

## ■ R I V E S T I M E N T I ■

# Interventi funzionali dedicati alla modifica della superficie degli ingranaggi: la cementazione e la nitrurazione come pretrattamento di rivestimenti PVD

G. M. La Vecchia, N. Lecis, S. Troglio

*Per contrastare i meccanismi di danneggiamento degli ingranaggi (usura, fatica da contatto e fatica) è prassi comune intervenire con trattamenti a carico della superficie in grado, non solo di aumentare la durezza superficiale, ma, anche, di indurre uno stato di compressione in corrispondenza della dentatura.*

*Oltre ai tradizionali trattamenti di cementazione e di nitrurazione sono sempre più frequenti le sperimentazioni dedicate all'analisi degli effetti di rivestimenti sottili quali quelli ottenuti con tecniche PVD. Partendo da questi presupposti, nel presente lavoro è stata valutata la resistenza a fatica di un rivestimento di nitruro di cromo depositato rispettivamente su di un acciaio da cementazione (16MnCrS5) e su di un acciaio da nitrurazione (42CrMo4) entrambi sottoposti a trattamento termochimico prima del rivestimento. La caratterizzazione delle modifiche superficiali è stata effettuata mediante analisi al SEM, misure di microdurezza e di nanoindentazione oltre che di stato tensionale residuo.*

**Parole chiave:** rivestimenti PVD, cementazione, nitrurazione, fatica, stress residui

## INTRODUZIONE

Per incrementare la resistenza all'usura, alla fatica ed alla fatica da contatto, principali meccanismi di danneggiamento a carico degli ingranaggi, è prassi ormai consolidata ricorrere ai trattamenti termochimici di cementazione e di nitrurazione così come all'incrudimento superficiale mediante palinatura [1-4].

Considerando la tendenza, derivante dalle richieste del mercato, di incrementare le prestazioni dei componenti in presenza di pezzi di dimensioni sempre più contenute, oltre agli interventi a carico della superficie di tipo tradizionale vengono sempre più spesso proposti rivestimenti dedicati a ridurre il coefficiente di attrito ed in grado di assicurare durezza superiore rispetto a quella ottenibile con i trattamenti termochimici [5-7].

I rivestimenti sottili depositati con tecnologie PVD o CVD sono le soluzioni più frequentemente adottate in quanto possono essere utilizzate per rivestire i pezzi al termine del ciclo produttivo a patto di utilizzare parametri di deposizione ottimizzati in funzione del materiale del substrato e dei cicli termici che hanno preceduto la deposizione del coating. Tali tipi di rivestimenti risultano, inoltre, molto flessibili per quanto riguarda la scelta del materiale depositabile che può essere anche caratterizzato dalla successione di strati dotati di composizione differente e, quindi, di proprietà meccaniche e fisiche ottimizzate in modo da tener conto delle richieste funzionali del pezzo. Per entrambe le tecniche di deposi-

zione è richiesta una finitura spinta non potendo demandare a rivestimenti di pochi micron la modifica della rugosità superficiale del componente da rivestire e non essendo necessario, al contrario di quanto avviene per i rivestimenti ottenuti per termospruzzatura, un ancoraggio di tipo meccanico per migliorare l'adesione del rivestimento. Per assicurare un elevato livello di adesione del coating al substrato, condizione questa necessaria per le applicazioni di tipo funzionale, fondamentale risulta, inoltre, la pulizia preliminare dei componenti ottenuta attraverso il passaggio dei particolari da rivestire all'interno di apposite linee di lavaggio.

Considerando in particolare i rivestimenti PVD destinati a pezzi particolarmente sollecitati, per i quali è necessario raggiungere prefissate proprietà meccaniche prima della messa in esercizio, oltre alla composizione chimica del materiale da depositare, è necessario ottimizzare l'adesione con il substrato e scegliere correttamente il tipo di materiale base, tenendo conto anche delle sollecitazioni applicate durante l'esercizio; sollecitazioni che localmente devono escludere plasticizzazioni non sopportabili dal rivestimento, che risulta essere contraddistinto da una elevata durezza ma, anche, da una altrettanto elevata rigidità.

Focalizzando l'attenzione ad applicazioni come l'ingranaggia, il ricorso ad un rivestimento deve assicurare, inoltre, una diminuzione del coefficiente di attrito rispetto all'analogo componente non rivestito in modo da migliorare le condizioni di contatto e, nel contempo, deve garantire una buona resistenza all'usura ed alla corrosione, condizioni queste ultime in genere assicurate dal nitruro di cromo [8]. Attualmente i rivestimenti PVD a base di nitruro di cromo trovano impiego nel settore degli stampi sia per la fabbricazione di alluminio pressocolato, sia per la produzione di materie plastiche e vengono anche utilizzati come film superficiale sugli utensili per estrusione delle leghe leggere [9]. La buona resistenza di questo tipo di nitruro nei confronti dell'ossidazione a caldo, fino a temperature prossime agli 850 °C, ne spiega l'utilizzo in numerosi processi produttivi che prevedono fasi di lavoro a temperature superiori rispetto alla temperatura ambiente [10-11].

G. M. La Vecchia

Università di Brescia – Dipartimento di Ingegneria Meccanica, Brescia - Italy

N. Lecis

Politecnico di Milano, Dipartimento di Meccanica, Milano - Italy

S. Troglio

Vacuum Surtec, San Polo di Torrile, Parma - Italy

2<sup>nd</sup> International Conference  
HEAT TREATMENT AND SURFACE ENGINEERING IN AUTOMOTIVE APPLICATIONS,  
Riva del Garda, 20-22 June 2005

L'elevata durezza dei composti depositabili con il processo PVD da sola, non è peraltro condizione sufficiente ad assicurare un incremento di resistenza all'usura dei particolari rivestiti, in quanto l'elevata rigidità che contraddistingue i composti che si formano nel rivestimento (nitruri, carbonitruri, ossidi, ecc.) ne limita la deformabilità. Per ovviare a quest'ultimo problema è necessario, note le condizioni di carico dei pezzi, utilizzare un substrato dotato di una rigidità sufficiente per limitare distacchi all'interfaccia o inneschi di cricche localizzate preferenzialmente nel rivestimento [12]. La messa a punto dei cosiddetti trattamenti "duplex" caratterizzati dalla presenza di un trattamento di indurimento della zona superficiale del materiale base attraverso una fase di nitrurazione seguita dalla deposizione del rivestimento mediante tecnica PVD garantisce il superamento di questo problema anche in presenza di sollecitazioni locali applicate medio alte. Sebbene i trattamenti duplex abbiano dimostrato la possibilità di migliorare numerose proprietà meccaniche quali la durezza, la fatica termica e la resistenza ad usura dei particolari sui quali sono stati testati [13-16] non rappresentano ad oggi la soluzione adottata per incrementare la vita degli ingranaggi. Nel presente lavoro si è pertanto voluto indagare quali modifiche in termini di microstruttura, durezza, stato tensionale residuo e resistenza a fatica siano riconducibili all'introduzione di uno strato di nitruro di cromo di spessore dell'ordine di 4-5 micron depositato su di un acciaio da cementazione (16MnCrS5) e su di un acciaio da nitrurazione (42CrMo4).

La scelta di porre a confronto un acciaio da cementazione ed uno da nitrurazione è stata effettuata per valutare le eventuali criticità che il rivestimento prescelto può portare ai diversi substrati di tipo tradizionale per quanto riguarda l'ingranagieria. La sperimentazione ha inoltre lo scopo di valutare quando il rivestimento PVD che, ovviamente comporta degli aggravii di costo nel ciclo produttivo del pezzo, sia da suggerire nell'ottica di garantire un incremento di durata dei particolari.

PROCEDURA SPERIMENTALE

Si è provveduto a nitrurare o a cementare sia provette di fatica sia ingranaggi la cui geometria è osservabile in fig. 1.

La composizione chimica dei due acciai utilizzati come substrato è riportata in tabella I.

Per quanto riguarda in particolare il trattamento termochimico di cementazione, la tempra è stata effettuata, dopo una fase di diffusione del carbonio a 900°C x 2h, a partire dagli 820°C con raffreddamento in olio preriscaldato a 70°C e successiva distensione a 160°C x 2h.

Prima di realizzare il rivestimento PVD depositato con la tecnica ad arco, facendo uso di un impianto industriale, le provette per le prove di fatica sono state sottoposte ad una lucidatura effettuata con panni abrasivi aventi granulometria di 3 µm. Si è in tal modo ottenuto uno stesso livello di rugosità superficiale prima della deposizione del rivestimento indipendentemente dal tipo di substrato utilizzato. I campioni sono stati quindi sgrassati in solvente con ultrasuoni.

Per quanto riguarda specificatamente i campioni nitrurati, l'operazione di lucidatura delle superfici è stata considerata necessaria per escludere la possibilità di avere possibili distacchi all'interfaccia favoriti dalla presenza del sottile strato di coltre bianca che, notoriamente, peggiora l'adesione del film depositato in fase vapore [11]. Al fine di limitare la

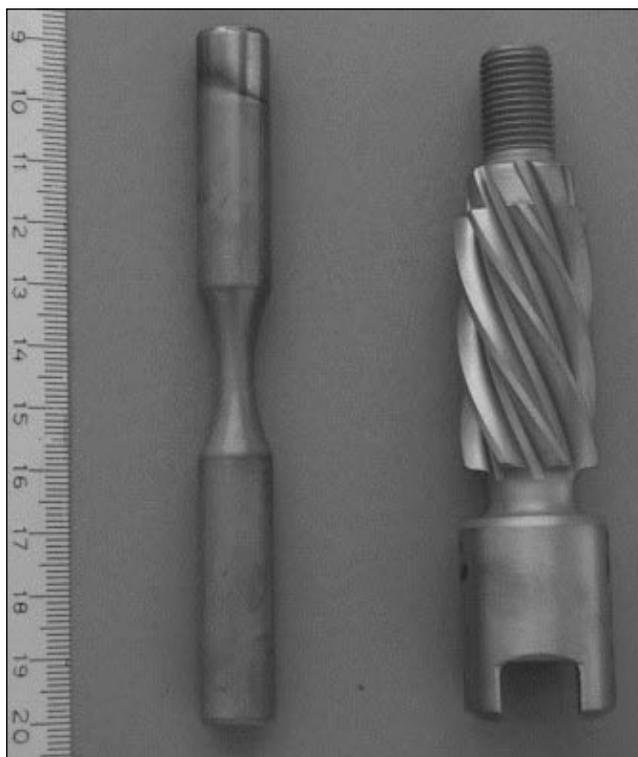


Fig.1 – Campioni di fatica ed ingranaggi utilizzati per la sperimentazione.

Fig.1 – Example of gears and fatigue specimens studied in the present research work.

crescita della coltre bianca sono stati scelti dei trattamenti di nitrurazione NITREG che, già in condizioni operative standard, sono in grado di garantire una ridotta formazione della coltre bianca con zona porosa (fase ε-Fe<sub>2,3</sub>N e γ'-Fe<sub>4</sub>N). E' stata condotta una serie di prove a temperature decrescenti nell'intervallo da 550 a 430°C, considerando intervalli di mantenimento in temperatura anch'essi decrescenti (da 60 a 18 ore) [17], in modo da individuare un ciclo contraddistinto dalla minor presenza di coltre bianca sulla superficie dei campioni in acciaio 42CrMo4 da rivestire, mantenendo uno spessore indurito sufficiente (0,15 mm) ed una durezza superficiale bassa per una nitrurazione tradizionale, ma tale da assicurare una zona al di sotto del rivestimento dotata di elevata rigidità ed in grado di garantire un corretto funzionamento del particolare rivestito, anche in presenza di sollecitazioni elevate durante l'esercizio.

Lo stadio di rivestimento in fase vapore è stato caratterizzato da una preliminare pulizia ionica dei campioni, effettuata nella camera a vuoto con flusso di argon. Indipendentemente dalla tipologia del substrato, i campioni sono stati posizionati su di una griglia che ne ha consentito la movimentazione finalizzata a garantire su tutta la superficie dei pezzi la presenza di uno strato di carburo di cromo uniforme in spessore. La temperatura massima raggiunta dai campioni in fase di rivestimento è stata impostata a 180 °C con un picco a 210°C di breve durata (≈ 2 min).

Attraverso la realizzazione di profili di microdurezza, ottenuti sezionando campioni appartenenti a tutte le condizioni analizzate, sia prima che dopo il trattamento PVD, è stato, inoltre, possibile misurare lo spessore dello strato indurito ed evidenziare eventuali alterazioni dovute alla permanenza

Steel	C [%]	Mn [%]	Si [%]	Cr [%]	Mo [%]	P [%]	S [%]	Al [%]
16MnCrS5	0.15	1.19	0.32	1.03	0.070	0.015	0.045	0.014
42CrMo4	0.42	0.87	0.27	1.09	0.21	0.012	0.022	0.029

Tabella I – Composizione chimica degli acciai utilizzati come substrato per il rivestimento PVD.

Table I – Chemical composition (wt.%) of the steels used as substrate.

in temperatura dei pezzi durante la fase di deposizione. Per le misure di microdurezza sull'acciaio da nitrurazione si è utilizzato un penetratore Vickers con un carico applicato di 3 N, mentre per l'acciaio 16MnCrS5 il carico è stato pari a 10 N.

I valori di durezza e di modulo elastico del rivestimento sono stati ricavati dalle curve di durezza strumentata ottenute utilizzando un nanodurometro della serie Fisherscope H100 in controllo di spostamento, utilizzando un penetratore Vickers ed elaborando i dati mediante il metodo di Oliver e Pharr [18-19].

La composizione chimica e la struttura delle fasi del rivestimento sono state valutate con analisi a raggi X facendo uso di un raggio incidente radente per minimizzare l'effetto del substrato. La strumentazione utilizzata è consistita in un diffrattometro Philips PW 1830 con goniometro PW 3020 (Cu  $K_{\alpha}$  e velocità di scansione  $1^{\circ}/\text{min}$ ).

Sempre mediante la diffrattometria a raggi X (diffrattometro Italstructure Stress X3000) si sono determinate le tensioni residue superficiali indotte dal processo produttivo e dal successivo rivestimento. Le tensioni residue sono state calcolate mediante il metodo  $\sin^2 \psi$  imponendo un coefficiente di Poisson pari a 0,2 e la rigidità calcolata sperimentalmente con le misure di nanoindentazione.

La sperimentazione è stata completata con una serie di prove di fatica a flessione rotante condotte su provette ricavate sia dall'acciaio 16MnCrS5 sia dal 42CrMo4, dopo trattamento termochimico di indurimento e dopo rivestimento PVD. Le prove sono state eseguite a temperatura ambiente alla frequenza di 33 Hz usando una sollecitazione sinusoidale ed imponendo  $R=0$ . Il limite di fatica è stato calcolato considerando come non rotti i campioni dopo  $3 \times 10^6$  cicli, utilizzando la metodologia stair-case in accordo con la norma UNI3964-85.

L'individuazione della zona di innesco e dei meccanismi di cedimento coinvolti sono stati determinati mediante analisi condotte sulla superficie di frattura al SEM.

RISULTATI E DISCUSSIONE

Indipendentemente dal tipo di acciaio utilizzato come substrato, il rivestimento presenta una struttura cubica del tipo CrN (fig. 2).

Per quanto concerne l'effetto del rivestimento sulla durezza del substrato, solo una limitata riduzione dei valori prossimi alla superficie dell'acciaio cementato è stata osservata dopo la deposizione del rivestimento PVD (fig. 3); tale risultato può essere una conseguenza dell'utilizzo, in fase di deposizione del nitrato di cromo, di una temperatura superiore a quella utilizzata durante la fase di distensione del substrato ( $160^{\circ}\text{C}$  rispetto ai  $180^{\circ}\text{C}$  con picco a  $210^{\circ}\text{C}$ ).

La caratterizzazione della durezza del rivestimento, visto il ridotto spessore che contraddistingue i diversi campioni sottoposti a prove ( $4-5 \mu\text{m}$ ) è stata eseguita attraverso prove di nanoindentazione effettuate imponendo al penetratore carichi variabili e tali, comunque, da coinvolgere uno strato superficiale di nitrato di cromo compreso tra  $0,5$  e  $1,5 \mu\text{m}$ . Per quanto riguarda, in particolare, i valori misurati con il minimo carico applicato al penetratore e, quindi, corrispondenti ad un affondamento del penetratore nel rivestimento per uno spessore pari a  $0,5 \mu\text{m}$ , la durezza misurata è risultata pari a  $\text{HV} = 1535 \pm 100$  (di norma per avere un risultato di microdurezza significativo di un riporto PVD lo spessore dello stesso dovrebbe essere  $> 10$  volte la profondità dell'impronta).

La morfologia del rivestimento, sia in termini di densità, sia di analisi delle discontinuità presenti all'interno del rivestimento o all'interfaccia con il substrato, è stata analizzata su sezioni trasversali di campioni rivestiti. Il rivestimento è sempre risultato compatto e ben aderente all'acciaio come

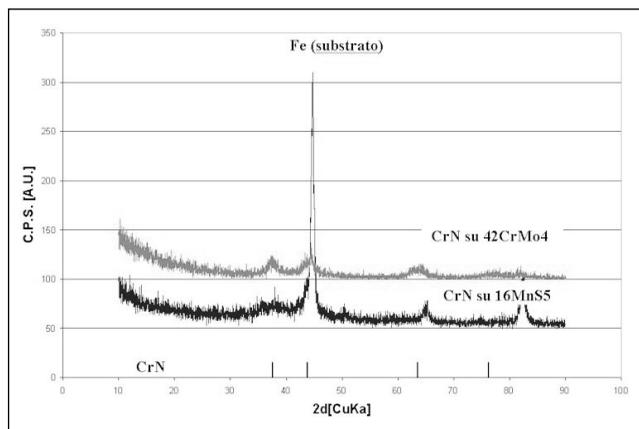


Fig. 2 - Spettri di diffrazione a raggi X per il rivestimento CrN PVD depositato su: a) acciaio da cementazione e b) acciaio da nitrurazione.

Fig. 2 - XRD spectra (thin film configuration) for PVD CrN samples deposited on: a) carburized substrate b) nitride one.

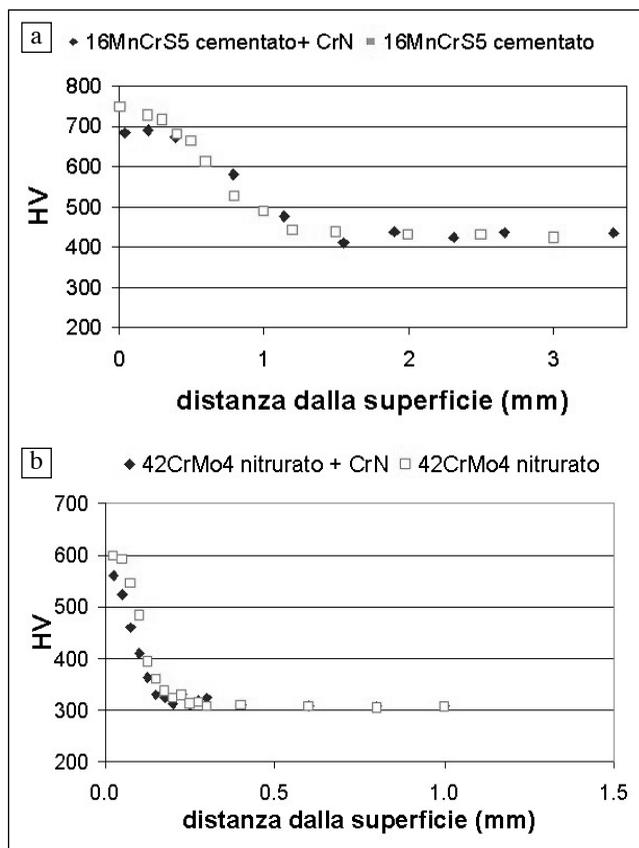


Fig. 3- Profili di microdurezza: a) effetto del rivestimento PVD su 16MnCrS5 cementato e b) effetto del rivestimento PVD su 42CrMo4 nitrurato.

Fig. 3- Microhardness data of PVD coating on a) 16MnCrS5 carburized steel, and b) 42NiCrMo4 nitrided steel.

documentano, a titolo di esempio, nelle micrografie riportate in fig. 4.

Sulle sole provette di fatica, per entrambe le tipologie di substrato si è provveduto a valutare lo stato tensionale residuo, sia dopo l'esecuzione del trattamento termochimico, sia a valle del rivestimento. Tale misura è di interesse qualora si voglia considerare l'effetto del rivestimento non solo in termini di incrementi di durezza superficiale ma, più in generale, di risposta alle sollecitazioni cicliche di fatica o di fatica da contatto.

I risultati ottenuti da tale misurazione sono stati rispettiva-

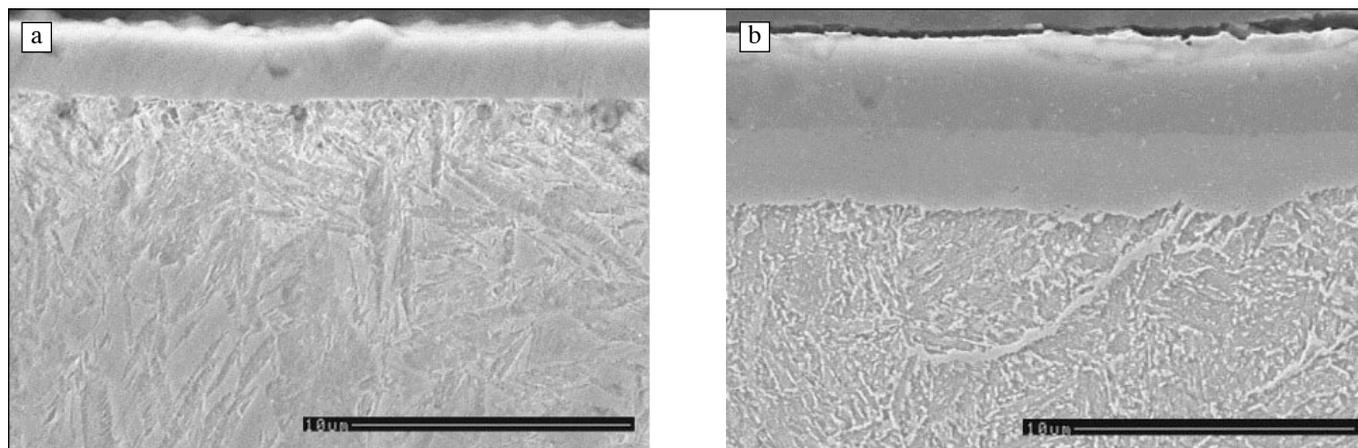


Fig. 4 – Micrografia SEM della sezione con attacco metallografico di un provino rivestito dopo cementazione (a) e dopo nitrurazione (b).

Fig. 4 – PVD coating cross section: a) 16MnS5 quenched and tempered steel substrate and b) 42CrMo4 nitrided steel substrate.

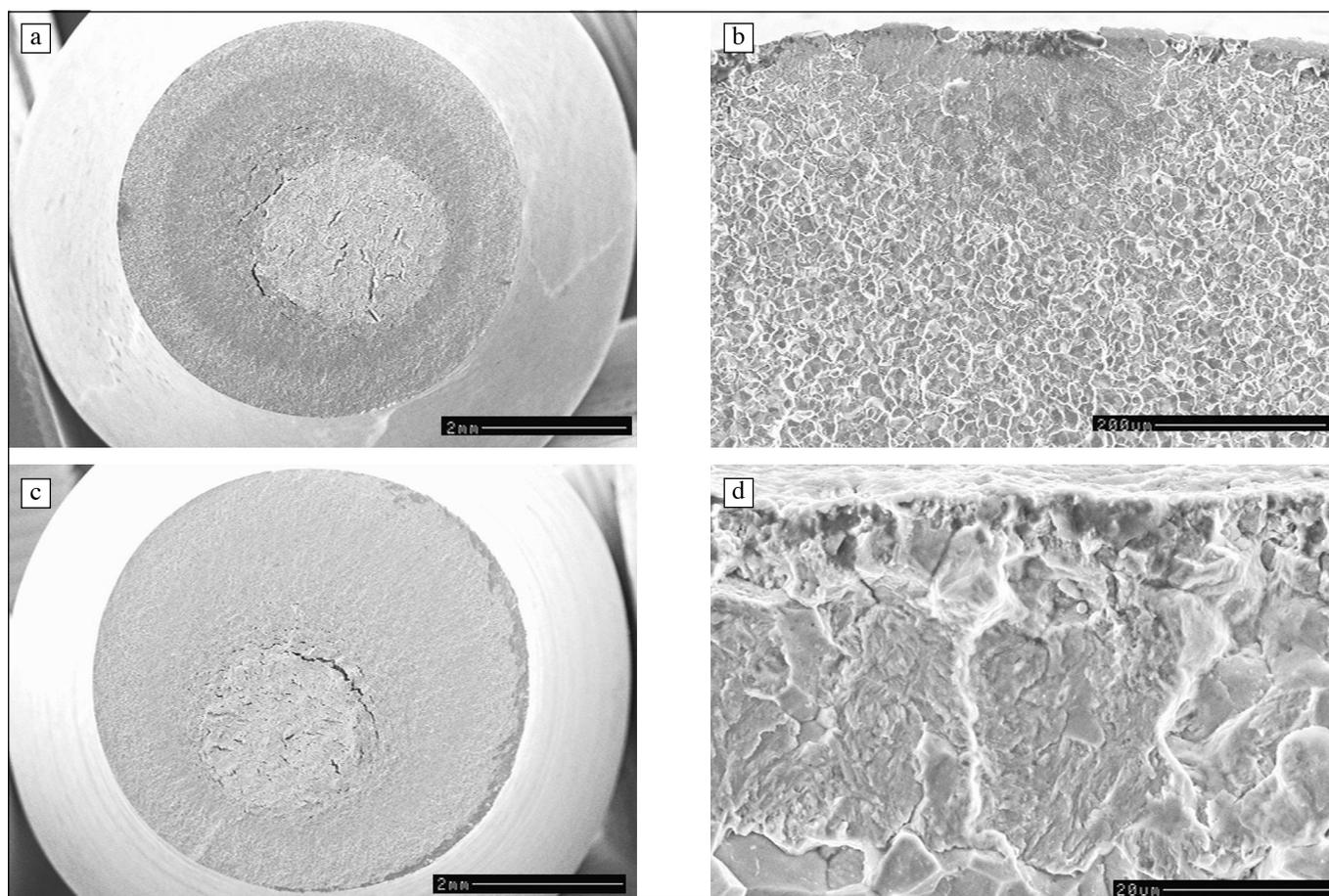


Fig. 5 – Esempi di superfici di frattura dei campioni cementati: a) analisi a basso ingrandimento che evidenzia a partire dalla superficie tre zone tra loro pressoché concentriche, la più esterna caratterizzata da frattura intergranulare, l'intermedia da propagazione a fatica transgranulare e la centrale caratterizzata da frattura duttile per sovraccarico; b) ingrandimento della zona di innesco; c) superficie di frattura di un campione cementato e rivestito: analisi a basso ingrandimento; d) zona di innesco della cricca di fatica.

Fig. 5 – Fracture surfaces of carburized 16 MnCrS5 examined at: a) low magnification and b) in correspondence of the nucleation zone; c) and d) effect of the presence of PVD coating on the fatigue fracture.

mente:  $-120 \pm 25$  MPa dopo cementazione e  $-580 \pm 40$  MPa dopo nitrurazione,  $-1870 \pm 87$  MPa dopo cementazione e rivestimento PVD e  $-2350 \pm 114$  MPa dopo nitrurazione e rivestimento PVD.

I dati evidenziano un netto incremento dello stato di compressione a seguito dell'introduzione del rivestimento; tale risultato è in linea con i dati di letteratura relativi a provette in acciaio rivestite con la tecnica PVD per l'ottenimento di diversi rivestimenti base nitrucci o carburi [20-22].

Per quanto riguarda il profilo di stato tensionale residuo al-

l'interno dei rivestimenti sottili ottenuti con la tecnica PVD è stato, peraltro, dimostrato che l'elevato livello di compressione è presente solo in superficie del coating mentre, al suo interno, si osserva una rapida diminuzione dello stato di compressione che si annulla poco al di sotto dell'interfaccia con il substrato [23]. Pertanto ai fini del comportamento a fatica, a seconda che l'innesco sia superficiale o subsuperficiale, sarà sufficiente acquisire il dato di stato tensionale residuo in superficie del coating o sarà, al contrario, necessario ricavare la distribuzione delle sollecitazioni residue del-

Tabella II – Limite di fatica per i campioni sottoposti a trattamenti termochimici ed a trattamenti duplex.

Table II – Fatigue limit for nitrided and carburized samples compared with the same parameter obtained for duplex treatments.

Substrato	Trattamento termochimico	Rivestimento	Limite di fatica [MPa]
16MnCrS5	Cementazione	No	750± 54
16MnCrS5	Cementazione	Si	815± 57 (+8%)
42CrMo4	Nitrurazione	No	723±10
42CrMo4	Nitrurazione	Si	761±10 (+5%)

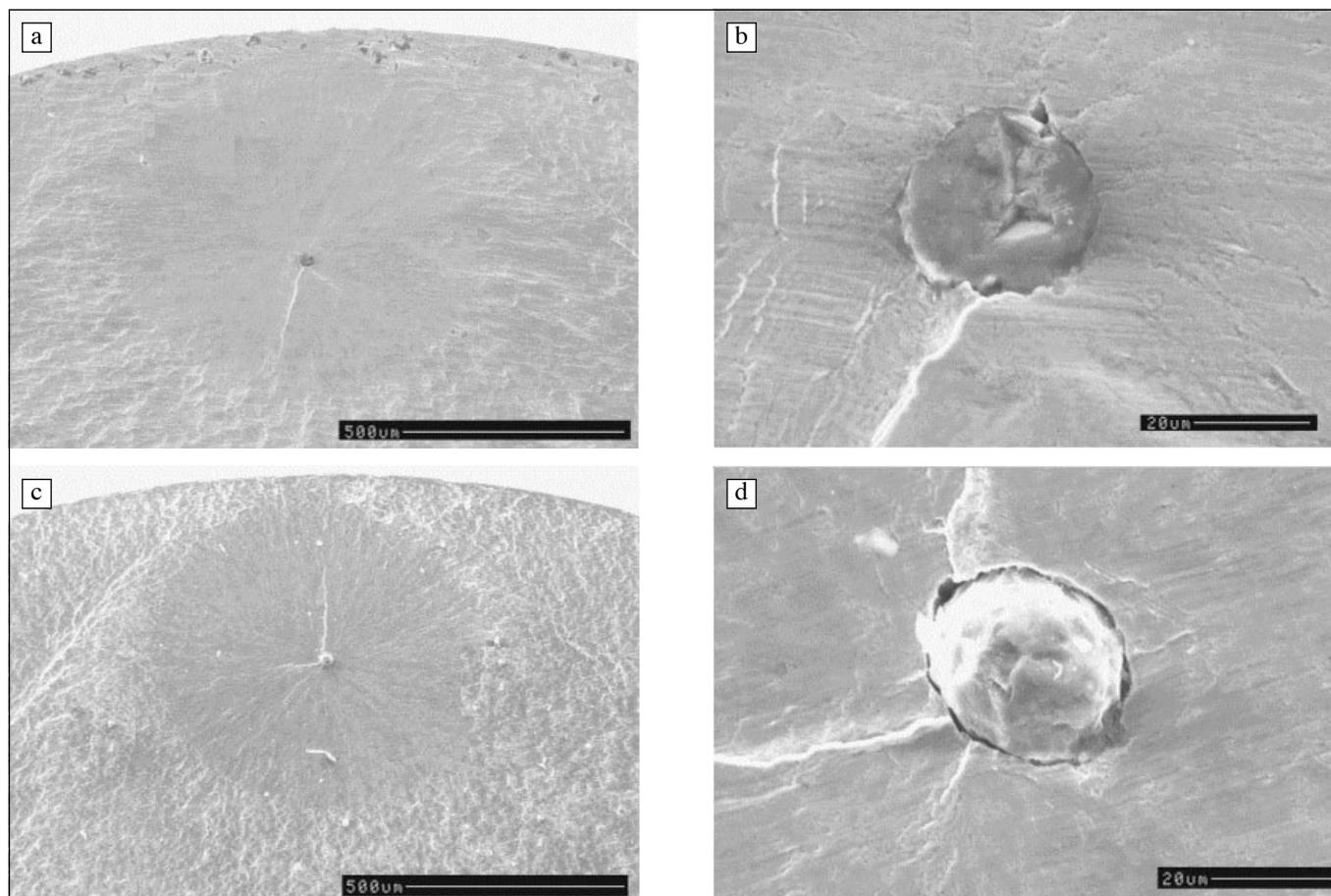


Fig. 6 – Micrografia SEM della superficie di frattura di un provino nitrurato (a) e nitrurato e rivestito (c). Nei riquadri a fianco (b e d) ingrandimento della zona da cui è innescata la cricca di fatica.

Fig. 6- SEM magnification of the nucleation sites on fracture surfaces for a-b) uncoated specimen c-d) coated one.

l'intero rivestimento e della prima porzione di substrato a contatto con il rivestimento stesso, porzione, quest'ultima, influenzata dall'intero ciclo produttivo del pezzo (trattamento termochimico + rivestimento).

In tabella II sono riassunti i risultati acquisiti attraverso le prove di fatica a flessione rotante sui campioni di acciaio solo induriti superficialmente mediante il ricorso ai trattamenti termochimici e sugli analoghi substrati dopo la fase di rivestimento.

Come si può notare l'introduzione del rivestimento PVD porta ad un incremento del limite di fatica, che risulta leggermente superiore per i campioni cementati rispetto a quelli nitrurati.

Pertanto la presenza di un rivestimento sottile di materiale ceramico garantisce, nel caso di utilizzo della tecnica di deposizione investigata, non solo un aumento sensibile nella durezza superficiale che, grazie alla buona aderenza con il substrato, non può che tradursi in miglioramenti nella resistenza all'usura dei pezzi rivestiti, ma, anche un miglioramento del comportamento a fatica. Quest'ultimo risultato è interpretabile considerando la modifica dello stato tensionale residuo che comporta una presenza di un elevato stato di compressione all'interno del rivestimento ed una traslazione

verso l'interno dei pezzi del punto di inversione tra stato di compressione e stato di trazione. Per quanto attiene in particolare i meccanismi che controllano l'innescò del cedimento, in fig. 5 sono posti a confronto le superfici di frattura dei campioni cementati (innescò superficiale) e cementati + rivestiti (innescò all'interfaccia), mentre in fig. 6 sono osservabili le zone di innescò per i campioni nitrurati e nitrurati+rivestiti (innescò nel substrato).

Nei campioni cementati la presenza del rivestimento in forte compressione esclude l'innescò superficiale e fa traslare la posizione in cui si osserva l'innescò della cricca di fatica in corrispondenza della zona di interfaccia con l'acciaio che costituisce il substrato. Per questa famiglia di acciai, siano essi solo sottoposti al trattamento termochimico di indurimento superficiale, o anche al rivestimento PVD, permangono, invece, il meccanismo di frattura intergranulare nella zona arricchita dal carbonio, seguito da una propagazione per fatica transgranulare che avanza in modo pressoché radiale fino a che la sezione resistente del provino risulta eccessivamente ridotta, se confrontata con i livelli di carico applicati, condizione questa in grado di indurre il cedimento per sovraccarico con meccanismo di rottura duttile nella porzione centrale dei provini. Non si rilevano, invece, modi-

fiche per quanto attiene i meccanismi di innesco e propagazione nel caso di provini nitruati e nitruati + rivestiti PVD. Per tali campioni l'innesco è sempre risultato localizzato al di sotto dell'interfaccia lato acciaio in corrispondenza di un'inclusione non metallica di medie/grosse dimensioni che ha operato come discontinuità locale causando sovrasollecitazioni. Per i campioni nitruati, pertanto, già il solo trattamento termochimico ha escluso, anche grazie al maggiore stato di compressione che lo caratterizza rispetto ai campioni cementati, la possibilità di avere inneschi in corrispondenza della superficie dei pezzi. La distribuzione dello stato tensionale residuo nella zona subsuperficiale dei pezzi risulta in questo caso il parametro in grado di ritardare l'innesco della rottura. Poiché però tale stato tensionale ad una distanza dell'ordine di circa 500 µm (distanza risultata prossima alle zone di innesco dei diversi campioni sottoposti a prova) risulta prevalentemente controllato dalla niturazione, il ridotto incremento riscontrato nel limite di fatica per i campioni di acciaio 42CrMo4 nitruati e rivestiti sembra essere più che coerente.

### CONCLUSIONI

Per incrementare le prestazioni e l'affidabilità degli ingranaggi può essere utile valutare la possibilità di affiancare ai tradizionali trattamenti termochimici uno stadio di rivestimento antiusura in grado anche di intervenire sul coefficiente di attrito e, quindi sulle modalità di lubrificazione dei pezzi. Tra i possibili rivestimenti sottili nel presente lavoro si è indagato l'effetto di un film di nitruo di cromo depositato con tecnica PVD, sia su provette realizzate in acciaio 16MnCrS5 cementato, sia in 42CrMo4 nitruato. Poiché, oltre all'usura, gli ingranaggi vanno incontro a danneggiamento per fatica da contatto e per fatica alla base del dente, qualora si voglia valutare nel complesso l'efficacia di modifiche a carico della superficie prima della loro industrializzazione, è necessario analizzare gli effetti di tali modifiche sulle diverse proprietà meccaniche per poter fornire dei dati trasferibili ai progettisti ed agli utilizzatori. Proprio per questo motivo nel presente lavoro ci si è occupati della caratterizzazione a fatica dei due tipi di acciaio sopra richiamati, sia dopo semplice trattamento termochimico, sia dopo trattamento termochimico e rivestimento PVD.

La sperimentazione condotta ha evidenziato:

- Un incremento del limite di fatica dopo  $3 \times 10^6$  cicli di sollecitazione dell'ordine dell'8% nel caso di substrato in 16MnCrS5 e del 5% per l'acciaio 42CrMo4.
- La presenza di un elevato stato tensionale residuo di compressione in corrispondenza della superficie del rivestimento indipendentemente dal tipo di substrato utilizzato.
- Nel caso di campioni cementati lo spostamento del punto di innesco della frattura per fatica. Dopo la deposizione del rivestimento PVD, esso passa dalla superficie delle provette cementate all'interfaccia substrato/rivestimento, anche grazie al notevole incremento di compressione che è garantito nel rivestimento rispetto a quanto misurato sulle sole provette cementate.
- L'innesco della rottura per fatica all'interno del substrato avviene sempre in corrispondenza di inclusioni non metalliche di grossa dimensione, nel caso di utilizzo di campioni nitruati e rivestiti. Tale meccanismo non viene modificato dall'introduzione del rivestimento, in quanto la sola niturazione garantisce la presenza di un stato tensionale di compressione sempre superiore ai 500 MPa in superficie dei pezzi.

L'insieme dei risultati sperimentali acquisiti consente di affermare la possibilità di impiego dei rivestimenti PVD su ingranaggi cementati o nitruati qualora le richieste funzionali impongano non solo vincoli ristretti per quanto riguarda la

resistenza alla fatica, ma anche una resistenza all'usura particolarmente spinta, condizione quest'ultima sicuramente migliorata dall'introduzione di un film superficiale di materiale ceramico antiusura dotato di ottima adesione al substrato.

Un interessante spunto per approfondimenti futuri potrebbe, infine, riguardare la caratterizzazione di acciai da bonifica rivestiti per valutare l'eventuale incremento di caratteristiche meccaniche (usura, fatica da contatto e fatica) in presenza di cicli termici meno onerosi rispetto alla niturazione o alla cementazione che, almeno in parte, potrebbero coprire i costi imposti dall'introduzione dello stadio di rivestimento.

### RINGRAZIAMENTI

Un ringraziamento è dovuto a Mario Caprioglio ed a Antonio Mancuso della ditta Colmegna, di Siziano per la realizzazione dei trattamenti termochimici e a Paolo Marconi della Zef-engineering di Manerba per le misure di tensione residua.

### BIBLIOGRAFIA

1. K. Genel, M. Demirkol, Effect of case depth on fatigue performance of AISI 8620 carburized steel, *Int. J. Fatigue*, 21 (1999) 207-212.
2. M. Benedetti, V. Fontanari, B.-R. Höhn, P. Oster, T. Tobie, Influence of shot peening on bending tooth fatigue limit of case hardened gears, *Int. J. Fatigue*, 24 (2002), 1127-1136
3. G.P. Cavallaro, T.P. Wilks, C. Subramanian, K.N. Strafford, P. French, J. E. Allison, Surface, Bending fatigue and contact fatigue characteristics of carburized gears, *Surface Coat. Techn.* 71 (1995), 182-192.
4. Z. Gawronski, Aspects of tribological surface design with particular reference to the effects of low pressure nitriding and residual stresses in rolling contacts, *Surface Coat. Techn.* 141 (2001), 62-69.
5. R.I. Amaro, R.C. Martins, J.O. Seabra, N.M. Renevier, D.G. Teer, Molybdenum disulphide/titanium low friction coating for gears application, *Tribology Int.*, 38 (2005) 423-434.
6. S. Stewart, R. Ahmed, Rolling contact fatigue of surface coatings - A review, *Wear* 253 (2002), 1132-1144.
7. I. Efeoglu, A. Celik, Mechanical and structural properties of AISI 8620 steel TiN coated, nitrided and TiN coated+nitrided, *Materials Characterization*, 46 (2001) 311-316.
8. H. Dong, Y. Sun, T. Bell, Enhanced corrosion resistance of duplex coatings, *Surface Coat. Techn.* 90 (1997) 91-101.
9. T. Björk, R. Westergard, S. Hogmark, J. Bergström, P. Hedenqvist, Physical vapour deposition duplex coatings for aluminium extrusion dies, *Wear*, 225-229 (1999), 1123-1130.
10. J.C.A. Batista, C. Godoy, V.T.L. Buono, A. Matthews, Characterisation of duplex and non-duplex (Ti,Al)N and Cr-N PVD coatings, *Mat. Scie. Engin.* A336 (2002), 39-51.
11. J. Smolik, M. Gulde, J. Walkowicz, J. Suchanek, Influence of the structure of the composite:nitrided layer-PVD coating on the durability of forging dies made of steel DIN 1.2367, *Surf. Coating Techn.* 180-181 (2004), 506-511.
12. S.V. HAINSWORTH, W.C. SOH, *Surface Coating Techn.* 163-164 (2003), p.515.
13. P. Panjan, M. Cekada, R. Kirn, M. Sokovic, Improvement of die-casting tools with duplex treatment, *Surface Coat. Techn.* 180-181 (2004), 561-565.

14. B.Navinsenk, P. Panjan, F. Gorenjak, Improvement of hot forging manufacturing with PVD and DUPLEX coatings, *Surface Coat. Techn.* 137 (2001), 255-264.
15. B. Podgornik, S. Hogmark, O. Sandberg, V. Leskovsek, Wear resistance and anti-sticking properties of duplex treated forming tool steel, *Wear*, 254 (2003), 1113-1121.
16. M. Pellizzari, A.Molinari, G. Straffellini, Thermal fatigue resistance of plasma duplex-treated tool steel, *Surface Coat. Techn.*, 142-144 (2001) 1109-1115.
17. N. Lecis, M. La Vecchia, M. Boniardi, F. D'Errico, The effect of Crx(C-N)y coating on the fatigue resistance of nitrided steels, *Euromat 2005 Conference*, 5-8- September Prague.
18. W.C. Oliver, G.M. Pharr, *J. Mater. Res.* 7 (1992), 917.
19. H. Ichimura, I. Ando, Mechanical properties of arc-evaporated CrN coatings, part I: Nanoindentation hardness and elastic modulus, *Surface Coat. Techn.*, 145 (2001) 88-93.
20. S. Hotta, Y. Itou, K. Saruki, T. Arai, Fatigue strength at a number of cycles of thin hard coated steels with quenched-hardened substrates, *Surface Coat. Techn.*, 73 (1995) 5-13.
21. S. Ejiri, T. Sasaki, Y. Hirose, X-ray stress measurements for TiN films evaporated by PVD, *Thin Solid Films*, 307 (1997) 178-182.
22. K.R. Kim, C.M. Suh, R.I. Murakami, C.W. Chung, Effect of intrinsic properties of ceramic coatings on fatigue behavior of Cr-Mo-V steels, *Surface Coat. Techn.*, 171 (2003) 15-23.
23. M.Gelfi, G.M. La Vecchia., N. Lecis, S. Troglio, Relationship between through-thickness residual stress of CrN-PVD coatings and fatigue nucleation sites, *Surface Coating Techn.* 192 (2005), 263-268.

— A B S T R A C T —

**CARBURIZING AND NITRIDING AS SURFACE PRE-TREATMENT OF PVD COATING FOR GEARS APPLICATION**

**Key words:**

**PVD coatings, carburizing, nitriding, fatigue, residual stresses**

*Among the different treatments that can be carried out to locally improve the mechanical behaviour of gears a combination of case hardening followed by PVD coatings (duplex treatment) seems to give promising results in terms of surface hardness, residual stress profile and fatigue resistance.*

*In particular considering the carburizing and the nitriding treatments they can be both aimed, in the same way than the surface coatings, to introduce a different mechanical behaviour between surface and core in order to improve life, reliability and load capacity of the treated component. This is fundamental for gears whose damage is mainly related to contact fatigue, fatigue at the tooth root and pitting on the tooth flank [1-3]. The need of optimising the surface material in order to delay the progressive deterioration of the components due to wear, fatigue or contact fatigue mechanisms, often worsened by the presence of hostile environments, explains the increasing attention on different coating technologies [5-7]. In particular, considering the PVD coatings, chemical composition of the surface deposited film, coating thickness, hardness, adhesion with the substrate material and plastic deformation of the substrate material have an important influence on the damage mechanism affecting the coated component.*

*Although hard PVD coatings are well known for improving friction and resistance to wear and corrosion, their tribolo-*

*gical performance is often limited by elastic and plastic deformation of the substrate, which can allow to coating failures [12]. The emergence of the duplex treatments, consisting in the sequential application of two or more established surface technologies, has represented a novel approach to the achievement of enhancing coating properties. Duplex treatments, comprising a nitriding treatment followed by the deposition of a hard PVD coating, have been proven to be successful in increasing wear, thermal fatigue and corrosion resistance and the load carrying capability of different steel substrates [13-16]. By increasing the hardness of the substrate, for instance using a nitriding case, often provides a suitable load support for PVD coatings so that superior wear resistance can be achieved.*

*The high values of hardness related to the thermochemical treatment, further enhanced by the introduction of the ceramic coating characterized by a strong difference in coefficient of thermal expansion with respect to the substrate material, affects the surface level of compression residual stress data [21-23]. Therefore the residual stress gradient must be evaluated when a prediction of the gear life is requested: in fact the residual stress distribution affecting the nucleation of the fatigue cracks is a factor able to control the gear performance.*

*Starting from such considerations, this work is focused on the microstructural (fig.2, fig. 4) and mechanical characterization (nanohardness and fatigue behaviour) of a CrN coating, about 5 µm thick, deposited by PVD technique on two different steels: a carburizing 16MnCrS5 steel grade and a nitriding 42CrMo4 steel grade (Table I).*

*CrN films were deposited by means of the standard cathodic*

arc using an industrial devices. Before coating the fatigue specimens (Fig.1) were polished with a 3  $\mu\text{m}$  diamond suspension and then ultrasonically cleaned. On the basis of published works [11] it is known that, in the case of nitrided substrates, the adhesion with the PVD coating is enhanced by the presence of  $\text{Fe}\alpha(\text{N})$  structure while  $\epsilon\text{-Fe}_{2,3}\text{N}$  or  $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$  ones are detrimental. For such a reason a NITREG treatment was executed on the 42NiCrMo4 steel grade with the purpose of producing a low white layer, further reduced, before the coating deposition step, by means of a mechanical samples polishing targeted to remove the superficial brittle and porous layers.

A short ion cleaning executed with Ar was carried out before the beginning of the coating deposition phase. The steel temperature was kept constant at 180  $^{\circ}\text{C}$  with an initial peak of 210 $^{\circ}\text{C}$  acting for about 2 minutes, independently from the type of substrate considered.

Microhardness profiles were measured both on uncoated and on coated samples in order to determine both the thickness of the carburized and nitrided layers and the effect of the thin film deposition process (fig. 3).

The coating nanohardness data were also measured by the depth sensing technique using a Fisherscope H100 nanoindenter operating by a computer controlled stress limited device and equipped with a Vickers indenter.

X-ray diffractometry (XRD) was used to identify the chemical coating composition (fig. 2) and to measure the residual stresses induced from the sample's process route including the coating step.

XRD with Bragg Brentano geometry were performed with a Philips PW 1830 instrument with a goniometer PW 3020 and a control unit Philips PW 3710 ( $\text{Cu K}\alpha$  radiation, scan

rate 1 $^{\circ}$ /min).

Surface residual stresses were detected using  $\text{Cu K}\alpha$  radiation by means of a Italstructure Stress X3000 diffractometer. The stresses ( $-120\pm 25$  MPa after carburizing;  $-580\pm 40$  MPa after nitriding;  $-1870\pm 87$  MPa after carburizing + PVD and  $-2350\pm 114$  MPa after nitriding + PVD) were calculated using the  $\sin^2$  method and adapting the elastic modulus value obtained by nanoindentation measurements and assuming a Poisson ratio of 0.2, value usually taken as a reference when ceramic CrN or Cr(C,N) thin films are considered.

Using a rotating bending machine fatigue tests were carried out both on case hardened samples and nitrided plus PVD coated specimens (fig. 1). Experiments were executed at room temperature, in air, at a test frequency of 33 Hz using a sinusoidal load wave form and a load ratio (minimum to maximum load) of  $R=0$ . The stress level at which specimens can run without occurrence of failure after  $3 \cdot 10^6$  stress cycles was chosen as the fatigue limit. Results of the fatigue tests were analysed according to the stair-case up and down method (Table II). The presence of the PVD film is responsible for a light increase in the fatigue resistance both for the carburized samples and for the nitrided ones.

Fatigue nucleation sites resulted affected from the presence of PVD coating only in the case of carburized substrate: the high residual stress level characterizing the ceramic coating excludes the surface as nucleation zone and moves it at the interface with the steel material (fig. 5). No change in the nucleation areas were observed in the nitrided specimens or in the nitrided and coated samples (fig. 6) where the weak points resulted the non metallic inclusions inside the substrate material.