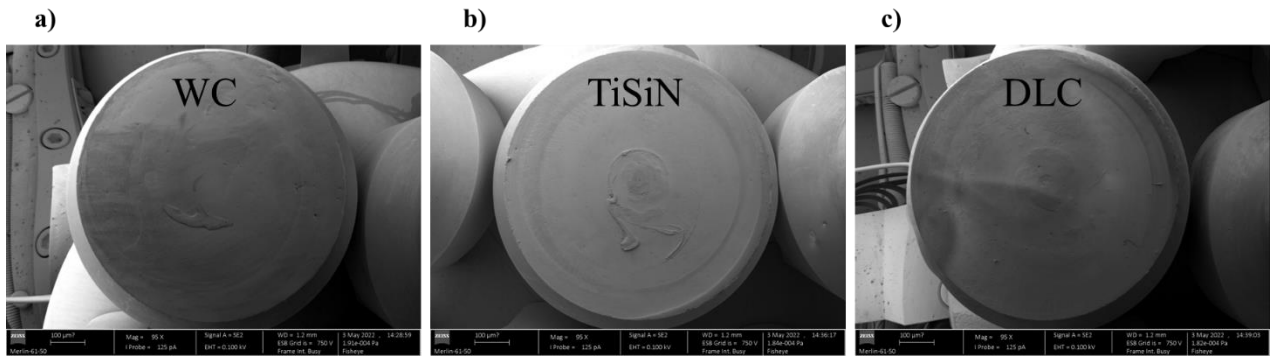


**Figura 4.5.** Crateras das esferas utilizadas: a TA para: a) WC, d) TiSiN, g) DLC, a 200°C para: b) WC, e) TiSiN, h) DLC, e a 400°C para c) WC, f) TiSiN, i) DLC.

## 4.5. Caracterização das ferramentas após soldadura

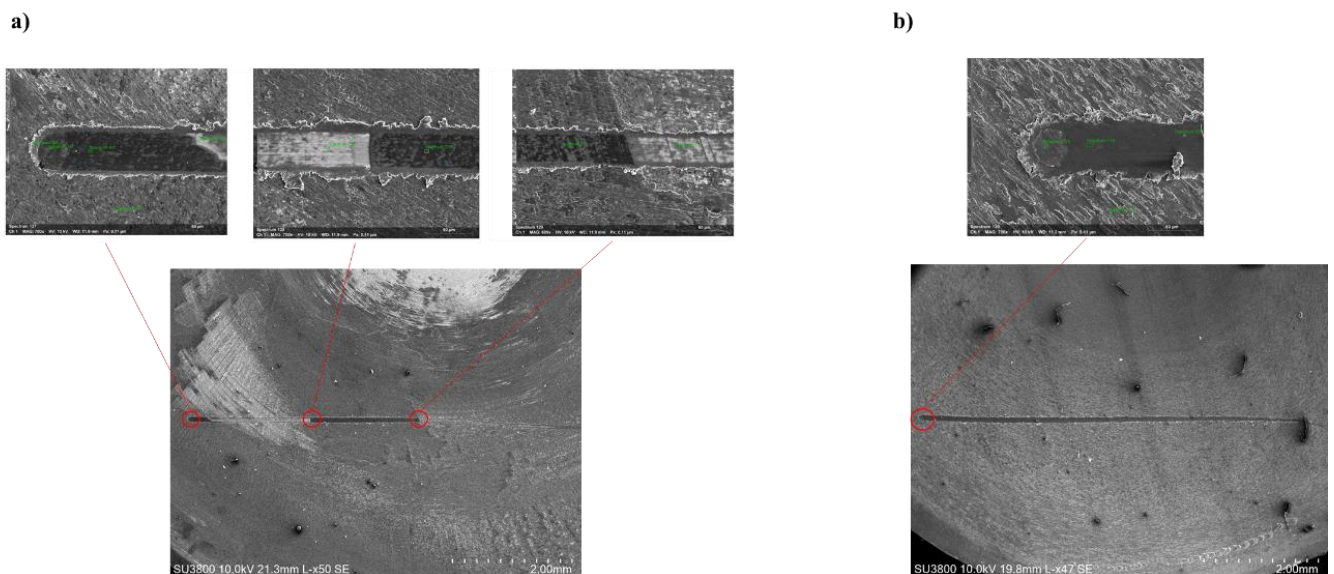
As superfícies das ferramentas após soldadura foram caracterizadas em SEM para verificar se existiu adesão de MB à ferramenta e se o filme delaminou.

As Figura 4.6 a), b) e c) mostram o aspeto de diferentes ferramentas, PL12(WC), PL12(TiSiN) e PL12(DLC), respetivamente, utilizadas para obtenção das soldaduras com velocidade de rotação de 660rpm que são representativas dos grupos de soldaduras obtidas com mesmo diâmetro de ferramenta e mesma velocidade de rotação. Como se pode observar verifica-se a presença de material aderido em todas as ferramentas. De acordo com as análises EDS este material corresponde na maioria a alumínio e alumínio oxidado transferido para a ferramenta. Portanto, tal como observado nos ensaios tribológicos, o contacto durante a soldadura parece ser realizado entre o material aderido às ferramentas e o material base.



**Figura 4.6.** Superfície das ferramentas: a) PL12, b) PL12(TiSiN), c) PL12(DLC) após soldadura.

De forma a verificar se o revestimento permanece na ferramenta após as soldaduras, foram realizadas indentações de carga deslizante com incremento de carga às ferramentas PL16(DLC) e PL16(TiSiN) utilizadas para as soldaduras realizadas com velocidade de rotação de 1500 rpm. A Figura 4.7 mostra claramente que para a ferramenta revestida com TiSiN, o revestimento permanece intacto. No caso da ferramenta revestida de DLC é observada uma delaminação do filme em determinadas zonas. De facto, a indentação permite identificar duas zonas distintas, uma clara e uma mais escura. De acordo com as análises EDS na zona mais clara só há substrato e na zona mais escura há revestimento.



**Figura 4.7.** Indentações de carga deslizante realizada à ferramenta: a) PL16(DLC) e b) PL16(TiSiN).

#### 4.6. Análise dos dados do processo.

Na Figura 4.8 está um exemplo da evolução do torque, temperatura e força axial durante processo de soldadura. Inicialmente o torque, temperatura e força axial crescem acentuadamente devido à variação brusca de condições termomecânicas associadas à fase de penetração. Ao atingir a profundidade de penetração desejada, no ponto (a), atingem-se também os valores de binário e força axial máximos e o processo transita para a fase de soldadura. Nesta fase a temperatura começa a estabilizar e tanto o binário, como a força axial começam por decrescer até atingirem valores estáveis, no ponto (b). De seguida, no ponto (c), segue-se a retração em que a ferramenta se afasta da chapa. Desta forma, nesta secção vão ser analisados os valores máximos, que para o caso do binário e força axial ocorrem no fim da fase de penetração, e os valores médios que mais uma vez para o caso do binário e força axial ocorrem desde o momento em que o processo estabiliza até ao fim.

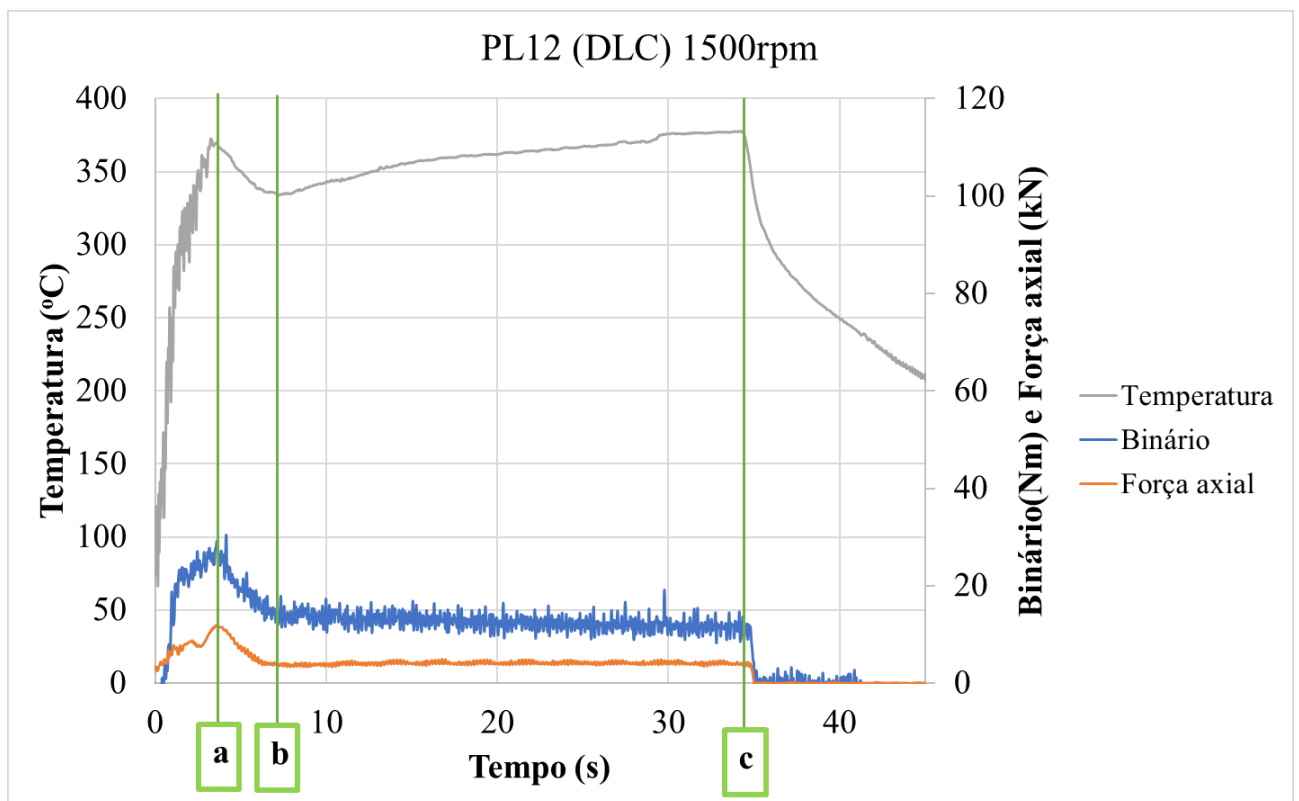


Figura 4.8. Evolução de binário, temperatura e força axial durante o processo.

#### 4.6.1. Influência do diâmetro da ferramenta

Nas Figuras 4.9, 4.10 e 4.11 estão representados os valores de temperatura, binário e força axial, máximos e médios, para diferentes velocidades de rotação, diâmetros de ferramenta e revestimentos. Nos gráficos encontram-se ainda representadas linhas representativas da evolução destas grandezas para uma dada velocidade de rotação ou diâmetro de ferramenta. As extremidades destas linhas situam-se no valor médio dos valores obtidos para os três revestimentos.

Observando a Figura 4.9 verifica-se que para a mesma velocidade de rotação e mesmo revestimento, tanto a temperatura máxima (Figura 4.9a) como a média (Figura 4.9b), registadas durante o processo aumentam com o aumento do diâmetro da ferramenta. De facto, tendo em conta que a maior parte do calor é gerado pelo atrito entre a ferramenta e a chapa, o aumento da área de contacto entre a ferramenta e a chapa, por intermédio do aumento do diâmetro, implica uma maior geração de calor, o que resulta em temperaturas mais elevadas tal como demonstrado por [27]. Porém este aumento é mais evidente quando se analisa a temperatura máxima, tratar-se-á de um valor momentâneo e não de um valor estabilizado como aquele que se está a contabilizar aquando da análise da temperatura média.

Quanto ao valor do binário, na Figura 4.10, observa-se um aumento com o aumento do diâmetro da ferramenta para velocidades de rotação constantes independentemente de se considerarem valores máximos ou médios. Neste caso, o aumento da área de contacto entre ferramenta e chapa leva a um maior valor de binário devido ao aumento da quantidade de material a ser movimentado pela ferramenta, traduzindo-se num incremento das forças de atrito a ser vencidas pela ferramenta. Este resultado é consensual com o que foi reportado por [27, 28]. Porém é também visível alguma discrepância existente no gráfico de valores de binário médio (Figura 4.11b) no que diz respeito à diferença de inclinação das curvas correspondentes às velocidades de 660rpm e 1500rpm. De facto, a sensibilidade do valor de binário à dimensão do diâmetro da ferramenta para velocidades de rotação superiores aparenta ser inferior, ou seja, para condições com grande geração de calor

À semelhança do que acontece com a temperatura e o binário, é possível verificar que a força axial máxima aumenta com o aumento de diâmetro de ferramenta. Este resultado é também confirmado na literatura por [27, 64]. Mais uma vez, com uma maior área de

contacto maior é o esforço exigido à ferramenta ao penetrar o material durante o processo. Porém, mais evidente que no binário, como se pode observar na Figura 4.11b), para 1500rpm, existe inclusive um aparente decréscimo do valor médio da força axial com o aumento do diâmetro de ferramenta. Esta tendência poderá mais uma vez ser atribuída às particularidades resultantes de calor excessivo gerado durante o processo que poderá ter alterado as condições de contacto para esta condição de soldadura.

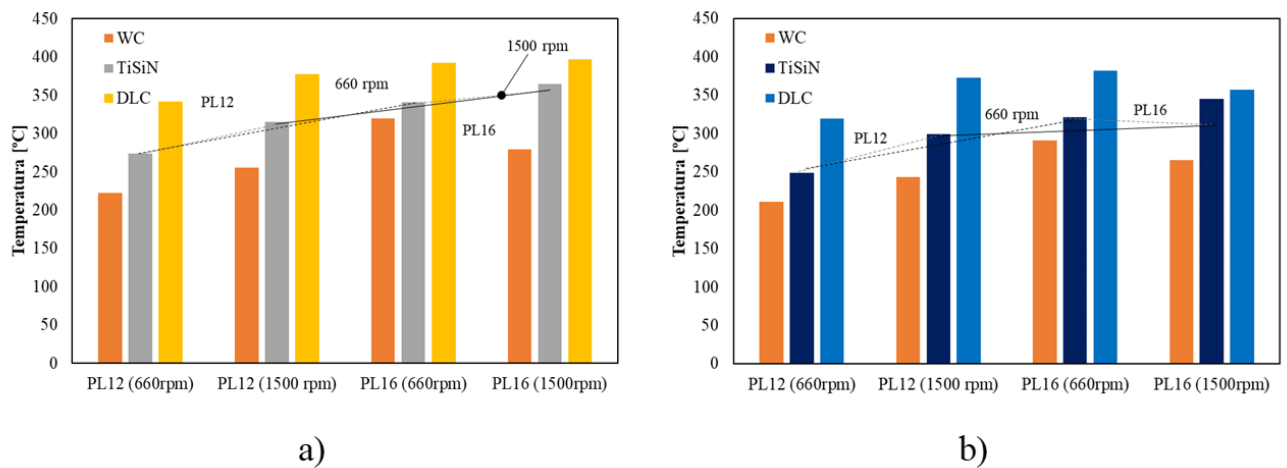


Figura 4.9. Resumo dos valores de temperatura: a) máximos, b) médios.

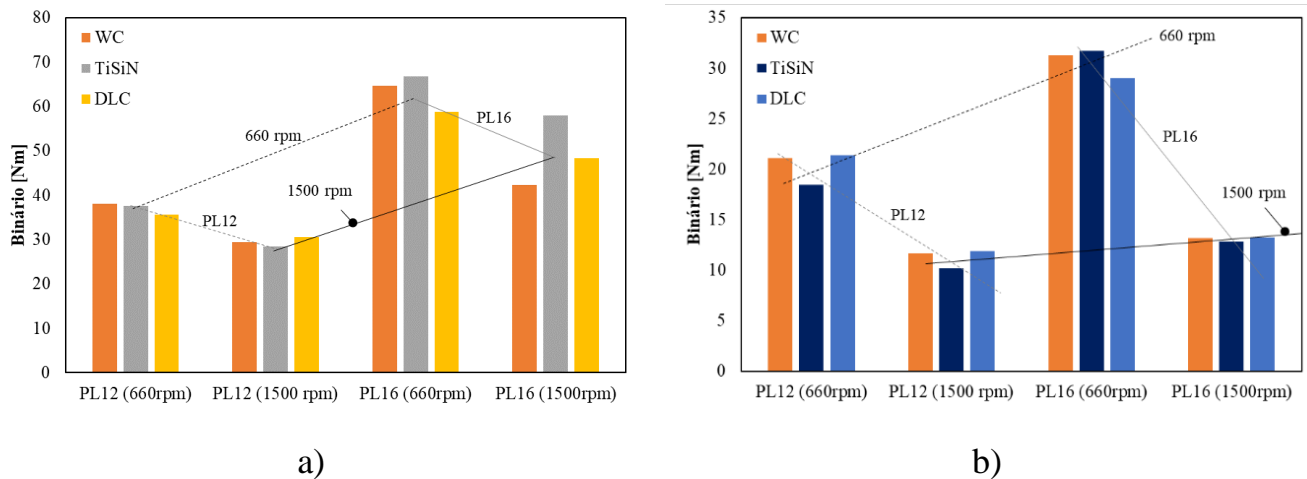


Figura 4.10. Resumo dos valores de binário: a) máximos, b) médios.

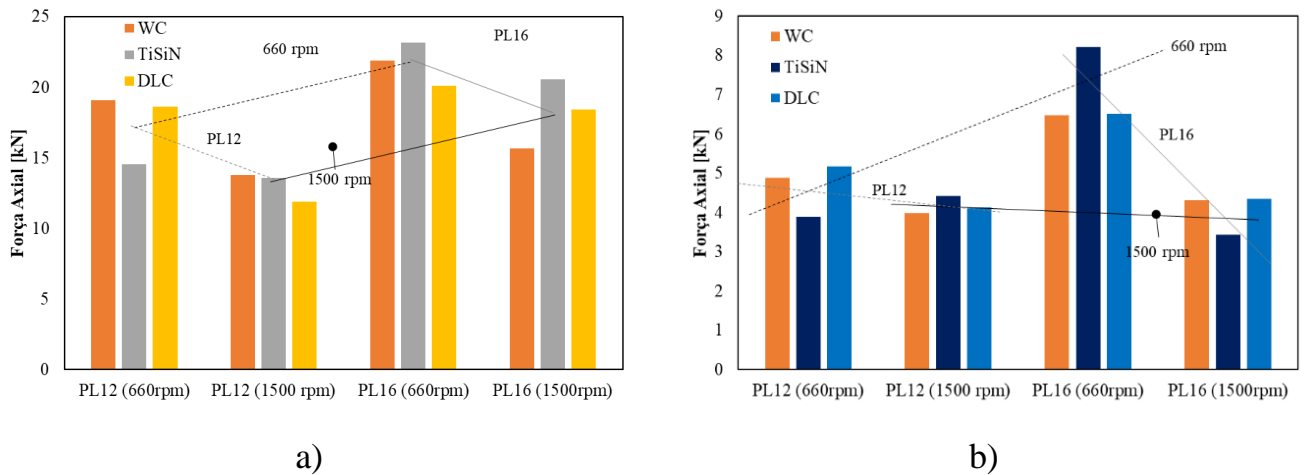


Figura 4.11. Resumo dos valores de força axial: a) máximos, b) médios.

#### 4.6.2. Influência da velocidade de rotação da ferramenta

Nas Figuras 4.9, 4.10 e 4.11 podemos também observar a influência que a velocidade de rotação tem nos valores de temperatura, binário e força axial registados.

Quanto à temperatura, tanto máxima como média, verifica-se que este valor aumenta com o aumento da velocidade de rotação para o mesmo revestimento e diâmetro de ferramenta, o que se encontra mais uma de acordo com a literatura da especialidade [31, 32, 65]. De facto, devido ao efeito do atrito entre ferramenta e o material, o uso de uma maior velocidade de rotação implica uma maior geração de calor que por sua vez é responsável pelo aumento das temperaturas atingidas durante o ciclo térmico da soldadura.

O binário comporta-se de forma diferente. Tanto o valor de binário máximo (Figura 4.10a) como o valor de binário médio (Figura 4.10b) diminuem com o aumento da velocidade de rotação o que confirma aquilo reportado por [28, 31, 32]. Com maior velocidade de rotação o calor gerado e temperatura são maiores, fazendo com que o material base nas imediações da ferramenta amacie e seja necessário cada vez menos esforço por parte da ferramenta para contrariar a resistência oferecida pelo material para ser arrastado.

Nas Figura 4.11a) e b), pode observar-se que a força axial a que a ferramenta está sujeita tem um comportamento semelhante ao do binário, isto é, diminui com o aumento da

velocidade de rotação. Mais uma vez o facto de o material estar mais macio implica que o esforço necessário para vencer a resistência que este oferece seja menor.

Como já foi referido, dentro das tendências globais observadas até ao momento existem particularidades que demonstram a elevada relevância da velocidade de rotação da ferramenta, nomeadamente a existência de um patamar para as condições favoráveis à maior geração de calor, isto é, maiores valores de velocidade de rotação e/ou diâmetro de ferramenta. Este fenómeno é bem conhecido dentro da comunidade científica e é atribuído a um mecanismo de autorregulação do próprio processo [66]. Este mecanismo, baseado na alternância de estado entre escorregamento e agarramento de material na interface da ferramenta em contacto com o material, permite que nas tecnologias de processamento/união de materiais no estado sólido com base no FSW, a temperatura de fusão nunca seja atingida durante o processo [9].

#### **4.6.3. Influência do revestimento**

Tendo em consideração a influência do revestimento nas condições de atrito e na interação da ferramenta com o material base, na Figura 4.12 estão representados os valores de temperatura em função dos diferentes revestimentos, para todas as condições de processamento testadas no presente trabalho. Observando a Figura 4.12 é possível aferir que, nas soldaduras realizadas com ferramentas revestidas de DLC foi onde se atingiram as maiores temperaturas independentemente da velocidade de rotação e diâmetro de ferramenta utilizados. Por outro lado, nas soldaduras produzidas com ferramentas sem revestimento (WC) foram registadas as menores temperaturas máximas. Dado que o coeficiente de atrito do DLC observado nos ensaios tribológicos é o menor, seria de esperar que as ferramentas revestidas com este material gerassem menos atrito e menos calor. No entanto, não é esse o comportamento que se observa. Uma possível explicação será que para além da geração de calor a dissipação do mesmo terá grande influência nos resultados observados. Para além do fenómeno de dissipação em FSW, estudado por vários autores [67, 68] neste a diferença na dissipação poderá estar também a ser influenciada pelas diferenças de condutividade térmica entre os materiais dos revestimentos.

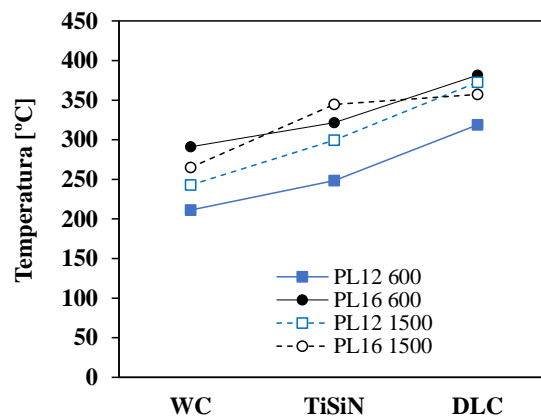


Figura 4.12. Temperatura máxima em função do revestimento.

Baseado na literatura, na Tabela 4.2, apresentam-se valores da condutividade térmica de diferentes materiais, com especial relevância para o presente trabalho. Porém, na inexistência de trabalhos com valores de condutividade térmica do revestimento TiSiN, considerando os valores apresentados por [69, 70], poder-se-á assumir que o valor da condutividade térmica do TiSiN se encontra entre 11 e 30 W/mK.

Tabela 4.2. Condutividade Térmica do Revestimento e material revestido.

Material	Referência	Condutividade Térmica [W/mK]
Carbono Amorfo Hidrogenado	[71]	0,1 a 2,5
DCL Hidrogenado	[72]	0,25 a 3,5
TiN	[69]	11
TiN	[70]	19,2
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	[70]	30
WC	[73]	90 a 140

Pelos valores descritos na Tabela 4.2 verificam-se diferenças importantes no valor de condutividade térmica dos diferentes materiais, i.e., desde 0,1 no DLC até 140 no material da ferramenta não revestida.

Na Figura 4.13 relacionam-se os valores de temperatura registados com os valores de condutividade térmica dos diferentes revestimentos e/ou materiais. Pela observação do



gráfico é evidente que quanto menor é a condutividade térmica do material/revestimento utilizado, maior foi a temperatura atingida durante o processo, para as mesmas condições de processo. No entanto esta variação é mais proeminente para valores de condutividade abaixo dos 20 W/mK. Ainda a reter que, à exceção da condição de processo extrema (PL16 e 1500rpm), existe uma ótima concordância no comportamento das curvas das restantes condições, demonstrando uma relação forte entre condutividade térmica e temperatura registada.

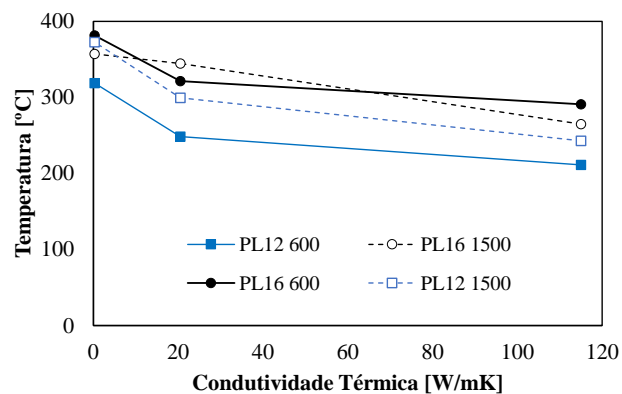


Figura 4.13. Relação entre condutividade térmica e temperatura.

Pela teoria, materiais com baixa condutividade térmica apresentam uma maior barreira à dissipação de calor, levando a que este não seja eficazmente escoado para longe da zona de contacto entre a ferramenta e o material, criando zonas de acumulação de calor com níveis de temperatura mais elevados.

Considerando a relação intrínseca entre temperatura e estado de amaciamento do material, assim como, com o binário registado ao longo do processo, na Figura 4.14 relaciona-se binário com o revestimento da ferramenta para diferentes condições de soldadura. Apesar de algumas diferenças, os valores de binário são coerentes entre si independentemente do revestimento utilizado. As alterações significativas de valor de binário médio verificam-se quando existem alterações da dimensão de ferramenta e/ou velocidade de rotação da mesma.

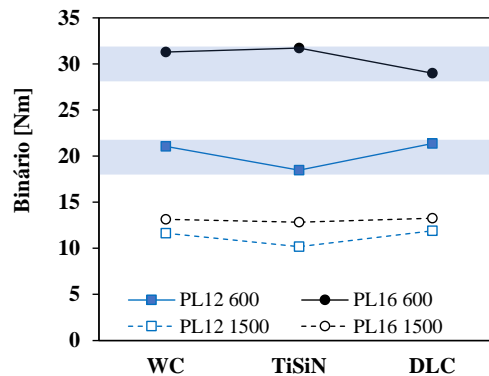


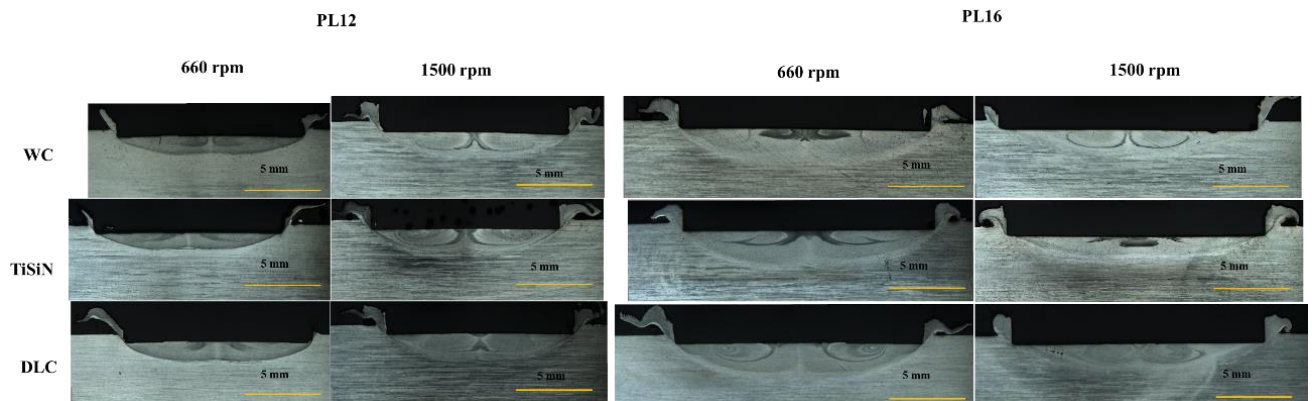
Figura 4.14. Binário médio registrado.

Os resultados mostram que apesar das tendências fortes do aumento da temperatura com o tipo de revestimento, o binário mantém-se tendencialmente inalterado, o que se apresenta como um aparente contrassenso, considerando todos os pontos que foram sendo discutidos ao longo deste documento.

Na Figura 4.15 mostram-se as secções transversais dos testes de soldadura realizados no âmbito desta dissertação de mestrado. Variações significativas na morfologia destas secções são indicadores fortes de alterações relevantes nas condições termomecânicas e, conseqüentemente, os dados de saída do processo como o binário também apresentarão variações. Através da figura verifica-se imediatamente que não existem alterações significativas das dimensões da Zona Afetada pelo Processo (ZAP) com a alteração do material do revestimento. Por outro lado, as alterações de dimensão ocorrem quando se muda o diâmetro da ferramenta de 12 para 16mm e a velocidade de rotação de 660 para 1500 rpm. Porém na condição extrema onde se usa a ferramenta de maior diâmetro e maior velocidade de rotação existe um decréscimo do tamanho da ZAP, qualquer que seja o revestimento, quando se compara com as secções transversais das soldaduras obtidas com ferramenta com mesmo diâmetro e revestimento, mas velocidade menor.

Este tipo de fenómeno é usualmente atribuído à deterioração das condições de contacto entre o material a ser soldado e a ferramenta ao longo do processo. Devido ao elevado amaciamento do material, resultado das condições propícias à geração de calor desproporcionada, a ferramenta deixa de ser capaz de agarrar e movimentar eficazmente o material [66]. Ainda de referir que os testes realizados a 1500 rpm apresentam ZAP com

dimensões da mesma ordem de grandeza o que vem corroborar a evolução de binário observada.



**Figura 4.15.** Secções transversais das soldaduras.

De modo a aferir a influência das condições de soldadura nas condições termomecânicas do processo, na Figura 4.16, mostra-se a evolução da microdureza Vickers (HV0.2), medida desde o centro do topo da soldadura em direção à espessura da chapa. Pela observação da figura pode-se primeiramente concluir que existe uma redução de dureza na ZAP para todas as condições ensaiadas. Sendo o material de base a liga AA6082-T6, envelhecida artificialmente, para a gama de temperaturas que se registaram durante o processo, houve lugar ao mecanismo de dissolução e re-precipitação, comum neste tipo de ligas, o qual afeta diretamente as propriedades finais da soldadura [74, 75].

Observando agora a Figura 4.16 a) é possível observar uma evolução contínua ao longo da espessura da ZAP, começando a aumentar a partir daí até valores do material de base. No entanto, como se pode verificar pelas Figura 4.16 b) e c), para as condições PL12 1500 e PL16 660 rpm, na superfície aparenta haver maiores valores dureza, existindo uma descida posterior até um valor mínimo na interface da ZAP com a Zona Afetada pelo Calor (ZAC), semelhante aquele que se verificou na condição PL12 660. A partir deste os valores de dureza começam a subir até valores de material base. Em qualquer dos casos, não havendo movimento de material nesta região, esta evolução poder-se-á atribuir unicamente ao processo de envelhecimento por precipitação devido ao ciclo térmico registado durante o processo.

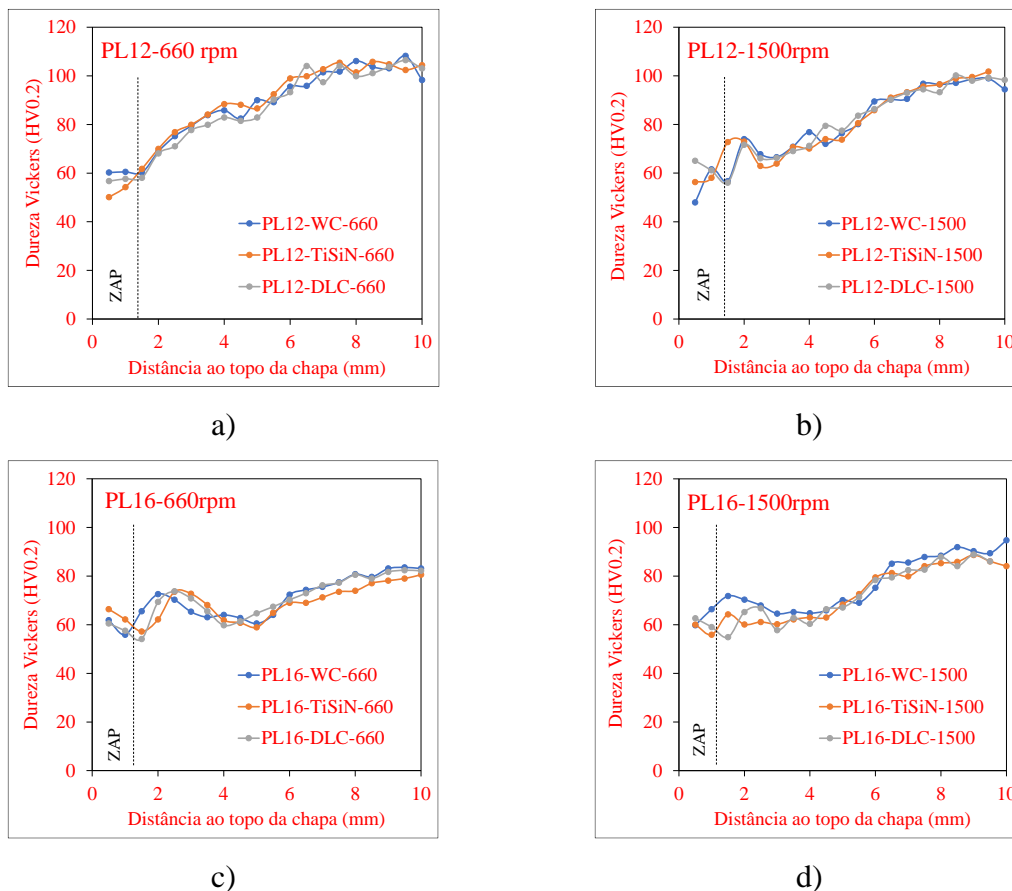


Figura 4.16. Perfis de dureza.

Os perfis da condição PL16 1500 apresentam alguma dispersão por se tratar de uma condição extrema e como tal, as inconsistências das condições termomecânicas irão promover diferenças no ciclo térmico que poderão causar as diferenças observáveis no gráfico da Figura 4.16 d). Apesar deste facto, poder-se-á considerar que o perfil de dureza não sofre influencia do tipo de revestimento de ferramenta utilizado.

Na Figura 4.17, a título de exemplo, juntam-se os perfis de dureza correspondentes ao revestimento DLC. Pela figura pode-se concluir, agrupando os perfis por diâmetro de ferramenta, que este é um dos fatores chave na geração de calor e na morfologia do ciclo térmico, pois é aquele que promove maiores diferenças nos perfis observados. Porém, embora de uma forma mais ligeira, como espectável, o contributo da velocidade de rotação também se verifica.

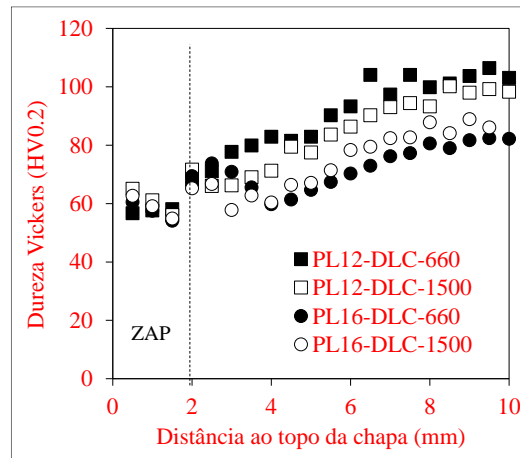


Figura 4.17. Perfis de dureza das soldaduras DLC.

Considerando esta última análise é mais uma vez aferível que apesar dos revestimentos utilizados terem influência direta nas temperaturas medidas durante o processo de soldadura, estas não são traduzidas nas condições termomecânicas registadas durante o mesmo. De facto, na procura de se realizar a medição de temperatura na interface, poder-se-á estar a restringir a zona de medição de tal forma que, devido à heterogeneidade do perfil da temperatura, se apresentam valores diferentes do que aqueles que se registam na ZAP. A acrescentar, ao revestir a superfície da ferramenta, devido às diferentes condutividades térmicas dos revestimentos, incorre-se no risco de acentuar essas mesmas heterogeneidades tornando a medição de temperatura uma medição cada vez mais local.

Apesar de haver diferenças nas temperaturas medidas, os *outputs* do processo como binário e força axial, assim como a observação das secções transversais das soldaduras e dos perfis de dureza permitiu verificar que a utilização destes revestimentos não permitiu alterar significativamente as condições termomecânicas do processo



## 5. CONCLUSÕES

Dada a escassa literatura sobre o tema, este trabalho tinha como principal objetivo aferir a influência que o revestimento e consequentemente o atrito têm nas condições termomecânicas do processo de soldadura por FSSW. Desta forma foram caracterizados tribologicamente dois tipos de revestimentos, que promovem valores de coeficiente de atrito bastante distintos, e foram depositados em ferramentas *pinless* por pulverização catódica. De seguida procedeu-se ao fabrico das soldaduras, durante o qual foram registados: temperatura, binário e força axial. Após todo este processo é possível retirar as seguintes conclusões:

- Os ensaios tribológicos realizados a 400°C mostram que o coeficiente de atrito é independente do material/revestimento que está a ser testado. Este comportamento deve-se ao facto de o contacto em cada um dos diferentes testes ser feito entre o material do contracorpo aderido ao revestimento (material oxidado e não oxidado) e o material do contracorpo.
- Relativamente à influência do diâmetro de ferramenta conclui-se que o aumento desta dimensão implica um aumento dos valores de temperatura, binário e força axial. Quanto à influência da velocidade de rotação verifica-se que o aumento da mesma implica um aumento de temperatura e uma diminuição de binário e força axial.
- Existe uma forte influência do revestimento nos valores de temperatura atingidos que está relacionada com os diferentes valores de condutividade térmica.
- O binário e a força axial registados, as secções transversais das soldaduras bem como os perfis de dureza indicam o que os revestimentos não afetam globalmente as condições termomecânicas do processo.
- Ao revestir a superfície da ferramenta, acentuando o gradiente de condutividade térmica, entre material base, revestimento e substrato, leva a que a medição de temperatura seja uma medição cada vez mais local, e assim se verifiquem diferenças no valor de temperatura, mas não de binário ou força axial por serem medições/grandezas globais.





## 6. TRABALHOS FUTUROS

Tendo em conta os resultados analisados e as conclusões obtidas, propõem que no futuro sejam realizadas as seguintes incursões sobre este assunto:

- Utilização de condições de teste tribológico que repliquem de forma adequada as condições que se verificam durante o processo FSW, nomeadamente velocidade de rotação, pressão no contacto e aplicação do revestimento no contracorpo.
- Utilização de outros tipos de revestimentos com diferentes valores de condutividade térmica.
- Utilização de outras estratégias de aplicação de revestimento, cobrindo mais superfície. Ponderar uso de ferramenta com pino revestida (maior superfície de contacto).
- Tendo em conta que a evolução da temperatura com os diferentes revestimentos se mostrou um fenómeno local, realizar estudo focado na zona de contacto.
- Variar condições térmicas através da alteração do substrato, ou seja, alterar material da ferramenta.



---

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] T. Dursun and C. Soutis, “Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys,” *Mater Des*, vol. 56, pp. 862–871, 2014, doi: 10.1016/J.MATDES.2013.12.002.
- [2] E. A. Starke and J. T. Staley, “Application of modern aluminum alloys to aircraft,” *Progress in Aerospace Sciences*, vol. 32, no. 2–3, pp. 131–172, Jan. 1996, doi: 10.1016/0376-0421(95)00004-6.
- [3] P. Praveen and P. K. D. V. Yarlagadda, “Meeting challenges in welding of aluminum alloys through pulse gas metal arc welding,” *J Mater Process Technol*, vol. 164–165, pp. 1106–1112, May 2005, doi: 10.1016/J.JMATPROTEC.2005.02.224.
- [4] B. Zhou, B. Liu, and S. Zhang, “The Advancement of 7XXX Series Aluminum Alloys for Aircraft Structures: A Review,” *Metals 2021, Vol. 11, Page 718*, vol. 11, no. 5, p. 718, Apr. 2021, doi: 10.3390/MET11050718.
- [5] F. Tariq, N. Naz, R. A. Baloch, and Faisal, “Characterization of Material Properties of 2xxx Series Al-Alloys by Non Destructive Testing Techniques,” *Journal of Nondestructive Evaluation 2011 31:1*, vol. 31, no. 1, pp. 17–33, Oct. 2011, doi: 10.1007/S10921-011-0117-5.
- [6] “Friction Stir Welding of 5xxx series Aluminium Alloys A Literature Survey,” 2016.
- [7] U. B. Kuruveri, D. B. Panemangalore, S. B. Kuruveri, M. John, and P. L. Menezes, “Surface Modification of 6xxx Series Aluminum Alloys,” *Coatings 2022, Vol. 12, Page 180*, vol. 12, no. 2, p. 180, Jan. 2022, doi: 10.3390/COATINGS12020180.
- [8] H. Zhu, M. J. Couper, and A. K. Dahle, “Effect of process variables on Mg-Si particles and extrudability of 6xxx series aluminum extrusions,” *JOM 2011 63:11*, vol. 63, no. 11, pp. 66–71, Nov. 2011, doi: 10.1007/S11837-011-0183-2.
- [9] R. S. Mishra and Z. Y. Ma, “Friction stir welding and processing,” *Materials Science and Engineering: R: Reports*, vol. 50, no. 1–2, pp. 1–78, Aug. 2005, doi: 10.1016/J.MSER.2005.07.001.
- [10] O. Lorrain, V. Favier, H. Zahrouni, and D. Lawrjaniec, “Understanding the material flow path of friction stir welding process using unthreaded tools,” *J Mater Process Technol*, vol. 210, no. 4, pp. 603–609, Mar. 2010, doi: 10.1016/J.JMATPROTEC.2009.11.005.
- [11] N. Dialami, M. Cervera, and M. Chiumenti, “Defect formation and material flow in Friction Stir Welding,” *European Journal of Mechanics - A/Solids*, vol. 80, p. 103912, Mar. 2020, doi: 10.1016/J.EUROMECHSOL.2019.103912.
- [12] L. Fratini, G. Buffa, D. Palmeri, J. Hua, and R. Shivpuri, “Material flow in FSW of AA7075–T6 butt joints: numerical simulations and experimental verifications,” <http://dx.doi.org/10.1179/174329306X113271>, vol. 11, no. 4, pp. 412–421, Jul. 2013, doi: 10.1179/174329306X113271.
- [13] A. K. Kadian and P. Biswas, “The study of material flow behaviour in dissimilar material FSW of AA6061 and Cu-B370 alloys plates,” *J Manuf Process*, vol. 34, pp. 96–105, Aug. 2018, doi: 10.1016/J.JMAPRO.2018.05.035.

- [14] G. K. Padhy, C. S. Wu, and S. Gao, “Friction stir based welding and processing technologies - processes, parameters, microstructures and applications: A review,” *J Mater Sci Technol*, vol. 34, no. 1, pp. 1–38, Jan. 2018, doi: 10.1016/J.JMST.2017.11.029.
- [15] M. M. Z. Ahmed, M. I. A. Habba, N. Jouini, B. Alzahrani, M. M. El-Sayed Seleman, and A. El-Nikhaily, “Bobbin Tool Friction Stir Welding of Aluminum Using Different Tool Pin Geometries: Mathematical Models for the Heat Generation,” *Metals 2021, Vol. 11, Page 438*, vol. 11, no. 3, p. 438, Mar. 2021, doi: 10.3390/MET11030438.
- [16] G. Padmanaban and V. Balasubramanian, “Selection of FSW tool pin profile, shoulder diameter and material for joining AZ31B magnesium alloy – An experimental approach,” 2008, doi: 10.1016/j.matdes.2008.10.021.
- [17] X. Xu, X. Yang, G. Zhou, and J. Tong, “Microstructures and fatigue properties of friction stir lap welds in aluminum alloy AA6061-T6,” *Mater Des*, vol. 35, pp. 175–183, Mar. 2012, doi: 10.1016/J.MATDES.2011.09.064.
- [18] W. Li, J. Li, Z. Zhang, D. Gao, W. Wang, and C. Dong, “Improving mechanical properties of pinless friction stir spot welded joints by eliminating hook defect,” *Materials & Design (1980-2015)*, vol. 62, pp. 247–254, Oct. 2014, doi: 10.1016/J.MATDES.2014.05.028.
- [19] G. Wang, Y. Zhao, and Y. Hao, “Friction stir welding of high-strength aerospace aluminum alloy and application in rocket tank manufacturing,” *J Mater Sci Technol*, vol. 34, no. 1, pp. 73–91, Jan. 2018, doi: 10.1016/J.JMST.2017.11.041.
- [20] A. I. Albannai, “Review The Common Defects In Friction Stir Welding,” *Article in International Journal of Scientific & Technology Research*, 2020, Accessed: Jul. 06, 2022. [Online]. Available: [www.ijstr.org](http://www.ijstr.org)
- [21] T. Mira-Aguiar, D. Verdera, C. Leitão, and D. M. Rodrigues, “Tool assisted friction welding: A FSW related technique for the linear lap welding of very thin steel plates,” *J Mater Process Technol*, vol. 238, pp. 73–80, Dec. 2016, doi: 10.1016/J.JMATPROTEC.2016.07.006.
- [22] W. He, M. Li, Q. Song, J. Liu, and W. Hu, “Efficacy of External Stationary Shoulder for Controlling Residual Stress and Distortion in Friction Stir Welding,” *Transactions of the Indian Institute of Metals*, vol. 72, no. 5, pp. 1349–1359, Mar. 2019, doi: 10.1007/S12666-019-01630-2/FIGURES/14.
- [23] Z. Shen, Y. Ding, and A. P. Gerlich, “Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences ISSN: (Print) (Online) Journal homepage: <https://www.tandfonline.com/loi/bsms20> Advances in friction stir spot welding Advances in friction stir spot welding,” 2019, doi: 10.1080/10408436.2019.1671799.
- [24] N. T. Nguyen, D. Y. Kim, and H. Y. Kim, “Assessment of the failure load for an AA6061-T6 friction stir spot welding joint:,” <http://dx.doi.org/10.1177/0954405411405911>, vol. 225, no. 10, pp. 1746–1756, Sep. 2011, doi: 10.1177/0954405411405911.
- [25] S. Alaeibehmand, E. Ranjbarnodeh, and S. E. Mirsalehi, “Joining mechanism in pinless FSSW of aluminum-steel with or without Zn and brass interlayers,”

- Mater Charact*, vol. 180, p. 111400, Oct. 2021, doi: 10.1016/J.MATCHAR.2021.111400.
- [26] M. Mehta, A. Arora, A. De, and T. Debroy, “Tool geometry for friction stir welding - Optimum shoulder diameter,” *Metall Mater Trans A Phys Metall Mater Sci*, vol. 42, no. 9, pp. 2716–2722, Sep. 2011, doi: 10.1007/S11661-011-0672-5.
- [27] K. Ramanjaneyulu, G. Madhusudhan Reddy, and A. Venugopal Rao, “Role of Tool Shoulder Diameter in Friction Stir Welding: An Analysis of the Temperature and Plastic Deformation of AA 2014 Aluminium Alloy,” *Transactions of the Indian Institute of Metals*, vol. 67, no. 5, pp. 769–780, Oct. 2014, doi: 10.1007/S12666-014-0401-Z.
- [28] A. Arora, A. De, and T. Debroy, “Toward optimum friction stir welding tool shoulder diameter,” 2011, doi: 10.1016/j.scriptamat.2010.08.052.
- [29] D. G. Andrade, S. Sabari, C. Leitão, and D. M. Rodrigues, “Shoulder Related Temperature Thresholds in FSSW of Aluminium Alloys,” *Materials 2021, Vol. 14, Page 4375*, vol. 14, no. 16, p. 4375, Aug. 2021, doi: 10.3390/MA14164375.
- [30] S. Mahmoud Bayazid and M. Mohamed Heddad, “A Review on Friction Stir Welding, Parameters, Microstructure, Mechanical Properties, Post Weld Heat Treatment and Defects Quantitative Characterization of Fracture Surfaces of Engineering Materials with Electron Microscopy View project,” 2018, doi: 10.15406/mseij.2018.02.00044.
- [31] P. Upadhyay and A. P. Reynolds, “Effects of thermal boundary conditions in friction stir welded AA7050-T7 sheets,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, no. 6, pp. 1537–1543, Mar. 2010, doi: 10.1016/J.MSEA.2009.10.039.
- [32] M. Reza-E-rabby and A. P. Reynolds, “Effect of tool pin thread forms on friction stir weldability of different aluminum alloys,” *Procedia Eng*, vol. 90, pp. 637–642, 2014, doi: 10.1016/J.PROENG.2014.11.784.
- [33] Cavaleiro, A. e Vieira, M.T. (1995), “Textos de Apoio às disciplinas: Engenharia de Superfícies e Degradação e Proteção de Superfícies”, Coimbra.
- [34] J. Deng and M. Braun, “RIAMOND RELATED MATERIALS DLC multilayer coatings for wear protection\*,” 1995.
- [35] Donnet.C and Erdenir.A, “Tribology of Diamond-like Carbon Films: Fundamentals and Applications”.
- [36] J. Robertson, “Diamond-like amorphous carbon,” *Materials Science and Engineering: R: Reports*, vol. 37, no. 4–6, pp. 129–281, May 2002, doi: 10.1016/S0927-796X(02)00005-0.
- [37] W.-Y. Lee, T. Tokoroyama, Y.-J. Jang, and N. Umehara, “Tribology Online Effect of Substrate Bias and Temperature on Friction and Wear Properties for ta-C Coating Prepared under Different Substrate Bias Voltages with Filtered Cathodic Vacuum Arc Deposition,” *trol*, vol. 13, no. 5, pp. 241–247, 2018, doi: 10.2474/trol.13.241.
- [38] W. Yu, J. Wang, W. Huang, L. Cui, and L. Wang, “Improving high temperature tribological performances of Si doped diamond-like carbon by using W interlayer,” *Tribol Int*, vol. 146, Jun. 2020, doi: 10.1016/J.TRIBOINT.2020.106241.
- [39] A. A. Gharam, M. J. Lukitsch, M. P. Balogh, and A. T. Alpas, “High temperature tribological behaviour of carbon based (B4C and DLC) coatings in

- sliding contact with aluminum,” *Thin Solid Films*, vol. 519, no. 5, pp. 1611–1617, Dec. 2010, doi: 10.1016/J.TSF.2010.07.074.
- [40] X. Yan, T. Xu, G. Chen, S. Yang, and H. Liu, “Study of structure, tribological properties and growth mechanism of DLC and nitrogen-doped DLC films deposited by electrochemical technique,” *Appl Surf Sci*, vol. 236, no. 1–4, pp. 328–335, Sep. 2004, doi: 10.1016/J.APSUSC.2004.05.005.
- [41] C. T. Guo, D. Lee, and P. C. Chen, “Deposition of TiSiN coatings by arc ion plating process,” *Appl Surf Sci*, vol. 254, no. 10, pp. 3130–3136, Mar. 2008, doi: 10.1016/J.APSUSC.2007.10.079.
- [42] Y. H. Cheng, T. Browne, B. Heckerman, and E. I. Meletis, “Mechanical and tribological properties of nanocomposite TiSiN coatings,” *Surf Coat Technol*, vol. 204, no. 14, pp. 2123–2129, Apr. 2010, doi: 10.1016/j.surfcoat.2009.11.034.
- [43] D. Cavaleiro, D. Veeregowda, A. Cavaleiro, S. Carvalho, and F. Fernandes, “High temperature tribological behaviour of TiSiN(Ag) films deposited by HiPIMS in DOMS mode,” *Surf Coat Technol*, vol. 399, Oct. 2020, doi: 10.1016/j.surfcoat.2020.126176.
- [44] F. Fernandes, J. C. Oliveira, and A. Cavaleiro, “Self-lubricating TiSi(V)N thin films deposited by deep oscillation magnetron sputtering (DOMS),” *Surf Coat Technol*, vol. 308, pp. 256–263, Dec. 2016, doi: 10.1016/j.surfcoat.2016.07.039.
- [45] F. Fernandes, T. Polcar, and A. Cavaleiro, “Tribological properties of self-lubricating TiSiVN coatings at room temperature,” *Surf Coat Technol*, vol. 267, pp. 8–14, Apr. 2015, doi: 10.1016/j.surfcoat.2014.10.016.
- [46] C. Li *et al.*, “Mechanical and high-temperature tribological properties of CrAlN/TiSiN multilayer coating deposited by PVD,” *Ceram Int*, vol. 47, no. 20, pp. 29285–29294, Oct. 2021, doi: 10.1016/J.CERAMINT.2021.07.093.
- [47] S. M. Yang, Y. Y. Chang, D. Y. Lin, D. Y. Wang, and W. Wu, “Mechanical and tribological properties of multilayered TiSiN/CrN coatings synthesized by a cathodic arc deposition process,” *Surf Coat Technol*, vol. 202, no. 10, pp. 2176–2181, Feb. 2008, doi: 10.1016/J.SURFCOAT.2007.09.004.
- [48] N. Marchin and F. Ashrafizadeh, “Effect of carbon addition on tribological performance of TiSiN coatings produced by cathodic arc physical vapour deposition,” *Surf Coat Technol*, vol. 407, p. 126781, Feb. 2021, doi: 10.1016/J.SURFCOAT.2020.126781.
- [49] J. C. Oliveira, F. Fernandes, F. Ferreira, and A. Cavaleiro, “Tailoring the nanostructure of Ti–Si–N thin films by HiPIMS in deep oscillation magnetron sputtering (DOMS) mode,” *Surf Coat Technol*, vol. 264, pp. 140–149, Feb. 2015, doi: 10.1016/J.SURFCOAT.2014.12.065.
- [50] F. Fernandes, S. Calderon V., P. J. Ferreira, A. Cavaleiro, and J. C. Oliveira, “Low peak power deposition regime in HiPIMS: Deposition of hard and dense nanocomposite Ti-Si-N films by DOMS without the need of energetic bombardment,” *Surf Coat Technol*, vol. 397, p. 125996, Sep. 2020, doi: 10.1016/J.SURFCOAT.2020.125996.
- [51] D. G. Andrade, S. S. Sabari, C. Leitão, and D. M. Rodrigues, “Influence of the galvanized coating thickness and process parameters on heat generation and

- strength of steel spot welds,” *Thin-Walled Structures*, vol. 160, p. 107401, Mar. 2021, doi: 10.1016/J.TWS.2020.107401.
- [52] D. G. Andrade, C. Leitão, and D. M. Rodrigues, “Properties of lap welds in low carbon galvanized steel produced by tool assisted friction welding,” *J Mater Process Technol*, vol. 260, pp. 77–86, Oct. 2018, doi: 10.1016/J.JMATPROTEC.2018.05.018.
- [53] A. A. Loureiro, R. M. Leal, C. Leitão, D. M. Rodrigues, and P. Vilaça, “Friction stir welding of automotive aluminium alloys,” *Welding in the World*, vol. 51, pp. 433–440, 2007, doi: 10.1016/S1359-6454(03)00319-7.
- [54] N. Savvides and T. J. Bell, “Microhardness and Young’s modulus of diamond and diamondlike carbon films,” *J Appl Phys*, vol. 72, p. 2791, 1992, doi: 10.1063/1.351530.
- [55] Y. Mabuchi, T. Higuchi, and V. Weihnacht, “Effect of sp<sup>2</sup>/sp<sup>3</sup> bonding ratio and nitrogen content on friction properties of hydrogen-free DLC coatings,” *Tribol Int*, vol. 62, pp. 130–140, Jun. 2013, doi: 10.1016/J.TRIBOINT.2013.02.007.
- [56] A. C. Ferrari and J. Robertson, “Interpretation of Raman spectra of disordered and amorphous carbon”.
- [57] F. Bernhardt, K. Georgiadis, L. Dolle, O. Dambon, and F. Klocke, “Development of a ta-C diamond-like carbon (DLC) coating by magnetron sputtering for use in precision glass molding,” *Materwiss Werksttech*, vol. 44, no. 8, pp. 661–666, Aug. 2013, doi: 10.1002/MAWE.201300171.
- [58] N. Savvides and T. J. Bell, “Microhardness and Young’s modulus of diamond and diamondlike carbon films,” *J Appl Phys*, vol. 72, p. 2791, 1992, doi: 10.1063/1.351530.
- [59] M. Evaristo, F. Fernandes, and A. Cavaleiro, “Room and high temperature tribological behaviour of W-DLC coatings produced by DCMS and hybrid DCMS-HiPIMS configuration,” *Coatings*, vol. 10, no. 4, Apr. 2020, doi: 10.3390/coatings10040319.
- [60] H. Chen, B. C. Zheng, Y. G. Li, Z. L. Wu, and M. K. Lei, “Flexible hard TiAlSiN nanocomposite coatings deposited by modulated pulsed power magnetron sputtering with controllable peak power,” *Thin Solid Films*, vol. 669, pp. 377–386, Jan. 2019, doi: 10.1016/J.TSF.2018.10.031.
- [61] H. C. Barshilia, M. Ghosh, Shashidhara, R. Ramakrishna, and K. S. Rajam, “Deposition and characterization of TiAlSiN nanocomposite coatings prepared by reactive pulsed direct current unbalanced magnetron sputtering,” *Appl Surf Sci*, vol. 256, no. 21, pp. 6420–6426, Aug. 2010, doi: 10.1016/J.APSUSC.2010.04.028.
- [62] D. Yu, C. Wang, X. Cheng, and F. Zhang, “Microstructure and properties of TiAlSiN coatings prepared by hybrid PVD technology,” *Thin Solid Films*, vol. 517, no. 17, pp. 4950–4955, Jul. 2009, doi: 10.1016/J.TSF.2009.03.091.
- [63] F. Fernandes, S. Calderon V., P. J. Ferreira, A. Cavaleiro, and J. C. Oliveira, “Low peak power deposition regime in HiPIMS: Deposition of hard and dense nanocomposite Ti-Si-N films by DOMS without the need of energetic bombardment,” *Surf Coat Technol*, vol. 397, p. 125996, Sep. 2020, doi: 10.1016/J.SURFCOAT.2020.125996.
- [64] P. Shahi, M. Barmouz, and P. Asadi, “Force and torque in friction stir welding,” *Advances in Friction-Stir Welding and Processing*, pp. 459–498, Oct. 2014, doi: 10.1533/9780857094551.459.

- [65] Y. S. Sato, M. Urata, and H. Kokawa, “Parameters Controlling Microstructure and Hardness during Friction-Stir Welding of Precipitation-Hardenable Aluminum Alloy 6063.”
- [66] D. G. Andrade, C. Leitão, and D. M. Rodrigues, “Influence of base material characteristics and process parameters on frictional heat generation during Friction Stir Spot Welding of steels,” *J Manuf Process*, vol. 43, pp. 98–104, Jul. 2019, doi: 10.1016/J.JMAPRO.2019.05.015.
- [67] M. Song and R. Kovacevic, “Numerical and experimental study of the heat transfer process in friction stir welding” <http://dx.doi.org/10.1243/095440503762502297>, vol. 217, no. 1, pp. 73–85, Nov. 2005, doi: 10.1243/095440503762502297.
- [68] R. Nandan, G. G. Roy, T. J. Lienert, and T. Debroy, “Numerical modelling of 3D plastic flow and heat transfer during friction stir welding of stainless steel,” <http://dx.doi.org/10.1179/174329306X107692>, vol. 11, no. 5, pp. 526–537, Sep. 2013, doi: 10.1179/174329306X107692.
- [69] M. K. Samani *et al.*, “Thermal conductivity of titanium nitride/titanium aluminum nitride multilayer coatings deposited by lateral rotating cathode arc,” *Thin Solid Films*, vol. 578, pp. 133–138, Mar. 2015, doi: 10.1016/J.TSF.2015.02.032.
- [70] S. Guha, A. Bandyopadhyay, S. Das, and B. P. Swain, “Synthesis and characterization of Titanium Silicon Nitride (TiSiN) thin film: A review,” *IOP Conf Ser Mater Sci Eng*, vol. 377, no. 1, Jul. 2018, doi: 10.1088/1757-899X/377/1/012181.
- [71] A. J. Bullen, K. E. O’Hara, D. G. Cahill, O. Monteiro, and A. von Keudell, “Thermal conductivity of amorphous carbon thin films,” *J Appl Phys*, vol. 88, no. 11, p. 6317, Nov. 2000, doi: 10.1063/1.1314301.
- [72] M. Shamsa, W. L. Liu, A. A. Balandin, C. Casiraghi, W. I. Milne, and A. C. Ferrari, “Thermal conductivity of diamond-like carbon films,” *Appl Phys Lett*, vol. 89, no. 16, p. 161921, Oct. 2006, doi: 10.1063/1.2362601.
- [73] H. Wang, T. Webb, and J. W. Bitler, “Study of thermal expansion and thermal conductivity of cemented WC–Co composite,” *Int J Refract Metals Hard Mater*, vol. 49, no. 1, pp. 170–177, Mar. 2015, doi: 10.1016/J.IJRMHM.2014.06.009.
- [74] D. M. Rodrigues, A. Loureiro, C. Leitao, R. M. Leal, B. M. Chaparro, and P. Vilaça, “Influence of friction stir welding parameters on the microstructural and mechanical properties of AA 6016-T4 thin welds,” *Mater Des*, vol. 30, no. 6, pp. 1913–1921, Jun. 2009, doi: 10.1016/J.MATDES.2008.09.016.
- [75] M. I. Costa, D. M. Rodrigues, and C. Leitão, “Analysis of AA 6082-T6 welds strength mismatch: stress versus hardness relationships,” *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology 2015 79:5*, vol. 79, no. 5, pp. 719–727, Feb. 2015, doi: 10.1007/S00170-015-6866-Z.





