

ИЗМЕРЕНИЕ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ СВЕРХТОНКИХ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ

А.Усеинов, К.Кравчук, Н.Львова
useinov@mail.ru

Износостойкость, наряду с толщиной, шероховатостью, твердостью и адгезией, – одна из важнейших механических характеристик современных покрытий. Уменьшение толщины последних до единиц и десятков нанометров серьезно усложняет задачу корректного определения их физико-механических свойств, полную информацию о которых может дать только комплексный подход к исследованию тонких пленок.

Изучение износа и связанных с ним процессов представляет значительный интерес для широкого спектра применений: производства магнитных устройств хранения информации, изготовления микросенсорных датчиков и др. [1]. Для оптимизации и прогнозирования трибологических характеристик трущихся поверхностей такие важные инженерные применения требуют глубокого понимания свойств материалов на макро- и наноструктурном уровнях.

Отсутствие унифицированных методов испытаний объясняется сложностью процессов и наличием большого числа факторов, влияющих при трении на износ материалов, разноречивостью взглядов и теоретических позиций, с которых они рассматриваются.

К факторам, влияющим на фрикционные свойства относятся: физико-химическое состояние поверхности материала, температура, коэффициент трения, удельная нагрузка, скорость скольжения, модуль упругости, твердость, прочность, шероховатость, коэффициент усталости [2].

В зависимости от относительной глубины внедрения микронеровностей поверхностей трения и соотношения между силами когезии и адгезии на пятнах фактического контакта могут реализовываться упругое деформирование, пластическое оттеснение материала, микрорезание, схватывание пленок или поверхностей (адгезионный или когезионный отрыв).

Многочисленные факторы, влияющие на трение и износ, необходимость изучения их совокупного действия и взаимного влияния для получения максимально полной информации о материале требуют использования значительного числа измерительных методик.

Сканирующий нанотвердомер "НаноСкан-3D"

Представленные ниже результаты получены с помощью сканирующего нанотвердомера "НаноСкан-3D" (рис.1) [3, 4]. Чувствительным элементом прибора является пьезорезонансный камертонный датчик-кантилевер с высокой изгибной жесткостью консоли (порядка 20 кН/м), особенность конструкции которого позволя-



Рис.1. Сканирующий нанотвердомер "НаноСкан-3D"

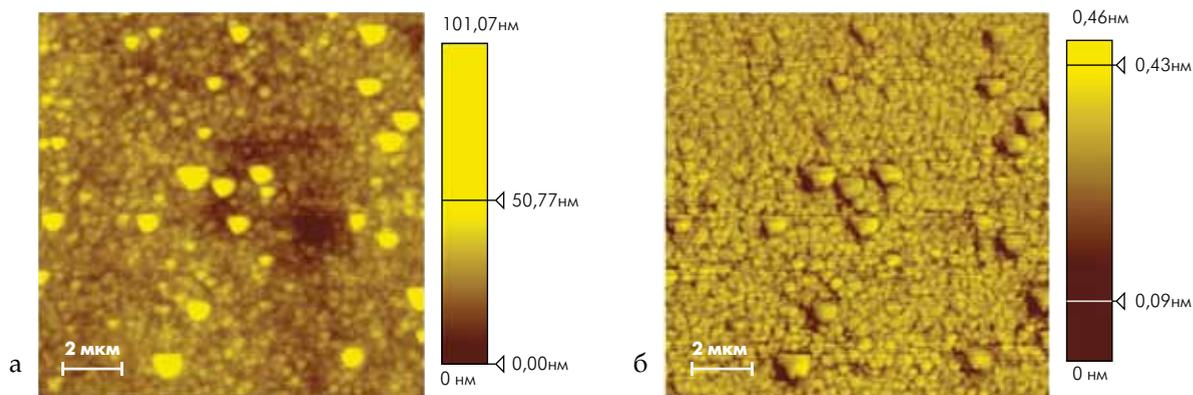


Рис.2. Поверхность защитного покрытия: а – изображение рельефа, б – карта распределения модуля упругости

ет реализовать в одном приборе несколько методик: измерение рельефа поверхности в полуконтактном режиме сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ), исследование механических свойств (твердость, модуль упругости Юнга и др.) методами измерительного наноиндентирования (ISO 14577), силовой спектроскопии [5]. Одновременно для измерения твердости в приборе реализован метод склерометрии с последующим сканированием поверхности в области индентирования и царапания [6, 7].

Основное преимущество "НаноСкан-3D" – многопрофильность измерений, доступных в рамках одного прибора. На его базе предложен метод определения износостойкости материала, основанный на перемещении наконечника вдоль поверхности с постоянным контролем нормальной силы прижима к ней и измерением зависимости углубления наконечника в материал от времени.

Исследованные материалы

Исследовалась износостойкость коммерческого защитного покрытия на основе оксида металла платиновой группы с добавлением порошка наноалмаза на медной подложке. На основе данных о скорости осаждения толщина покрытия составила 100–300 нм. Его твердость, определенная методом измерительного индентирования и склерометрии с помощью "НаноСкан-3D", – $3,4 \pm 0,3$ ГПа. Параметры шероховатости поверхности, измеренные в режиме полуконтактной СЗМ – $R_a=15$ нм, $R_{ms}=25$ нм, $R_z=67$ нм. Примеры изображений рельефа поверхности и карта распределения модуля упругости приведены на рис.2.

Методика эксперимента

Измерение износа проводилось также на сканирующем нанотвердомере "НаноСкан-3D". В первом эксперименте применялся сапфировый наконечник сферической формы с радиусом закругления 15 мкм, который перемещался при постоянной нормальной силе прижима

по возвратно-поступательной траектории в контакте с поверхностью. Эксперимент проводился при трех значениях нормальной нагрузки: 30, 40 и 50 мН с частотой хода 1 Гц. В зависимости от времени записывалось относительное углубление наконечника в поверхность объекта (рис.3).

На рис.3 представлена диаграмма изнашивания, где по оси абсцисс отложено время, по оси ординат – углубление индентора в поверхность материала в нанометрах. Скачкообразное увеличение углубления при 170 с для нагрузки 40 мН и 110 с для нагрузки 50 мН соответствует моменту разрушения покрытия и внедрению индентора в подложку.

Рассматриваемая область исследовалась методом СЗМ с помощью "НаноСкан-3D" (рис.4а) и оптической микроскопии (рис.4б). (Изображения с оптического микроскопа зеркально отражены по сравнению с СЗМ-изображениями.)

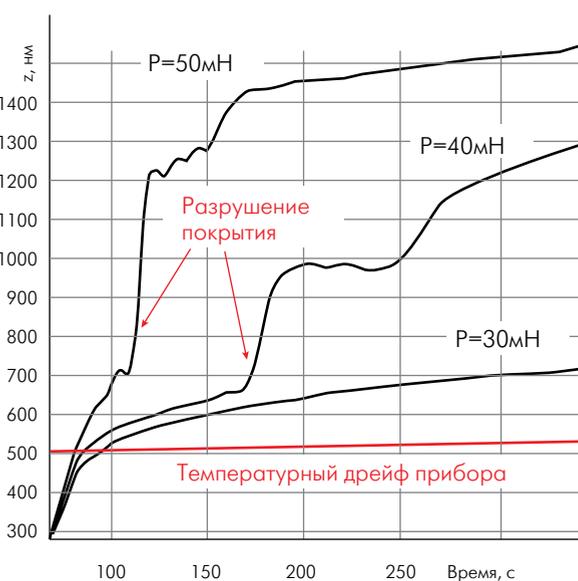


Рис.3. Влияние нагрузки на износ материала

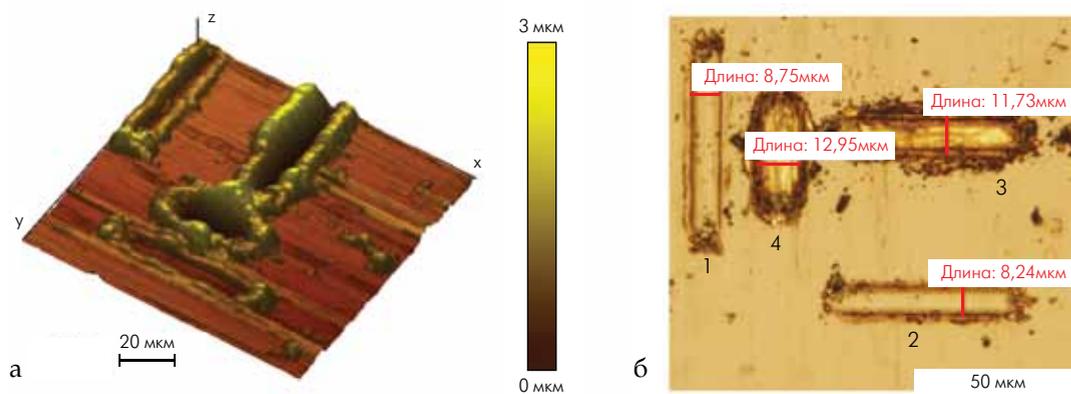


Рис.4. Изображение рельефа поверхности области испытаний: (а) методом СЗМ с помощью "НаноСкан-3D"; (б) оптической микроскопией

Испытания проводились сапфировым наконечником сферической формы при возвратно-поступательном движении с постоянной силой прижима.

При измерениях 1 и 2 с нагрузкой 30 мН (рис.4б) не наблюдалось разрушения покрытия. При измерениях 3 (нагрузка 40 мН) и 4 (нагрузка 50 мН) на изображении видна медная подложка (желтый цвет), что в соответствии с диаграммой изнашивания (см. рис.3).подтверждает предположение о разрушении покрытия.

Во втором эксперименте применялся алмазный наконечник в форме трехгранной пирамиды типа Берковича (угол между высотой и прилежащей гранью 650). Поскольку пирамида не осесимметрична, траектория движения наконечника была изменена: вместо возвратно-поступательного реализовано движение по сторонам квадрата. В результате обеспечивается одинаковое направление движения наконечника по одному и тому же участку траектории. Изображения рельефа поверхности в области испытаний приведены на рис.5. Направление движения наконечника обозначено стрелками (рис.5а).

Диаграмма изнашивания приведена на рис.6а. При испытании наконечником в форме пирамиды материал ведет себя, как и при испытании сферическим наконечником. При этом разрушение покрытия происходит при меньшей нормальной нагрузке на наконечник, что связано с меньшим эффектививным размером острия.

При испытании пирамидальным наконечником существует возможность получения дополнительной информации о реакции материала при движении индентора ребром или гранью вперед (рис.6б). Разный угол атаки соответствует различным режимам износа: при движении гранью вперед – ближе к микрорезанию, при движении ребром вперед – ближе к пластическому выдавливанию.

При испытании ребром вперед разрушение покрытия наступает через 810 с, в то время как при движении гранью вперед – всего через 260 с. Кроме того, различный режим деформирования проявляется и в особенностях рельефа после проведения испытаний (образование навалов

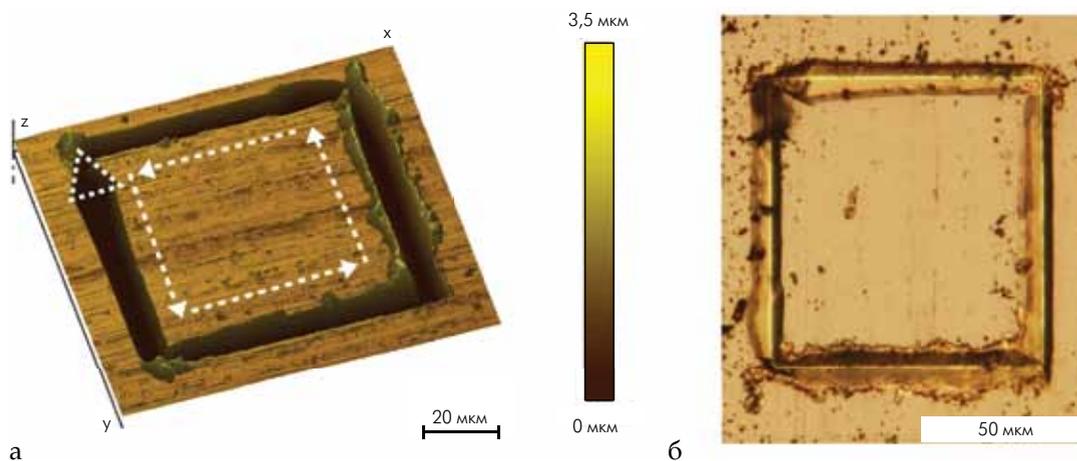
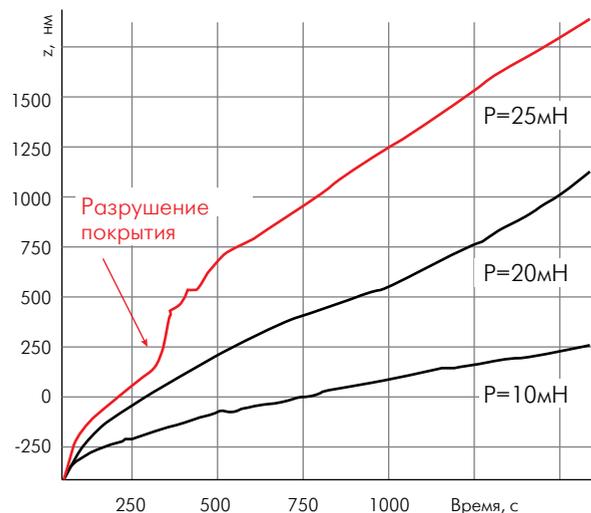
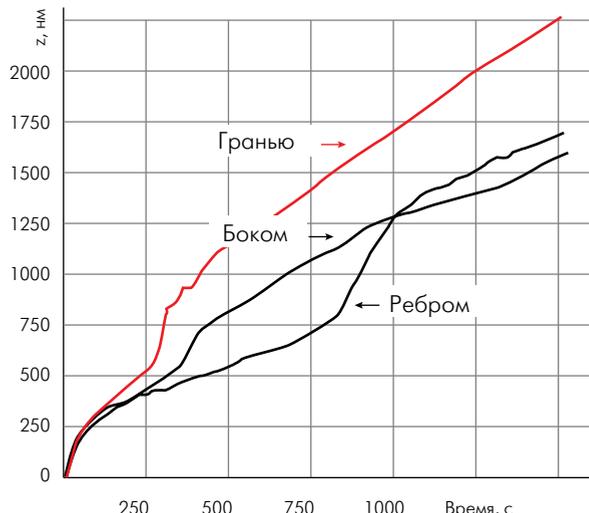


Рис. 5. Поверхность защитного покрытия: а) изображение рельефа, б) карта распределения модуля упругости



а



б

Рис.6. Диаграмма изнашивания при использовании алмазного индентора в форме трехгранной пирамиды: а – испытание гранью вперед при различных нагрузках; б – испытание в различных направлениях при нагрузке 25 мН

по краям царапины при движении индентора ребром вперед).

Исследования позволяют сделать вывод о влиянии износостойкости покрытия и подложки. В качестве характеристики выбиралась линейная интенсивность изнашивания – отношение величины износа к пути трения, на котором он происходил [8]. Использовалась формула:

$$J=Ltv/h,$$

где L – длина царапины (мкм), t – частота хода (Гц), v – время износа (с), h – глубина остаточной царапины (мкм). Вычисление значений износа покрытия и подложки проводилось для линейных участков диаграмм, соответствующих диапазонам $h < 0,5 \text{ мкм}$ и $h > 0,7 \text{ мкм}$. Измерения износостойкости при использовании алмазной пирамиды Берковича приведены в таблице.

Результаты экспериментов свидетельствуют

Нагрузка, мН	Износостойкость покрытия	Износостойкость подложки
10	$20,3 \cdot 10^4$	–
20	$9,0 \cdot 10^4$	–
25	$8,0 \cdot 10^4$	$7,6 \cdot 10^4$

о том, что условия осаждения при синтезе пленки позволяют формировать защитное покрытие достаточной толщины. В области нагрузок, близких к критическим (~25 мН), линейная интенсивность изнашивания покрытия превышает соответствующую характеристику подложки.

В статье описан метод измерения износостойкости защитных покрытий с помощью сканирующего нанотвердомера "НаноСкан-3D", причем для испытаний могут применяться наконечники различной формы. Проиллюстрирована возможность изучения зависимости процесса изнашивания от угла атаки наконечника.

Испытания на износостойкость в дополнение к измерению рельефа поверхности, твердости, модуля упругости и адгезии свидетельствуют о существенном расширении возможностей сканирующего нанотвердомера "НаноСкан-3D" при исследовании физико-механических свойств тонких пленок.

Работа выполнена в рамках государственного контракта № 16.523.12.3003.

Литература

1. Дедков Г.В. – Успехи физических наук, 2000, т.170, № 6, с. 586.
2. Гриб В.В., Лазарев Г.Е. Лабораторные испытания материалов на трение и износ. – М.: Наука, 1968.
3. Усеинов А.С. – Приборы и техника эксперимента, 2004, № 1, с.134.
4. Useinov A., Gogolinskiy K., Reshetov V. – Int. J. Mater. Res., 2009, № 7, с.968.
5. Усеинов С., Соловьев В., Гоголинский К., Усеинов А., Львова Н. – Наноиндустрия, 2010, №2, с.30.
6. Усеинов А., Гоголинский К. – Наноиндустрия, 2010, № 5, с.54.
7. Усеинов А., Усеинов С. – Наноиндустрия, 2010, № 6, с.28.
8. V. Blank, M. Popov, G. Pivovarov, N. Lvova, S. Terentev. Mechanical properties of different types of diamond. – Diamond and Related Materials, 1999, v.8, p.1531–1535.