

# MICROSTRUTTURAZIONE SUPERFICIALE IN ACCIAI PER IL MIGLIORAMENTO DELLE PERFORMANCES TRIBOLOGICHE

E. Gualtieri, C. Menabue, L. Rettighieri, A. Borghi, S. Valeri

*Nell'ambito delle tecnologie per l'ottimizzazione di contatti striscianti, una soluzione interessante è la micro-ingegnerizzazione superficiale mediante la tecnica Laser Surface Texturing (LST). Il presente lavoro sperimentale mira a chiarire il beneficio tribologico garantito dalla micro-strutturazione laser in superfici di acciaio. I provini in acciaio sono stati micro-strutturati mediante LST creando micro-cavità circolari distribuite uniformemente sulla superficie. Sono stati effettuati test di prestazione mediante tribometri "pin-on-disk" e "ball-on-disk" in regimi di "piena lubrificazione", "scarsa lubrificazione", e "contatto a secco" accoppiato con un rivestimento sottile in CrN cresciuto mediante deposizione da fase vapore-magnetron sputtering. A fini comparativi, sono stati contemporaneamente testati in analoghe condizioni provini in acciaio non micro-strutturati (lisci). L'analisi morfologica delle tracce d'usura è stata effettuata mediante un sistema dual beam che combina un fascio elettronico (SEM) ed un fascio ionico (FIB), ambedue ad alta focalizzazione.*

*Nelle condizioni di contatto lubrificato, la micro-strutturazione superficiale contribuisce ad un significativo abbassamento del coefficiente d'attrito dell'acciaio. In assenza di lubrificante, la presenza di micro-cavità rallenta i processi di usura abrasiva.*

PAROLE CHIAVE: tribologia, acciaio, trattamenti superficiali, microscopia elettronica

## INTRODUZIONE

La ricerca di soluzioni tecnologiche anti-attrito ed anti-usura finalizzate a ridurre le dissipazioni termiche e ad ottimizzare le prestazioni di contatti striscianti va nella direzione di rispondere alla crescente domanda di risparmio energetico [1]. Numerosi studi di recente pubblicazione dimostrano che la presenza di micro-strutturazioni superficiali può contribuire al miglioramento tribologico, riducendo frizione ed abrasione ed aumentando il tempo di vita dei materiali [2-4]. L'introduzione di specifiche micro-cavità regolarmen-

te distribuite su superfici in contatto strisciante favorisce la cattura di detriti, ed in presenza di lubrificante ne promuove e ne supporta la spinta idrodinamica [5,6].

Diverse tecniche vengono utilizzate per la micro-strutturazione superficiale: le più diffuse si basano su metodi meccanici e litografici; altre sfruttano processi di rivestimento; altre ancora impiegano fasci energetici ad elevata focalizzazione (elettronico, ionico, laser ecc.) [7]. Tra quest'ultime, il Laser Surface Texturing (LST) si distingue per l'elevata industrializzazione: si basa su processi estremamente rapidi e flessibili di micro-ablazione selettiva, che non necessitano di camere sottovuoto né costringono a particolari operazioni di stoccaggio dei residui. Controllando l'orientazione di un fascio laser, e monitorando le caratteristiche dello spot incidente, è possibile micro-strutturare una vasta gamma di materiali secondo matrici regolari di micro-cavità con eccellente controllo di dimensione e forma delle stesse.

L'obiettivo del presente lavoro di ricerca è l'indagine degli effetti di micro-strutturazioni laser su superfici in acciaio attraverso l'analisi dei comportamenti tribologici in differenti regimi di lubrificazione. Mediante test tribometrici e successive osservazioni morfologiche, si è studiata l'influenza delle micro-cavità sui contatti striscianti, valutandone il dupli-

**E. Gualtieri, S. Valeri**

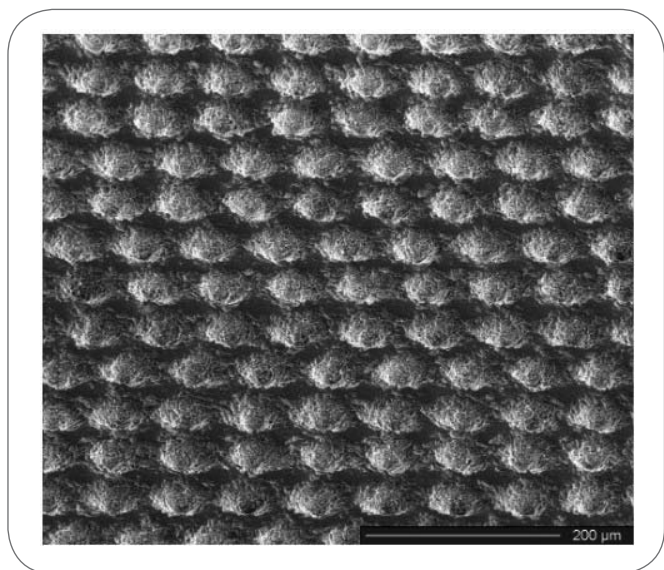
Dipartimento di Fisica, Università degli Studi di Modena e Reggio Emilia, via Campi 213/a, 41100 Modena, Italy  
CNR-INFM-National Research Centre on nanoStructures and bioSystems at Surfaces (S3), via Campi 213/a, 41100 Modena, Italy

**C. Menabue, L. Rettighieri**

Dipartimento di Fisica, Università degli Studi di Modena e Reggio Emilia, via Campi 213/a, 41100 Modena, Italy

**A. Borghi**

CNR-INFM-National Research Centre on nanoStructures and bioSystems at Surfaces (S3), via Campi 213/a, 41100 Modena, Italy



▲  
Fig. 1

**Immagine SEM: superficie in acciaio micro-strutturata laser secondo matrici regolari di fori circolari (densità 40%, profondità 10 μm, diametro 50 μm).**  
SEM image: laser textured steel surface exhibits regular arrays of circular micro-dimples (density 40%, depth 10 μm, diameter 50 μm).

ce ruolo di “tasche idrodinamiche” e “trappole di detriti”. Gli effetti della micro-strutturazione laser in acciaio sono stati studiati in differenti configurazioni di contatto: “scarsa lubrificazione”, “povera lubrificazione”, “contatto a secco” accoppiato con un rivestimento sottile in CrN direttamente cresciuto sulle superfici di acciaio mediante deposizione da fase di vapore-magnetron sputtering.

### PROCEDURE SPERIMENTALI

In fase preliminare, i provini in acciaio sono stati sottoposti a lappatura meccanica fino ad ottenere una rugosità superficiale di 0.05 μm; in un secondo tempo sono stati micro-strutturati mediante LST ed infine lucidati al fine di rimuovere il materiale di riporto, accumulato sui bordi delle micro-cavità. Questi i principali parametri dell'apparato laser (“Spectron Nd:YAG”) utilizzato per il trattamento LST in acciaio:

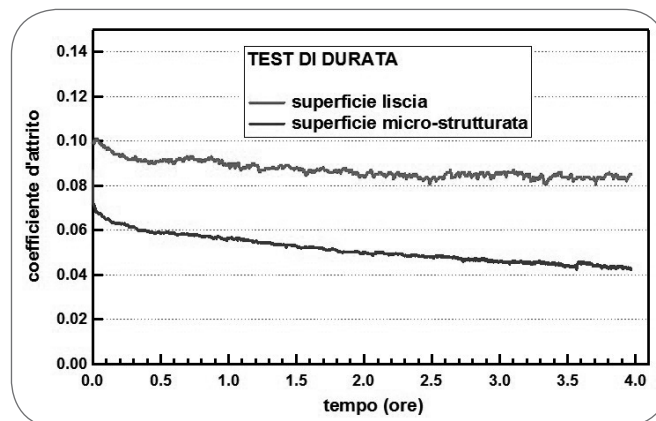
- Lunghezza d'onda del fascio laser: 1.06 μm;
- Durata delle singole pulsazioni: 30 ns;
- Energia del fascio per singola pulsazione: 4 mJ.

I provini in acciaio micro-strutturato presentano matrici regolari di fori circolari distribuiti con densità superficiale 40% (Fig. 1).

I test di attrito sono stati effettuati utilizzando tribometri TRN (CSM® Instruments) e UMT-2 (CETR®instruments) utilizzando controparti statiche in acciaio 100Cr6. Per ottenere un confronto sperimentale delle performances tribologiche sono stati testati nelle medesime condizioni campioni micro-strutturati e non micro-strutturati (lisci).

Sono state prese in esame tre diverse configurazioni:

- “piena lubrificazione”: le controparti dinamiche sono completamente immerse in un bagno d'olio commerciale;
- “scarsa lubrificazione”: una goccia di olio commerciale (concentrazione pari a circa  $2 \cdot 10^{-3}$  ml·cm<sup>-2</sup>) è stata applicata



▲  
Fig. 2

**Test di durata in configurazione “piena lubrificazione”. Il grafico rappresenta l'evoluzione del coefficiente di attrito in funzione del tempo e permette il confronto tra la prestazione dell'acciaio non micro-strutturato (curva grigio chiaro) e l'acciaio micro-strutturato (curva grigio scuro).**

Ball-on-disk endurance test under “full lubrication” configuration: comparison of the evolution of the friction coefficients plotted as a function of the elapsed time relative to untextured (light grey curve) and textured (dark grey curve) steel surfaces.

tra le superfici a contatto ad inizio test;

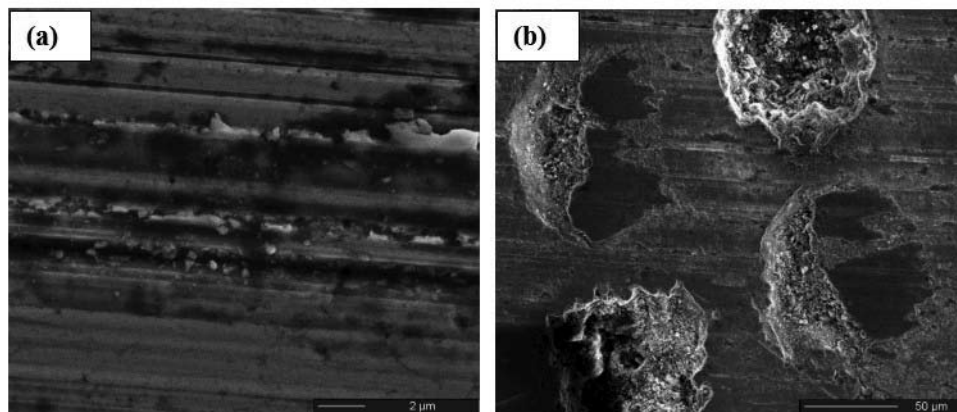
- “contatto a secco”: strisciamento in assenza di lubrificante. Sui provini in acciaio (micro-strutturati e lisci) è stato cresciuto mediante deposizione da fase di vapore-magnetron sputtering un rivestimento sottile in CrN di spessore 3 μm. La trattazione dettagliata della ricetta di deposizione e dei relativi parametri è oggetto di altra memoria scientifica [8]. La caratterizzazione morfologica è stata effettuata mediante dual beam system (FEI® StrataTM DB235) che combina un fascio ionico ad alta focalizzazione (Focused Ion Beam - FIB) equipaggiato con sorgente di ioni Ga<sup>+</sup> Liquid Metal Ion Source (LMIS) ad un fascio elettronico SEM (Secondary Electron Microscopy) equipaggiato con sorgente elettronica Schottky Field Emission Gun (SFEG).

### RISULTATI E DISCUSSIONE

#### “Piena lubrificazione”

Un test di durata è stato effettuato su provini in acciaio micro-strutturati e lisci per verificare il differente comportamento tribologico durante sollecitazioni prolungate in condizioni di pieno bagno d'olio. In questo caso il tribometro è stato configurato in modalità “ball-on-disk”: una pallina (diametro: 4 mm) è stata scelta come controparte statica su cui è stato applicato un carico normale di 4 N (la pressione di contatto nominale è stata stimata in circa 1 GPa secondo modello Hertziano). Il test si è esteso per un tempo di 4 ore ad una velocità di strisciamento di 40 cm s<sup>-1</sup>. L'evoluzione del coefficiente d'attrito è riportata in Fig. 2.

Durante l'intera prova sperimentale entrambi i sistemi (acciaio micro-strutturato e liscio) operano in regime di lubrificazione idrodinamica, vista la considerevole presenza di lubrificante. La superficie micro-strutturata esibisce coefficienti d'attrito notevolmente più bassi (ridotti del 50%) ri-



▲  
Fig. 3

**Immagini SEM ricavate a seguito dei test di durata in configurazione "scarsa lubrificazione" in corrispondenza delle tracce di usura. (a) acciaio non micro-strutturato (liscio): la traccia presenta evidenti micro-solchi, ed aggregati viscosi (olio+debris); (b) acciaio micro-strutturato: le micro-cavità fungono da serbatoi di lubrificante e siti di aggregazione di prodotti erosivi.**  
SEM images: steel surfaces after the endurance test performed under "single drop lubrication" configuration. Wear track is more evident on untextured surface (a) with respect to the textured one (b), where micro-dimples act as reservoirs of lubricant and debris. On the contrary, the untextured surface exhibits wear debris that gradually aggregate and transform the oil into highly viscous gel. rispetto alla superficie liscia. Il beneficio tribologico è dovuto all'effetto integrato di spinta idrodinamica assicurato dalle micro-cavità regolarmente distribuite sull'area di contatto, la cui presenza contribuisce ad incrementare la portanza del meato [5-7].

#### "Scarsa lubrificazione"

Analogamente, si è eseguito un test di durata su provini in acciaio micro-texturati e lisci per verificarne il differente comportamento tribologico durante sollecitazioni prolungate in regime di scarsa lubrificazione. In questo caso, il tribometro è stato configurato in modalità "pin-on-disk" e l'intera prova si è svolta in condizioni di contatto conforme: un perno cilindrico (diametro di base: 1.2 mm; rugosità:  $0.04 \mu\text{m}$ ) è stato scelto come controparte statica su cui è stato applicato un carico normale di 7 N (la pressione di contatto nominale è stata stimata in circa 7 MPa). Il test si è svolto per un tempo di 8 ore ad una velocità di strisciamento di  $12 \text{ cm s}^{-1}$ .

Durante il test, il coefficiente d'attrito relativo all'acciaio micro-strutturato evolve in maniera costante, senza oscillazioni significative: il valore medio registrato ad inizio prova ( $0.16 \pm 0.01$ ) non si discosta dal valore medio di fine prova ( $0.15 \pm 0.01$ ). Al contrario l'acciaio liscio mostra un comportamento instabile: il coefficiente d'attrito diverge notevolmente dal valore iniziale ( $0.14 \pm 0.02$ ): dopo aver raggiunto un picco attorno a 0.70 si stabilizza nell'intervallo  $0.55 \pm 0.03$ . Il comportamento riflette la transizione tra contatto mediato da lubrificazione idrodinamica e contatto in lubrificazione limite (o "boundary").

Il confronto tra immagini SEM ricavate in corrispondenza delle superfici usurate (Fig. 3) permette di aggiungere consi-

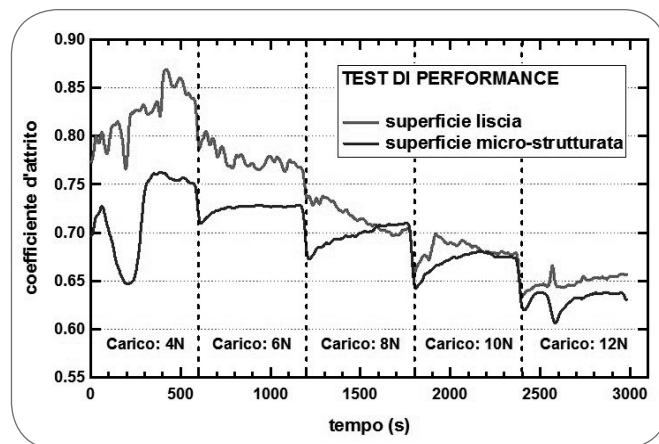
derazioni correlate ai diversi meccanismi di usura dell'acciaio. Le tracce di usura sono più evidenti sulla superficie liscia (Fig. 3a) rispetto a quella micro-strutturata (Fig. 3b). Nel primo caso, il test di durata produce sulla superficie del provino evidenti tracce di usura severa. Nella stessa traccia è riconoscibile un impasto di detriti ed olio, la cui presenza all'interfaccia di contatto verosimilmente influisce sull'instabilità della curva di attrito: allorché i prodotti erosivi aggregano, il lubrificante cambia le proprie caratteristiche evolen-

do in una sorta di gel viscoso che in certi casi, come riportato in letteratura [9], inibisce l'effettiva lubrificazione.

Differente la morfologia della superficie micro-strutturata. In corrispondenza dell'effettiva interfaccia di contatto, detriti ed olio vengono progressivamente intrappolati all'interno delle micro-cavità che in questo modo garantiscono maggiore supporto alla spinta idrodinamica, incremento della portanza del meato e migliore scorrevolezza.

#### "Contatto a secco" con film CrN

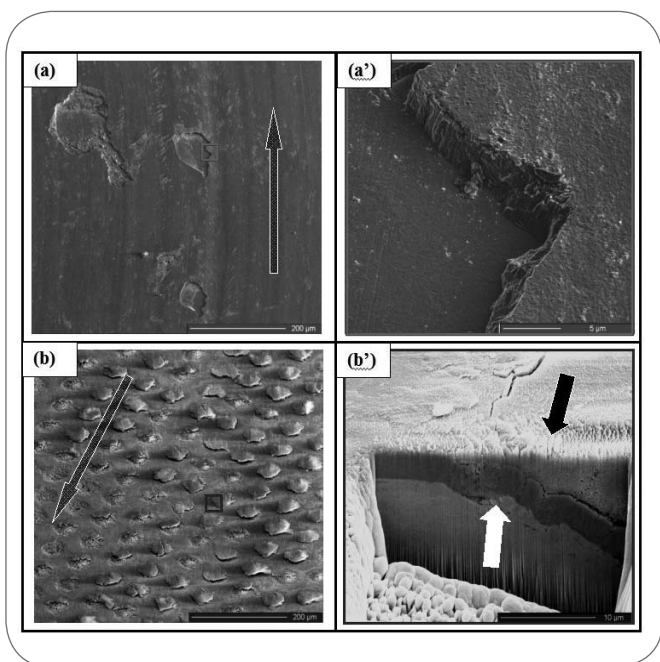
Nel tentativo di approfondire il contributo tribologico della micro-strutturazione laser in funzione anti-usura, si è deciso di aggiungere alla campagna sperimentale un test in condizioni di "contatto a secco" mediato dalla presenza di



▲  
Fig. 4

**Test di performance in configurazione "contatto a secco": prove pin-on-disk con carichi crescenti da 4 N a 12 N, incrementi di 2 N, ed intervalli di 10' a carico costante. Il grafico rappresenta l'evoluzione del coefficiente di attrito in funzione del tempo e permette il confronto tra la prestazione dell'acciaio non micro-strutturato (curva grigio chiaro) e l'acciaio micro-strutturato (curva grigio scuro).**

Pin-on-disk performance test carried out under "dry contact" configuration on CrN coated steels: comparison of the evolution of the friction coefficients relative to untextured (light grey curve) and textured (dark grey line) surfaces. Applied load was varied from 4 N to 12 N, with increment of 2 N every 10'.

▲  
Fig. 5

**Immagini SEM. (a) Traccia di usura conseguente a test di performance eseguito su acciaio liscio (la freccia indica la direzione di strisciamento): distinguibili alcuni siti caratterizzati da totale delaminazione del rivestimento in CrN, dovuta a danneggiamento di tipo abrasivo. (a') Dettaglio di Fig. 5a (vedi riquadro): superficie di frattura del rivestimento in CrN. (b) Traccia di usura conseguente a test di performance eseguito su acciaio micro-strutturato (la freccia indica la direzione di strisciamento): le micro-cavità trascinano di riporti erosivi; (b') Micro-sezione FIB, ricavata per erosione ionica al bordo di una micro-cavità (riquadro in Fig. 5b): l'immagine evidenzia l'accumulo di detriti all'interno della microcavità (vedi freccia nera); il rivestimento in CrN (vedi freccia bianca) non risulta delaminato per via abrasiva. Il danneggiamento è confinato: si individuano cricche di fatica sub-superficiale circoscritte al gomito della micro-cavità.**

*SEM images. (a) Wear track relative to untextured steel surface coated with a CrN thin film (dark arrow indicates the sliding direction of static counterpart): spalled or scuffed regions are clearly visible. The square indicates the successively scanned area (a'): the enlarged detail highlights the complete delamination of CrN thin film due to abrasive wear. (b) Wear track relative to laser textured steel surface coated with a CrN thin film after performance test (dark arrow indicates the sliding direction of static counterpart). The square indicates the "FIB-micro-cross-sectioned" area successively imaged (b'). Black arrow indicates the accumulation of abrasive wear debris inside the micro-dimple. No abrasive scuffing affects CrN/steel interface (white arrow). Few traces of microcracking (ascribable to fatigue wear) are circumscribed at the elbow of the micro-depression.*

un film duro e sottile. A tale scopo, si è eseguito un test di performance su provini in acciaio micro-texturati e lisci per verificare la tenuta del rivestimento in CrN e l'effetto della presenza di micro-cavità durante sollecitazioni prolungate in assenza di lubrificante. Il tribometro è stato configurato

in modalità "pin-on-disk" e l'intera prova si è svolta in condizioni di contatto conforme: un perno cilindrico (diametro di base: 2 mm; rugosità:  $0.04 \mu\text{m}$ ) è stato scelto come controparte statica su cui è stato applicato un carico normale variabile ascendente (rampa da 4 N fino a 12 N, con incrementi di 2 N ed intervalli di 10 minuti a carico costante). Il test si è svolto per un tempo di 50 minuti ad una velocità di strisciamento di  $50 \text{ cm s}^{-1}$ .

L'evoluzione del coefficiente d'attrito è riportata in Fig. 4. Anche in questo caso la micro-strutturazione superficiale comporta stabilità e riduzione del coefficiente d'attrito (sebbene in misura inferiore rispetto a quanto osservato in configurazioni in contatto lubrificato).

In mancanza di lubrificante, il ruolo delle micro-cavità si riduce a quello di "trappole per detriti". Tale apporto non contribuisce ad un sostanziale e duraturo smorzamento delle dissipazioni termiche in condizioni di strisciamento, ma gioca tuttavia un ruolo importante nell'evoluzione dei meccanismi di usura.

In Fig. 5 viene riportato il confronto fra immagini SEM ricavate in corrispondenza delle tracce d'usura conseguenti al test su superfici lisce (Fig. 5a e Fig. 5a') e micro-strutturate (Fig. 5b e Fig. 5b'). La superficie micro-strutturata non presenta siti di delaminazione locale del rivestimento in CrN, mentre la superficie liscia esibisce un danneggiamento più severo, ascrivibile a processi abrasivi (Fig. 5a e Fig. 5a'). All'interno delle piste sono riconoscibili isole caratterizzate da completa rimozione del film dovuti a processi d'usura per strisciamento. Al contrario, la regolare distribuzione di "micro-cavità" può inibire, o quantomeno rallentare, tali processi. L'immagine in Fig. 5b evidenzia l'accumulo di detriti all'interno delle micro-cavità. Tali detriti sono probabilmente generati dall'usura della controparte (acciaio) piuttosto che dal danneggiamento del rivestimento in CrN (Fig. 5b')

## CONCLUSIONI

Il presente lavoro di ricerca sperimentale ha illustrato alcuni effetti di micro-strutturazioni laser in acciaio attraverso l'analisi dei comportamenti tribologici in differenti configurazioni di contatto: piena lubrificazione, "povera lubrificazione", e "contatto a secco" in presenza di un rivestimento sottile in CrN.

Test di prestazione e successive osservazioni morfologiche hanno permesso di evidenziare l'influenza di una distribuzione superficiale di micro-cavità sulle performances tribologiche di contatti striscianti.

Nelle configurazioni di contatto lubrificato, la micro-strutturazione contribuisce ad un sostanziale e prolungato abbassamento del coefficiente d'attrito, stimabile intorno al 50%. In regimi di "piena" e "scarsa lubrificazione" le micro-cavità agiscono in funzione di "tasche idrodinamiche": il beneficio tribologico si spiega con l'incremento di portanza del meato.

In condizioni di "contatto secco" in presenza di rivestimento sottile, il ruolo delle micro-cavità è quello di "trappole per detriti".

## RINGRAZIAMENTI

Si ringrazia FriCso Ltd per la collaborazione tecnica e la realizzazione di trattamento LST in acciaio. Le attività sono state realizzate al Net-Lab SUP&RMAN (Distretto Hi-Mech

per la meccanica avanzata) grazie al supporto della Regione Emilia Romagna (LR no. 7/2002, PRRIITT misura 3.1A).

## BIBLIOGRAFIA

- 1] A. ERDEMIR, Review of engineered tribological interfaces for improved boundary lubrication. *Tribol. Int.*, 2005. 38 (3), p. 249.
- 2] A. KOVALCHENKO, O. AJAYI, A. ERDEMIR, G. FENSKE, I. ETSION, The effect of laser surface texturing on transitions in lubrication regimes during unidirectional sliding contact. *Tribol. Int.*, 2005. 38 (3), p. 219.
- 3] G. RYK, Y. KLIGERMAN, I. ETSION, Experimental Investigation of Laser Surface Texturing for reciprocating automotive components. *Tribol. Trans.*, 2002. 45 (4), p. 444.
- 4] A. RONEN, I. ETSION, Y. KLIGERMAN, Friction-reducing surface-texturing in reciprocating automotive components. *Tribol. Trans.*, 2001. 44 (3), p. 359.
- 5] A.O. PARRY, P.S. SWAIN, J. FOX, Fluid adsorption at a non-planar-wall: roughness-induced first order wetting. *Am. J. Phys.: Condens. Matter*, 1996. 8, p. L659.
- 6] T.S. CHOW, Wetting of rough surfaces. *J. Phys.: Cond. Matter*, 1998. 10. p. L445.
- 7] H. HAEFKE, Y. GERBIG, G. DIMITRU, V. ROMANO, Microtexturing of functional surfaces for improving their tribological performance. *Proc. of the Int. Tribol. Conf., Nagasaki 2000*, p. 217.
- 8] C. MENABUE, F. CAPOTONDI, E. GUALTIERI, L. RETTIGHIERI, P. FERRARINI, S. VALERI, Realizzazione e caratterizzazione di rivestimenti CrN. 32° Convegno Nazionale AIM, 2008. Memoria n. 91.
- 9] M. MAILLAT, H.E. HINTERMANN, *Proc. 5th Int. Congress on Tribology, Eurotrib 89, Helsinki, Vol. 3 (1989)*, p. 16.

## ABSTRACT

### **SURFACE MICRO-TEXTURING FOR IMPROVING TRIBOLOGICAL BEHAVIOUR OF STEEL**

*Keywords: tribology, steel, surface treatments, electron microscopy*

*"Surface Engineering" named the sub-discipline of material science dealing with the optimization of solid surface phase in order to functionalize the items during their interaction with the environment and the surrounding systems. From the technological point of view, Surface Engineering is meant to be considered an attractive instrument for tribological challenges stimulated by the need to reduce thermal dissipations, the desire to increase power, and the will to save energy and materials requiring effective anti-friction and anti-wear strategies.*

*Several solutions involving chemical, structural and morphological modification by means of adding material or reshaping surface topography, can be adopted with the aims of improving the performances of mating contacts. Indeed, it has been demonstrated that the presence of artificially created micro-features can significantly affect tribological behaviour of such applications: specific textures may trap wear particles and reduce ploughing and friction of surfaces, thus increasing the lifetime of the sliding contacts. Especially in presence of a lubricant, when micro-irregularities cover the surface with a sufficient density, they can improve the lubricating film formation, promoting its retention between mating bodies, thus acting as hydrodynamic pressure pockets, reducing friction, and damping wear.*

*Among the various manufacturing techniques suitable for micro-texturing (typically based on mechanical processes, lithographical methods, coatings and energy beam techniques), Laser Surface Texturing (LST) offers promising features: this technique allows to cover samples by regular arrays of laser ablated micro-dimples with different size and shape through extremely fast manufacturing processes clean to the environment.*

*The goal of the present work is to investigate the effects of laser texturing on steel surfaces, by studying the tribological behavior of contact surfaces of steel working under different lubrication regimes.*

*In particular, intensive pin/ball-on-disk campaigns and further morphological analysis (by means of Secondary Electron Microscopy -SEM- and Focused Ion Beam -FIB- imaging) were carried out comparing the performances of textured and untextured samples under different lubrication configurations: "full lubrication", "poor lubrication", and "dry contact" in presence of a hard thin CrN coating, directly grown by sputtering deposition onto textured steel surfaces. In "full lubrication" configuration, micro-texturing was observed to halve average friction coefficients: this benefit is ascribable to the well known hydrodynamic lift effect ensured by micro-dimples. In "single drop" configuration, micro-dimpling ensured even better performances due to oil-holding and debris-trapping capabilities inhibiting the transition between mixed and boundary lubrication regimes, thus determining a wear damping and a remarkable friction reduction (up to 75%). In "dry contact" configuration, micro-texturing seem to have a considerable impact on wear mechanisms, inhibiting or at least delaying abrasive scuffing phenomena.*