

УДК 621.9.08-52

## До метрологічного забезпечення вимірювання за допомогою мікроскопа-нанотвердоміра «НаноСкан-3D»

Денисюк В.Ю., Симолюк В.П., Лапченко Ю.С., Тимошук А.А., Черняк С.О.  
Луцький національний технічний університет, Луцьк, Україна

***Анотація.** Проведено огляд методів і приладової бази для дослідження трибологічних і механічних властивостей поверхні. Встановлено, що найбільш поширеними методами дослідження цих властивостей на мікро- і нанодіапазонах є контактні методи, засновані на взаємодії твердого наконечника з досліджуванним матеріалом. У скануючій зондовій мікроскопії для комплексного дослідження трибологічних і механічних властивостей поверхні основним елементом вимірювальних модулів, які використовуються для наноіндентування і склерометрії, є біморфний п'єзокерамічний зондовий датчик з алмазним наконечником. Оригінальна конструкція датчика дозволяє реалізувати більше десяти вимірювальних методик на одному приладі. Робота цих приладів в напівконтактному скануючому зондово-мікроскопічному режимі дозволяє отримати зображення рельєфу поверхні і карту розподілу пружних властивостей. Режим індентування дозволяє виміряти твердість і модуль пружності, оцінити пружне відновлення матеріалу після індентування. Метод дозволяє визначити опір абразивного зношення і твердість матеріалу, адгезію і товщину тонких покриттів.*

***Ключові слова:** твердість; індентор; рельєф; трибометрія; склерометрія; зонд; індентування; сканування; "нанотвердомір; датчик.*

Зносостійкість є найважливішим експлуатаційним параметром для багатьох виробів, так як безпосередньо впливає на довговічність і надійність їх роботи. Традиційними способами поліпшення трибологічних властивостей виробів є нанесення на їх поверхню міцних захисних покриттів або модифікація поверхні і приповерхневого шару. Важливим завданням, що стоїть перед сучасною промисловістю, є зменшення глибини зміцнених шарів і створення надтонких покриттів без погіршення споживчих якостей виробу. Обов'язковою умовою для вирішення даного завдання є створення нових засобів і методів дослідження об'єктів на субмікрометровому і нанометровому діапазонах лінійних розмірів.

Для проведення механічних випробувань традиційно використовуються контактні методи. До них відносяться: метод вдавлювання індентора в матеріал (індентування), метод нанесення подряпин (склерометрія), метод багатоциклового стирання поверхні наконечником. Кожен з вищевказаних методів має певні обмеження щодо їх застосування в залежності від механічних і геометричних властивостей досліджуваної поверхні об'єкту. Ув'язка різнорідних даних отриманих при макро-, мікро- і нано- випробуваннях в єдину картину, що описує поведінку матеріалів і покриттів при їх експлікації є актуальною науково-технічною задачею.

Скануюча зондова мікроскопія (СЗМ) – один з найбільш поширених методів дослідження поверхні і поверхневих властивостей зразків в мікро- і нанометровому діапазонах. СЗМ дозволяє проводити дослідження, у вакуумі, на повітрі і в рідині як на провідних, так і на непровідних поверхнях. Основними елементами конструкції СЗМ є зонд, система переміщення зонда і реєструюча система. Реєструюча система фіксує величину сигналу, що залежить від відстані між зондом і зразком. Система негативного зворотного зв'язку обробляє реєстроване значення і підтримує постійну величину сигналу, керуючи положенням зразка або зонда [1].

Скануючий зондовий мікроскоп-нанотвердомір «НаноСкан-3D» (рис. 1) – багатофункціональне аналітичне обладнання, призначене для дослідження рельєфу поверхні, механічних і електричних властивостей. У приладі реалізовані методи вивчення рельєфу і структури поверхонь на субмікронному і нанометровому діапазонах лінійних розмірів, а також вимірювання механічних властивостей: вимірювання твердості методами наноіндентування, склерометрії і мікроіндентування, вимірювання модуля пружності методами наноінден-

тування і силової спектроскопії, вимірювання тріщиностійкості методами індентування та склерометрії, вимірювання зносостійкості і коефіцієнта тертя методами нанесення подряпин і циклічного стирання, вимірювання згинальної жорсткості мікроконструкції [2, 3]. Також реалізовані методи вимірювання поверхневого електричного опору об'ємних матеріалів і тонких плівок контактними однозондовими методами з високою локальністю проведення вимірювань [4].

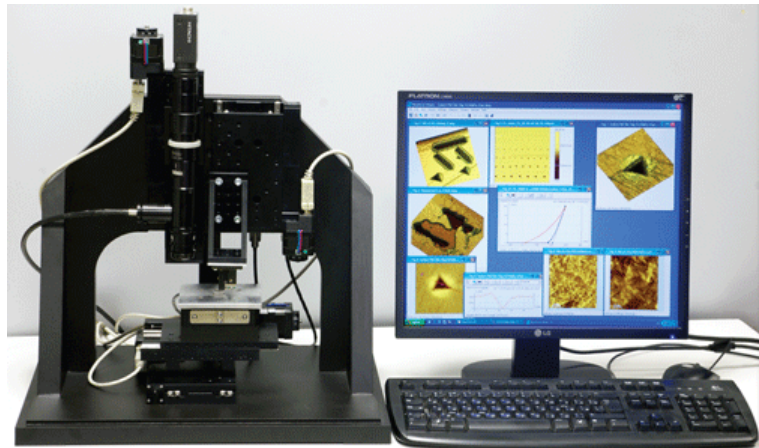


Рис. 1. Скануючий зондовий мікроскоп-нанотвердомір «НаноСкан-3D»

Метою даної роботи є розроблення комплексу експериментально-теоретичних підходів до дослідження механічних та трибологічних властивостей матеріалів, що реалізуються на субмікронному і нанометровому діапазонах лінійних розмірів, порівняння одержуваних з їх допомогою результатів з традиційними трибологічними випробуваннями, а також дослідження можливості застосування цих підходів при аналізі трибомеханічних властивостей матеріалів при технологічному контролі матеріалів з певними властивостями.

Робота приладу «НаноСкан-3D» основана на принципах скануючої зондової мікроскопії, основним чутливим елементом приладу є п'єзорезонансний зонд з високою згинальною жорсткістю консолі. Робота в режимі резонансних коливань дозволяє здійснювати контроль контакту вістря з поверхнею за двома параметрами: за амплітудою  $A$  і частотою  $F$  коливань зонда. Це дозволяє розрізнити в'язку і пружну компоненти взаємодії зонда з поверхнею, дозволяє відрізнити пружну поверхню від вузького забруднення на ній (виникає на відкритому повітрі), а також вимірювати механічні властивості поверхонь.

Висока згинальна жорсткість зонда дозволяє проводити механічні випробування шляхом механічної модифікації поверхні досліджуваного зразка. Реєстрований механічний відгук матеріалу дозволяє вимірювати його фізичні властивості: міцність і пружність.

Конструкція зонда дозволяє використовувати різноманітні накінецьники, в тому числі алмазні індентори різної форми (пірамідальні, сферичні тощо).

Скануючий нанотвердомір «НаноСкан-3D» дозволяє отримувати зображення тривимірного рельєфу поверхні методом скануючої зондової мікроскопії. Сканування виконується построчно в напівконтактному режимі (рис. 2) алмазним накінецьником, закріпленим на п'єзокерамічному зонді. Зонд здійснює резонансні коливання на частоті  $F \sim 10$  кГц з амплітудою  $A < 50$  нм. У процесі сканування система зворотного зв'язку підтримує постійну частоту  $F$  або амплітуду  $A$  коливань зонда.

Використання різних опорних значень зворотного зв'язку призводить до отримання різних за змістом зображень однієї і тієї ж ділянки.

Запропоновано комплексний підхід, що дозволяє встановити взаємозв'язок трибологічних властивостей покриттів і матеріалів з проведеними результатами, вимірювання

досліджуваного матеріалу методами, інденування, склерометрії і СЗМ за допомогою єдиного п'єзокерамічного датчика з високочистим або напівпровідниковим алмазним наконечником в субмікронному і нанометровому діапазонах. Отриманню найкращого результату сприяє використання комплексу методів, на якому будуть реалізовані всі приведені вище експериментальні методи із застосуванням єдиного датчика. Розроблений комплекс вимірювальних методик і підходів слід використовувати при дослідженні різних нових матеріалах: композиційні матеріали, тверді, пружні і крихкі покриття на твердих кристалічних і м'яких полімерних підкладках.

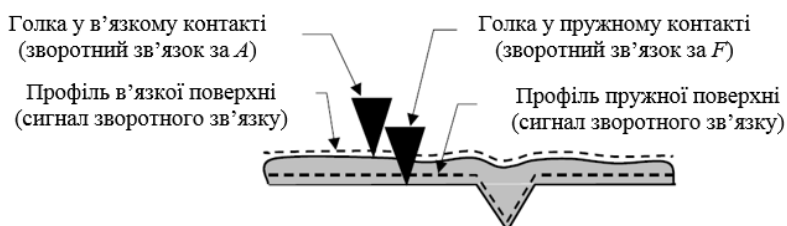


Рис. 2. Схема контакту голки з поверхнею при різних режимах роботи зворотного зв'язку

Функціональні можливості скануючого нанотвердоміра «НаноСкан-3D» дозволяють реалізувати на його базі різні механічні випробування, такі як метод наноінденування, метод склерометрії (нанесення подряпин), метод циклічного стирання поверхні. Модульна система дозволяє замінювати або вбудовувати нові елементи в конструкцію приладу, що дозволяє розширити область його застосування або підготувати прилад для проведення оригінальних експериментів.

#### Список літератури

1. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии Учебное пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений. Нижний Новгород, 2004 – 110 с.
2. Усеинов А., Кравчук К., Маслеников И. Инденитрование. Измерение твердости и трещиностойкости покрытий // Наноиндустрия. № 45(7). 2013. – С. 48–57.
3. Королева В.А. и др. Оценка изгибной жесткости и деформации микроразмерных исполнительных элементов устройств микросистемной техники // Нано- и микросистемная техника. № 1. 2011.– С. 39–42.
4. Денисюк В.Ю., Симонюк В.П., Лапченко Ю.С., Шибковський І.А. Метрологічне забезпечення вимірювання механічних та трибологічних властивостей матеріалів на субмікронному і нанометровому діапазонах лінійних розмірів / “Перспективні технології та прилади”. Збірник статей. Випуск 17. м. Луцьк, грудень 2020 р. – Луцьк: Луцький НТУ, 2020. – С. 33–41.

## Metrological provision of measurement using NanoScan-3D microscope-nanothercomer

Denysiuk Viktor, Symonyuk Volodymyr, Lapchenko Yurii, Tymoshchuk Anton, Cherniak Sofia

**Abstract.** A review of methods and instrumentation for the study of tribological and mechanical properties of the surface. It is established that the most common methods for studying these properties in the micro and nano-ranges are contact methods based on the interaction of the hard tip with the material under study. In scanning probe microscopy, a bimorph piezoceramic probe with a diamond tip is the main element of the measurement modules used for nanoindentation and sclerometry to comprehensively study the tribological and mechanical properties of the surface. The original design of the sensor allows to implement more than ten measuring techniques on one device. The operation of these devices in the semi-contact scanning probe-microscopic mode allows to obtain images of the surface relief and a map of the distribution of elastic properties. The indentation mode allows to measure hardness and modulus of elasticity, to estimate elastic recovery of material after indentation. The method allows to determine the abrasion resistance and hardness of the material, adhesion and thickness of thin coatings.

**Keywords:** hardness; indenter; relief; tribometry; sclerometry; identification; scanning; probe; nanohardness tester; sensor.