

УДК 620.186:681.782.44(045)

Игнатович С.Р., Шмаров В.Н., Закиев И.М.

Национальный авиационный университет. Украина, Киев

### АППАРАТУРНЫЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ МИКРО- И НАНОТЕСТИРОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТИ МАТЕРИАЛОВ И ПОКРЫТИЙ

#### Анотація

*Розроблено комплекс приладів для проведення мікро- та нанотестування функціональних поверхонь у відповідності до міжнародних вимог та стандартів. Комплекс включає прилади: універсальний нанотестер "Мікрон-гама", у якому поєднані функції індентометра та скретч-тестера, оптичний інтерференційний профілометр "Мікрон-альфа", калотестер для випробування функціональних поверхонь на мікроабразивне зношення.*

#### Abstract

*The complex of instruments for carrying out micro- and nanotesting of functional surfaces according to the international requirements and standards is developed. The complex includes devices: universal nanotester "Micron-gamma" uniting functions of indentometer and scratch-tester, optical interferential profilometer "Micron-alpha", calotester for tests of functional surfaces for microabrasive wear.*

Ресурсные возможности деталей машин, как и служебные характеристики конструкционных материалов, во многом определяются физико-механическими свойствами и состоянием поверхности. В тонком поверхностном слое локализируются процессы усталостной поврежденности и разрушения, осуществляется износ при контактном взаимодействии, проявляется воздействие агрессивных сред. Поверхность является объектом упрочняющих технологий (поверхностное пластическое деформирование, нанесение упрочняющих и защитных покрытий). Изменение свойств поверхностного слоя в эксплуатации характеризует повреждаемость и истощение ресурса детали в целом.

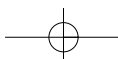
Перспективным направлением развития методологии изучения приповерхностных слоев является локализация исследуемых объемов материала до масштабов микро- и нанометрового уровня. Получаемые при этом физико-механические свойства существенно отличаются от свойств, проявляющихся в макроскопических масштабах [1]. Обычные методы, которые используются для определения свойств материалов в макрообъемах, не пригодны для изучения и диагностирования

сверхтонких (порядка 1 мкм и менее) поверхностных слоев и покрытий. Методология определение механических свойств поверхности прецизионными средствами разрабатывается в рамках перспективного научного направления, которое можно назвать механикой нанотестирования поверхности.

Современный этап развития методов контактного и безконтактного тестирования поверхности характеризуется разработкой и использованием нового поколения приборов (наноиндентомеров, нанопрофилометров), обладающих высокой разрешающей способностью регистрации перемещений и изображения (порядка 1 нм) по нормали к поверхности [2]. Это существенно расширило диапазон регистрируемых деформационных и прочностных характеристик поверхности материалов [3].

Приборы, выпускаемые зарубежными фирмами (Micro Photonics, CSM Instruments, MTS, Hysitron, Nano Indenter, UMIS и др.), обладая широким спектром возможностей локального и сканирующего инденитирования, требуют использования сложных систем защиты от внешних воздействий, что приводит к значительному увеличению массы аппаратуры (50...150 кг). Кроме этого диапазон реализуемых нагрузок таких приборов довольно ограничен (0...10 Н), их стоимость весьма значительна, что ограничивает их массовое использование как для научных исследований, так и для производственных целей. Следует отметить, что в Украине, несмотря на научные и производственные потребности, аналогичные приборы не разрабатывались и не изготавливаются.

С целью контроля рабочих характеристик, адекватной оценки технического состояния и прогнозирования ресурсных возможностей деталей машин, работающих в условиях контактного и бесконтактного нагружения, в Аэрокосмическом институте Национального авиационного университета разрабатываются аппаратурные средства и методическое обеспечение для проведения микро- и нанотестирования поверхности конструкционных материалов и покрытий. Создан экспериментальный комплекс приборов для количественного измерения рельефа поверхности и 3D-представления ее микро- и нанотопографии, комплексной оценки деформационных и проч-



ностных свойств тонких поверхностных слоев, экспресс исследований трибологических характеристик материалов и покрытий, измерения толщины и оценки адгезии покрытий и тонких пленок. В состав экспериментального комплекса входят:

- 1) универсальный нанотестер "Микрон-гамма", объединяющий функции индентометра и скрэтч-тестера;
- 2) оптический интерференционный профилометр "Микрон-альфа";
- 3) прибор для испытаний на микроабразивный износ (Calotester).

**Нанотестер "Микрон-гамма"** (рис. 1). При работе в качестве *индентометра* осуществляется непрерывное внедрение в поверхность твердого индентора (алмазной пирамиды, шарика и др.) с регистрацией в автоматизированном режиме глубины его проникновения ( $h$ ) и вдавливающей силы ( $P$ ). Результаты представляются в виде графических диаграмм внедрения (ДВ), представляющих зависимость  $P$  от  $h$  (рис. 2), а также в виде цифровой базы данных. Испытания проводятся по методу DSI (Depth Sensing Indentation) [4, 5] в соответствии со стандартом ISO 14577-4.

По характерным параметрам ДВ:  $h_{\max}$ ,  $P_{\max}$ ,  $S$ ,  $h_c$ ,  $h_f$  (рис. 2) на локальном участке поверхности определяются значения микро- и нанотвердости  $H$ , модуля упругости  $E$ , работы упругоупругого внедрения индентора, работы упругого восстановления.

Возможности прибора позволяют проводить испытания материалов на "холодную" микроползучесть при длительном воздействии на индентор постоянной силы.

Отличительной особенностью конструкции индентометра "Микрон-гамма" является применение дифференциального компенсатора перемещений [6], что позволило исключить влияние на результаты измерений упругих деформаций конструктивных элементов прибора и вредных

сейсмических вибраций, дает возможность точно идентифицировать начало касания индентором поверхности образца и адекватно производить отсчет глубины внедрения относительно его поверхности. Существенно упростилась и облегчилась конструкция прибора, увеличилась точность и производительность операций испытаний.

В приборе автоматизированы процессы управления режимами работы электронных узлов, операции настройки и тарировки каналов измерений; процессы обработки, сохранения и представления данных измерений. Уровень автоматизации управления прибором, а также операции регистрации, обработки и сохранения данных соответствует современным требованиям к индентометрам подобного класса.

В индентометре "Микрон-гамма" реализована методика коррекции ДВ с учетом особенностей начального контакта. Использование данной методики обеспечивает постоянство значений нано- и микротвердости в регистрируемом диапазоне глубины внедрения и, соответственно, исключение явления размерного (масштабного) эффекта [7].

В отличие от локального индентирования методология склерометрических испытаний развивалась недостаточно интенсивно. Однако, в последнее десятилетие тестирование царапанием (scratch tasting) стало востребованным при изучении физико-механических свойств различных материалов, адгезии тонких пленок и покрытий, а соответствующая методология начала широко воплощаться в современных аппаратурных средствах.

При работе нанотестера "Микрон-гамма" в качестве *скрэтч-тестера* (склерометра) осуществляется царапание материала внедренным с заданной силой  $N_f$  в поверхность индентором с непрерывной регистрацией силы сопротивления его перемещения  $L_f$  (эту силу часто называют тангенциальной, а в зарубежных источниках

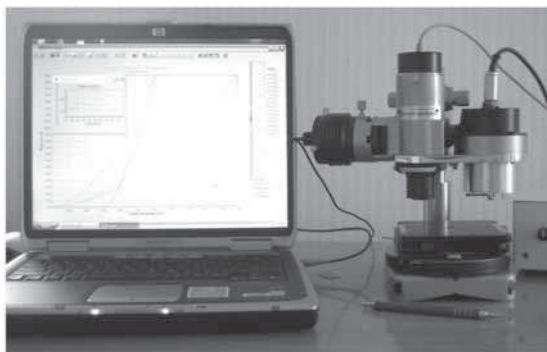


Рис. 1. Внешний вид "Микрон-гамма"

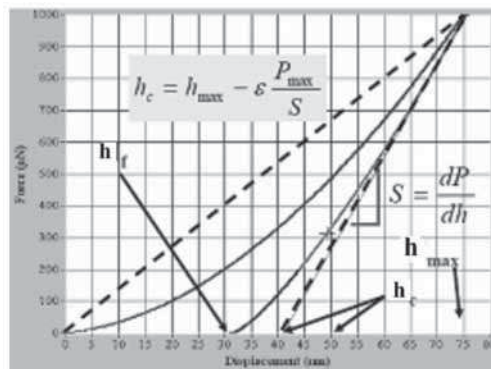
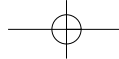


Рис. 2. Диаграмма внедрения



боковой – lateral force) (рис. 3). При этом одновременно регистрируется и нормальное перемещение индентора  $N$ , пропорциональное вертикальной составляющей реакции сопротивления царапанию.

В разработанном приборе шток с индентором, на котором размещен индуктивный датчик 1 вертикальных перемещений  $Y$ , выступает в качестве упругой балки, а дополнительно установленный на штоке индуктивный датчик 2 регистрирует его перемещение в тангенциальном направлении  $X$  (рис. 4). Такой подход упростил конструкцию системы регистрации тангенциальных упругих смещений индентора, которые пропорциональны боковой силе при царапании. Конструктивно датчики 1 и 2 выполнены по дифференциальной схеме и для минимизации размеров состоят из двух плоских катушек. При этом исключено взаимное влияние датчиков, что позволяет регистрировать каждую из составляющих перемещения индентора как в отдельности, так и одновременно.

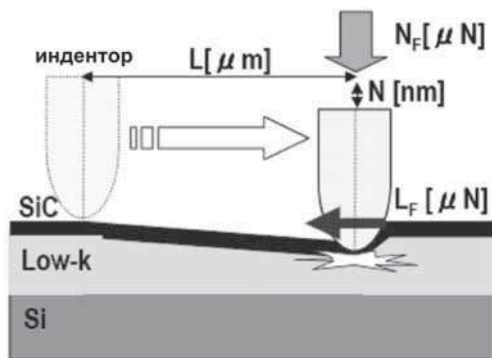


Рис. 3. Схема скретч-тестирования адгезии покрытия

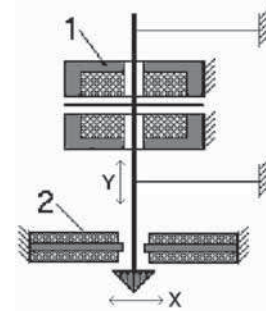
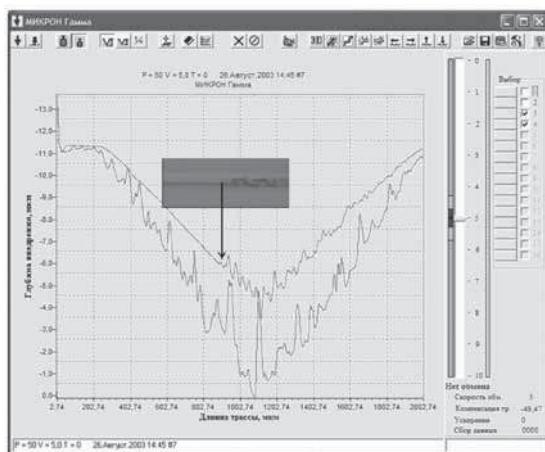
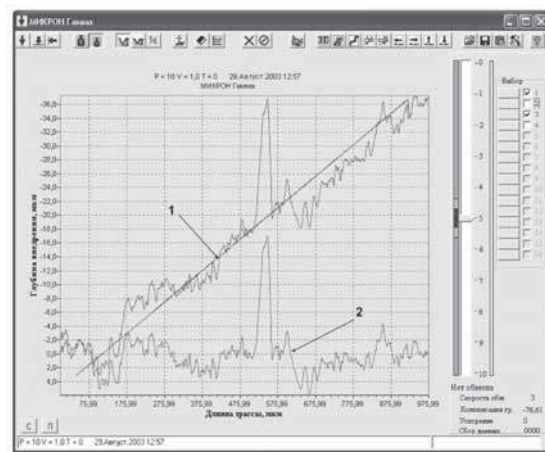


Рис. 4. Схема регистрации нормального и бокового усилий индуктивными датчиками

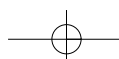


а



б

Рис. 5. Склерометрические диаграммы (СД) при царапании с нарастающей (а) и постоянной (б) вертикальной нагрузкой (на рис 5б показана СД до (1) и после (2) устранения тренда)



параметров поверхностного микрорельефа становятся все более актуальными при контроле и диагностике изделий, в том числе изготавливаемых с использованием современных микро- и нанотехнологий. Следует отметить, что разрешающая способность многих промышленных приборов, их информативность при визуальном контроле высокотехнологических изделий часто является недостаточной. В этой связи к достаточно эффективным следует отнести аппаратные средства интерференционной профилометрии, в которых используется когерентное и некогерентное излучение. Данные средства контроля позволяют восстанавливать топографию поверхности методом обработки последовательности интерференционных данных. При этом точность и разрешающая способность определяются длиной волны излучения и являются достаточно высокими [9].

Таким образом, на сегодняшний день интерференционные профилометры являются наиболее перспективным прибором для измерения мелкомасштабного рельефа поверхности. Они имеют высокую производительность (по времени регистрации заданной площади), умеренную стои-

мость и обеспечивают довольно высокое разрешение при тестировании. Однако, распространенность интерференционных профилометров весьма незначительна, о чем свидетельствует ограниченная номенклатура таких приборов на рынке.

**Оптический интерференционный профилометр "Микрон-альфа"**. Прибор создан на базе серийного интерферометра МИИ-4 с дополнительной разработкой электронно-механической системы управления, цифровой видеосистемы и соответствующего программного обеспечения [10] (рис. 6). "Микрон-альфа" позволяет получать количественные и качественные (изменение профиля) характеристики рельефа на исследуемом участке поверхности вдоль выбираемых взаимно перпендикулярных линий, строить двух и трехмерное изображение поверхности, производить металлографические исследования [11]. Процесс измерений полностью автоматизирован, управление осуществляется с использованием удобного и функционального интерфейса (рис. 7).

Поле сканирования поверхности может варьироваться в площадке со сторонами  $1800 \times 2000$  мкм; разрешение в горизонтальной плоскости (X, Y) составляет 0,15 мкм; разрешение по вертикали (Z) — 5 нм; предельная величина измерений по вертикали (Z) до 50 мкм; время регистрации рельефа поверхности, включая обработку данных, варьируется от 0,1 до 3 мин.

Возможности "Микрон-альфа" иллюстрируются полученными с его помощью 3D изображениями различных объектов (рис. 8–11).

Одно из направлений в решении проблемы экспериментальной оценки износостойкости материалов и тонких покрытий состоит в использовании адекватных и эффективных методик и аппаратных средств испытаний. Для решения задач тестирования износостойкости покрытий и подложки, определения толщины тонких покрытий, нашел применение эффективный метод испытаний на микроабразивный износ (micro-



Рис. 6. Внешний вид "Микрон-альфа"

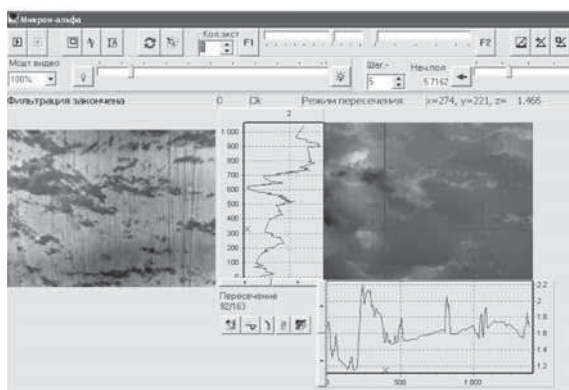


Рис. 7. Интерфейс "Микрон-альфа"

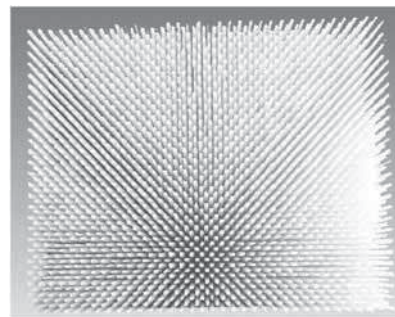
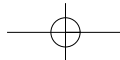


Рис. 8. Поверхность образца для тарировки атомно-силового микроскопа



5/2009

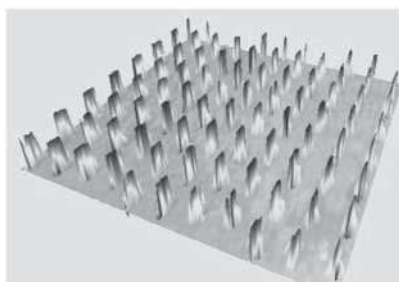


Рис. 9. Топография поверхности CD (высота пик 400 нм)

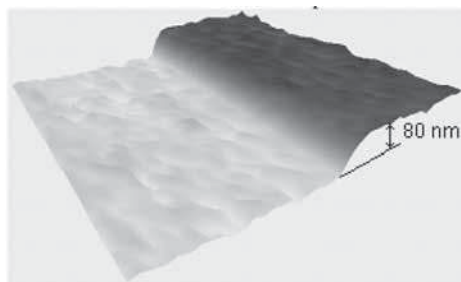


Рис. 10. Ступенька травления на кремнии



Рис. 11. Торцы оптоволокон

scale abrasion test) путем воздействия вращающегося стального шарика на плоский образец с добавлением эмульсии, содержащей абразивные частицы [4]. В месте контакта образуется кратер сферической формы — калотта (calotte), поэтому прибор для обеспечения такого вида испытаний получил название калотестер (calotester) или каловер (calowear).

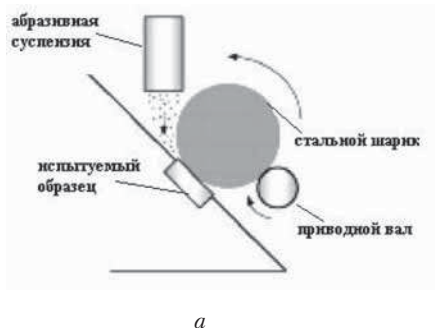
**Калотестер.** Схема испытаний на микроабразивный износ состоит в реализации контактного воздействия вращающегося шарика на плоский образец. Стальной гладкий шарик имеет две точки опоры — на вращающийся приводной вал и на плоскость исследуемого образца (рис. 12, а). Нагрузка в зоне контактного трения определяется массой шарика и углом наклона образца. Износ

обеспечивается добавлением абразивной суспензии, содержащей взвешенные в воде частички SiC, алмаз, др.

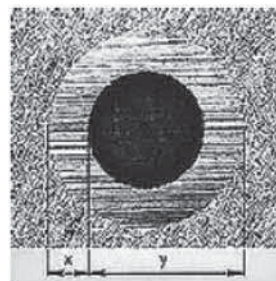
После проведения испытаний образец исследуют с применением оптических средств наблюдения и измерения. В зоне контакта образуется кратер износа сферической формы, на котором наблюдаются две характерные зоны: зона износа покрытия и зона износа подложки (рис. 12, б). По измеренным размерам этих зон определяются основные параметры — толщина покрытия и показатель износа. Этот метод широко применяется для оценки толщины тонких покрытий [13], определения характеристик износостойкости как покрытий, так и подложки [14] (рис. 12, б) и был принят как базовый при создании прибора калотестер.

Разработанный калотестер (рис. 13) состоит из станины 1, регулируемого вдоль направляющих предметного стола 2, стального шарика 3, электродвигателя постоянного тока 4 с закрепленным на оси конусообразным валом 5. Напряжение питания двигателя равно 5В, мощность 0,8 вт. Частота вращения вала двигателя стабилизирована и может варьироваться от 10 до 3000 мин<sup>-1</sup>.

Стабилизация частоты вращения вала обеспечивается электронным стабилизатором, работающим на принципе измерения напряжения само-

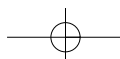


а



б

Рис. 12. Схема испытаний на микроабразивный износ (а) и внешний вид (сверху) кратера износа подложки с покрытием (б)



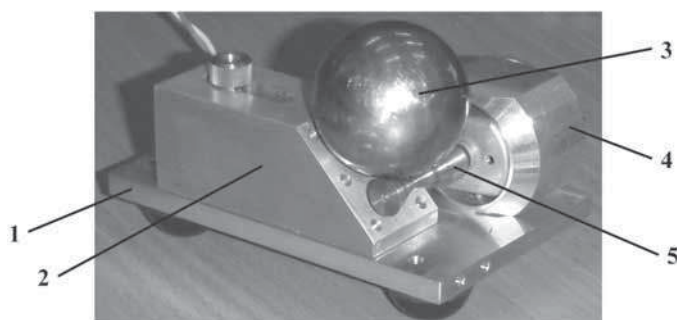


Рис. 13. Внешний вид разработанного калотестера

индукции двигателя. Стабилизатор поддерживает величину напряжения самоиндукции в соответствии с заданным значением независимо от нагрузки на валу двигателя. Кроме этого, для регистрации силы сопротивления вращению шарика в разработанном калотестере конструктивно реализован метод, основанный на измерении зависимости потребляемого тока двигателя от нагрузки на его валу. Такой подход дает возможность оценивать характеристики сопротивления трению пары шарик-образец в процессе эксперимента.

#### Выводы

Создан экспериментальный комплекс приборов для проведения микро- и нанотестирования

функциональных поверхностей в соответствии с международными требованиями и стандартами (таблица 1).

Приглашаем заинтересованные организации к сотрудничеству в области изготовления таких аппаратурных средств либо проведения исследований по поданным заявкам. Наш контакт: ignatovich@nau.edu.ua.

#### Литература

1. Головин Ю.И., Тюрин А.И. Микро- и наноконтактное взаимодействие твердых тел // Природа, 2003. — № 4. — С. 60–68.
2. Miyoshi K. Surface characterization techniques: an overview. — NASA/TM -2002-211497, Glenn Research Center of NASA. — July, 2002. — 45 P.
3. Головин Ю.И., Иволгин В.И., Коренков В.В., Рябко Р.И. Определение комплекса механических свойств материалов в нанобъемах методами наноиндентирования. // Конденсированные среды и межфазные границы, 2001. — 3, № 2. — С. 122–135.
4. Wolf B. Inference of mechanical properties from instrumented depth sensing indentation at tiny loads and indentation depths // Cryst. Res. Technol. — 2000. — 35, N 4. — P. 377–399.
5. Van Landingham M. R. Review of instrumented indentation // J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol. — 2003. — 108, N 4. — P. 249–265.

Таблица 1

Приборы для оценки свойств функциональных поверхностей

Прибор	Характеристики	Цель и результаты тестирования
Нанотестер "Микрон-гамма" (инденгометр)	Диапазон задаваемых нагрузок — 0,01...5 Н; Измеряемая глубина внедрения — 0,01...200 мкм; Разрешение по глубине — 0,3 нм; Диапазон скорости нагружения — 0,01...100 сН/с; Время выдержки под нагрузкой — 0...10 мин.	Определение физико-механических характеристик тонкого поверхностного слоя в соответствии со стандартом ISO 14577-4 - микротвердость; - модуль Юнга; - работа внедрения индентора; - работа упругого восстановления материала
Нанотестер "Микрон-гамма" (скретч-тестер)	Длина трассы царапания — до 30 мм; Диапазон скорости царапания — 10...100 мкм/с.	Определение микротвердости вдоль трассы царапания, микроструктурной неоднородности прочности поверхности, адгезионной прочности и механизма разрушения покрытий
Оптический профилометр "Микрон-альфа"	Поле сканирования (X,Y) — 1800×2000 мкм; Разрешение по горизонтали (X,Y) — 0,15 мкм; Разрешение по вертикали (Z) — 5 нм; Измерение по вертикали (Z) — до 50 мкм; Время регистрации — 0,1–3 мин	Определение профиля поверхности вдоль выбираемых взаимно перпендикулярных линий, количественных показателей шероховатости, строить двух и трехмерное изображение поверхности, производить металлографические исследования
Калотестер	Частота вращения вала — 10–2990 мин <sup>-1</sup> ; Время испытания — от 2 с до 15 мин; Диаметр шарика — 10; 20; 25,4; 30; 40 мм; Толщина тестируемых покрытий — 0,1...50 мкм; Диаметр кратера — 0,15–2 мм	Определение толщины тонких покрытия и показателей износа; оценка характеристик износостойкости покрытий и подложки



5/2009

6. *Прилад* для випробування матеріалів на мікротвердість: Патент на корисну модель № 30003 Україна, G01N 3/40 / С.Р. Ігнатович, І.М. Закієв, В.І. Закієв, Є.П. Дворник (Україна). — 200709512; Заявл. 21.08.2007; Опубл. 11.02.2008, Бюл. № 3. — 4 с.

7. *Фирстов С.А., Ігнатович С.Р., Закієв І.М.* Размерный эффект при микро/нано-идентификации и его компенсация с учетом особенности начального контакта // Пробл. прочности, 2009. — № 2. — С. 43–54.

8. *Ігнатович С.Р., Закієв І.М., Борисов Д.И.* Оценка структурно-деформационной неоднородности тонкого поверхностного слоя материалов методом царапания // Пробл. прочности, 2008. — № 3. — С. 70–81.

9. *Caber P.J., Martinek S.J., Niemann R.J.* A new interferometer profiler for smooth and rough surfaces // WYKO Technical Bulletin 1993-27A, WYKO, Tucson, AZ. — 1993. — P.1–14.

10. *Безконтактний* тривимірний профілометр: Патент на корисну модель № 39972 Україна, G01B 9/02; 11/30 / С.Р. Ігнатович, І.М. Закієв,

В.І. Закієв, С.С. Юцкевич (Україна). — u200809989; Заявл. 01.08.2008; Опубл. 25.03.2009, Бюл. № 6. — 3 с.: 2 іл.

11. *Ігнатович С.Р., Шмаров В.Н., Закієв І.М., Закієв В.И.* Профилومتر для контролю микро/нано топографии поверхности методом оптической интерферометрии / Нанотехнологии: Сб. докл. Харьковской нанотехнологической ассамблеи-2008: Т.1., — Харьков: ХФТИ, 2008 — С. 202–205.

12. *Kusano Y, Van Acker K and Hutchings I. M.* Methods of data analysis for the micro-scale abrasion test on coated substrates // Surf. Coat. Technol. — 2004. — 183. — № 2–3. — P. 312–327.

13. *DIN EN 1071-2-2003.* Advanced technical ceramics — Methods of test for ceramic coatings — Part 2: Determination of coating thickness by the crater grinding method; German version EN 1071-2:2002. — German, 2003. — 16 P.

14. *DIN EN 1071-6-2008.* Advanced technical ceramics — Methods of test for ceramic coatings — Part 6: Determination of the abrasion resistance of coatings by a micro-abrasion wear test; German version EN 1071-6:2007. — German, 2008. — 22 P.