

## ESTUDO TRIBOLÓGICO DO REVESTIMENTO ta-C/DLC SOBRE AÇO AISI 52100 EM CONTATO E MOVIMENTO RELATIVO COM ESFERA DE Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

David Jonhson Barcelos<sup>1</sup>

Marcelo Araújo Câmara<sup>2</sup>

UFMG – Universidade Federal de Minas Gerais CEP: 31270-901, Av. Antônio Carlos, 6627 – Campus Universitário, 6627, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

<sup>1</sup> david.barcelos86@gmail.com

<sup>2</sup> marcelocamara@demec.ufmg.br

**Resumo.** Este trabalho propõe um estudo do coeficiente de atrito do revestimento DLC (Diamond-like Carbon) em contato com material cerâmico para avaliar o seu comportamento e compará-lo com o substrato sem revestimento (aço AISI 52100). O revestimento avaliado foi o ta-C/DLC depositado pelo método à base PVD (Physical Vapor Deposition) evaporação por arco catódico com ~1,5 μm de espessura sobre substrato metálico. Realizou-se a avaliação da adesão do filme antes do ensaio tribológico por meio do scratch test. O comportamento do atrito do filme de DLC, e também do substrato sem revestimento foram avaliados contra esferas de nitreto de silício (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) com pressão de contato e movimento relativo em um tribômetro pino sobre disco. Os resultados de atrito e desgaste para o filme de ta-C/DLC a seco foram muito significativos, com valores de coeficiente de atrito de 0,03 a 0,05 para alta e baixa carga, respectivamente, indicando também, desgaste abrasivo suave. Já a superfície do substrato metálico obteve valores de coeficiente de atrito maiores para as mesmas condições (entre 0,65 e 0,825) e ainda desgaste severo.

**Palavras chave:** ta-C/DLC. PVD. Tribômetro.

### 1. INTRODUÇÃO

Revestimentos com alta dureza são frequentemente empregados para proteger superfícies contra o desgaste abrasivo, adesivo e o erosivo. No entanto, estes podem não apresentar baixo coeficiente de atrito e são frequentemente frágeis. Existe então, a necessidade de se projetar revestimentos com dureza elevada e que também forneçam baixo coeficiente de atrito, exibam maior tenacidade, permaneçam aderidos e sejam compatíveis a seus substratos.

As condições práticas em que as máquinas e seus componentes precisam operar estão sempre em evolução e, mais frequentemente, envolvem recursos que impedem a lubrificação com óleo lubrificante ou graxa, pela aplicação ou mesmo a condição de serviço. Conforme Fu *et al.* (2000), a engenharia de superfícies, incluindo tratamentos superficiais e revestimentos, é uma das soluções mais eficazes e flexíveis para problemas tribológicos. Os revestimentos alteram os sistemas tribológicos ao induzirem tensões compressivas residuais, diminuindo o coeficiente de atrito, aumentando a dureza superficial, alterando a química da superfície, ou mesmo alterando a rugosidade superficial.

O DLC como revestimento vem sendo estudado e amplamente utilizado há algumas décadas (Wapler *et al.*, 1980) e (Spear, 1989). Devido à versatilidade deste composto, é possível identificar uma grande diversidade de estruturas, ligações químicas e geometrias que formam materiais como o diamante, várias formas de grafite, fibras de carbono e seus compósitos, e inclusive estruturas não ordenadas como o carbono amorfo (a-C) (Mattox, 1998).

A propriedade da ligação sp<sup>3</sup> do carbono que permite a deposição de ambos os revestimentos, diamante e DLC, é a sua relativa inércia química pela a redução de hidrogênio. Holmberg e Matthews (2009) classificam as categorias de revestimento DLC como: carbono amorfo não hidrogenado (a-C); carbono amorfo tetraédrico livre de hidrogênio (ta-C); carbono amorfo não hidrogenado contendo metais (a-C:Me); carbono amorfo hidrogenado (a-C:H); carbono amorfo tetraédrico hidrogenado (ta-C:H); carbono amorfo hidrogenado contendo metais (a-C:H:Me) e carbono amorfo hidrogenado modificado (a-C:H:X).

Este trabalho buscou de modo experimental contribuir com o estudo da tribologia e da caracterização do revestimento ta-C/DLC. Através do comportamento do revestimento em um ensaio em tribômetro pino sobre disco foi possível avaliar o coeficiente de atrito deste revestimento em aplicações de contato contra material cerâmico, e ainda, comparar com o aço AISI 52100 sem revestimento nas mesmas condições.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

Foram preparados cinco discos de aço AISI 52100 ( $60,4 \pm 1,1$  HRC) com 60 mm de diâmetro e 5 mm de espessura. O acabamento superficial alcançado, obtido através de retífica, apresentou boa qualidade e planicidade com baixa rugosidade. Os dados foram obtidos no perfilômetro T8000 da HOMMELWERKE e os discos foram revestidos com DLC aplicado por processo PVD evaporação por arco elétrico catódico. O revestimento ta-C/DLC de nome comercial BALIFOR T foi realizado pela empresa Oerlikon Balzers – Jundiaí – SP.

Pela Tabela 1 pode-se verificar que após a deposição de DLC por processo PVD evaporação por arco catódico os parâmetros de rugosidade média (Sa e Sq) sofreram um pequeno decréscimo e o filme de DLC apresentou um valor de rugosidade média (Sa) menor (21%) que substrato. A partir dos parâmetros St e Sz é possível inferir se o mecanismo de modificação da textura superficial aconteceu por aumento na profundidade dos vales ou na altura dos picos preexistentes. Observando ainda a Tab. 1, afirma-se que após a deposição do revestimento no substrato houve uma diminuição na amplitude total (St) e na amplitude máxima do perfil (Sz) em relação ao substrato. É importante salientar que os parâmetros St e Sz não são valores médios, mas sim valores extremos e, por isso, devem ser analisados com bastante cuidado.

Tabela 1. Parâmetros de rugosidade do revestimento DLC

PARÂMETROS	SUBSTRATO	FILME DE DLC
Sa ( $\mu\text{m}$ )	0,410	0,325
Sq ( $\mu\text{m}$ )	0,549	0,420
St ( $\mu\text{m}$ )	3,14	3,21
Sz ( $\mu\text{m}$ )	3,14	2,64
Ssk	-0,546	0,950
Sku	4,27	4,44

Os parâmetros Ssk (*Skewness*) e Sku (*Kurtosis*) são adimensionais e estão associados à distribuição de amplitudes de rugosidade. Tanto o substrato quanto o filme de DLC apresentaram Ssk próximo de zero, indicando que a superfície possui aproximadamente uma distribuição simétrica de amplitude (superfície Gaussiana). O substrato apresentou Ssk negativo, ou seja, existe predominância de vales. Após a aplicação do filme de DLC, o valor de Ssk foi positivo, o que quer dizer que há maior predominância de picos. O substrato e o filme de DLC apresentaram Sku maior que 3, o que significa, conforme Stout (2000), que há uma grande concentração das amplitudes (distribuição de alturas centralizadas).

Os experimentos deste trabalho foram realizados em duas etapas. Na primeira etapa foi realizada a avaliação da adesão do revestimento por meio do *scratch test*. E a segunda etapa consistiu no ensaio a partir de um tribômetro para análise do coeficiente de atrito e mecanismos de desgaste referentes às pistas. Os materiais avaliados foram discos de aço AISI 52100, e filme de DLC aplicado por processo PVD evaporação por arco catódico.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A análise de EDS (Fig. 1) revela que o filme da camada superior é composto principalmente por carbono (DLC), enquanto que a região inferior é composta predominantemente por Fe, característica do substrato metálico. Não foi observada camada entre o filme de DLC e o substrato, e a espessura do revestimento encontrada foi de  $1,544 \pm 0,055 \mu\text{m}$ .

Bonetti (2008) reporta em seu trabalho que o maior desafio na deposição de filmes finos de DLC está em alcançar uma elevada adesão entre o filme e o substrato metálico devido à alta tensão residual (externa e interna) destes revestimentos e a baixa reatividade do carbono com a superfície do substrato. No trabalho publicado por Cemin *et al.* (2015), filmes de a-C:H foram depositados em um substrato metálico com uma camada intermediária de SiC<sub>x</sub>:H, por sua vez depositada usando tetrametilsilano (TMS) como precursor. As tensões residuais internas dos filmes são, em geral, causadas por defeitos e impurezas na estrutura e aumentam com a espessura dos mesmos (Holmberg *et al.*, 2009). As tensões residuais externas, também chamadas de tensões térmicas são devidas a incompatibilidade do coeficiente de expansão térmica entre o filme e o substrato, e a diferença de temperatura entre a deposição e o manuseio do componente revestido após a deposição (Holmberg *et al.*, 2009).

Neste trabalho, a técnica qualitativa de análise da aderência do filme foi realizada conforme a norma ASTM C1624-05. A força normal aplicada ao filme foi aumentada gradativamente de 0,2 a 20N enquanto o substrato se movia com velocidade de 0,001m/s em um tempo de 50s. O gráfico do coeficiente de atrito (COF) (linha azul) e da força normal (F) (linha vinho) em função do tempo de deslizamento para o filme de DLC está apresentado na Fig. 2, a exposição do substrato foi destacada com uma seta azul.

A carga crítica que é uma medida semiquantitativa da aderência do filme no substrato não foi encontrada no ensaio, pois não houve deslocamento ou trincas no filme. Realizou-se monitoramento do ponto onde ocorreu uma variação significativa do COF monitorada através de emissão acústica.

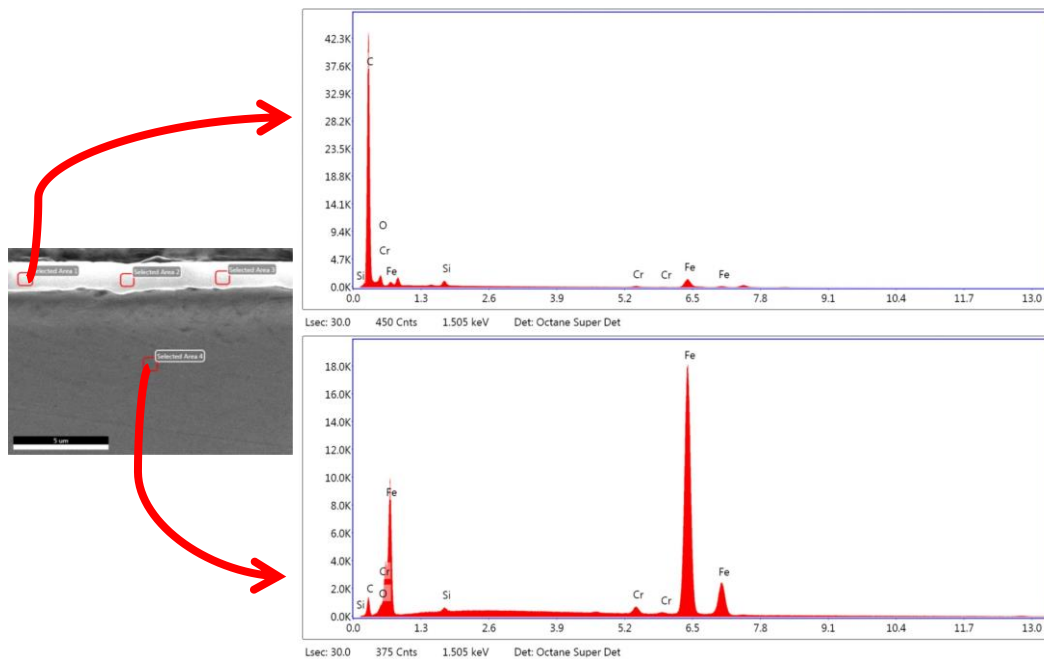


Figura 1. EDS do revestimento DLC sob o substrato de aço AISI 52100

Apesar de não ter sido observado uma força crítica de deslocamento, foi observado um regime de deformação plástica no filme. A carga mínima para o início da deformação plástica do filme de ta-C/DLC foi determinada com o auxílio de imagens de MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura) e emissão acústica do equipamento. A imagem de MEV da trilha, formada no scratch test, foi ajustada na mesma escala do gráfico gerado pelo penetrador. A linha vermelha é o ponto onde a deformação começa e, traçando uma linha para baixo até o gráfico de força aplicada, determina-se qual a carga necessária para deformação plástica. Tal procedimento foi realizado em 5 trilhas e então, calculado o desvio padrão.

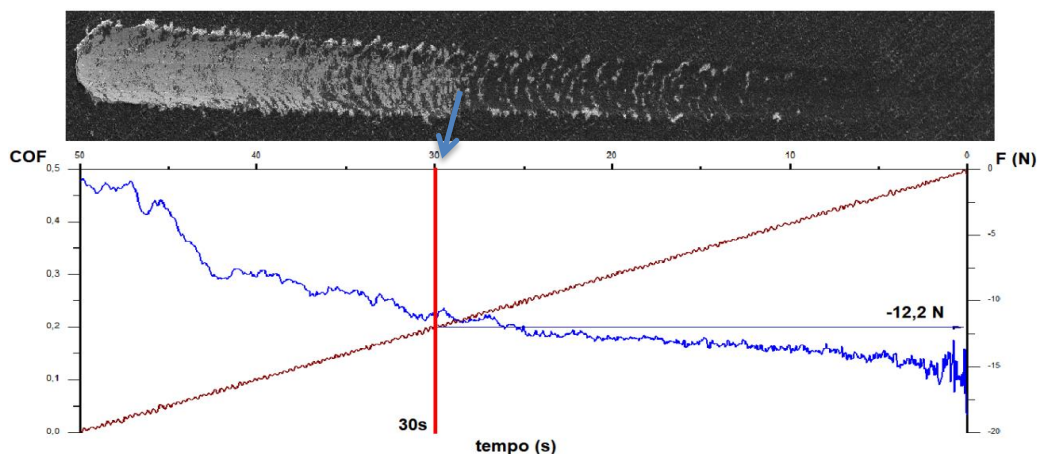


Figura 2. Ensaio de riscamento ou *scratch test* do filme ta-C/DLC

Nota-se na imagem de MEV da Fig. 2 a deformação gerada pela passagem da ponta de diamante, porém não aparecem pontos de deslocamento do filme. Também é verificada a deformação do material no final do ensaio, demonstrando que a ponta de diamante não delaminou o filme de DLC que continuou aderido e cumprindo sua função de protetor e redutor de atrito embora o penetrador tenha deformado o filme e o substrato de aço AISI 52100 a partir de uma carga de  $12,2 \pm 1,7$  N. A falha caracterizada pela formação de fissuras semicirculares indica sua natureza coesiva, e o fato das fissuras não se propagarem através da interface é sinal de boa aderência.

Verificou-se por meio do tribômetro pino sobre disco da Microtest, modelo SMT-A/0100 – n° série B01100-19 (Fig. 3), coeficientes de atrito dos pares de materiais analisados, foi realizada réplica de todos os ensaios. Os dados foram coletados por meio do programa Nanovea Tribometer Software e os gráficos gerados no programa Origin 6. Foi observado o comportamento do coeficiente de atrito entre a esfera de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> e o filme de DLC com alta velocidade (40N e 1m/s), e também o comportamento do aço AISI 52100 sem revestimento nas mesmas condições (Fig. 4), o ensaio foi interrompido em 1700m. O coeficiente de atrito para o filme de DLC nestas condições foi de 0,030 com estabilização à partir de 510m, enquanto o disco sem revestimento apresentou *run in* até aproximadamente 300m e o primeiro de estágio de desgaste com um coeficiente de atrito médio próximo de 0,650, se mantendo estável a partir de 590m.

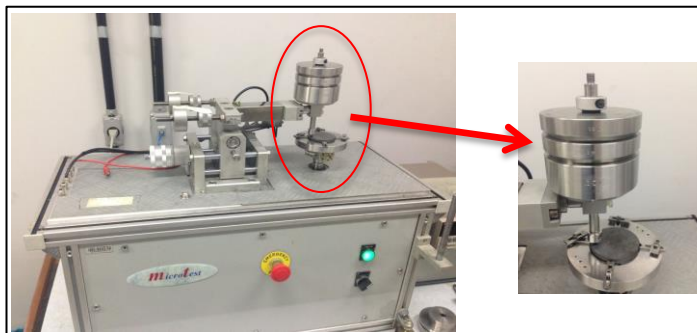


Figura 3. Tribômetro pino sobre disco da Microtest, modelo SMT-A/0100

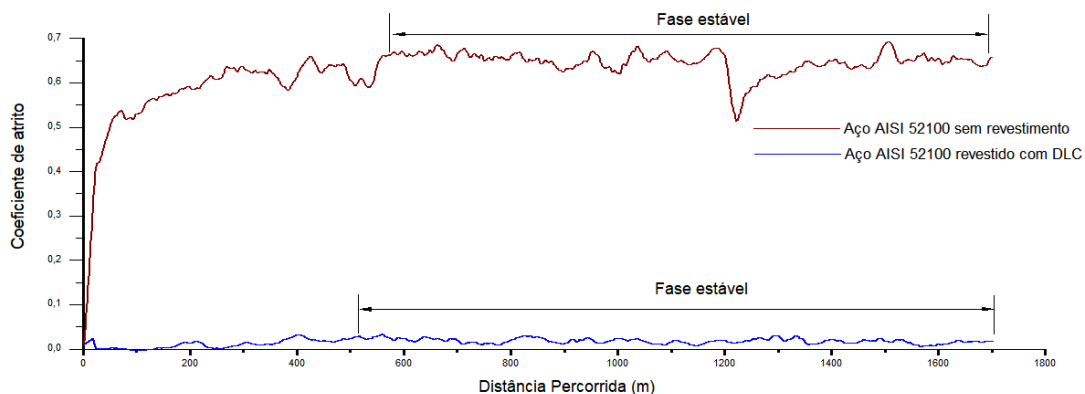


Figura 4. Comparação do coeficiente de atrito em condições de alta carga e alta velocidade no revestimento de DLC e no disco de aço AISI 52100 não revestido

Comparou-se em segundo momento o comportamento entre a esfera de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> com carga baixa e velocidade baixa (5N e 0,25m/s) contra o filme de ta-C/DLC, e o aço AISI 52100 não revestido nas mesmas condições (Fig. 5). O coeficiente de atrito para o filme de DLC nestas condições foi de 0,050, enquanto o disco sem revestimento apresentou *run in* até aproximadamente 20m e o primeiro de estágio de desgaste com um coeficiente de atrito médio próximo de 0,825, se mantendo estável a partir de 1000m.

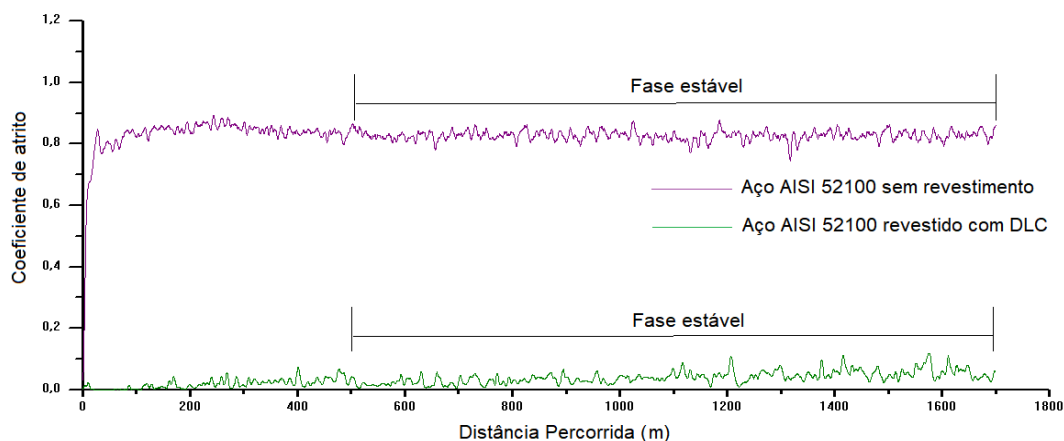


Figura 5. Comparação do coeficiente de atrito em condições de baixa carga e baixa velocidade no revestimento de DLC e no disco de aço AISI 52100 não revestido

Uma redução muito significativa no coeficiente de atrito (entre 0,03 e 0,05 aproximadamente) foi observada nas condições de mudança de carga e velocidade para o revestimento ta-C/DLC comparado com o valor do coeficiente de atrito de substratos não revestido (entre 0,65 e 0,825) para as mesmas condições.

#### 4. CONCLUSÕES

Sobre a análise de adesão do revestimento por meio do *scratch test*, concluiu-se que:

- no *scratch test*, a falha caracterizada pela formação de fissuras semicirculares indicou sua natureza coesiva, e o fato das fissuras não se propagarem através da interface foi sinal de boa adesão do filme ao substrato. A aderência do filme, que é medida quando a carga crítica normal é alcançada não foi encontrada durante os ensaios, com indicação de boa força de adesão entre o filme e o substrato metálico. Nas análises da trilha não apareceram pontos de deslocamento do filme, foi observado apenas um regime de deformação plástica no filme para as forças aplicadas. A deformação do material no final do ensaio demonstrou que a ponta de diamante não delaminou o filme de DLC, e este permaneceu aderido ao substrato metálico.

Em relação à análise tribológica pino sobre o disco, concluiu-se que:

- o revestimento de DLC possibilitou menores valores de coeficiente de atrito em comparação ao disco sem revestimento. O par tribológico esfera de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> contra disco revestido com filme de DLC à seco apresentou valores de coeficiente de atrito semelhantes a sistemas lubrificadas, se mostrando como um excelente revestimento e assegurando um mecanismo de desgaste abrasivo suave tanto para baixas cargas e velocidades, quanto para altas cargas e velocidades. O disco de aço AISI 52100 sem revestimento obteve maiores valores de coeficiente de atrito e desgaste para ambas as condições com desgaste abrasivo severo.

#### 5. REFERÊNCIAS

- ASTM C1624-05(2015). “Standard Test Method for Adhesion Strength and Mechanical Failure Modes of Ceramic Coatings by Quantitative Single Point Scratch Testing”. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2015.
- Bonetti, L. F.. “Otimização das propriedades mecânicas e tribológicas de filmes de DLC crescidos sobre substratos metálicos objetivando aplicações espaciais e industriais”. Tese (Doutorado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica) – Instituto Tecnológico da Aeronáutica, São José dos Campos, 2008. 172 p.
- Cemin, F., Bim, L. T., Leidens, L. M., Morales M., Baumvol, I. J. R., Alvarez F., and Figueroa, C. A. “Identification of the Chemical Bonding Prompting Adhesion of a-C:H Thin Films on Ferrous Alloy Intermediated by a SiC<sub>x</sub>:H Buffer Layer”. *ASC Appl. Mater. Interfaces*. 2015.
- Fu, Y.; Wei, J.; Batchelor, A. W.. “Some considerations on the mitigation of fretting damage by the application of surface-modification Technologies”. *Journal of Materials Processing Technology* 99. 2000, p. 231-245.
- Holmberg, K.. “Coatings tribology: contact mechanisms, deposition techniques and application”. 2nd ed. Elsevier, 2009.
- Holmberg, K., Matthews, A.. “Coatings tribology: properties, mechanisms, techniques and applications in surface engineering”. 2 ed. [S.I.]: Elsevier Science Limited, 2009. 576 p.
- Mattox, Donald. “HANDBOOK OF PHYSICAL VAPOR DEPOSITION (PVD) PROCESSING: Film Formation, Adhesion, Surface Preparation and Contamination Control”. Noyes Publication. Albuquerque, New Mexico, 1998.
- Spear, Karl E.. Diamond - Ceramic Coating of the Future. *Journal Am. Ceram. Soc.*, 72, 1989, p. 171-91.
- Stout, K.J.; Blunt, L.. Three-dimensional surface topography. 2.ed. Penton Press. London, 2000, 285 p.
- Wapler, H., Spooner, T.A., Balfour, A.M.. “Diamond coatings for increased wear resistance”. *Tribology International*, 1980.

#### 6. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.

## TRIBOLOGICAL STUDY OF THE COATING TA-C / DLC ON AISI 52100 STEEL IN CONTACT AND RELATIVE MOTION AGAINST Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> SPHERE

David Jonhson Barcelos<sup>1</sup>

Marcelo Araújo Câmara<sup>2</sup>

Federal University of Minas Gerais, Av. Antônio Carlos, 6627 – Campus Universitário, CEP 31270.901, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brazil.

<sup>1</sup> david.barcelos86@gmail.com

<sup>2</sup> marcelocamara@demec.ufmg.br

**Abstract.** This work proposes a study of the coefficient of friction of the DLC (Diamond-like Carbon) coating in contact with ceramic material to evaluate its behavior and to compare it with the uncoated substrate (AISI 52100 steel). The evaluated coating was the ta-C / DLC deposited by the PVD (Physical Vapor Deposition) method cathodic arc evaporation with ~ 1.5 μm thick on metal substrate. The evaluation of the adhesion of the film before the tribological test was done by means of the scratch test. The friction behavior of the DLC film, as well as the uncoated substrate, were evaluated against silicon nitride (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) spheres with contact pressure and relative motion in a pin-on-disc tribometer. The results of friction and wear for the dry ta-C / DLC film were very significant, with coefficient of friction values of 0.03 to 0.05 for high and low load, respectively, also indicating mild abrasive wear. The surface of the metallic substrate obtained higher coefficient of friction values for the same conditions (between 0.65 and 0.825) and severe wear.

**Keywords:** ta-C / DLC. PVD. Tribometer.

### RESPONSIBILITY NOTICE

The authors are the only responsible for the printed material included in this paper.