

# Caratterizzazione ad usura di rivestimenti PVD con e senza laser texturing

N. Lecis, D. Ugues, B. Previtali, A.G. Demir

*Il processo di laser texturing (LST) è una delle tecniche più promettenti nel campo delle microlavorazioni superficiali in quanto consente di ottenere un eccellente controllo della forma e delle dimensioni delle microcavità prodotte ed è estremamente veloce e senza ricadute dannose per l'ambiente. Recentemente si è assistito allo sviluppo di diversi lavori nei quali il laser è stato impiegato per migliorare il comportamento tribologico di componenti meccanici in materiale metallico. Le microcavità, realizzate per ablazione dal fascio laser sulla superficie di interesse, infatti hanno diversi aspetti positivi da questo punto di vista perché generano un sistema diffuso di microspinte idrodinamiche sulla superficie e agiscono come riserve di lubrificante da una parte e come trappole per i detriti di usura dall'altra, ritardando così, l'innescio di meccanismi di usura da terzo corpo. Nel presente lavoro si presentano i risultati di una sperimentazione volta a valutare l'effetto dell'introduzione di una lavorazione superficiale di texturing laser sulla superficie di riporti PVD in TiN. Per il texturing è stata utilizzata una sorgente laser in fibra innovativa ad alta efficienza che ha consentito, una volta ottimizzati i parametri di processo, di ottenere dimensioni controllate delle microcavità, una buona geometria delle stesse e di evitare la presenza di residui di lavorazione anche sui coating ceramici oggetto dello studio. I test di usura in condizioni di strisciamento lubrificato con alto carico applicato e bassa velocità relativa, sono stati condotti sul rivestimento TiN microlavorato e per confronto sul tal quale e su un rivestimento autolubrificante commerciale, il WC/C. I risultati ottenuti mostrano un marcato incremento delle prestazioni a usura per il rivestimento laser con texturing (fino al 50% di riduzione del volume di usura) e l'assenza di significativi danneggiamenti del rivestimento in presenza delle microcavità e delle sollecitazioni di usura applicate. Nel breve futuro si eseguirà pertanto un approfondimento ulteriore per valutare anche l'economia di scala del ciclo di lavorazione.*

**Parole chiave:**  
rivestimenti, tribologia

## INTRODUZIONE

Le sempre più restringenti normative in campo di rispetto ambientale, stimolano con sempre maggior frequenza, la ricerca di nuovi materiali o nuove lavorazioni degli stessi che consentano di ridurre la presenza di liquidi lubrificanti nelle applicazioni anti usura [1]. Tuttavia la rimozione o riduzione del lubrificante utilizzato è particolarmente critica soprattutto nelle applicazioni dove gli alti carichi in gioco e le medio-basse velocità di scorrimento portano a lavorare in condizioni di lubrificazione limite e portano le superfici tecnologiche a lavorare in condizioni di usura adesiva.

La lavorazione di superficiale texturing laser (LST) è una tecnica sperimentata da tempo che consente di realizzare micro cavità sulla superficie dei componenti a contatto che hanno in questo caso il duplice scopo di agire da serbatoio di lubrificante e da trappola per i detriti di usura [2] ritardando l'instaurarsi delle condizioni di usura da terzo corpo e incrementando quindi le prestazioni di resistenza ad usura dell'intero sistema meccanico. La forma delle cavità può essere controllata con precisione ottimizzando i parametri laser con flessibilità, senza la necessità di

applicare ulteriori operazioni di pre o post finitura delle superfici, riducendo così l'impatto ambientale dell'intero ciclo di lavorazione.

Troviamo riportati in letteratura gli effetti benefici del LST per esempio in applicazioni meccaniche con una riduzione del coefficiente di attrito fino al 30% [3-4-5].

Risultati promettenti sono stati anche riportati nella lavorazione di superfici ceramiche e rivestite in carburo WC-C[6].

Per quanto riguarda la sorgente laser è possibile reperire in letteratura dati relativi a regimi con lunghezze d'onda e durate degli impulsi diversi [6-12] che, modificando l'interazione del fascio col materiale, producono effetti differenti. In linea di principio, ridurre sia la lunghezza d'onda sia la durata dell'impulso rende la qualità della lavorazione più alta. Tuttavia la ricerca di queste condizioni ottimali di lavoro deve confrontarsi anche con la reale economicità, efficienza e produttività del processo anche su superfici di dimensioni rilevanti.

Inoltre, l'utilizzo di LST su rivestimenti di pochi micrometri di spessore, induce una ulteriore restrizione dei parametri operativi utilizzabili, in quanto una profondità eccessiva di lavorazione potrebbe portare al danneggiamento del rivestimento se non proprio alla sua completa rimozione locale e alla parziale fusione degli strati superficiali del substrato.

Nel presente lavoro si è esplorata la possibilità di operare con un laser pulsato in fibra [14] che consente di ottenere una adeguata qualità del foro e che garantisce una elevata produttività e buona efficienza economica, quindi proponibile per applica-

N. Lecis, B. Previtali, A.G. Demir  
Politecnico di Milano, Dipartimento di Meccanica

D. Ugues  
Politecnico di Torino,  
Dipartimento di Scienza Applicata e Tecnologia

zioni industriali.

In particolare, si forniscono di seguito risultati sugli effetti della lavorazione laser su un rivestimento PVD di TiN e sulla resistenza a usura in condizioni di strisciamento con contatto conforme. Gli esiti di queste ultime prove sono stati confrontati con un rivestimento autolubrificante commerciale di tipo WC-C.

## PROCEDURE SPERIMENTALI

### Rivestimenti

Per la realizzazione della ricerca sono stati realizzati alcuni dischi in acciaio da bonifica 42CrMo4 di 50 mm di diametro, bonificati e successivamente puliti e lucidati.

Su una parte di essi è stato realizzato il deposito in WC-C per sputtering, mentre su una seconda serie di campioni è stato depositato un rivestimento TiN con tecnica Physical Vapour Deposition (PVD) ad arco catodico. In entrambi i casi si sono utilizzati impianti industriali.

Lo spessore, misurato tramite ball crater test è risultato essere  $2.17 \pm 0.2 \mu\text{m}$  per il WC/C e  $2.65 \pm 0.13 \mu\text{m}$  per il TiN. Le analisi al microscopio elettronico a scansione (SEM) hanno, inoltre consentito di verificare che la morfologia dei rivestimenti fosse omogenea e con una ridotta presenza di droplets.

### Lavorazione superficiale laser (LST)

La lavorazione di texturing è stata realizzata sul rivestimento TiN utilizzando un laser impulsato in fibra IPG Photonics (Fig. 1) con una potenza massima di 50 W con frequenza di impulsi tra 20 e 80 kHz e durata di impulso di circa 100 ns. La sorgente è accoppiata ad una testa di scansione Sunny TSH8310D. Le caratteristiche generali del sistema di lavorazione sono riportate in Tab. 1. Una sperimentazione preliminare, qui non riportata per brevità, ha consentito di determinare il set di parametri di processo con cui realizzare un pattern di microcavità di dimensioni nominali pari a: 50  $\mu\text{m}$  di diametro per 2  $\mu\text{m}$  di profondità.

Al termine della lavorazione non è stata eseguita nessuna operazione di lucidatura o di rimozione della bava. La qualità dei droplet prodotti e la loro localizzazione è stata verificata con ispezioni al SEM sulla superficie dei rivestimenti texturizzati.

### Test di usura

I test di usura (Fig.2) sono stati condotti utilizzando un pin a testa piana in 18NiCrMo35 trattato termicamente fino a una durezza di 38 HRC. La distanza totale percorsa è stata pari a 1000 m in condizioni lubrificate, usando olio lubrificante e rigenerando ogni 250 m. La velocità di strisciamento applicata è 2.22 m/min, l'area di contatto è circolare con un diametro di 5 mm e la forza di contatto è di 1760 N.

La perdita di peso è stata determinata con una bilancia analitica, mentre le variazioni di volume sono state calcolate a partire da profili perpendicolari alla traccia determinati periodicamente (ogni 250 m) con un profilometro a contatto Hommel Werke T1000.

Durante tutto lo svolgimento della prova è stato, inoltre, registrato l'andamento del coefficiente d'attrito.

## RISULTATI E DISCUSSIONE

Dal punto di vista morfologico, come mostrato in Fig. 3, i crateri ottenuti permettono di coprire con regolarità la superficie del campione, il loro diametro medio misurato è risultato pari a  $48.7 \pm 1.4 \mu\text{m}$  con un rapporto di forma pari a  $1.17 \pm 0.02$  ed una profondità di circa 2  $\mu\text{m}$ . Inoltre, non si osserva praticamente la formazione di bava, se non in quantità minime in corrispondenza dei bordi del foro. L'interno dei crateri è, invece caratterizzato da una superficie micro-criccata, residuo del netto gradiente termico durante la lavorazione, che però non dà

Maximum average power	50 W
Wavelength	1064 nm
Pulse repetition rate (PRR)	20-80 kHz
Pulse energy range	0.5-1.2 mJ
Minimum pulse duration	100 ns
M <sup>2</sup>	1.7
Collimated beam diameter	5.9 mm
Focal length	100 mm
Beam waist diameter	39 $\mu\text{m}$

**TAB. 1** *Caratteristiche generali del sistema laser utilizzato.*  
General characteristics of the laser system.



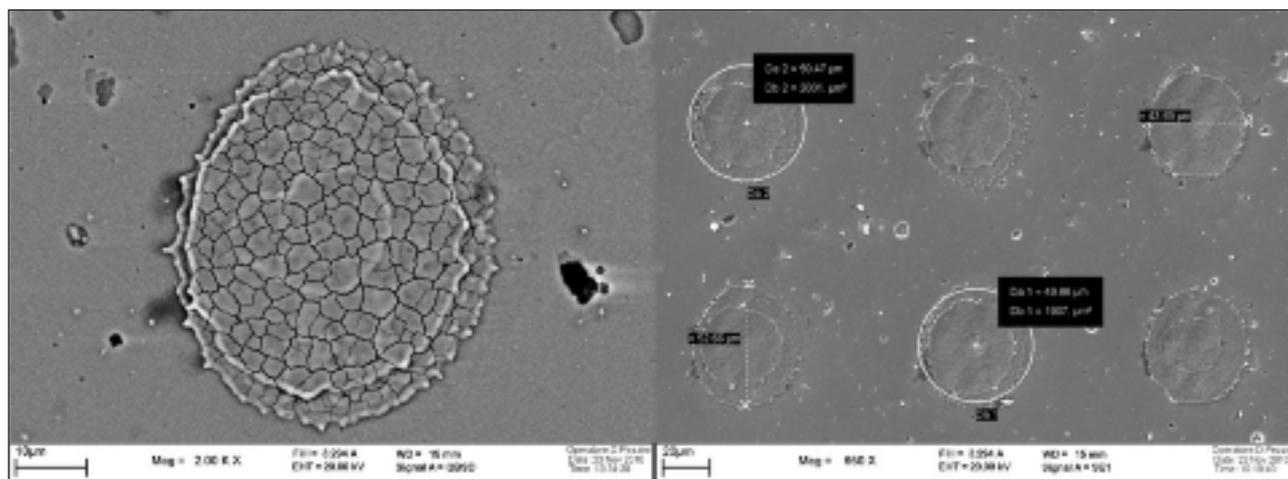
**FIG. 1** *Vista generale del sistema di lavorazione per microlavorazioni laser.*

Overall image of fiber laser system.



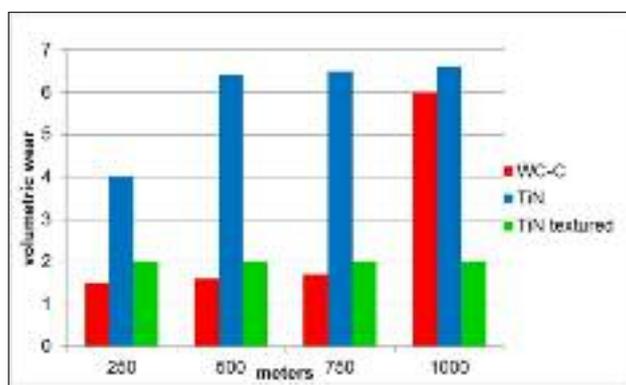
**FIG. 2** *Dettaglio della prova di usura a pin piano.*

Flat pin on disk test.



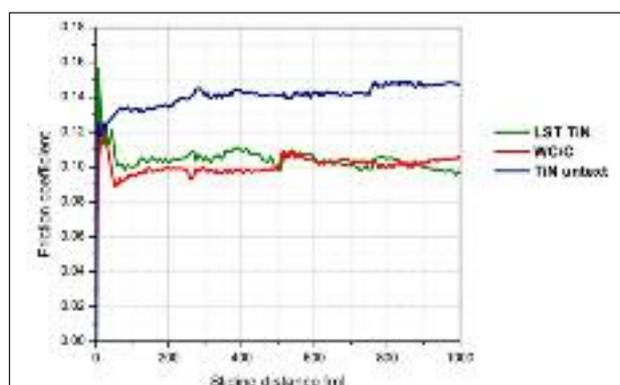
**FIG. 3** *Micrografia SEM dei microcrateri ottenuti per LST sul rivestimento in TiN.*

*SEM images of the dimples obtained on laser textured TiN surface.*



**FIG. 4** *Andamento dell'usura volumetrica durante lo svolgimento della prova pin on disk.*

*Volumetric wear measurement during pin on disk test.*



**FIG. 5** *Andamento del coefficiente di attrito durante lo svolgimento della prova pin on disk.*

*Friction coefficient behavior during pin on disk test.*

luogo a distacchi del rivestimento e che è possibile riscontrare anche in altri lavori che utilizzano laser con impulsi dell'ordine dei nanosecondi [8,13].

Nella sperimentazione ad usura le superfici rivestite in TiN con e senza LST sono state confrontate con un rivestimento WC/C comunemente impiegato in applicazioni antiusura.

I risultati riassuntivi sono mostrati in Fig. 4 e 5.

In Fig. 4 è riportata la variazione di volume in funzione della distanza percorsa durante il test di usura.

Si osserva che, inizialmente il comportamento migliore è quello del rivestimento in carburo, ma verso la fine della prova si registra un cambiamento nel regime di usura di questo rivestimento, con un marcato aumento del volume di usura.

Il TiN ha un comportamento praticamente costante durante la prova in presenza o meno della texturizzazione, ma il rivestimento TiN-LST ha una riduzione del volume di usura rispetto al non lavorato che arriva fino al 70%.

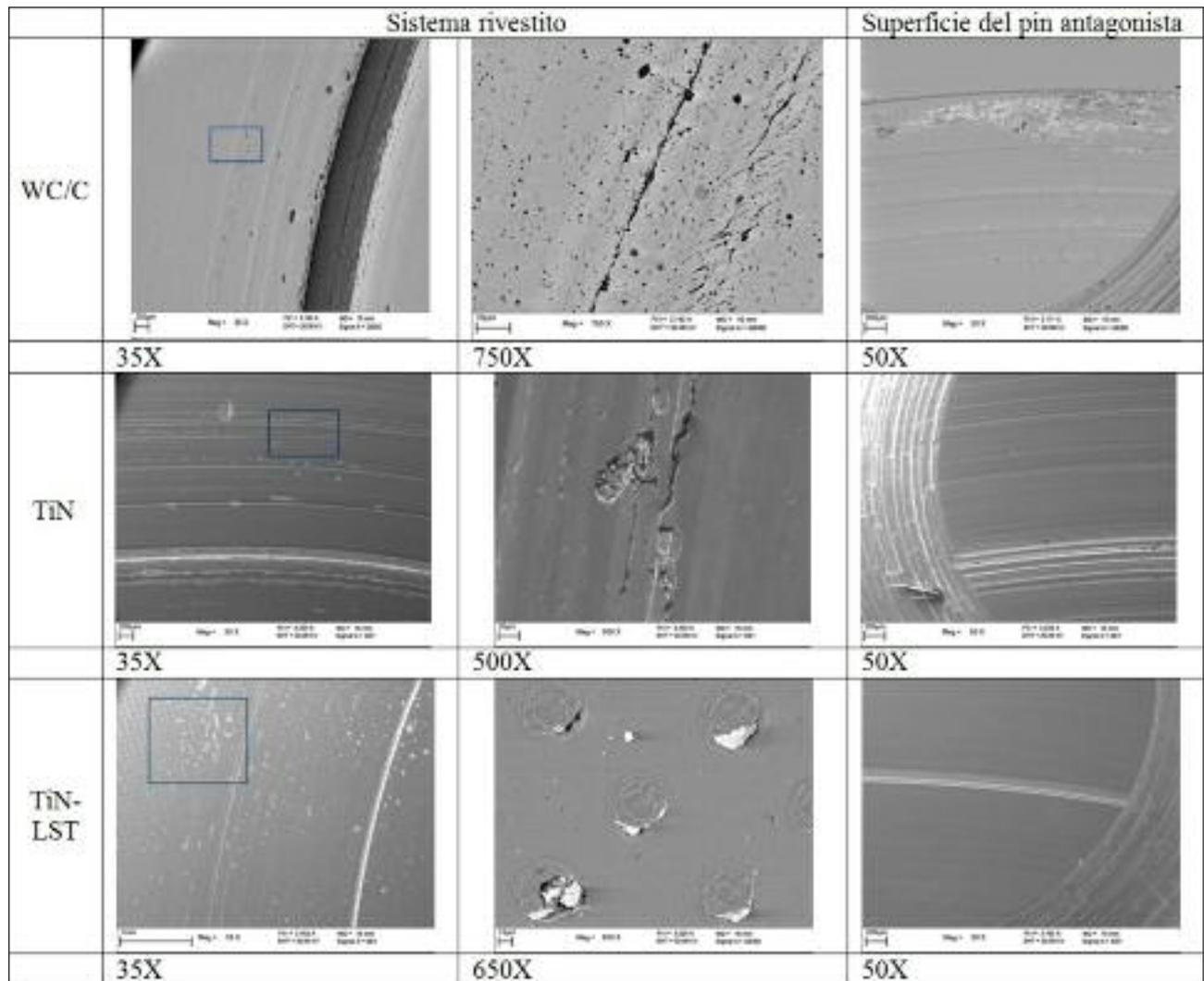
L'andamento del coefficiente di attrito (Fig. 5) consente di indagare meglio la parte iniziale della prova, dove il rivestimento texturizzato presenta, in realtà, un picco del coefficiente di attrito legato ai residui della lavorazione che sono presenti sulla superficie e che volutamente non sono stati rimossi per poter indagare la condizione tal quale dopo texturizzazione. Dallo stesso grafico è possibile notare che dopo il transitorio iniziale il valore del coefficiente di attrito del TiN-LST raggiunge un valore

stazionario confrontabile con quello del WC/C e decisamente inferiore a quello del TiN non texturizzato. Questo andamento è spiegabile con un meccanismo di levigazione del bordo dei crateri grezzi dopo la texturizzazione che porta le due superfici a contatto a conformarsi a vicenda fino a trovare un equilibrio.

Lo studio dei meccanismi di usura è stato condotto tramite il SEM sui campioni delle tre famiglie di sistemi rivestiti analizzati a seguito della prova di usura.

In Fig. 6 sono riportate le osservazioni delle tracce di usura sui tre sistemi rivestiti.

Il rivestimento WC-C mostra un'usura adesiva severa che porta all'esposizione su un'ampia area della superficie rivestita del substrato e a tracce di materiale trasferito proveniente dal rivestimento sul pin antagonista. Oltre alla incisione principale, sulla superficie usurata sono presenti numerose altre incisioni meno profonde con evidenza di criccate orientate a circa 45° rispetto alla direzione di strisciamento. Il rivestimento TiN senza lavorazione laser mostra un'usura che in diverse zone della traccia porta a incisioni di profondità variabile, in alcuni casi molto profonde. La superficie del TiN-LST presenta incisioni in minor numero rispetto a quelle presenti sugli altri due rivestimenti e mediamente di minore profondità. Fra le incisioni presenti su questo sistema rivestito solo una risulta profonda e raggiunge l'interfaccia con il substrato. Sul resto della superficie TiN texturizzata si può dire che in realtà si verificano effetti di lucida-



**FIG. 6** Micrografie SEM delle tracce di usura dei campioni indagati nella sperimentazione a diversi ingrandimenti e della superficie dei rispettivi antagonisti.

*SEM micrographs of the wear test grows and pin surface of all samples investigated.*

tura delle asperità superficiali e alcune incisioni poco profonde. Nel complesso la superficie della traccia che risulta danneggiata severamente nel caso del TiN-LST è nettamente inferiore rispetto a quella degli altri due sistemi rivestiti.

Per quanto riguarda il comportamento dei singoli crateri sul rivestimento texturizzato in condizioni di usura si può notare in figura 6 che questi risultano parzialmente danneggiati con rimozione localizzata di frammenti, ma anche che, come atteso, tali avvallamenti della superficie agiscono da trappola per i detriti di usura che in questo modo vengono pertanto rimossi dall'interfaccia di contatto e non contribuiscono a produrre usura a tre corpi. A tal proposito a giudicare dalla severità delle incisioni prodotte sugli altri due sistemi rivestiti è invece sicuramente ipotizzabile che nelle prove di usura di tali sistemi l'usura inizialmente adesiva si sia trasformata in modo esteso in usura abrasiva a tre corpi, a causa del fenomeno di trasferimento di materiale e poi della sua successiva frammentazione.

## CONCLUSIONI

Dalla presente sperimentazione è stato possibile ricavare alcune conclusioni di seguito riassunte:

- La lavorazione superficiale di texturing laser di superfici rivestite PVD è possibile con un laser in fibra impulsato che

ha grandi potenzialità di utilizzo industriale grazie sia alla sua elevata produttività sia alla possibilità di adottarlo su larga scala in maniera economica.

- La texturizzazione laser pur introducendo una micro-cricatura del rivestimento in corrispondenza dei crateri non ha portato al danneggiamento esteso del rivestimento anche in condizioni di strisciamento severo come quelle applicate durante la prova di usura.

In condizioni di usura in strisciamento con contatto conforme lubrificato e una combinazione di elevata pressione e bassa velocità di strisciamento si sono osservati i seguenti vantaggi del sistema TiN texturizzato rispetto agli altri due sistemi commerciali testati:

- Dopo 1000 metri di strisciamento il sistema rivestito innovativo evidenzia un volume di usura inferiore del 65% rispetto al sistema WC/C e di circa il 70% rispetto al sistema TiN non texturizzato.
- Una frazione significativa dei detriti prodotti durante lo strisciamento delle due superfici antagoniste è risultata a fine prova intrappolata all'interno dei crateri e quindi sottratta dall'interfaccia di contatto, con conseguente riduzione dell'usura a tre corpi.
- Dopo un picco iniziale del coefficiente di attrito, il sistema tex-

turizzato assume un valore stabile confrontabile con un rivestimento autolubrificante commercialmente diffuso come il WC/C e sicuramente inferiore a quello del TiN.

## BIBLIOGRAFIA

- [1] A. Erdemir: "Review of engineered tribological interfaces for improved boundary lubrication", *Tribology International* 38 (2005) 249-256
- [2] I. Etsion: "State of the Art in Laser Surface Texturing", *Journal of Tribology* 127 (2005) 248-253
- [3] G. Ryk, I. Etsion: "Testing piston rings with partial laser surface texturing for friction reduction.", *Wear* 261 (2006) 792-796.
- [4] Izhak Etsion: "Improving tribological performance of mechanical components by laser surface texturing.", *Tribology Letters* 17 (2004) 733-737.
- [5] Wan Yi, Xiong Dang-Sheng: "The effect of laser surface texturing on frictional performance of face seal.", *Journal of Materials Processing Technology* 197 (2008) 96-100.
- [6] S. Schreck, K.-H. Zum Gahr: "Laser-assisted structuring of ceramic and steel surfaces for improving tribological properties.", *Applied Surface Science* 247 (2005) 616-622.
- [7] T.V. Kononenko, S.V. Garnov et al.: "Laser ablation and micropatterning of thin TiN coatings.", *Applied Physics A* 71 (2000) 627-631.
- [8] M. S. Trtica, V. F. Tarasenko et al.: "Surface modifications of TiN coating by pulsed TEA CO<sub>2</sub> and XeCl lasers", *Applied Surface Science* 252 (2005) 474-482
- [9] U. Popp and U. Engel, "Microtexturing of cold-forging tools - influence on tool life", proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, part B: *Journal of engineering Manufacture* (2006) 27-33
- [10] C. Vincent, G. Monteil, T. Barriere, J. C. Gelin, "Control of the quality of laser surface texturing", *Microsyst Technol* (2008) 14:1553-1557
- [11] M. Vilhena, M.Sedlacek, B.Podgorni et al. :, "Surface texturing by pulsed Nd:YAG laser", *Tribology International* 42 (2009) 1496-1504
- [12] P. Andersson, J. Koskinen, S. Varjus et al. : "Microlubrication effect by laser-textured steel surfaces", *Wear* 262 (2007) 369-379
- [13] A.A. Voevodin, J.S. Zabinski: "Laser surface texturing for adaptive solid lubrication.", *Wear* 261 (2006) 1285-1292.
- [14] Yibo Gao, Benxin Wu, Yun Zhou, Sha Tao, "A two-step nanosecond laser surface texturing process with smooth surface finish", *Applied Surface Science* 257 (2011) 9960- 9967.

## Abstract

### Fiber laser surface texturing of PVD coatings and their tribological behaviour

**Keywords:** laser surface texturing, active fiber laser, coating TiN, wear

Laser surface texturing as an established process for surface micromachining, amongst other texturing methods provides a more flexible and precise solution. However, industrial use of such process has been limited due to the fact that it is a micro machining process which has to be applied to relatively large surfaces. This requires a robust and accurate tool for the application on real components and such technological aspect usually limits the industrial exploitability. Such goal can be met by the use of high brilliance pulsed fiber laser sources. In addition to their high beam quality and productivity, these sources are easy to integrate to industrial systems and prone to industrial environment. In this work, the benefits deriving from the use of such laser sources for surface texturing of very thin TiN coatings is demonstrated. Main advantages achieved are the reduction of thermal damage due to longer pulses and a better control of ablation depth. Wear performance of the fiber laser textured surfaces has been tested and compared with conventional WC/C and plain TiN coatings. Laser Surface Texturing of TiN provided a 50% reduction in maximum wear depth if compared to plain TiN and WC/C and a very uniform wear trend.

Morphological observations revealed the laser source provided sufficient dimple quality, even though the thermal ablation process. Resultantly, the dimples produced by laser texturing did not cause coating embrittlement even in presence of severe load sliding conditions.