

М. О. Бондаренко, Ю. Ю. Бондаренко, В. С. Антонюк*

Черкаський державний технологічний університет,

*Національний технічний університет України "Київський політехнічний інститут"

ПЕРСПЕКТИВИ ВИКОРИСТАННЯ МЕТОДУ АТОМНО-СИЛОВОЇ МІКРОСКОПІЇ ДЛЯ ДОСЛІДЖЕННЯ СТАНУ ТА ФІЗИКО-МЕХАНІЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПОВЕРХОНЬ ВИРОБІВ ПРЕЦИЗІЙНОГО МАШИНОБУДУВАННЯ

© Бондаренко М. О., Бондаренко Ю. Ю., Антонюк В. С., 2015

Доведена доцільність використання методу атомно-силової мікроскопії під час дослідження стану та характеристик поверхонь виробів прецизійного машинобудування. Розглянуто основні напрямки досліджень топограми та фізико-механічних характеристик поверхонь виробів прецизійного машинобудування та встановлені обмеження і недоліки у використанні методу атомно-силової мікроскопії під час дослідження окремих властивостей поверхонь виробів.

Ключові слова: атомно-силова мікроскопія, топологія поверхні, мікротвердість, зносостійкість, наноідентування, склерометрія.

This paper is the well-proven expediency of the use of method of atomic-force microscopy is at research of the state and superficial descriptions of surfaces of wares of precision engineer. Basic directions of researches of topogram, physics and mechanics descriptions of surfaces of wares of precision engineer and set limitations and defects are considered in using of its method for research of separate properties of surfaces of wares.

Key words: atomic-force microscopy, topology of surface, microhardness, wearproofness, nanoindentation, sclerometry.

Вступ. Сьогоднішні тенденції розвитку технологій виготовлення виробів прецизійного машинобудування, які знаходять широке застосування і для наукових досліджень, і на практиці у виробництві, спрямовані у бік мініатюризації таких пристроїв аж до нанометричних розмірів. При цьому основною вимогою до таких технологій залишається дотримання високої ефективності і надійності виробів, що виготовляються. Проте реалізація цього завдання неможлива без сучасних засобів і методів дослідження мікрогеометрії, стану поверхні та фізико-механічних характеристик матеріалів, з яких виготовлені ці вироби.

Як показують результати аналізу, який виконав автор [1–3], до теперішнього часу відсутній достатній науковий доробок теоретичних та метрологічних основ, а також достатня кількість експериментальних результатів, які дозволили б запропонувати універсальний неруйнівний метод дослідження стану поверхні та її фізико-механічних характеристик, що мав би високу точність вимірювання і контролю цих параметрів, і водночас володів високою продуктивністю та оперативністю вимірювання. Незважаючи на певні успіхи в розробленні теоретичних основ вимірювання різноманітних характеристик виробів прецизійного машинобудування, загальна теорія проведення таких досліджень на нанометричному рівні, яка забезпечувала б мінімальну похибку під час виникнення стохастичних та змінних у часі факторів та збурень, які, зазвичай, є випадковими функціями часу, відсутня.

Серед існуючих методів дослідження поверхні найперспективнішим вважається метод атомно-силової мікроскопії (АСМ), який не вимагає спеціальної підготовки досліджуваного зразка, при цьому метод є неруйнівним, має високу точність (до одиниць ангстрема) та чутливість

дослідження (десятки наноньютонів). Незважаючи на те, що основним призначенням атомно-силового мікроскопа є дослідження нанопрофілю та топографії поверхні, цей метод також можна використовувати під час досліджень різних фізико-механічних характеристик на нанорівні.

Деякі питання проведення комплексних нанометричних досліджень, які здійснюються на базі АСМ для різних умов застосування, вивчали багато вітчизняних та закордонних вчених, як-то: Д. В. Снежко, Н. Н. Рожицький, В. А. Биков, С. А. Чижик, В. Л. Міронов, О. В. Свірідова, А. А. Суслов, А. Л. Толстїхіна, Т. А. Кузнецова, М. Л. Занавескін та інші. Проте залишаються невирішеними проблеми щодо високоточного, ефективного та оперативного дослідження із залученням методу АСМ. Однією з таких проблем є відсутність універсальної методології для проведення комплексного дослідження стану поверхні з подальшим визначенням основних фізико-механічних характеристик виробів прецизійного машинобудування.

Основна проблема активного застосування цього підходу для дослідження механічних характеристик діелектричних матеріалів полягає в необхідності правильного вибору зонду для АСМ. Зазвичай для сканування зразка використовують кремнієвий зонд, а для наноіdentування – алмазний. Для сканування та іdentування в одному циклі не підходить жоден з них, оскільки кремнієвий зонд занадто крихкий для проведення наноіdentування, а застосування алмазного зонду для сканування діелектричних матеріалів не є раціональним через його високу вартість та високу твердість, що призводить до руйнування м'яких зразків і, у результаті, до спотворення результатів сканування.

Найперспективнішим підходом у вирішенні цього питання є застосування модифікованих вуглецевим функціональним покриттям кремнієвих зондів для сканування ними твердих матеріалів у контактному режимі. При цьому ефективним методом для отримання таких покриттів є метод термічного випаровування у вакуумі [4].

Тому дослідження стану та поверхневих фізико-механічних характеристик поверхонь виробів прецизійного машинобудування із застосуванням методу атомно-силової мікроскопії, в якому використано зонди, модифіковані вуглецевим покриттям, є актуальним.

Метою роботи є вивчення доцільності використання методу атомно-силової мікроскопії під час дослідження стану та поверхневих характеристик поверхонь виробів прецизійного машинобудування на прикладі елементів мікрогіроскопа.

Порядок проведення експерименту. Об'єктами дослідження є ділянки механічних наноконтактів із золота та керамічного корпусу мікрогіроскопів, що знаходять широке застосування в сучасній робототехніці в якості елементів приладів навігаційних систем. Ці об'єкти у вигляді попередньо підготовлених зразків відносилися до приладів, які не знаходилися в експлуатації.

Дослідження стану та фізико-механічних характеристик поверхонь зразків проводили на приладі “NT-206V” (ТДВ “Мікротестмашини”, Білорусь) із застосуванням кремнієвих зондів “Ultrasharp CSC12” (“Mikromasch”, Німеччина), модифікованих вуглецевим покриттям товщиною 8 нм. При цьому для підвищення достовірності отримуваних результатів дослідження стану та фізико-механічних характеристик проводилися не менш ніж на 5 ділянках площею 13×13 мкм по поверхні кожного із зразків.

Вибір необхідної ділянки на поверхні зразка здійснювався системою мікропозиціонування і вбудованим оптичним довгофокусним мікроскопом Logitech (“Logitech Inc”, США). Після ультразвукової очистки зразка дослідження в етиловому спирті його базували на магнітному предметному столику. Застосування вбудованого довгофокусного мікроскопа та системи мікропозиціонування дозволило з точністю до 2,5 мкм визначити ділянку елемента, поверхню якої досліджували. Робочим був обраний статичний режим роботи АСМ, який має меншу точність порівняно з динамічним режимом, проте дозволяє досліджувати саму поверхню зразка, ігноруючи наявність на ній вологи і залишків органічних речовин (спирту, жирних кислот тощо).

Для підвищення точності і відтворюваності результатів дослідження всі вимірювання проводили на 5–6 зразках одного типу.

Після завершення вимірювання за допомогою системи мікропозиціонування здійснювався переїзд вимірювальної головки на наступну ділянку. Результати вимірювань заносилися в пам'ять персонального комп'ютера, який входить до складу діагностичного комплексу атомно-силової мікроскопії, з метою подальшої візуалізації, дослідження та аналізу.

Обговорення результатів експерименту. Дослідження наногеометрії поверхні – найзатребуваніший метод АСМ. Разом з високою роздільною здатністю дає змогу відобразити мікрорельєф поверхні з точністю по висоті близько 0,1–0,2 нм, рис. 1. Серед обмежень методу АСМ у дослідженні топології поверхні слід зазначити високу чутливість методу до змін фізичних параметрів досліджуваного зразка: його хімічного складу, твердості, адгезії, що затрудняє отримання та інтерпретацію даних топографії для низки матеріалів. Ще однією проблемою, яка обмежує використання цього методу, є низька повторюваність вимірювань у результаті швидкої зношуваності зонду.

Як можна побачити із профілограми механічного наноконтакту, яка наведена на рис. 1. профіль, отриманий за допомогою АСМ (суцільна лінія), майже повністю відповідає теоретичному профілю поверхні на границі цього контакту (відхилення між реальним та теоретичним профілями не перевищує 5–8 %).

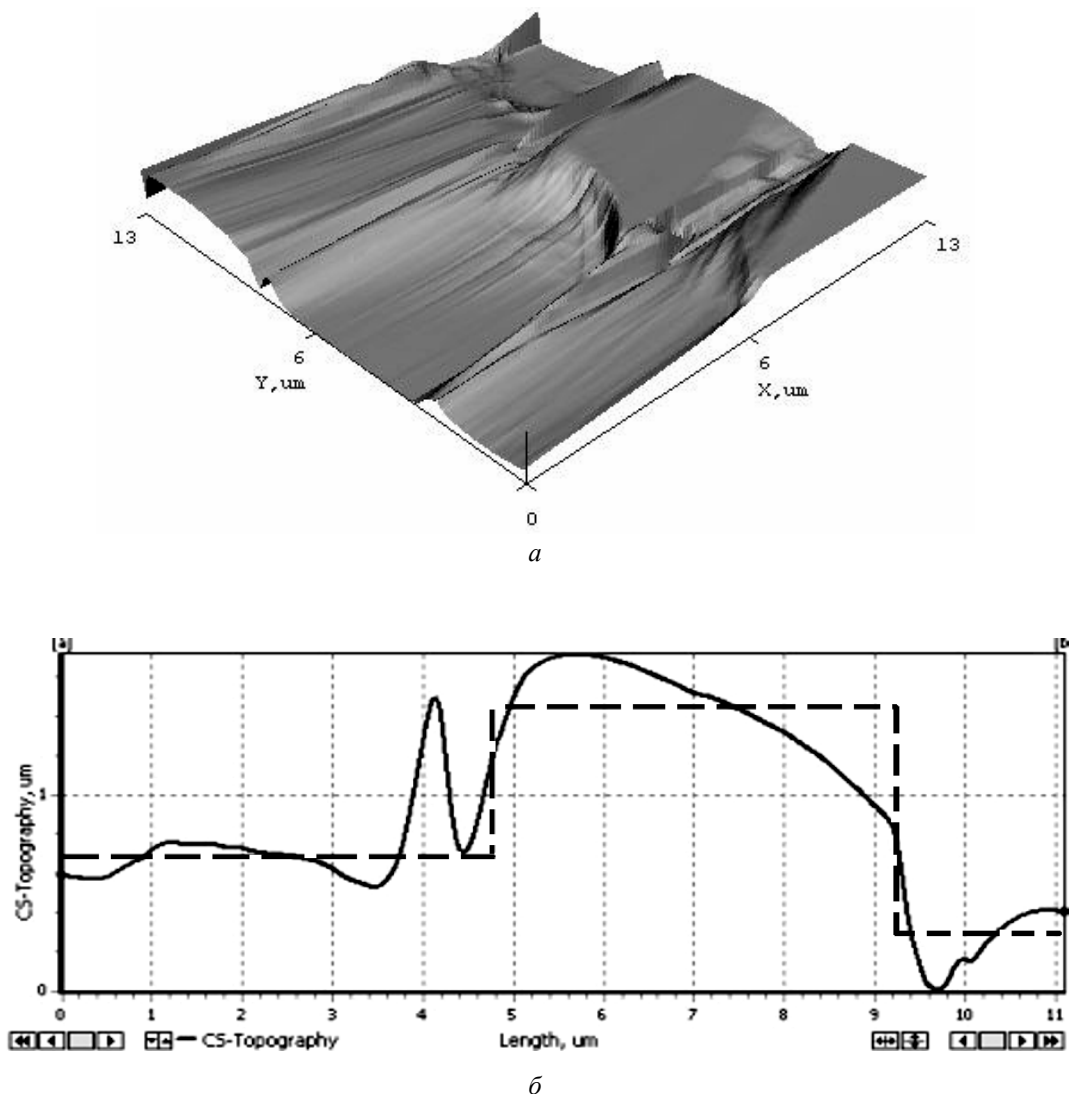


Рис. 1. Тривимірне АСМ-зображення (а) та профілограма поверхні (б) механічних наноконтактів із золота, сформованих на поверхні струмоз'ємного пристрою мікрогіроскопа.
Штрих-лінією позначено теоретичний профіль поверхні

Проте слід звернути увагу на таку, не вирішену досі проблему, як неточність і “тремор” зображення поверхні під час сканування ділянок менше ніж 1 нм, що пов'язано з температурним дрейфом, мікровібрацією доквілля і механічною інерцією самої системи. Вирішення такої проблеми може полягати у виборі оптимальних режимів та умов проведення сканування, а також у дотриманні вимог до навколишнього середовища та підготовки зразків під час проведення експерименту.

Іншою проблемою, яка має місце під час нанометричних вимірювань, є наявність артефактів сканування на результатах дослідження. Найчастіше такі артефакти представляються на топограмах та профілографах сканування у вигляді виколочок або глибоких та вузьких тріщин і є наслідками дії зовнішніх чинників в процесі сканування (вібрації, звукові збурення, температурні флуктуації тощо). Особливістю останнього артефакту є його сувора орієнтація вздовж осі сканування ОХ. Усунення проблеми артефактів, як правило, полягає у застосуванні спеціальних демпферних пристроїв. Ще одним із надійних заходів позбавлення від артефактів сканування є розташування діагностичного обладнання (і безпосередньо пристрою сканування АСМ, і блоків керування) на нижніх поверхах будівель (в ідеалізованому випадку – на цокольних поверхах) шляхом прикріплення до стіни в спеціальному захисному корпусі.

Серед методик проведення механічних вимірювань слід виділити метод наноідентування, як такий, що з доволі високою точністю дозволяє отримувати інформацію про мікротвердість окремих нанометричних ділянок досліджуваної поверхні. Наноідентування проводиться шляхом аналізу механічного відгуку поверхні зразка на втискування наноідентора АСМ, рис. 2.

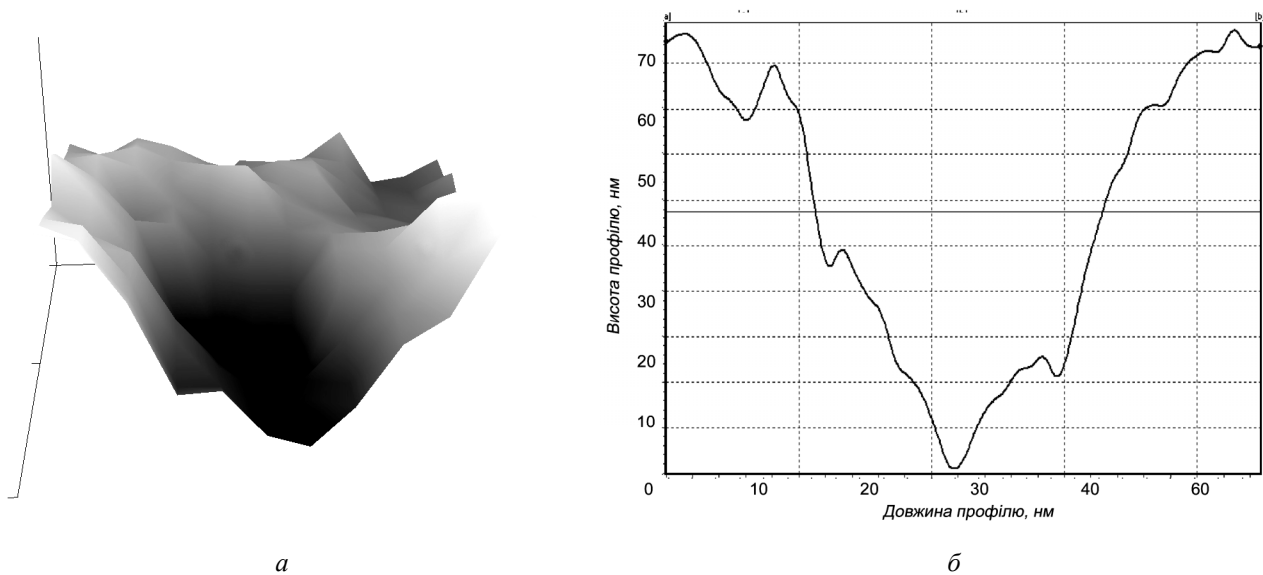


Рис. 2. Зовнішній вигляд ділянки поверхні керамічного корпусу мікрогіроскопа з відбитком наноідентора, отриманим методом АСМ (а) та профіль відбитка АСМ-наноідентора (б)

Наноідентування діелектричної поверхні з метою визначення її нанотвердості – часто вживаний метод дослідження фізико-механічних властивостей поверхонь матеріалів, що проводиться з використанням АСМ. Визначення мікротвердості матеріалу полягає в отриманні кривої “підведення-відведення” індентора з подальшим визначенням площі проекції відбитку під максимальним навантаженням. За допомогою цього методу можна визначити не лише нанотвердість поверхні, але й модуль її пружності. При цьому похибка визначення цих параметрів не перевищує 10 %, що є доволі високим значенням під час визначення модуля Юнга. У той же час явною перевагою такого методу є можливість врахування навалів, що утворилися внаслідок проникнення зонда у зразок, а також пружного відновлення форми відбитку після відведення зонда від поверхні. А головною перевагою методу є проведення наноідентування та сканування поверхні в місці ідентування в одному циклі.

Визначення зносостійкості методом АСМ полягає у дряпанні зразка наноідентором з подальшим скануванням зони деформації (похибка визначення точності становить 15–18 %). Зносостійкість тонких покриттів на діелектричних поверхнях визначається із залежності навантаження зонда від глибини його проникнення. Далі сканується місце проведення трибологічної лінії, внаслідок чого визначається об'єм вдавненого матеріалу (V_e) та об'єм матеріалу, зміщеного в навали (V_c) деформації по межах лінії, за якими обчислюється умовний коефіцієнт зносостійкості, рис. 3.

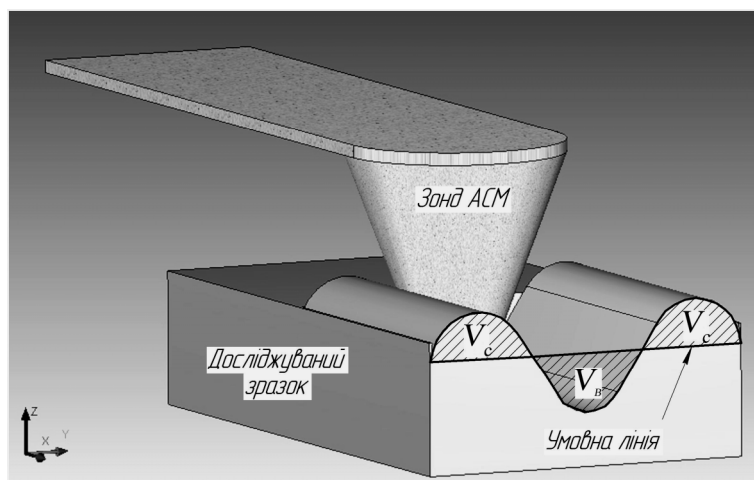


Рис. 3. Схема визначення умовного коефіцієнта зносостійкості методом склерометрії за допомогою АСМ

$$k = \frac{V_0}{V_d} = \frac{V_0}{V_e + V_c},$$

де V_d – повний об'єм деформованого ідентором матеріалу; $V_0 = 10^{-3}$ – еталонний об'єм матеріалу.

За результатами склерометрії, рис.4, бачимо, що поверхня досліджуваних зразків мала високу однорідність та високу стійкість до дряпання, а умовний коефіцієнт зносостійкості становив 28,6–31,9 у.о. (за 100 у.о. приймається зносостійкість алмазу), що відповідає високим значенням зносостійкості для золотих покриттів (похибка визначення не перевищує 3–5 %).

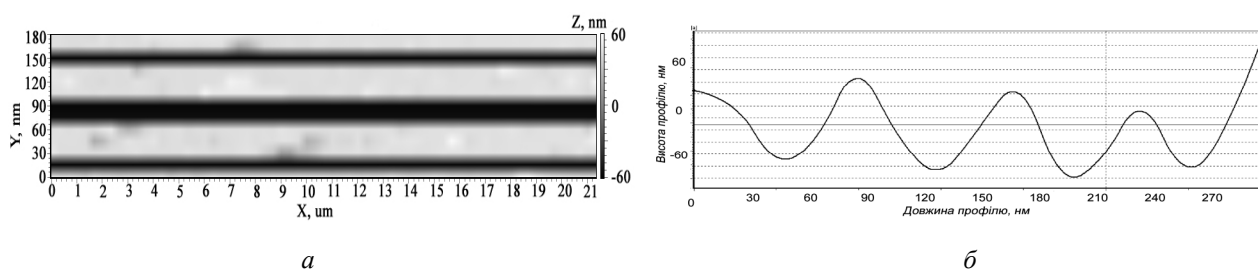


Рис. 4. АСМ-зображення (а) та топограма (б) результату склерометрії поверхні мікроскопа з тонким покриттям золота (товщина 50 нм)

Використання цих методик у дослідженні фізико-механічних характеристик поверхонь відкриває нові перспективи під час дослідження розподілу сил тертя між двома взаємодіючими поверхнями в різноманітних мікромеханічних пристроях і системах. Обмеження методу АСМ під час механічних вимірювань поверхні пов'язані з труднощами у разі розшифрування отримуваної в експериментах інформації, необхідністю вибору і побудови математичної моделі механічної взаємодії, а також з необхідністю використання спеціальних зондів.

Висновки. У результаті проведеного аналізу були розглянуті основні напрямки досліджень топограми та фізико-механічних характеристик поверхонь виробів прецизійного машинобудування, що проводяться за допомогою методу атомно-силової мікроскопії, та встановлені обмеження і недоліки у використанні цього методу під час дослідження окремих властивостей поверхонь виробів.

На прикладі зразків елементів мікрогіроскопа, а саме ділянок механічних наноконтактів із золота та керамічних корпусів, показана висока збіжність між реальними (теоретичними) та отриманими за допомогою АСМ профілями (відхилення не перевищує 5–8 %), мікротвердості (похибка не перевищує 10 %) та зносостійкості (похибка 3–5 %).

Перспективу розвитку інструментальних методів у машинобудуванні автори вбачають у використанні засобів АСМ під час реалізації інструментів нанодриль і наоверетено, що дають змогу створювати в поверхнях виробів прецизійного машинобудування мікро- і наноотвори у разі формування структурних утворень, проведення механоактивації поверхневих шарів наносвердлінням.

Подальший розвиток методу АСМ в прецизійному машинобудуванні може бути реалізований також у деяких методиках та пристроях на базі устаткування для атомно-силової мікроскопії, наприклад: при визначенні просторової структури речовини, що дозволить не лише відновити хімічний склад речовини, але й її просторову орієнтацію, а також при створенні струминного нанопринтера, що дозволить створювати високоточні наноструктури та механізми на їх основі.

1. Суслов А. А. Сканирующая зондовая микроскопия / А. А. Суслов, С. А. Чижик // *Материалы, технологии, инструменты*, 1997, № 3. – С. 78. 2. Чижик С. А. Глаза и руки нанотехнологий / С. А. Чижик, А. П. Свириденко, А. А. Суслов // *Наука и инновации*. – 2009. – № 3. – С. 53–55. 3. *Методи та засоби мікроскопії [Текст]: моногр.* / В. С. Антонюк, Г. С. Тимчик, Ю. Ю. Бондаренко та ін. – К.: НТУУ “КПІ”, 2013. – 336 с. 4. *Формирование упорядоченных наноструктур на поверхностях кремниевых зондов для атомно-силовой микроскопии комбинированным термовакуумным методом* / С. А. Шелестовская, М. А. Бондаренко, А. В. Котляр [и др.] // *Материалы докладов IX Международной конференции “Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии”*, 12–15 октября 2010 г. – Минск: Институт тепло- и массообмена им. А. В. Лыкова НАН Беларуси, 2010. – С. 162–168.