

УДК 537.525.7:621.762

А. А. Хубатхузин, И. Ш. Абдуллин, В. И. Христолюбова,
С. В. Прокудин

ОСОБЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НАНОПОКРЫТИЙ

Ключевые слова: твердость, модуль упругости, наноиндентирование.

Описаны основные методы измерения твердости, модуля упругости, а также износостойкости тонких нанопокровов на субмикронном и наномикронном масштабах с помощью сканирующего наноиндентометра «НаноСкан-3D».

Keywords: hardness, young modulus, nanoindentation.

The main methods of measurements of hardness, young modulus, wear resistance of thin nanocoatings in a submicron and nanomicro scales with the help of scanning nanohardness gauge "NanoScan-3D" are described.

В настоящий момент в машиностроении основным вопросом при производстве деталей и узлов машин является повышение прочности. В частности таких параметров как твердость, износостойкость и модуль упругости. Изучение физико-механических свойств материалов требует глубокого понимания свойств материала на микро- и наномасштабах.

Изучение износа и процессов, связанных с ним, имеет широкий спектр применения: производство магнитных устройств хранения информации, изготовление сенсоров, датчиков и т.д.

Существует множество факторов, влияющих на измерение твердости, модуля упругости, износостойкости и коэффициента трения: физико-химическое состояние поверхности, температура, шероховатость материала, чистота поверхности [1-5]. Определенной задачей в последнее время является создание прибора, позволяющего измерять твердость, модуль упругости, коэффициент трения, изучать процессы износа материала за один измерительный цикл. Одним из таких приборов является сканирующий наноиндентометр «НаноСкан-3D». «НаноСкан-3D» состоит из жесткой рамы, к которой крепятся основные элементы и узлы прибора, системы позиционирования образца, оптической видеосистемы, блока электроники и измерительного узла.

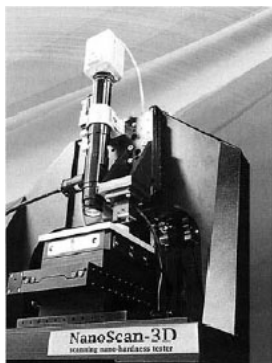


Рис. 1 - Сканирующий наноиндентометр «НаноСкан-3D»

Система позиционирования образца состоит из моторизованных столиков XYZ. Столики XY обеспечивают перемещение образца в плоскости XY

до 100 мм по каждой координате с минимальным шагом 1 мкм, а также служат для перемещения образца из-под оптической видеосистемы и обратно. Столик Z перемещает зонд прибора по оси Z с минимальным шагом 40 нм, а также обеспечивает подвод и отвод зонда к поверхности образца [1, 3]. Для визуальной оценки качества поверхности образца и предварительного выбора места для проведения измерений используется оптическая видеосистема.

Отличительной особенностью системы нагружения НаноСкан является применение высокочувствительного датчика-кантилевера и высокоточного трехкоординатного пьезоэлектрического нанопозиционера (рис.2) [1, 3].



Рис. 2 - Конструкция системы нагружения: а) зондовый датчик-кантилевер с установленным алмазным индентором; б) система нагружения сканирующего наноиндентометра «НаноСкан-3D»

Датчик-кантилевер имеет форму камертона с изгибной жесткостью консоли порядка 20 кН/м,

ветви которого изготовлены из биморфных пьезокерамических пластин. На свободном конце одной из ветвей камертона монтируется индентор. В качестве индентора применяется монокристалл алмаза, выполненный в форме трехгранной пирамиды типа Берковича. А также для проведения электрических измерений применяется индентор, изготовленный из легированного бором полупроводникового монокристалла алмаза, выполненный также в форме трехгранной пирамиды типа Берковича.

В силу применяемой конструкции данный прибор может работать в двух режимах: в динамическом резонансном режиме и в режиме статического прогиба. [1-5] Работа в динамическом режиме позволяет проводить сканирование поверхности в нанометровом разрешении, а также картографирование физико-механических свойств (карта твердости и модуль упругости) аналогично обычным сканирующим зондовым микроскопам. Работа в статическом режиме позволяет проводить измерение физико-механических свойств таких как твердости, модуль упругости. Комбинация данных двух методов позволяет получить целый спектр свойств материала, таких как толщина слоя, изучение твердости слоя и подложки в отдельности, а также проводить изучение влияния подложки на величину измеряемой твердости, а также изучение влияния переходного слоя.

В силу описанных выше особенностей, в приборе реализован целый ряд измерительных методик:

1. Сканирование поверхности в полуконтактной моде [6]. Данный режим позволяет сканировать поверхность с меньшим влиянием индентора на материал. В процессе сканирования, также происходит картографирование механических свойств.

2. Метод склерометрии. Метод заключается в нанесении царапин на поверхность и измерении ширины остаточной царапины путем сканирования.

3. Измерение механических свойств методом измерительного индентирования. Измерение твердости и модуля упругости путем нагружения иглы в определенной точке поверхности.

4. Методика измерения модуля упругости методом силовой спектроскопии (кривые подвода). Метод заключается в детектировании изменения частоты колебания зондового датчика колеблющегося на своей резонансной частоте в зависимости от глубины внедрения. Методика относится к методам неразрушающего контроля и позволяет проводить измерения модуля упругости тонких покрытий и нанослоев без влияния подложки. Также отличительной чертой данного метода является оперативность.

5. Профилометрия. Максимальная длина получаемого профиля до 10 см.

6. Картографирование распределения механических свойств в процессе сканирования.

Изучение физико-механических свойств тонких слоев имеет определенную сложность, которая связана прежде всего с толщиной слоя и с влиянием подложки на измеряемую твердость слоя. Для того,

чтобы исключить влияние подложки, согласно стандарту ISO 14577 глубина внедрения индентора должна быть не более 15-20% от толщины слоя. [7]

В качестве образца использовался твердый сплав ВК8 подвергнутый обработке помощью высокочастотного индукционного разряда пониженного давления при взаимодействии плазмы. Образец, введенный в плазму ВЧ разряда, подвергается бомбардировке ионами плазмообразующего газа и происходит рекомбинация ионов, очистка поверхности от различных загрязнений, распыление и оплавление микровыступов, залечивание микротрещин, что в свою очередь приводит изменению состава и структуры приповерхностного слоя, что обеспечивает повышение износостойкости.

ВЧ-плазменная установка состоит из ВЧ генератора, вакуумной части (блока), системы питания рабочим газом, высоковольтного выпрямителя, ВЧ плазмотрона и аппаратуры контроля.

В данной установке используется ВЧ генератор, собранный по одноконтурной схеме, настроенных на индукционную нагрузку на частоте 1,76 МГц.

Для изготовления разрядных камер плазмотрона использовалось кварцевое стекло. Причиной такого выбора послужили хорошая оптическая прозрачность, высокие термостойкость и механическая прочность, а также малость диэлектрических потерь кварца в используемом диапазоне частот. В установке реализованы струйные ВЧ разряды индукционного типа с соленоидальным индуктором. Конструкция плазмотрона, предназначенного для получения потока плазмы, представлена на рис.3.

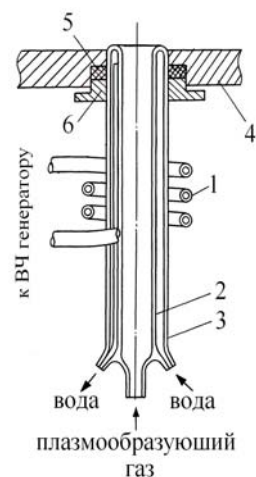


Рис. 3 - Конструкция плазмотрона: 1 – индуктор; 2 – разрядная камера; 3 – рубашка охлаждения; 4 – базовая плита; 5 – уплотнительное кольцо; 6 – прижимной фланец

Вакуумный блок (рис.4) создан на базе установки, предназначенной для нанесения тонких слоев металлов и диэлектриков в вакууме. Основание вакуумного блока смонтировано в виде сварного каркаса, на верхней плоскости которого крепится плита. На ней размещены вакуумный

колпак и подколпачные механизмы: карусели с образцами, устройства подъема и опускания карусели. Внутри каркаса блока размещены ВЧ плазмотрон, система вакуумных трубопроводов, вентили, подъемник колпака с электроприводом, блок электропитания, система водяного охлаждения узлов установки. В колпаке предусмотрены устройства ввода и вывода для подачи дополнительного потенциала на изделие.

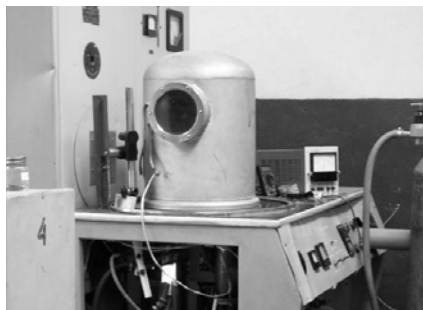


Рис. 4 - Вакуумный блок установки для получения ВЧ плазмы

Вакуумная откачная система построена на базе двухроторного насоса типа АВР-50 с быстротой действия 50 л/с.

Система питания плазмотрона рабочим газом состоит из баллона со сжатым газом, редуктора для понижения давления, образцового манометра и ротаметра для определения расхода газа и игольчатого накателя для регулирования расхода, устройства для получения смеси газов.

Система водоснабжения установки служит для обеспечения заданного теплового режима деталей и узлов, наиболее нагруженных в тепловом отношении: генераторной лампы, индуктора, разрядной камеры, вакуумного колпака. Подвод воды к установке и отвод из нее осуществляется при помощи резиновых шлангов.

Аппаратура контроля применяется для контроля входных параметров установки: ВЧ напряжения и тока, частоты генератора при проведении всех экспериментов по обработке материалов.

Для измерения давления в ходе исследования использовался образцовый манометр. Калибровка образцового манометра производилась по показаниям компрессионного манометра «вакустата» Брунера, с помощью которого оценивалась также точность показаний. Погрешность измерения давления в рабочей камере составляет 5 %.

С целью установления влияния воздействия ВЧ плазмы на свойства поверхности был проведен сравнительный анализ образцов до и после обработки. Проведены исследования топографии поверхности, а также испытания на твердость и модуль упругости.

На рисунке 5 представлено изображение поверхности обработанного образца при максимальном увеличении 200х.

Рельеф поверхности получен с помощью сканирования в полуконтактном режиме с поддержанием постоянного смещения по частоте. На

рисунке 6 представлена топография образцов твердого сплава до и после обработки.

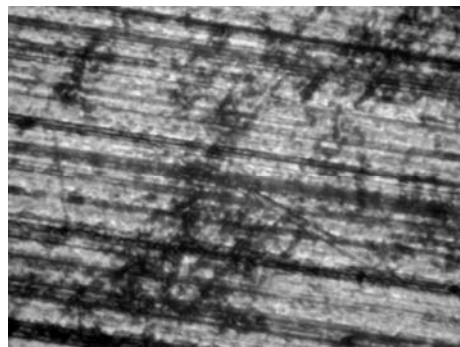
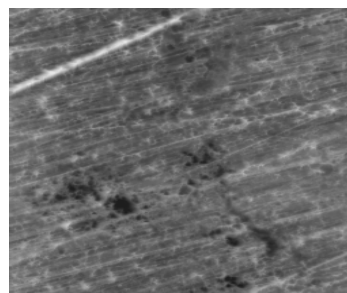
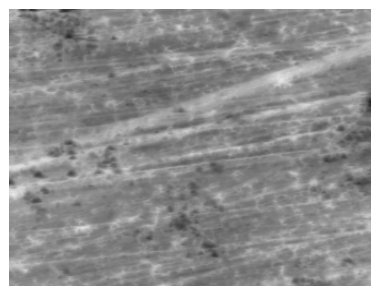


Рис. 5 - Изображение поверхности образца сплава ВК8 после обработки



а



б

Рис. 6 - Топография образцов твердого сплава: а) до и б) после обработки

С помощью высокочастотной емкостной плазмы можно не только понизить шероховатость поверхности, но и изменить ее топографию. На рис. 6б отсутствуют трещины, которые хорошо видны на необработанном образце. Количество глубоких бороздок резко уменьшается после ВЧ обработки.

В процессе сканирования одновременно с топографией снимается карта распределения модуля упругости. На рисунке 7 представлена карта распределения модуля упругости образца сплава ВК8. Как видно из рис. 7 распределение модуля упругости носит равномерный характер, нет локальных участков с ярко выраженными максимумами или минимумами.

Шероховатость измерена на площади 100 на 100 мкм. Исходя из анализа представленных выше сканов поверхности путем математического анализа выявлено уменьшение шероховатости материала после обработки. Существует также возможность визуальной оценки изображения, из которого видно

влияние механической обработки, в связи с чем образовались полосы шлифовки.

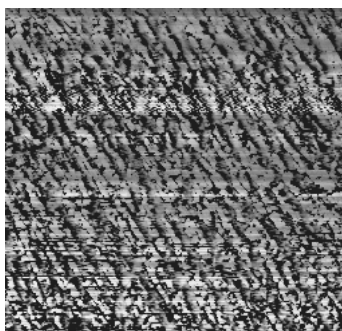


Рис. 7 - Карта распределения модуля упругости образца сплава ВК8 после обработки

На рисунке 8 представлен вид зависимости сдвига резонансной частоты от глубины внедрения для сплава ВК8.

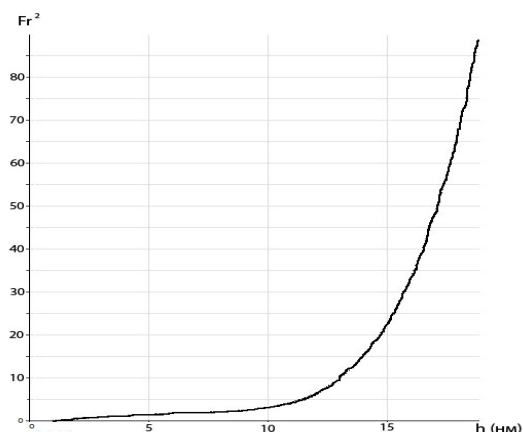


Рис. 8 - Кривая подвода, полученная с образца ВК8, после обработки

Таким образом, описаны методы исследования физико-механических и трибологических свойств сверхтонких покрытий с помощью сканирующего нанотвердомера «НаноСкан-3D». Показано, что реализация комплексного подхода к изучению покрытий с применением методов измерения рельефа, шероховатости, твердости, износостойкости и толщины в рамках одного измерительного прибора существенно расширяет информативность проводимых исследований.

Литература

1. Усеинов А., Гоголинский К. // Наноиндустрия.- №5.- 2010.- С. 54.
2. Усеинов А.С. // Приборы и техника эксперимента. 2004.- № 1.- С. 134.
3. Усеинов А., Усеинов С. // Наноиндустрия.- № 6.- 2010.- С.28.
4. Гоголинский К.В., Решетов В.Н., Усеинов А.С. // Измерительная техника.- 2011.- № 7.- С.28-34
5. Усеинов С.С. Измерение твердости конструкционных материалов методами индентирования и склерометрии на субмикро- и нанометровом масштабах: диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук.-М., 2010.- 123 с.
6. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии.- Нижний Новгород: РАН, Институт физики микроструктур, 2004.
7. ISO 14577:1-4 2002. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 1, -Geneva: International organization for standardization, 2002.
8. И.Ш. Абдуллин, А.А. Хубатхузин, *Вестник Казанского технологического университета*, 11; 625 – 627 (2010).
9. И.Ш. Абдуллин, А.А. Хубатхузин, *Вестник Казанского технологического университета*, 11; 628 – 629 (2010).

© А. А. Хубатхузин - к. т. н., доц. каф. вакуумной техники электрофизических установок КНИТУ, al_kstu@mail.ru; И. Ш. Абдуллин – д.т.н., проф., зав. каф. плазмохимических и нанотехнологий высокомолекулярных материалов КНИТУ, abdullin_i@kstu.ru; В. И. Христолюбова – асп. той же кафедры, valllerriya@mail.ru; С. В. Прокудин – мл. науч. сотр. ФГБНУ ТИСНУМ, sergei.tisnum@gmail.com.