

# ESTUDO DOS PADRÕES DE TRINCAMENTO DE SISTEMAS AÇO ABNT 1045/Cr-N SUBMETIDOS A TESTE DE ADESÃO ROCKWELL C<sup>1</sup>

Sandra Goulart Santos<sup>2</sup>  
Robson Leandro da Silva<sup>3</sup>  
Rafael Drumond Mancosu<sup>4</sup>  
Cristina Godoy<sup>5</sup>

## Resumo

Os sistemas Aço ABNT 1045 recobertos com filmes de nitreto de cromo de 3, 5 e 15µm foram submetidos a testes de adesão Rockwell C com forças de: 306, 612, 980 e 1470N. As impressões deixadas na superfície dos sistemas foram analisadas por Microscopia Ótica e por Microscopia Eletrônica de Varredura. Os padrões de trincas observados foram analisados de acordo com a morfologia das trincas (trincas radiais ou trincas circulares), e o espaçamento entre elas. Também foram realizados ensaios de Difração de Raios-X e Microdureza Vickers. Os padrões de trincas observados indicaram que com o aumento da espessura do filme houve uma predominância de trincas radiais. A quantidade de trincas radiais aumentou e o espaçamento entre elas diminuiu com o aumento da carga aplicada e a diminuição da espessura do filme. Para o sistema com filme de 3µm houve predominância das trincas circulares, sendo que o número de trincas aumentou e o espaçamento entre elas diminuiu com o aumento da carga aplicada. Foi possível inferir sobre a tenacidade dos sistemas a partir do teste de adesão Rockwell C, sendo que o sistema recoberto com filme de 15µm apresentou melhor resistência a formação e propagação de trincas.

**Palavras-chave:** Teste de adesão Rockwell C; Recobrimentos PAPVD; Tenacidade.

## STUDY OF CRACKING PATTERNS ON AISI 1045/Cr-N SYSTEMS SUBMITTED TO ROCKWELL C ADHESION TEST

### Abstract

AISI 1045 steel coated with chromium nitride (3, 5 and 15µm thickness) was submitted to Rockwell C adhesion test using forces of 306, 612, 980 and 1470N. The impressions made on systems surface were analyzed by Optical Microscopy and Scanning Electron Microscopy. The cracking patterns were studied taking in account crack morphology (radial or circular cracks) and the distance between them. X-Ray diffraction and Vickers microhardness analyses were also carried out. The cracking patterns indicated that for thicker films radial cracks predominate. The amount of radial cracks increased and the distance between them decreased with the increasing of applied force during the adhesion test. For 3µm Cr-N coating, circular cracks predominated and the distance between them decreased with increasing of applied force. It was possible to infer about systems toughness from Rockwell C adhesion test results. 15µm Cr-N coating presented better resistance to crack formation and propagation than the other systems.

**Key words:** Rockwell C adhesion test; PAPVD coatings; Toughness.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 62º Congresso Anual da ABM – Internacional, 23 a 27 de julho de 2007, Vitória – ES, Brasil.

<sup>2</sup> Bolsista de Doutorado CNPq - DEMET/UFMG

<sup>3</sup> Engenheiro Metalurgista

<sup>4</sup> Bolsista de Pós-doutorado FAPEMIG - DEMET/UFMG

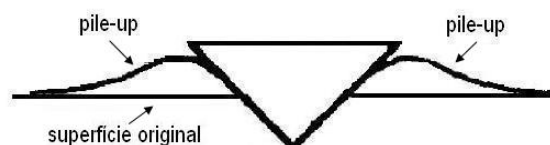
<sup>5</sup> Professora Adjunta DEMET/UFMG

# 1 INTRODUÇÃO

A adesão e a aderência são dois conceitos distintos, o primeiro designa o fenômeno de ligação entre dois corpos e o segundo representa o comportamento mecânico da união entre eles, ou seja, a resistência à ruptura de uma interface entre dois corpos A e B. Infelizmente, não existe um método satisfatório de medir aderência, pois o teste ideal deveria ser não destrutivo, quantitativo, reproduzível, de interpretação relativamente simples e representativo das solicitações dos recobrimentos nas suas aplicações.<sup>[1]</sup> A maior parte dos métodos existentes não fornece informações sobre os fenômenos físicos que ocorrem no momento da adesão entre dois corpos. O grande número de testes existentes, dentre eles os testes de impacto, de risco e de penetração, mostra as dificuldades encontradas pelos usuários para caracterizar a aderência.

O sucesso do uso de recobrimentos está relacionado com a habilidade do filme de permanecer aderido ao substrato quando sujeito a aplicação de carga. Desta forma, a adesão é um fator limitante para muitas aplicações, por exemplo, em ambientes sujeitos ao desgaste.<sup>[2,3]</sup> Sistemas recobertos, quando submetidos a tensões, por exemplo, durante um ensaio de penetração, podem falhar devido à perda de aderência entre o filme e o substrato (falha ou trinca adesiva) como também devido à fratura do filme (falha ou trinca coesiva).<sup>[4]</sup>

Uma técnica muito utilizada para investigar a interação entre filme e substrato é o teste de adesão Rockwell C. Neste método, é utilizado um penetrador cônico (padrão Rockwell C) que, após aplicação de uma força máxima de 1471N, pode gerar microtrincas laterais ao contorno da impressão.<sup>[5]</sup> De acordo com Piana et al.,<sup>[2]</sup> dois tipos de trincas coesivas podem ser observados em sistemas recobertos submetidos a ensaios de penetração: (i) trincas radiais, que se propagam sob tensões tangenciais e (ii) trincas circulares, que resultam da ação de tensões radiais. Em alguns casos, a dureza do substrato é usada como um indicador do tipo de trinca que se propagará após o teste de penetração. Vários estudos<sup>[2,4,6,7]</sup> mostram que substratos macios, isto é, de baixa dureza, favorecem a propagação de trincas circulares nos filmes, enquanto que trincas radiais ocorrem preferencialmente quando se têm substratos de maior dureza. Em teoria, poderia se esperar que o tipo de trinca formada estivesse relacionado com a quantidade de *pile-up*, isto é, a quantidade de material deslocado para a borda da impressão devido à deformação plástica da superfície durante um ensaio de penetração, Figura 1. Uma grande quantidade de *pile-up* resultaria em um aumento do dobramento do filme no momento da penetração, aumentando a tensão radial na superfície do filme, e, conseqüentemente, a tendência de propagação de trincas circulares.<sup>[8]</sup> No entanto, este *pile-up* não é uma função da dureza do material, mas da combinação do limite de escoamento e da taxa de encruamento.<sup>[2]</sup> Outra avaliação a respeito do aspecto de trincas circulares, neste caso formadas devido à penetração com penetrador Rockwell B, foi realizada por Sinatora et al.<sup>[4]</sup> Os autores concluíram que a densidade de trincas circulares diminuía com o aumento da espessura do filme.



**Figura 1:** Formação de *pile-up* em ensaio de penetração.

Em recobrimentos de aplicações tribológicas, uma outra propriedade importante é a tenacidade, que juntamente com a dureza tem grande influência na resistência ao desgaste. Existem alguns métodos para se medir tenacidade de materiais, mas não existe um procedimento padrão para se determinar tenacidade de filmes duros.<sup>[9]</sup> Nesládek et al.<sup>[10]</sup> associaram a tenacidade à fratura com o diâmetro da trinca gerada após a penetração e encontraram uma relação inversamente proporcional, ou seja, um aumento da tenacidade à fratura provocou uma diminuição do diâmetro das trincas no filme.

Considerando a dificuldade encontrada em medir a tenacidade de filmes finos e a importância de se determinar as melhores condições de aplicação de recobrimentos tribológicos, este trabalho tem por objetivos (i) avaliar os padrões de trincas formados e (ii) utilizar o teste de adesão Rockwell C, usado até então para avaliar aderência, como uma alternativa para se inferir, através de comparação, medidas qualitativas de tenacidade e resistência ao desgaste quando se têm sistemas conjugados (substrato/recobrimento) com diferentes propriedades.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Os corpos de prova são constituídos de substrato de aço ABNT 1045 recoberto com Nitreto de Cromo (Cr-N) depositado pelo processo de deposição física de vapor assistida por plasma (PAPVD – *Plasma Assisted Physical Vapour Deposition*). Foram produzidos os sistemas Aço ABNT 1045/Cr-N com espessuras nominais de filme de 3, 5 e 15 $\mu$ m.

Foram realizadas análises de Difração de raios-X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) na caracterização dos sistemas. Nos ensaios de Difração de raios-X foi utilizado o difratômetro PHILIPS, modelo PW 1710 G, sendo que os parâmetros de varredura utilizados foram: radiação Cu-K $\alpha$  ( $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$ ), velocidade de 0,02°/segundo e ângulo ( $2\theta$ ) variando de 10,01° a 109,99°. Na caracterização da espessura dos filmes de Cr-N, as amostras foram cortadas transversalmente, atacadas com Nital 5% e analisadas no MEV, sendo que foi utilizado o equipamento Modelo JEOL JSM 6360LV.

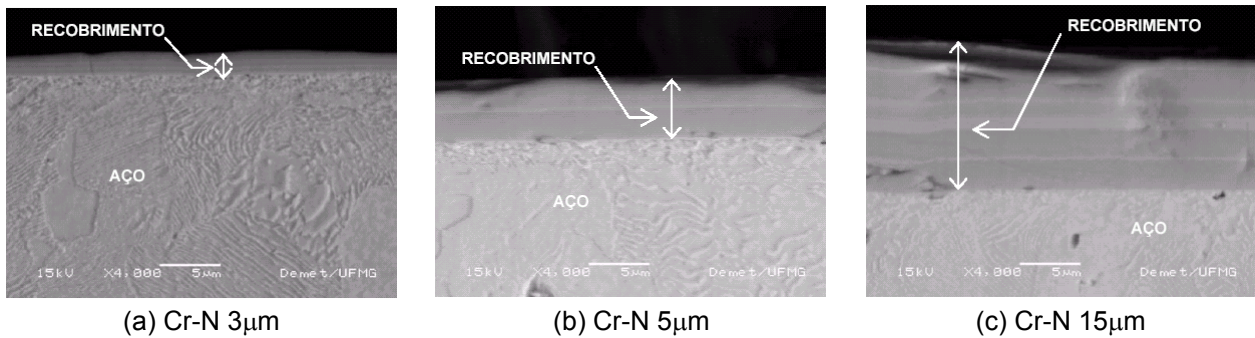
Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados no aço ABNT 1045 e nos sistemas conjugados utilizando o Microdurômetro da marca TESTER da FUTURE-TECH, com forças de 0,98N, 1,96N, 2,94N, 4,90N e 9,8N (respectivamente, 100, 200, 300, 500 e 1000gf), e tempo de carregamento de 15 segundos, sendo que os valores de dureza foram obtidos a partir da média de 10 medições individuais.

Foram realizadas penetrações perpendiculares às superfícies das amostras utilizando o penetrador cônico Rockwell C com forças aplicadas de 306N, 612N, 980N e 1470N. Para isso foi utilizando o Durômetro Zwick  $\delta$  Co.KG- Einsinger bei ULM (modelo Z302). Os padrões de trincas observados foram analisados de acordo com a morfologia das trincas (trincas radiais ou trincas circulares), e o espaçamento entre as trincas.

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As análises de difração de raios-X revelaram a presença das seguintes fases nos sistemas conjugados:  $\gamma$ -CrN (cúbica de face centrada, protótipo B1-NaCl),  $\beta$ -Cr<sub>2</sub>N (hexagonal compacta, protótipo ZnS-wurtzita) e  $\alpha$ -Cr (cúbica de corpo centrado) relativas ao recobrimento de nitreto de cromo; e a fase  $\alpha$ -Fe (cúbica de corpo centrado) relativa ao substrato.

A Figura 2 mostra as imagens microscópicas da seção transversal das amostras ilustrando a espessura dos filmes de Cr-N depositados sobre o aço para os três sistemas recobertos. Devido ao ataque com Nital, observa-se na região do substrato um aspecto de alto-relevo que representa a microestrutura do aço ABNT 1045, cujo constituinte de maior proporção é a perlita. Também foi observada a presença de faixas mais claras no interior do recobrimento, que foram atribuídas à presença de intercâmbios de cromo (identificado por DRX) formadas durante o processo de deposição dos filmes.



**Figura 2:** Micrografias da seção transversal dos sistemas com diferentes espessuras de filme.

A Figura 3 mostra os resultados dos ensaios de microdureza Vickers utilizando várias forças. Foi possível observar a variação da dureza de topo dos conjugados com o valor da força aplicada. Para forças menores, isto é, profundidades de penetração menores, o valor de dureza medido é maior para os sistemas recobertos, isto se deve a maior contribuição da alta dureza do recobrimento Cr-N na dureza de topo. Quanto maior a espessura do recobrimento maior a sua contribuição para o valor de dureza medido. Para forças maiores, isto é, profundidades de penetração maiores a dureza de topo dos sistemas recobertos se aproxima da dureza apresentada pelo aço ABNT 1045, que permaneceu praticamente constante para todas as forças aplicadas.

Visando analisar os padrões de trincamento obtidos após a realização dos testes de adesão Rockwell C, as impressões deixadas nas superfícies dos sistemas recobertos foram analisadas por microscopia ótica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). As Figuras de 4 a 7 mostram as impressões deixadas na superfície dos sistemas com diferentes espessuras de filme de acordo com a força aplicada, respectivamente, 306N, 612N, 980N e 1470N.

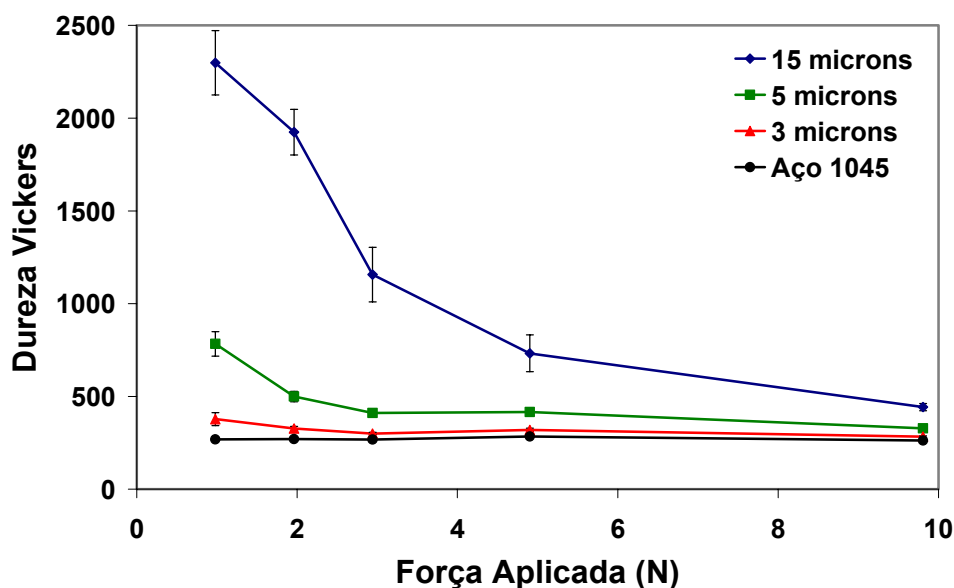


Figura 3: Microdureza Vickers versus Força aplicada.

A Figura 4 mostra imagens de MO das impressões deixadas após aplicação de uma força de 306N, com aumentos de 100x e 200x (MO), para os sistemas aço ABNT 1045/Cr-N  $3\mu\text{m}$  (Fig. 4a e b); aço ABNT 1045/Cr-N  $5\mu\text{m}$  (Fig. 4c e d) e aço ABNT 1045/Cr-N  $15\mu\text{m}$  (Fig. 4e e f). Foi verificado o aparecimento de trincas radiais e circulares, no entanto, as trincas circulares apareceram apenas no sistema com filme de menor espessura ( $3\mu\text{m}$ ), sugerindo que este filme representou uma menor resistência à deformação plástica do substrato. Esta deformação plástica levou a formação de *pile-up*, aumentando a curvatura do filme e, conseqüentemente, as tensões radiais na superfície, favorecendo o aparecimento de trincas circulares. Este resultado está em concordância com o encontrado por Piana et al. [2] que verificaram que, quanto maior o *pile-up* formado na superfície maior a tendência de formação de trincas circulares em sistemas recobertos. Nos recobrimentos com espessura de  $5\mu\text{m}$  e  $15\mu\text{m}$  foram observadas apenas trincas radiais, este fato pode ser explicado pela maior espessura dos filmes, que ofereceu uma maior resistência à deformação plástica do substrato, dificultando a formação de *pile-up* na superfície. No caso do sistema com filme de  $5\mu\text{m}$  (Fig. 3c), mesmo com a presença de *pile-up* ocorreu somente a formação de trincas radiais. Como, neste estudo, a dureza superficial dos sistemas tende a aumentar com o aumento da espessura do filme de Cr-N (Figura 3), pode-se dizer que, para esta força aplicada (306N), os sistemas mais duros (filmes de  $5\mu\text{m}$  e  $15\mu\text{m}$ ) apresentaram, predominantemente, trincas radiais, enquanto o sistema mais macio (filme de  $3\mu\text{m}$ ) apresentou, predominantemente, trincas circulares. Também foi observado que o espaçamento médio entre as trincas radiais tende a aumentar com o aumento da espessura do filme, isto é, com o aumento da dureza superficial dos sistemas.

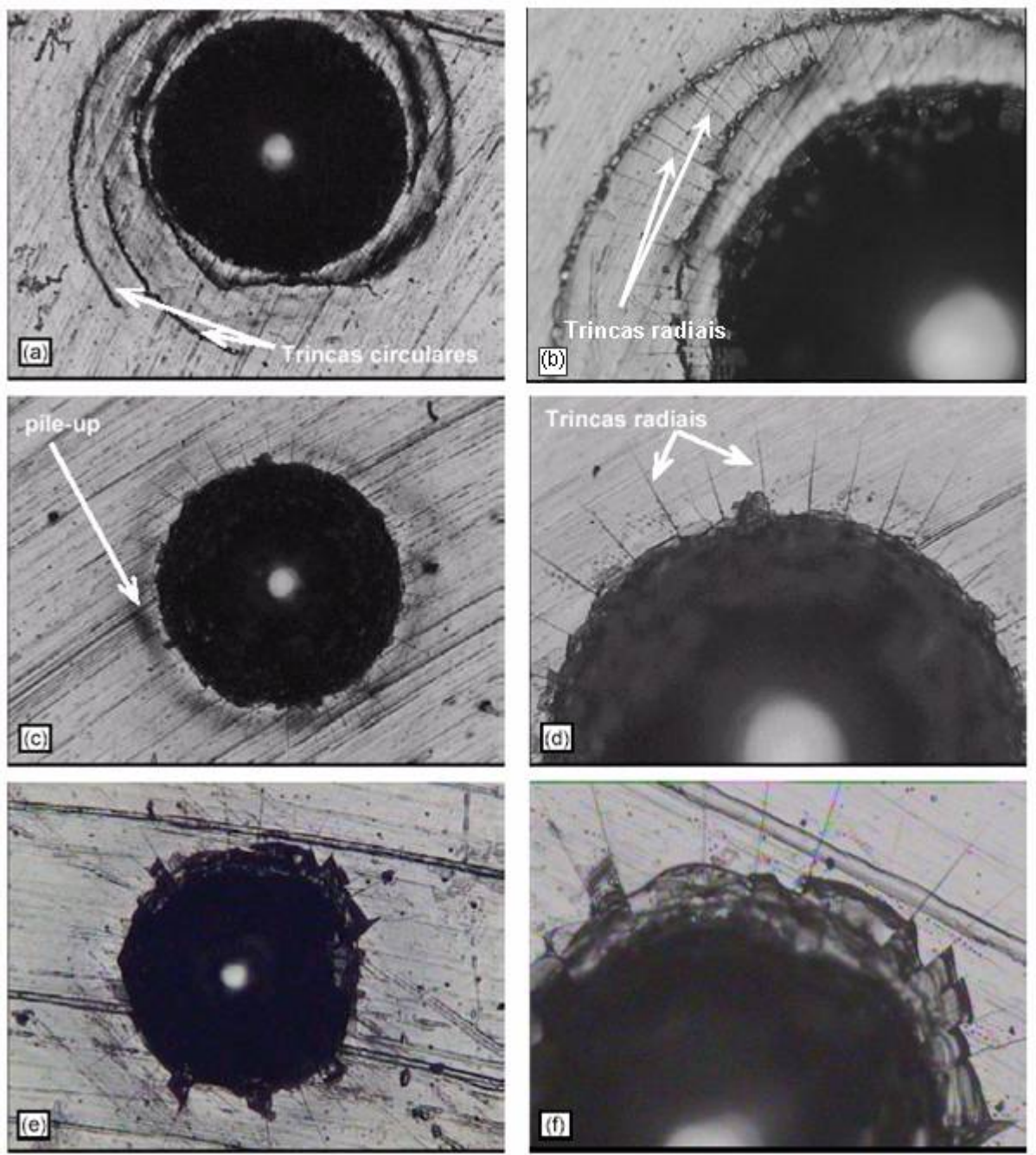
Para forças aplicadas maiores que 612N, não foi possível visualizar, por microscopia ótica, todas as trincas formadas nas laterais das impressões, desta forma, a MO foi utilizada apenas para mostrar alguns detalhes das impressões. Nas imagens obtidas por MEV, foi possível abranger todas as trincas formadas durante o ensaio de penetração. A Figura 5 mostra as imagens de MEV e MO das impressões deixadas na superfície após aplicação de uma força de 612N nos sistemas aço ABNT 1045/Cr-N  $3\mu\text{m}$  (Figuras 5a e b); aço ABNT 1045/Cr-N  $5\mu\text{m}$  (Figuras 5c e d) e

aço ABNT 1045/Cr-N 15 $\mu$ m (Figuras 5e e f). Com o aumento da força aplicada, a profundidade de penetração aumentou, favorecendo a deformação plástica do substrato e a conseqüente curvatura dos filmes, devido à formação de *pile-up*. O que ficou evidenciado pelo aparecimento de trincas circulares no sistema com filme de 5 $\mu$ m (Figuras 5c e d), que são formadas pela ação de tensões radiais geradas na superfície. Para uma força aplicada de 612N, a quantidade de trincas circulares formadas no sistema com filme de 3 $\mu$ m (Figuras 5a e b) foi maior que o número de trincas formadas quando da aplicação de uma força de 306N (Figuras 4a e b). Também foi observado que o espaçamento médio entre as trincas radiais e circulares tende a aumentar com o aumento da espessura do filme.

As Figuras 6 e 7 mostram as imagens de MEV e MO das impressões obtidas nas penetrações realizadas com forças de 980N e 1470N, respectivamente. Os padrões de trincamento observados para as forças aplicadas de 980 e 1470N foram similares. Os sistemas ABNT 1045/Cr-N 3 $\mu$ m (Figuras 6a, 6b, 7a, 7b) e aço ABNT 1045/Cr-N 5 $\mu$ m (Figuras 6c, 6d, 7c, 7d) apresentaram trincas radiais e circulares, sendo que o espaçamento médio entre elas é maior no filme de maior espessura. O sistema ABNT 1045/Cr-N 15 $\mu$ m (Figuras 6e, 6f, 7e, 7f) apresentou apenas trincas radiais.

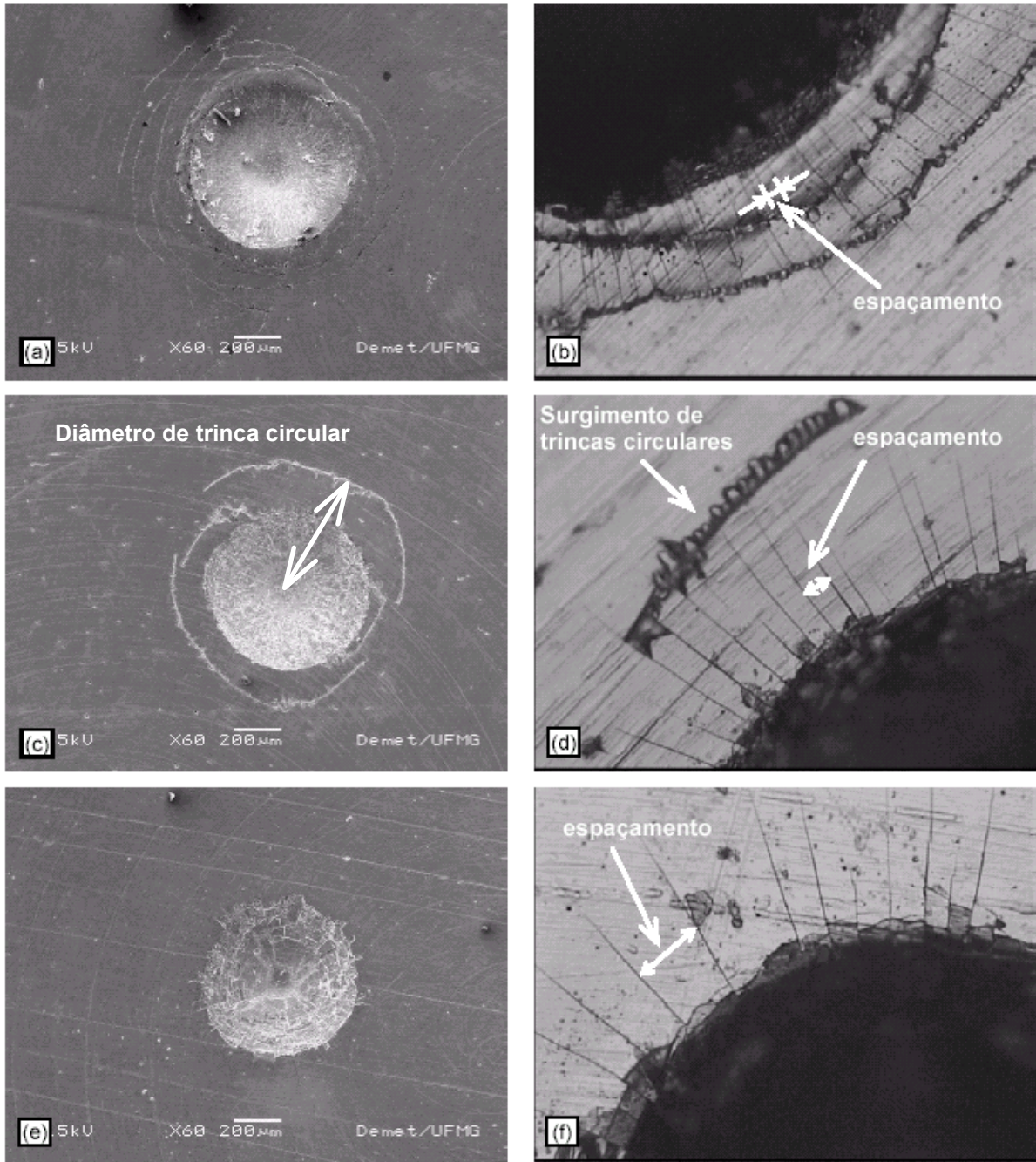
Analisando em conjunto as Figuras 4, 5, 6 e 7 observa-se que a densidade de trincas circulares tende a diminuir com o aumento da espessura do filme, isto é, as trincas circulares são formadas em maior quantidade em filmes mais finos. Além disso, mesmo utilizando a maior força do teste Rockwell C, não foram observadas trincas circulares no sistema aço ABNT 1045/Cr-N 15 $\mu$ m. Para todos os sistemas analisados, acredita-se que as trincas radiais são formadas antes das trincas circulares, o que pode ser ilustrado pelo sistema com filme de 5 $\mu$ m quando a carga foi aumentada de 306N para 612N (Fig. 4d e 5d). No início da penetração as tensões tangenciais ao penetrador geram as trincas radiais e no decorrer da penetração, e conseqüente deformação plástica do substrato, as trincas circulares são formadas. Outro aspecto observado foi a existência de trincas radiais e circulares intercaladas (Figuras 5b, 6b e 7b).

Tenacidade é a habilidade de um material absorver energia durante a deformação até a fratura. Tenacidade à fratura é a habilidade de um material resistir ao crescimento de uma trinca preexistente. De acordo com essa definição, tenacidade engloba a energia requerida para criar a trinca, bem como, a energia necessária para a propagação da trinca até a fratura. Por outro lado, tenacidade à fratura leva em conta apenas a energia necessária para a propagação da trinca até a fratura. De acordo com Zhang et al.,<sup>[11]</sup> esses dois conceitos são diferentes e não devem ser confundidos ou utilizados de forma indiscriminada. Segundo Nesládek et al.,<sup>[10]</sup> a tenacidade à fratura de um sistema recoberto tende a ser inversamente proporcional ao diâmetro da trinca circular formada durante um ensaio de penetração. Neste trabalho, o diâmetro das trincas circulares, isto é, a distância entre o centro da impressão e a borda da trinca (Figura 5c), diminuiu com o aumento da espessura do filme. Desta forma, acredita-se que o sistema recoberto com filme de menor espessura (3 $\mu$ m) possui menor tenacidade a fratura, pois apresentou um maior número de trincas radiais e circulares, enquanto o sistema conjugado revestido com filme de 15 $\mu$ m seria mais tenaz, uma vez que apresentou menor quantidade de trincas.



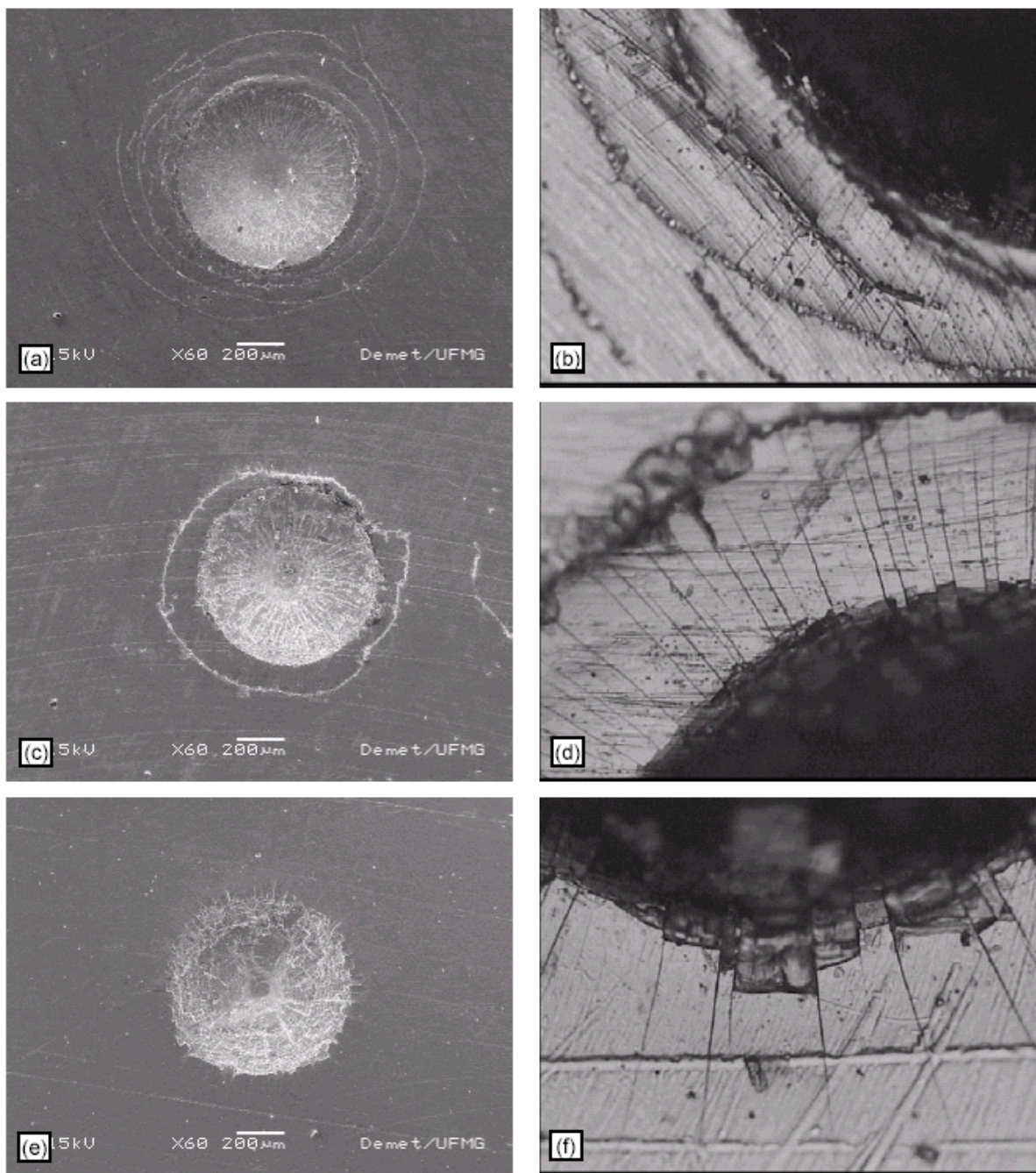
**Figura 4:** Imagem de MO das impressões (força de 306N), espessura do filme – aumento: (a) 3µm – 100x, (b) 3µm – 200x, (c) 5µm – 100x, (d) 5µm – 200x, (e) 15µm – 100x, (f) 15µm – 200x.



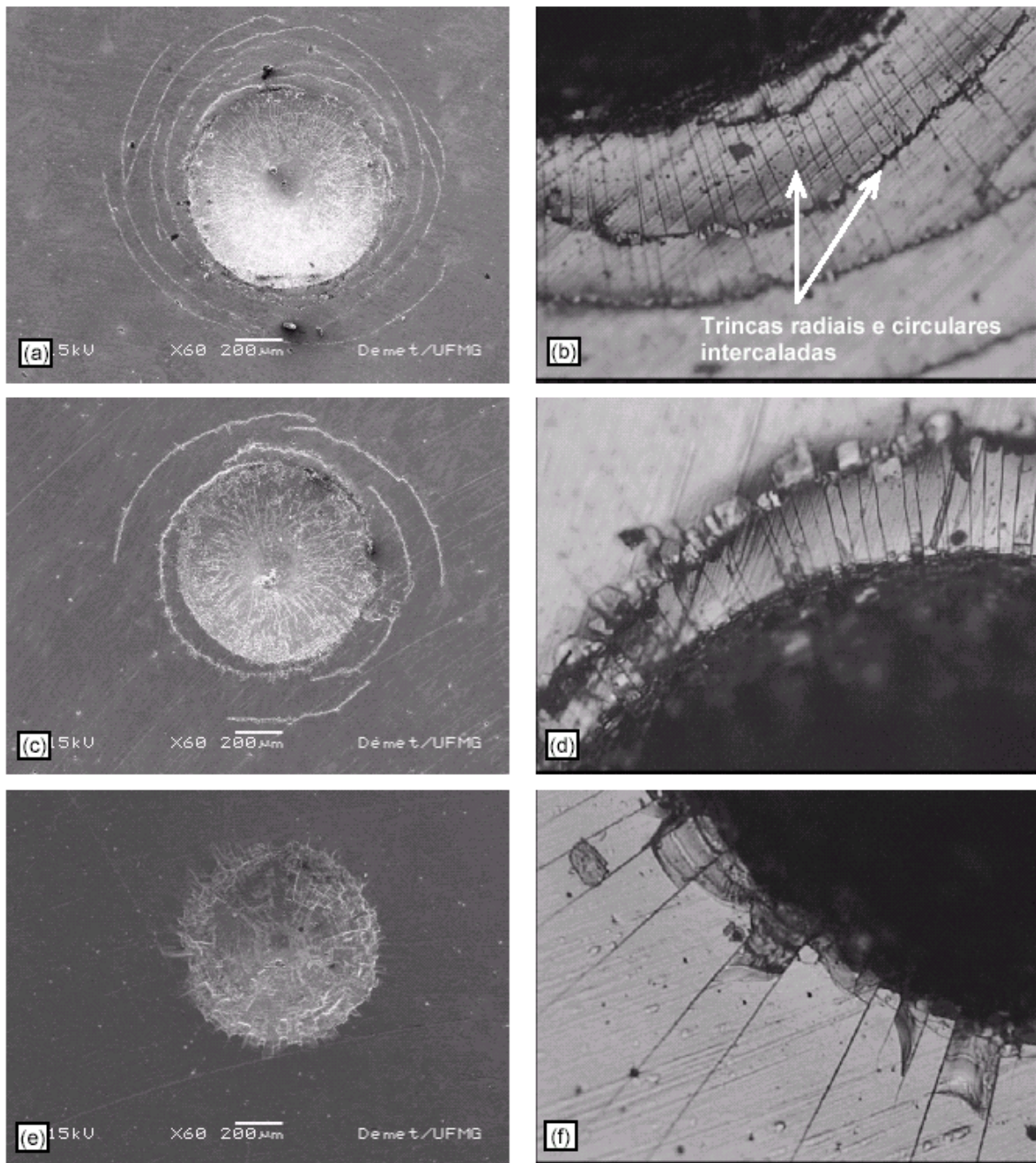


**Figura 5:** Imagens de MEV e MO das impressões (força de 612N) espessura do filme – aumento: (a) 3µm – 60x, (b) 3µm – 200x, (c) 5µm – 60x, (d) 5µm – 200x, (e) 15µm – 60x, (f) 15µm – 200x.





**Figura 6:** Imagens de MEV e MO das impressões (força de 980N), espessura do filme – aumento: (a) 3 $\mu$ m – 60x, (b) 3 $\mu$ m – 200x, (c) 5 $\mu$ m – 60x, (d) 5 $\mu$ m – 200x, (e) 15 $\mu$ m – 60x, (f) 15 $\mu$ m – 200x.



**Figura 7:** Imagens de MEV e MO das impressões (força de 1470N), espessura do filme – aumento: (a) 3µm – 60x, (b) 3µm – 200x, (c) 5µm – 60x, (d) 5µm – 200x, (e) 15µm – 60x, (f) 15µm – 200x.

#### 4 CONCLUSÕES

Os padrões de trinca observados nos sistemas aço ABNT 1045/Cr-N 3µm aço ABNT 1045/Cr-N 5µm e aço ABNT 1045/Cr-N 15µm apresentaram as seguintes características:

- A variação de espessura do filme modificou a resposta dos sistemas a penetração, quanto maior a espessura do filme, maior a resistência que ele fornece a deformação plástica do substrato e a formação de *pile-up*;
- A quantidade de trincas radiais e/ou circulares aumentou com o aumento da força aplicada e com a diminuição da espessura do filme;



- O espaçamento entre trincas radiais e/ou circulares aumentou como o aumento da espessura do filme;
- As trincas radiais foram formadas anteriormente as trincas circulares, como pôde ser verificado a partir do comportamento do sistema recoberto com filme de 5 $\mu$ m.

O teste de adesão Rockwell C mostrou ser uma alternativa interessante para avaliação da tenacidade de sistemas substrato/recobrimento. O ensaio de penetração utilizando várias forças possibilitou a comparação entre os padrões de trinca gerados e a avaliação qualitativa da tenacidade dos sistemas.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq e a FAPEMIG, pelo apoio financeiro.

## REFERÊNCIAS

- 1 DEMARECAUX, P., **Adhérence et propriétés tribologiques de revêtements obtenus par projection thermique hypersonique**, 20/01/1995 179f. Thèse de Doctorat Université des Sciences et Technologies de Lille.
- 2 PIANA, L.A.; PÉREZ, E.A.; SOUZA, R.M.; KUNRATH, A.O.; STROHAECKER, T.R. Numerical and experimental analyses on the indentation of coated systems with substrates with different mechanical properties. **Thin Solid Films**, v.491, p.1020-1027, 2005.
- 3 ALDRICH-SMITH, G.; JENNETT, N.; HOUSDEN, J. Adhesion of thin coatings – the VAMAS (TWA 22-2) interlaboratory exercise. **Surface and Coatings Technology**, v.197, p.336-344, 2005.
- 4 SOUZA, R.M.; SINATORA, A., MUSTOE, G.G.W.; MOORE J.J., Numerical and experimental study of circular cracks observed at the contact edges of the indentations of coated systems with soft substrates. **Wear**, v.251, p.1337-1346, 2001.
- 5 HEINKE, W.; LEYLAND, A.; MATTHEWS, A.; BERG, G.; FRIEDRICH, C.; BROSZEIT, E. Evaluation of PVD nitride coatings, using impact, scratch and Rockwell-C adhesion tests. **Thin Solid Films**, v.270, p.431-438, 1995.
- 6 MA, K.J.; BLOYCE, A.; BELL, T. Examination of mechanical properties and failure mechanisms of TiN and Ti-TiN multilayer coatings. **Surface and Coatings Technology**, v.76- 77, p.297-302, 1995.
- 7 KARIMI, A.; WANG, Y.; CSELLE, T.; MORSTEIN, M., Fracture mechanisms in nanoscale layered hard thin films. **Thin Solid Films**, v.420-421, p.275-280, 2002.
- 8 WEPPELMANN, E.; SWAIN, M.V., Investigation of the stresses and stress intensity factors responsible for fracture of thin protective films during ultra-micro indentation tests with spherical indenters. **Thin Solid Films**, v.286, p.111-121, 1996.
- 9 PANJAN, P.; CEKADA, M.; NAVINSEK, B. A new experimental method for studying the cracking behavior of PVD multilayer coatings. **Surface and Coatings Technology**, v.174-175, p.55-62, 2003.
- 10 NESLÁDEK, M.; VANDIERNDONCK, K.; QUAEYHAEGENS, C.; KERKHOFS, M.; STALS, L.M., Adhesion of diamond coatings on cemented carbides. **Thin Solid Films**, v.270, p.184-188, 1995.
- 11 ZHANG, S.; SUN, D.; FU, Y.; DU, H. Toughening of hard nanostructural thin films: a critical review. **Surface and Coating Technology**, v.198, p. 2 - 89, 2005