# DESGASTE ABRASIVO DE REVESTIMENTOS CRALSIN MULTICAMADA/GRADIENTE\*

Vinícius Carvalho Teles<sup>1</sup> Washington Martins da Silva Júnior<sup>2</sup> José Daniel Biasoli de Mello<sup>3</sup>

### Resumo

Durante a estampagem, ocorre o desgaste na superfície da ferramenta devido ao deslizamento entre a ferramenta e a peça. A manutenção das ferramentas de conformação envolve o polimento das bordas ou, em casos mais severos, a substituição da mesma é necessário. Ensaios de deslizamento alternado em revestimentos CrAISiN depositados sobre aço ferramenta evidenciaram mecanismos de desgaste abrasivo devido a partículas de desgaste anteriores. O objetivo deste trabalho foi investigar a resistência a abrasão destes revestimentos, onde variou-se a topografia do substrato e arquitetura do revestimento, a composição química e a espessura. As propriedades mecânicas destes revestimentos foram avaliadas utilizando ensaios de esclerometria com carga progressiva e microdureza Knoop. A resistência à abrasão foi avaliada utilizado testes de microabrasão com partículas abrasivas de SiC. Os resultados mostraram que não houve diferença nas taxas de desgaste entre as duas arquiteturas. Maiores taxas de desgaste foram obtidas ao diminuir o teor de AISiN na superfície e ao diminuir a espessura. Também foi observado uma relação entre as taxas de desgaste e o produto da carga crítica e a microdureza.

**Palavras-chave**: Desgaste abrasivo; Microabrasão; Revestimento PVD multicamada; Revestimento PVD gradiente; Esclerometria com carga progressiva.

### ABRASIVE WEAR OF MULTI-LAYERED/GRADIENT CRALSIN COATINGS Abstract

Normally, maintenance of stamping tools involves polishing the tool edge, or, in case of severe damage, replacement of the tool. Sliding wear tests of CrAlSiN coatings have evidenced the occurrence of abrasive mechanisms on the worn surfaces. In this work, the abrasion wear resistance of these coatings was investigated, where the effect of substrate surface finish, coating architecture, chemical composition and coating thickness were analyzed. The mechanical properties of the coating of these samples were studied using progressive load scratch tests. Free-ball microabrasion tests were carried out using SiC abrasive slurry. The wear rates of multilayered coatings were the same as those of the gradient coatings. Microabrasion tests showed that coatings with lower concentration of AlSi near the surface and the thinner coating presented the greater values of wear rates. Additionally, the wear rates presented a correlation with the product of the critical load and hardiness.

**Keywords:** Abrasive wear; Micro-scale abrasion; Multilayer PVD coating; Gradient PVD coating; Progressive load scratch test.

- <sup>1</sup> Engenharia Mecânica, mestre, estudante, engenharia mecânica, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, Minas Gerais e Brasil.
- <sup>2</sup> Engenharia Mecânica, doutor, Professor, engenharia mecânica, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, Minas Gerais e Brasil.
- <sup>3</sup> Engenharia Mecânica, doutor, Professor, engenharia mecânica, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, Minas Gerais e Brasil.



Os processos de conformação envolvem um severo contato durante o deslizamento da chapa metálica e a ferramenta. Durante a produção, pode ocorrer a adesão do metal na superfície da ferramenta o que leva a marcas de desgaste no produto final. O desgaste abrasivo também pode ser causado por fragmentos de desgaste anteriores (debris). Um dos principais problemas da conformação a frio, em particular nas ferramentas de estampagem, é a constante necessidade de polir as bordas com a finalidade de reparar a área danificada. Em caso de desgaste severo, a ferramenta deve ser substituída.

Trabalhos anteriores mostraram que a resistência ao desgaste abrasivo pode ser melhorada ao utilizar revestimentos depositados por PVD (physical vapour deposition) na superfície da ferramenta [1]. Em particular, revestimentos duros estão sendo utilizados em ferramentas de estampagem para reduzir o desgaste e desta forma minimizar os custos de operação.

Há inúmeros benefícios associados com esses revestimentos, o que inclui alta dureza e resistência ao desgaste, são quimicamente inertes e apresentam baixo atrito [1]. Entretanto, há um grande número de aplicações onde as propriedades mecânicas e químicas de revestimentos binários não são suficientes [1,2].

Nitreto de cromo (CrN) tem sido utilizado como revestimento em ferramentas de corte devido a sua resistência a corrosão e desgaste, baixo atrito e tensões internas [3].

Como indicado por Park et al. [4], para obter melhores propriedades, a adição de outros elementos no CrN tem sido explorada. Revestimentos quaternários Cr-Al-Si-N tem sido estudados devido a suas propriedades mecânicas e estabilidade térmica [4].

Revestimentos PVD do tipo gradiente estão sedo utilizados com o intuito de aumentar a resistência ao desgaste de diferentes sistemas tribológicos. Outros trabalhos [5], mostraram vantagens nas propriedades mecânicas de revestimentos gradiente devido a mudança gradual da composição química desde a interface com o substrato até a superfície.

Em estudo recente [6], foi realizado testes de desgaste por deslizamento alternado em revestimentos CrAISiN depositados por PVD em aço ferramenta. Foi possível observar mecanismos de desgaste abrasivo na trilha de desgaste, provavelmente causados por fragmentos de desgaste anteriores.

Neste trabalho, foi analisado o efeito de diferentes acabamentos superficiais do substrato e arquitetura do revestimento na resistência à abrasão em testes de microabrasão.

# 2 METODOLOGIA

# 2.1 Amostras

O substrato foi de aço ferramenta SRV2W (Aubert & Duval), com composição química: 0,85% C, 0,90% Si, 0,40% Mn, 8,00% Cr, 2,00% Mo, 0,50% V; temperado a 1030 °C e revenido três vezes a 530-550 °C, dureza final foi de 7,08  $\pm$  0,24 GPa (61  $\pm$  1 HRC). As amostras passaram por diferentes processos de acabamento superficial antes da deposição de revestimento: Polido (P); Micro Jateado (J); Micro Jateado seguido de polimento (JP).



O polimento foi realizada automaticamente usando diferentes lixas (SiC, # 60, # 120 e # 320) seguido por pasta de diamante de 1 µm. As amostras foram micro jateadas utilizando partículas de alumina com um diâmetro de aproximadamente 10 µm. Alguns espécimes foram polidos novamente após micro jateamento. Nesta fase, polimento foi realizado pelo bombardeamento de microesferas de borracha envoltas em pasta de diamante contra as amostras. A rugosidade final é mostrada na Tab. (1).

Tabela 1: To	pografia superf	ficial das amostras	não revestidas.

Amostra	Ra (µm)		
Р	0,164 ± 0,046		
JP	0,362 ± 0,031		
J	0,691 ± 0,029		

Os revestimentos de CrAISiN foram depositados pelo processo de PVD utilizando o reator Platit π300 P + DLC a uma temperatura de 350 °C. Os tipos de arguitetura do revestimento estudados foram: multicamada e gradiente de composição química. Em ambas as arquiteturas, a composição química inicial (interface com o substrato) foi mantida constante em 70% CrN e 30% AlSiN e a composição química até a superfície foi alterada. A espessura do revestimento foi mensurada utilizando testes de microabrasão com pasta de diamante (3 µm). Tendo em vista os parâmetros acima, as amostras foram divididas em cinco lotes, Tab. (2).

Tabela 2: Nomenclatura das amostras e principais características.

Lote	Amostras	Arquitetura	Espessura [µm]	Composição (%)	
				CrN	AISiN
1	P1;JP1;J1	Multicamada	$2,6 \pm 0,13$	30	70
2	P2;JP2;J2	Multicamada	3,1 ± 0,16	30	70
3	P3;JP3;J3	Multicamada	3,7 ± 0,13	50	50
4	P4;JP4;J4	Gradiente	2,2 ± 0,15	50	50
5	P5;JP5;J5	Gradiente	3,9 ± 0,13	30	70

As propriedades mecânicas e estruturais dos revestimentos foram caracterizadas em termos da topografia de superfície (interferometria 3D) e microdureza Knoop (50 gf).

# 2.2 Testes de Microabrasão

Figura (1a) mostra, esquematicamente, o teste de microabrasão de esfera livre [7]. Neste método, a esfera gira sobre a amostra na presença de um fluido abrasivo. Esfera de aço martensítico com diâmetro de 20 mm foi utilizada como contra corpo em todos os testes. O abrasivo empregado foi o carbeto de silício (SiC - Logitech®) com diâmetro médio de 6,35 µm. Nesta condição, a carga aplicada foi de 0,13 ± 0,05 N, monitorada por uma célula de carga. A rotação do eixo motor foi mantida constate impondo uma velocidade tangencial entre esfera e amostra de 0,1 m.s<sup>-1</sup>.

As partículas abrasivas foram suspensas em água destilada a uma concentração de 20 % em massa e foi agitado continuamente para prevenir a decantação. A morfologia da partícula foi avaliada por (MEV) e a distribuição de tamanho médio por um granulometria laser da Malvern Mastersizer 2000.

### 70° Congresso Anual

Para materiais revestidos, o modelo de Archard pode ser estendido levando em consideração o volume desgastado do substrato,  $V_s$ , volume desgastado do revestimento,  $V_c$ , a distância deslizada, S, e a carga normal, N, como apresentado na Eq. (1). Os coeficientes de desgaste  $k_c$  e  $k_s$  representam as taxas de desgaste do revestimento e do substrato, respectivamente [8].



Figura 1: (a) Esquema do teste de microabrasão. (b) Cratera de desgaste produzida na amostra JP1.

$$SN = \left(\frac{v_c}{k_c} + \frac{v_s}{k_s}\right) \tag{1}$$

Assumindo que a cratera de desgaste possui a mesma geometria do contra corpo,  $V_s$  e  $V_c$  podem ser calculados utilizando as Eq. (2) e (3), respectivamente [8].

$$V_S = \frac{\pi a^4}{64R} \tag{2}$$

$$V_c = \frac{\pi t}{4} (a^2 + 4Rt) \tag{3}$$

Para *t/R* << *a*/*R* <<1.

Onde *R* é o raio do contra corpo, *a* é o diâmetro interno da cratera e *t* é a espessura do revestimento.

Neste trabalho, o método de Allsopp [8] foi adotado para se determinar os coeficientes  $k_s e k_c$ . A Equação (1) pode ser rearranjada para a Eq. (4), desta forma, a equação de regressão linear do gráfico  $SN/V_c$  por  $V_s/V_c$  fornece o valor dos coeficientes  $k_s e k_c$ .

$$\frac{SN}{V_C} = \frac{1}{k_S} \frac{V_S}{V_C} + \frac{1}{k_C} \tag{4}$$

Seis testes, consecutivos, foram realizados no mesmo lugar (com verificação do diâmetro interno da calota entre os testes). Os tempos de teste foram: 10, 20, 30, 45, 60 e 75 min. Os tempos dos testes foram determinados a partir do regime permanente de desgaste. O diâmetro interno da cratera foi mensurado utilizando um microscópio acoplado ao equipamento. Um interferômetro a laser foi utilizando para verificar a forma esférica da cratera produzida nos teste. Os mecanismos de desgaste foram observados via MEV.

#### 2.3 Testes de esclerometria com carga progressiva

Os testes de esclerometria com carga progressiva foram realizados em um equipamento especialmente desenvolvido para esta finalidade [9]. Foi utilizado o



### **3 RESULTADOS E DISCUSSÕES**

### 3.1 Caracterização das amostras

As imagens da **Erro! Fonte de referência não encontrada.**(2) são de parte da calota de desgaste das amostras JP2 (multicamada) e JP5 (gradiente de composição química) ao utilizar SiO<sub>2</sub> como abrasivo. As setas mostram a direção das partículas abrasivas. Observa-se as camadas e interfaces que compõe o revestimento multicamada. Também pode ser observado que o revestimento gradiente não apresentara as interfaces.



Figura 2: Parte da calota das amostras JP2 e JP5 desgastada com SiO<sub>2</sub>: (a) multicamada e (b) gradiente. MO.

A Figura (3) mostra a microdureza Knoop dos revestimentos.



A carga utilizada nos testes de microdureza Koop foi de 50 gf. Para esta carga, dependendo da espessura do revestimento, a profundidade da indentação foi maior que 10% da espessura do revestimento. Neste caso, é razoável supor que os resultados de dureza foram influenciados pelo substrato. Consequentemente, os valores de dureza não devem ser utilizados para comparar as durezas diretamente.



Em todos os lotes, amostras com substrato mais rugoso apresentaram menores valores de dureza, Fig. (3). Ao comparar os lotes 2 e 5, a dureza dos revestimentos do tipo gradiente apresentaram maior dureza. Esses resultados podem ter sido influenciados pela maior espessura dos revestimento do lote 5 comparados aos do lote 2, pois, as amostras do lote 5 são 25% mais espessas que as do lote 2. Foi observado resultados semelhantes na literatura para revestimentos PVD TiAlSiN [11], onde o revestimento gradiente apresentou maior dureza comparado ao revestimento do lote 3 (50% AlSiN) resultou em uma maior dureza comparado ao revestimento do lote 2 (70% AlSiN). Este fato pode estar relacionado com o maior volume da fase Si<sub>x</sub>N<sub>x</sub>, nas amostras do lote 2, a qual é menos dura que os cristais de CrAlSiN [4].

Os resultados de carga crítica obtidos por esclerometria com carga progressiva são apresentados na Fig.(4).



O substrato mais rugoso induziu uma menor caga crítica Lc, Fig. (4). Como já mencionado, o valor de Lc pode ser um indicativo da tenacidade a fratura do revestimento.

Nas amostras polidas a arquitetura do tipo gradiente (P5) apresentou maior carga crítica comparado ao revestimento multicamada (P2). Harry et al [12] encontrou resultados semelhantes de carga crítica ao comparar revestimento gradiente e multicamada. As amostras com substrato JP, o revestimento multicamada apresentou um maior valor de  $L_c$  comparado ao gradiente. Para as amostras com substrato J apresentaram resultado estatisticamente idênticos.

Foi observado, para todos os substratos, que as amostras do lote 2 apresentaram maior valor de Lc comparadas as do lote 3. Este resultado pode estar associado a maior dureza e menor tenacidade das amostras multicamada com 50% CrN e 50% AlSiN (lote 3).

Também foi notado que a carga crítica foi influenciada pela espessura do revestimento. Quando comparado a espessura, para os substratos polidos, o revestimento mais fino apresentou valor de carga crítica maior, resultados semelhantes foram reportados na literatura [13]. O resultado pode estar relacionado com a presença de falhas (poros) no revestimento da amostra P2, como mostrado nas micrografias da Fig. (5). Roth et al (1987) [14] reportaram que, para alguns parâmetros de deposição, existe a relação entre carga crítica e tensões internas, no qual foi observado que a carga crítica aumenta com as tensões internas compressivas. Para os outros substratos (JP e J) o revestimento de maior espessura suportou uma maior carga antes de falhar. Para os substratos JP e J, o efeito do substrato na formação do revestimento pode ter influenciado mais que as tensões





Figura 5: Superfície das amostras (a)P1 e (b)P2. MO.

#### 3.2 Testes de microabrasão

A Figura (6) mostra a evolução do coeficiente de desgaste em microabrasão com o tempo de teste. O volume total de material removido apresenta uma relação linear com a distância deslizada multiplicada pela força normal. A taxa de desgaste ( $k_t$ ) calculada a partir do volume total removido ( $V_t = V_c + V_s$ ) tende a um valor constante com o aumento na distância deslizada. O regime permanente foi definido quando a variação do  $k_t$  foi menor que 10% para os últimos 4 pontos na Fig. (6).



Figura 6: Evolução do coeficiente de desgaste com o tempo. Amostra J1. SiC.

As Figuras (7) e (9) apresentam os valores de coeficiente de desgaste dos revestimentos ( $k_c$ ) em função da rugosidade do substrato.

Observa-se na Fig. (7a) que o aumento da rugosidade do substrato leva a diminuição da resistência a abrasão. Para estes parâmetros a arquitetura do revestimento não influenciou nos resultados de coeficiente de desgaste.





Figura 7: Coeficiente de desgaste do revestimento em função da rugosidade do substrato. (a) Efeito da arquitetura do revestimento; (b) efeito da composição química final.

O efeito da composição química final nas taxas de desgaste dos revestimentos multicamada é apresentado na Fig. (7b). As amostras do lote 2 apresentaram menores taxas de desgaste para todos os acabamentos superficiais do substrato. Este resultado pode estar conectado com o menor valor de carga crítica das amostras do lote 3. É razoável supor que os menores valores de L<sub>c</sub> dos revestimentos induziram a abrasão frágil. Figura (8) mostra o comportamento frágil da amostra P3 e indentações dúcteis causada pelo rolamento das partículas abrasivas na amostra J2.



Figura 8: (a) e (b) comportamento frágil encontrado na amostra P3. (c) e (d) indentações múltiplas devido ao rolamento de partículas na amostra J2.

A influência da espessura do revestimento nas taxas de desgaste é apresentada na Fig. (9).



Figura 9: Efeito da espessura do revestimento no coeficiente de desgaste.

Independentemente da rugosidade do revestimento, o revestimento mais espesso apresentou menor taxa de desgaste. Este fato está relacionado com o maior volume de material duro e maior suporte oferecido pelo conjunto revestimento/substrato com

espessura maior do revestimento [15]. O mecanismo de desgaste predominante foi o de indentações múltiplas causado pelo rolamento de partículas abrasivas como ilustrado na Fig. (8c-d).

Figura (10) apresenta o coeficiente de desgaste do revestimento em função da carga crítica e dureza.



Figura 10: Coeficiente de desgaste abrasivo do revestimento em função da carga crítica e pela dureza do revestimento.

Os valores de k<sub>c</sub> apresentaram uma correlação com o produto  $L_c^{-3/4}$ .H<sup>-1/2</sup>, figura 10. Relações semelhantes foram encontradas na literatura [16] onde as taxas de desgaste apresentaram relações direta com a dureza, H, e a tenacidade a fratura do revestimento, K<sub>C1</sub>. Sugere-se que o baixo valor de R<sup>2</sup> está correlacionado aos diferentes mecanismos de desgaste observados nos testes de microabrasão. Por exemplo, as amostras P3 e JP3, apresentaram claramente mecanismo frágil, as outras apresentaram mecanismo dúctil (microsulcamento, microcorte e indentações múltiplas). É bem conhecido [17] que a dureza superficial dificulta a penetração das partículas abrasivas diminuindo as taxas de desgaste e que no regime frágil, o deslizamento de partículas sobre a superfície da amostra leva a formação de trincas somete se a carga normal crítica *N*\* for excedida [18]. A transição de abrasão dúctil para abrasão frágil também pode estar associada à quantidade de defeitos do revestimento.

# 4 CONCLUSÕES

O objetivo principal deste trabalho foi avaliar a resistência à abrasão dos revestimentos CrAISiN. As conclusões encontradas são:

- Os valores de K<sub>C</sub> apresentam relação linear com o produto L<sub>c</sub>-<sup>3/4</sup>.H<sup>-1/2</sup>.
- Em ambas as arquiteturas, o coeficiente de desgaste foi afetado pela rugosidade do substrato. Para os parâmetros empregados, não foi possível evidenciar o efeito da arquitetura do revestimento.
- Amostras com menor quantidade de AlSi na superfície apresentaram maiores taxas de desgaste. Este resultado foi relacionado com o menor valor de L<sub>c</sub> (tenacidade) que induz o comportamento frágil do revestimento.

Ao aumentar a espessura do revestimento aumenta-se a resistência a abrasão.
Esse resultado foi relacionado com o maior volume de material duro.

### Agradecimentos

Agradecemos a CAPES, a FAPEMIG e ao CNPq pelo apoio financeiro.

# REFERÊNCIAS

- 1 Spain, E.; Batista, A. J. C; Letch, M; Housden, J; Lerga, B. Characterisation And Applications Of Cr-Al-N Coatings. Surface & Coatings Technology, V. 200, P. 1507-1513, 2005.
- 2 Bull, S.; Jones, A. Multilayer Coatings for Improved Performance. Surface & Coatings Technology, 78, 1996. 173-184.
- 3 Le, V.V.; Nguyen, T.; Kim, S.; Pham, K. Effect of the Si Content on the Structure, Mechanical and Tribological Properties of CrN/AlSiN Thin Films. Surface & Coatings Technology, V. 218, P. 87--92, 2013.
- 4 Park, I. W.; Kang, D. S.; Moore, J. J.; Kwon, S. C.; Rha, J. J.; Kim, K. H. Microstructures, Mechanical Properties, And Tribological Behaviors Of Cr-Al-N, Cr-Si-N, And Cr-Al-Si-N Coatings By A Hybrid Coating System. Surface And Coatings Technology, V. 201, P. 5223 - 5227, 2007.
- 5 Hogmark, S.; Jacobson, S.; Larsson, M. Design and Evaluation of Tribological Coatings. Wear, V. 246, P. 20 33, 2002.
- 6 Victor, S.; Oliveira, C. A. S De; Oliveira Jr, M. M.; De Mello, J. D. B. Effect of Substrate Surface Finish/Coating Architecture on the Sliding Wear of Multi-Layered/Gradient Ncralsi Coatings. World Tribology Congress 2013. Torino. 2013.
- 7 Rutherford, K.; Hutchings, I. A Micro-Abrasive Wear Test, with Particular Application to Coated Systems. Surface & Coatings Technology, V. 79, P. 231-239, 1996.
- 8 Kusano, Y.; Van Acker, K.; Hutchings, I. M. Methods Of Data Analysis For The Micro-Scale Abrasion Test On Coated Substrates. Surface And Coatings Technology, V. 183, P. 312–327, 2004.
- 9 Da Silva, W. M, De Mello, J. D. B, Using Parallel Scratches To Simulate Abrasive Wear. Wear 267 (2009) 1987–1997.
- 10 Holmberg, K.; Laukkanen, A.; Ronkainen, H.; Wallin, K.; Varjus, S. A Model For Stresses, Crack Generation And Fracture Toughness Calculation In Scratched Tin-Coated Steel Surfaces. Wear, V. 254, P. 278 - 291, 2003.
- 11 Chang, Y.Yu; Yang, Shun-Jan; Wu, Weite; Kuo, Yu-Chu; Lee, Jyh-Wei; Wang, Chaur-Jeng. Mechanical Properties of Gradient and Multilayered TiAlSiN Hard Coatings. Thin Solid Films, V. 517, P. 4934 - 4937, 2009.
- 12 Harry, E.; Rouzaud, A.; Juliet, P.; Pauleau, Y. Adhesion And Failure Mechanisms Of Tungsten--Carbon Containing Multilayered And Graded Coatings Subjected To Scratch Tests. Thin Solid Films, V. 342, P. 207 - 213, 1999.
- 13 Lara, L. O. C., De Mello, J. D. B. Influence Of Layer Thickness On Hardness And Scratch Resistance Of Si-DLC/Crn Coatings. Tribology, V.6, P.123-133, 2012.
- 14 Roth, T. H, Kloos, K., Broszeit, E. Structure, internal stresses, adhesion and wear resistance of sputtered alumina coatings. Thin Solid Films, V. 153, P. 4934 - 4937, 1987.
- 15 Rickerby, D. S.; Burnett, P. J. The Wear And Erosion Resistance Of Hard PVD Coatings. Surface And Coatings Technology, 33, 1987. 191-211.
- 16 Moore, M. A., King, F. S. Abrasive Wear of Brittle Solids. Wear, 60, 1980, 123–140.
- 17 Khruschov, M. M. Principles of Abrasive Wear. Wear, 1, 1974. 69-88.
- 18 Evans, A. G., Marshall, D. B. Wear Mechanisms in Ceramics. In Fundamentals of Friction and Wear Of Materials. Ed. D. A. Rigney, American Society of Metallurgy, Columbus, Oh (1981) 439–452.