

# AVALIAÇÃO DE MÉTODOS UTILIZADOS NA DETERMINAÇÃO DA DUREZA DE FILMES FINOS<sup>1</sup>

André Luiz Ferreira Almeida<sup>2</sup>

Rafael Drumond Mancosu<sup>3</sup>

Cristina Godoy<sup>4</sup>

## Resumo

Com a mudança de resistência mecânica superficial através do uso de recobrimentos finos em componentes industriais, torna-se necessária a caracterização dos mesmos para estudo. Como estes recobrimentos possuem uma pequena espessura (da ordem de  $\mu\text{m}$ ) uma nova tecnologia de medição de dureza já é utilizada. Esta tecnologia, dureza instrumentada, utiliza a força e a profundidade de penetração para a obtenção da dureza. Existe uma metodologia, descrita pela norma ISO 14577-4, que indica que o valor de dureza do recobrimento, só é estimado quando a profundidade de penetração de contato é menor que 50% da espessura deste recobrimento. Outra metodologia, descrita por Fischer-Cripps, indica que este mesmo valor de dureza só pode ser atribuído ao recobrimento se a profundidade de penetração máxima não ultrapassar 10% da espessura deste recobrimento. Neste trabalho, recobrimentos de Cr-N com espessuras diferentes ( $3\mu\text{m}$ ,  $5\mu\text{m}$ ,  $15\mu\text{m}$ ) foram utilizados para verificação destas metodologias. Como resultado tem-se que tanto a metodologia indicada pela norma quanto a indicada por Fischer-Cripps apresentaram limitações, sendo que a primeira parece ser pouco restritiva, permitindo assim valores de dureza referentes aos conjugados e a segunda parece ser muito restritiva, causando assim dificuldades operacionais, pois pequenas penetrações têm grandes influências de rugosidade e de defeitos superficiais.

**Palavras chave:** Dureza instrumentada; Filmes finos; Cr-N.

## EVALUATION OF METHODS USED TO DETERMINE THIN FILMS HARDNESS

### Abstract

The modification of superficial strength of industrial components by thin films deposition brings a new demand: the characterization of the thin films. As these films have a very small thickness, on the order of micrometer, a new technology of hardness measurement was developed and is currently used; it is the instrumented indentation test, in which, the hardness is determined indirectly using force applied and depth of indentation. ISO 14577-4 Standard presents a methodology to evaluate coating hardness, in which the hardness of the coating is estimate when the indentation depth is lower than 50% of the coating thickness. Another methodology, described by Fischer-Cripps indicated that the coating hardness should be estimated only when the indentation depth is lower than 10% of the film thickness. In this work, Cr-N coatings with different thickness ( $3\mu\text{m}$ ,  $5\mu\text{m}$ ,  $15\mu\text{m}$ ) were used to evaluate both methodologies. The results indicated that methodologies were limited; the first one seems to be less restrictive, allowing that hardness values measurements include a substrate hardness influence. The second one is very much more restrictive, but it brings some operational problems, once the indentation depths could be at the same level of surface roughness or other superficial defects.

**Key words:** Instrumented indentation; Thin films; Cr-N.

<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 Apoio Técnico FAPEMIG - Laboratório Tribologia DEMET/UFMG*

<sup>3</sup> *Bolsista de Pós-doutorado FAPEMIG - Laboratório Tribologia DEMET/UFMG*

<sup>4</sup> *Professora Adjunta DEMET/UFMG*

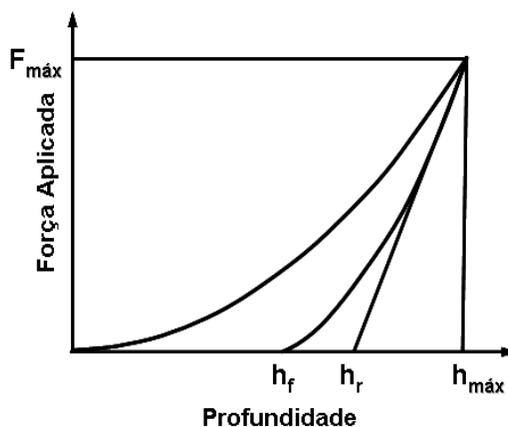
## 1 INTRODUÇÃO

Filmes finos são um dos recursos utilizados para aumentar a vida útil de materiais sujeitos a solicitações mecânicas, químicas ou térmicas como, por exemplo, o desgaste. Geralmente estas solicitações dependem de propriedades dos materiais tais como dureza e módulo de elasticidade.<sup>[1,2]</sup>

Na maioria das vezes, tratamentos superficiais, tais como filmes finos, possuem uma espessura muito pequena, da ordem de micrometros. Esta pequena espessura, embora seja de grande interesse industrial, é um problema experimental para medições de suas propriedades. Sendo assim, uma maneira atual de determinar estas propriedades é de utilizar a técnica de penetração instrumentada.

Esta técnica consiste em fazer impressões na superfície dos materiais utilizando penetradores com pontas de diamante em formatos de pirâmide ou de esfera, na qual as penetrações são monitoradas com relação à profundidade e a força aplicadas. Como resultado desta penetração tem-se um gráfico de carregamento e descarregamento contínuo da força aplicada e da profundidade atingida. Esta metodologia está normatizada pelo relatório técnico TR 14577 da *Deutsches Institut für Normung* (DIN).

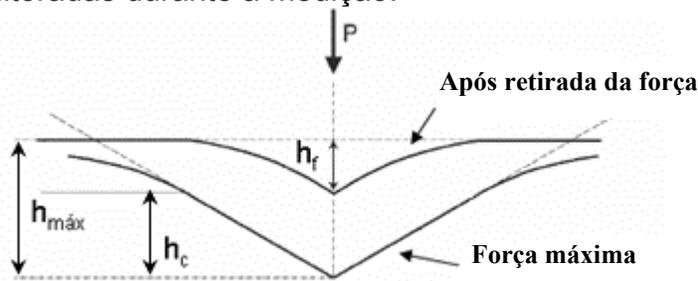
O estudo do gráfico obtido permite a obtenção dos valores de dureza e do módulo de elasticidade do material testado, principais propriedades utilizadas na caracterização dos filmes finos. Estas propriedades são obtidas a partir deste gráfico de carregamento e de descarregamento, Figura 1.



**Figura 1:** Curva Carregamento e Descarregamento de força do equipamento.<sup>[3]</sup>

O procedimento de medição consiste em se fazer a impressão de um penetrador em uma superfície plana e altamente lisa. Esta impressão é controlada continuamente pelo equipamento iniciando-se com uma força muito baixa e atingindo a força máxima escolhida. Neste processo é permitido o controle da taxa de aplicação e remoção da força e também o controle do tempo de permanência na força máxima. No final deste processo a curva da Figura 1 é obtida. Notam-se, nesta curva, alguns parâmetros importantes no estudo da dureza e do módulo de elasticidade tais como: i)  $F_{m\acute{a}x}$ , força máxima atingida (mN); ii)  $h_f$ , profundidade permanente, atingida após a remoção total da força aplicada ( $\mu\text{m}$ ); iii)  $h_r$ , profundidade determinada por uma linha tangente à curva de descarregamento ( $\mu\text{m}$ ); iv)  $h_{m\acute{a}x}$ , profundidade máxima atingida na máxima força aplicada ( $\mu\text{m}$ ).

A Figura 2 mostra a seção transversal de uma penetração onde são identificadas as profundidades monitoradas durante a medição.



**Figura 2:** Esquema da seção transversal de uma impressão Berkovich.<sup>[3]</sup>  $h_c$  é a profundidade de contato do penetrador com a superfície na máxima força aplicada.

Da curva de remoção de força e da equação (1) pode-se determinar  $h_c$ :

$$h_c = h_{máx} - (h_{máx} - h_r)\varepsilon \quad (1)$$

Onde  $\varepsilon$  é um fator de correção e é dependente da geometria do penetrador, Tabela 1.<sup>[3]</sup> Esta profundidade é primordial na determinação dos valores de dureza e de módulo de elasticidade por penetração.

**Tabela 1:** Fator de correção para diferentes geometrias de penetradores<sup>[3]</sup>

Geometria do penetrador	$\varepsilon$
Cônico	1
Parabolóide de revolução	$2(\pi-2)/\pi=0,73$
Berkovich, Vickers	3/4

Dureza por penetração ( $H_{IT}$ ), definida como a força de medição máxima dividida pela área projetada de contato (seção transversal) entre o penetrador e a amostra é dada pela equação (2):

$$H_{IT} = \frac{F_{máx}}{A_p(h_c)} \quad (2)$$

De acordo com a norma ISO 14577-4,<sup>[3]</sup> a medida de dureza de recobrimentos finos depende de onde este recobrimento está depositado, ou seja, do nível de dureza do substrato. Este trabalho possui como principal objetivo avaliar e discutir duas metodologias encontradas na literatura,<sup>[3,4]</sup> que são utilizadas para determinar a dureza de um filme fino com a mínima influência do substrato. Fischer-Cripps,<sup>[4]</sup> descreve uma regra geral em que a penetração máxima ( $h_{máx}$ ) não deve ultrapassar a 10% do valor da espessura do filme ( $t_c$ ). Para a norma de dureza instrumentada,<sup>[5]</sup> em que temos um recobrimento duro e um substrato macio, a dureza de um filme só é encontrada se a profundidade de contato ( $h_c$ ) estiver abaixo dos 50% do valor da espessura do filme.

No caso deste trabalho um recobrimento duro de Cr-N, com três diferentes espessuras, foi depositado em cima de um substrato macio (aço ABNT 1045) utilizando a técnica de deposição física de vapor assistida por plasma PAPVD.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Barras de aço ABNT 1045 foram usinadas em forma cilíndrica, com 15mm de espessura, para a confecção de corpos de prova utilizados para a deposição dos filmes de Cr-N. O processo de fabricação dos recobrimentos usado foi o PAPVD, cujos parâmetros estão indicados na Tabela 2, com três diferentes espessuras: i) 3,1; ii) 5,6 e iii) 15,9 $\mu$ m.

**Tabela 2.** Parâmetros de deposição para os conjugados monocamada de Cr-N.<sup>[6]</sup>

Parâmetros	Valores
Pressão Total	5,0x10 <sup>-1</sup> Pa
Corrente de Filamento	72A
Tensão do Substrato (Bias)	50V
Corrente do Substrato	~5,0A
Fluxo de Argônio	27ml/min
Fluxo de N <sub>2</sub>	75ml/min
Temperatura	723-773K
Tempo de Deposição	60 min

Primeiramente as técnicas Difração de raios-X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foram utilizadas na caracterização dos corpos de prova de aço revestidos com Cr-N.

O difratômetro PHILIPS, modelo PW 1710 do Laboratório de Difração de Raios-x do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da UFMG foi utilizado com as seguintes características:

- Radiação: Cu  $k\alpha$ ,  $\lambda_1=1,54056\text{\AA}$ ,  $\lambda_2=1,54439\text{\AA}$ ;
- Corrente: 20mA;
- Tensão: 40kV;
- Faixa de varredura ( $2\theta$ ): 10° a 110°;
- Step size: 0,02°/s.

O MEV foi utilizado para geração de imagens topográficas transversais do recobrimento, com o intuito de estimar as espessuras do filme. Esta análise foi realizada na Escola de Engenharia da UFMG. O microscópio eletrônico de varredura utilizado foi o JEOL 6360LV.

Para geração das imagens transversais as amostras foram cortadas em um equipamento de corte de precisão, que utiliza uma serra de diamante. Após o corte, as amostras foram atacadas com nital 2% a fim de se revelar a microestrutura do aço e também do recobrimento de Cr-N depositado. Este procedimento deve ser conduzido de forma a não destacar o recobrimento na sua borda, região esta que será observada no MEV. Para se realizar com sucesso este procedimento foi preciso, primeiramente,

embutir a amostra com uma resina especial e posicioná-la de maneira adequada, ou seja, com a serra pressionando o lado do recobrimento no substrato.

Após caracterização dos filmes de Cr-N foram feitos os testes de dureza instrumentada através do Ultra-micro Durômetro DUH-201S Shimadzu. Este equipamento utiliza o software DUH para configuração e aquisição de dados. O penetrador utilizado foi o Berkovich, com forma piramidal e base triangular, que possui ponta de diamante, ângulo de  $65,27^\circ$  entre o eixo central da pirâmide e as faces da mesma. Os testes foram feitos com variações de força para cada sistema, sendo que para cada força, 10 medições foram feitas aleatoriamente nas amostras quanto a posição e retirada uma média com seu respectivo desvio padrão. Cada medição foi feita no modo de aplicação e remoção de força do equipamento, com um tempo total de cada teste por volta de 120s e tempo de permanência de força máxima de 5s. A temperatura e umidade relativa do ar estavam em torno de  $27^\circ\text{C}$  e 50%, respectivamente. Para a amostra com o filme de  $15,9\mu\text{m}$  foram utilizadas as seguintes forças: 1900, 1500, 1000, 300, 100 e 50mN, para o sistema com  $5,6\mu\text{m}$ : 1900, 1000, 600, 550, 500, 400, 300, 100, 50 e 25mN e para  $3,1\mu\text{m}$ : 1900, 1000, 300, 200, 150, 125, 100, 50 e 25mN.

Com estes dados foram montados dois gráficos, um de Dureza por penetração ( $H_{IT}$ ) versus Profundidade de penetração de contato por espessura de recobrimento ( $h_c/t_c$ ) e outro de Dureza por penetração ( $H_{IT}$ ) versus Profundidade de penetração máxima por espessura de recobrimento ( $h_{m\acute{a}x}/t_c$ ). Estas relações, de  $h_c$  e  $h_{m\acute{a}x}$  com a espessura, são indicadas na literatura para diferentes tipos de conjugados utilizando-se recobrimentos finos. O estudo destes gráficos permite uma discussão fundamentada a respeito da importância da profundidade atingida pelo penetrador no recobrimento e sua resposta de dureza.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Inicialmente fez-se um estudo, em literatura, para se determinar as fases mais comumente encontradas nos recobrimentos de Cr-N. As fases encontradas na literatura são CrN,  $\beta\text{-Cr}_2\text{N}$ , Cr- $\alpha$ . Com base nessas informações, essas fases foram investigadas e determinadas no difratograma apresentado na Figura 3. Além destas fases do recobrimento a fase Fe- $\alpha$  também foi encontrada devido ao fato de o recobrimento apresentar-se com uma espessura muito pequena, permitindo assim que os raios-x atinjam o substrato de aço. Como era de se esperar, as mesmas fases foram encontradas para todas as espessuras dos recobrimentos de Cr-N.

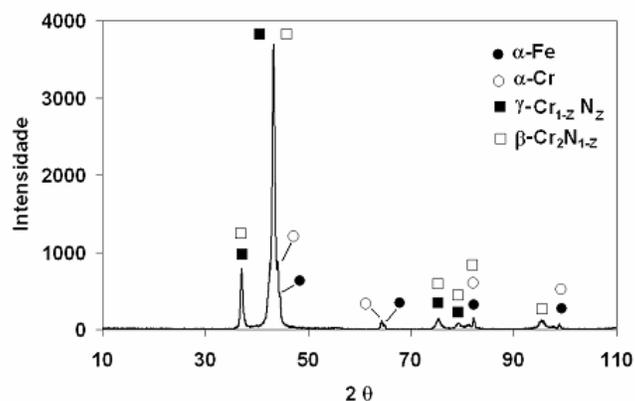


Figura 3: Difratoograma do conjugado Cr-N.

A estimativa das espessuras dos recobrimentos foi feita através do MEV com amostras cortadas transversalmente. A Figura 4 mostra estas imagens, em mesmo aumento, para as três diferentes espessuras de Cr-N [7]. As espessuras são: a) 3,1µm; b) 5,6µm; e c) 15,9µm.

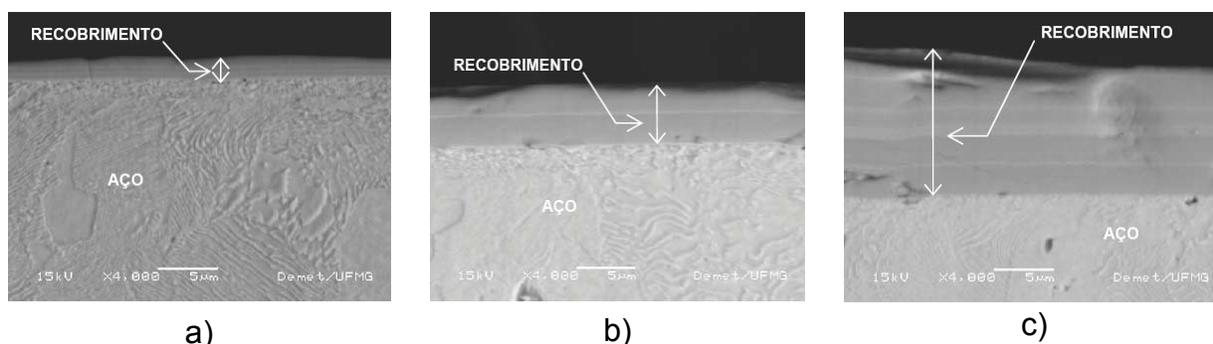


Figura 4: Imagens transversais obtidas por MEV para a estimativa das espessuras dos recobrimentos de Cr-N: a) 3,1µm; b) 5,6µm e c) 15,9µm. [7]

Os resultados de dureza instrumentada utilizando-se forças diversas estão mostrados em Tabelas 3, 4 e 5 (para cada espessura separadamente) e em gráficos (um para a razão  $h_c/t_c$ , Figura 5, e outro para a razão  $h_{máx}/t_c$ , Figura 6. Onde DP, nestas tabelas, é o desvio padrão.

Tabela 3: Valores de dureza instrumentada  $H_{IT}$  e razões  $h_c/t_c$  e  $h_{máx}/t_c$  para o recobrimento de 15,9µm de espessura.

Força (mN)	$H_{IT}$ (GPa)	DP (%)	$h_c/t_c$ (µm)	DP (%)	$h_{máx}/t_c$ (%)	DP (%)
1900	19,27	3,94	13,38	1,96	16,50	1,64
1500	23,11	6,52	10,93	2,75	13,50	2,48
1000	21,30	7,55	9,25	3,82	11,72	4,23
300	21,12	15,34	5,11	7,43	6,18	4,25
100	20,46	12,67	2,99	6,00	3,57	4,03
50	21,64	13,02	2,06	6,65	2,47	4,21

**Tabela 4** Valores de dureza instrumentada  $H_{IT}$  e razões  $h_c/t_c$  e  $h_{m\acute{a}x}/t_c$  para o recobrimento de 5,6 $\mu$ m de espessura.

Força (mN)	$H_{IT}$ (GPa)	DP (%)	$h_c/t_c$ ( $\mu$ m)	DP (%)	$h_{m\acute{a}x}/t_c$ (%)	DP (%)
1900	5,68	6,83	66,16	3,43	70,09	2,91
1000	7,78	9,02	41,01	4,23	45,07	3,00
600	12,61	6,70	24,94	3,24	28,78	2,31
550	16,67	9,62	20,79	4,65	24,97	3,89
500	19,27	12,90	18,49	6,40	22,67	5,03
400	20,70	17,03	16,02	8,50	19,46	5,06
300	20,97	6,92	13,66	3,58	16,59	2,36
100	20,46	12,67	8,01	6,00	9,57	4,02
50	22,20	21,69	5,51	12,08	6,58	7,12
25	21,52	19,13	3,93	9,64	4,59	5,37

**Tabela 5** Valores de dureza instrumentada  $H_{IT}$  e razões  $h_c/t_c$  e  $h_{m\acute{a}x}/t_c$  para o recobrimento de 3,1 $\mu$ m de espessura.

Força (mN)	$H_{IT}$ (GPa)	DP (%)	$h_c/t_c$ ( $\mu$ m)	DP (%)	$h_{m\acute{a}x}/t_c$ (%)	DP (%)
1900	3,63	5,77	149,33	2,83	155,91	2,66
1000	4,33	4,42	99,14	2,21	105,02	1,80
300	9,21	6,27	37,26	3,12	42,17	2,64
200	10,52	14,28	28,62	6,91	31,94	4,41
150	16,78	8,56	19,53	4,21	23,46	2,31
125	19,61	18,97	16,63	8,86	20,27	4,94
100	21,71	13,89	14,06	6,92	17,68	4,14
50	19,93	7,70	10,31	3,98	12,26	2,61
25	21,72	12,40	7,00	6,62	8,42	5,29

Nota-se valores próximos de dureza  $H_{IT}$  para os recobrimentos de maior espessura (15,9 $\mu$ m), em torno de 20GPa, com desvio padrão aumentando quando a força aplicada passa a ser menor. Isto é explicado pelo fato de que para menores forças aplicadas as penetrações também são menores ficando sobre maior influência da rugosidade superficial. Pode-se perceber nos gráficos das Figuras 5,  $h_c/t_c$ , e 6,  $h_{m\acute{a}x}/t_c$ , que a curva para esta espessura de recobrimento não atinge mais que 20% das razões. Isto porque, para este recobrimento, as forças aplicadas não conseguem atingir uma grande profundidade.

As outras duas menores espessuras de recobrimento (3,1 $\mu$ m e 5,6 $\mu$ m) apresentaram um comportamento diferente. Para menores valores de força aplicada, ou seja, menores profundidades de penetração, os valores de dureza foram altos, da ordem de grandeza do recobrimento de 15,9 $\mu$ m. Para penetrações mais profundas, o que corresponde a maiores forças aplicadas, os valores de dureza do recobrimento tendem a diminuir. Este fato vem da colaboração do valor de dureza do substrato, que influencia na dureza do recobrimento, modificando-o de acordo com a profundidade atingida na penetração. Maiores profundidades indicam maior influência da dureza do substrato nos resultados de dureza do recobrimento. Estes diferentes valores de

dureza, menores do que o do recobrimento são considerados valores de dureza do conjugado, o qual tem influência tanto do recobrimento quanto do substrato.

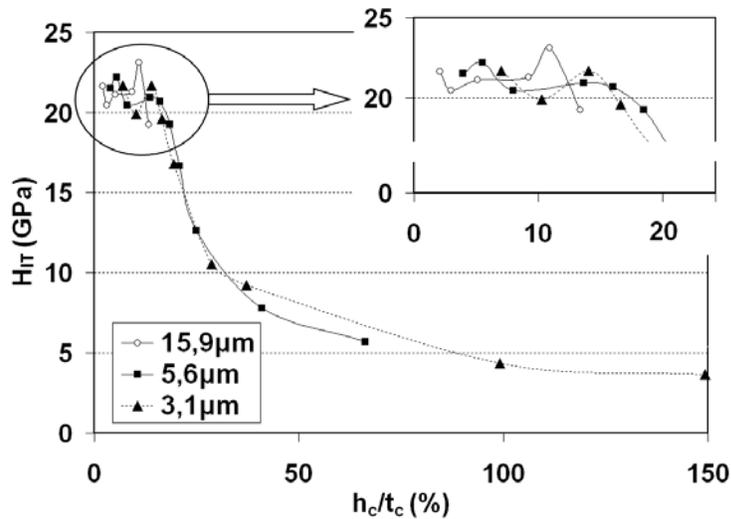


Figura 5: Relação entre a dureza e a razão  $h_c/t_c$ .

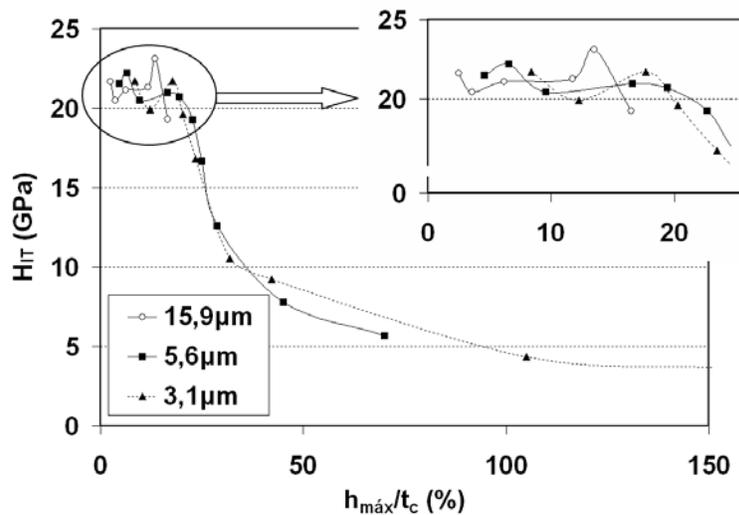


Figura 6: Relação entre a dureza e a razão  $h_{máx}/t_c$ .

Como para o recobrimento de 15,9µm apresentou um comportamento único, com valores de dureza no topo dos gráficos (Figuras 5 e 6), estes valores serão considerados como a dureza do recobrimento de Cr-N.

Para as outras espessuras de recobrimento (3,1µm e 5,6µm) as suas durezas serão consideradas também a do topo dos gráficos. Nestes casos nota-se que quanto menor a espessura dos recobrimentos menor é a quantidade de valores para este patamar. Para o recobrimento de 5,6µm 6 (seis) valores de dureza, correspondentes as menores forças aplicadas, foram selecionados como a dureza do recobrimento e para o de 3,1µm, 4 (quatro) valores das menores forças aplicadas.

A partir destes valores selecionados de dureza a dureza efetiva dos recobrimentos foram calculados. A Tabela 6 mostra os valores de dureza correspondentes a cada espessura de recobrimento. Nota-se que as durezas para os recobrimentos de Cr-N, independentemente da espessura, possuem valores muito próximos e com desvio padrão bem pequeno, indicando bons valores para a determinação da dureza do recobrimento de Cr-N.

**Tabela 6** Valores médios de dureza  $H_{IT}$  para os pontos do topo dos gráficos de  $h_c/t_c$  e  $h_{máx}/t_c$ .

Espessura ( $\mu\text{m}$ )	$H_{IT}$ Médio (GPa)	DP (%)
15,9	21,16	1,16
5,6	20,85	1,00
3,1	20,74	1,13

As teorias existentes, que utilizam as razões  $h_{máx}/t_c$  e  $h_c/t_c$ , para determinação da dureza do recobrimento não são adequadamente aplicadas. Uma por restringir demais a porcentagem efetiva para a determinação da dureza (10%) e outra por fazer uma restrição muito ampla (50%), respectivamente. A Tabela 7 mostra que estas restrições podem influenciar no valor de dureza encontrado. Nesta tabela foi calculado as médias das durezas, para cada sistema, somente para valores abaixo dos 10%, na relação  $h_{máx}/t_c$  e a média dos valores abaixo de 50% na relação  $h_c/t_c$ .

**Tabela 7:** Valores médios de dureza  $H_{IT}$  para os pontos do topo dos gráficos de  $h_c/t_c$  e  $h_{máx}/t_c$ .

Espessura ( $\mu\text{m}$ )	$H_{IT}$ 10% Médio $h_{máx}/t_c$ (GPa)	DP (%)	$H_{IT}$ 50% Médio $h_c/t_c$ (GPa)	DP (%)
15,9	21,16	1,16	21,16	1,16
5,6	21,39	0,87	18,02	4,86
3,1	21,72	---	17,07	5,21

A teoria que utiliza  $h_{máx}/t_c$  com 10% não modifica o valor de dureza de maneira considerável, ou seja, apenas restringe o valor da penetração permitida fazendo com que a parte prática fique bastante comprometida. Por outro lado a teoria  $h_c/t_c$  que utiliza 50% pode influenciar os valores de dureza encontrados. Comparando a dureza do recobrimento de 15,9 $\mu\text{m}$  para os valores de dureza das outras espessuras nota-se uma diferença considerável nesta teoria. Diferença de 15% e de 20% para as espessuras de 5,6 $\mu\text{m}$  e de 3,1 $\mu\text{m}$ , respectivamente.

## 4 CONCLUSÃO

1. A dureza do recobrimento de maior espessura (15,9 $\mu$ m) foi considerada a dureza do recobrimento de Cr-N, pois nenhuma variação do seu valor foi obtida utilizando-se maiores forças e, conseqüentemente, maiores profundidades;
2. A dureza dos recobrimentos de menores espessuras é influenciada pela profundidade atingida na penetração, necessitando assim, de metodologias para avaliação destes valores;
3. A metodologia descrita por Fischer-Cripps<sup>[4]</sup> é válida, mas mostrou-se muito restritiva em termos de profundidade atingida, pois neste trabalho uma profundidade de até 20% não mostrou nenhuma influência nos valores de dureza encontrados;
4. A metodologia descrita na norma ISO14577-4<sup>[3]</sup> mostrou-se inadequada para a determinação de dureza destes recobrimentos, pois quando a profundidade atingiu 50% da espessura do recobrimento os valores de dureza apresentaram-se muito abaixo dos valores considerados dos recobrimentos.

## REFERÊNCIAS

- 1 WILLIAMS, J.A., Wear and particles-some Fundamentals, Tribology International 38 (2005) 863-870.
- 2 KATO, K. Wear in relation to friction- a review, Wear 241(2000) 151-157.
- 3 ISO 14577-4 Metallic materials-Instrumented indentation test for hardness and materials parameters - Part 1: Test method.
- 4 FISCHER-CRIPPS, A.C. Review Vacuum 58 (2000) 569-585.
- 5 ISO 14577-4 Metallic materials-Instrumented indentation test for hardness and materials parameters - Part 4: Measurements for coatings.
- 6 BATISTA, J.C.A. Promising duplex coatings for tribological applications at elevated temperature; Belo Horizonte: Escola de Engenharia da UFMG, 2001a. 155p. (Tese, Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas).
- 7 SILVA,R.L. Análise do Teste de Adesão "Rockwell-C" a partir do Estudo do Aspecto das Trincas - Trabalho Final de Curso de Engenharia Metalúrgica da UFMG, 2006.