

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ТРЕНИЯ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ НИТРИДА МОЛИБДЕНА МЕТОДОМ ОСЦИЛЛИРУЮЩЕЙ МИКРОТРИБОМЕТРИИ

С. О. Абетковская¹, Т. А. Кузнецова¹, С. А. Чижик¹, В. В. Чикунов¹,
Т. И. Зубарь¹, Б. Вархолински², А. Гилевич², О. Луцицка²,
М. Х. Гемп³, А. Гжымковска³, А. Мищчак⁴

¹ *Институт тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова НАН Беларуси, Минск, Беларусь*

² *Кошалинский политехнический университет, Кошалин, Польша*

³ *Гданьский политехнический университет, Гданьск, Польша*

⁴ *Морская Академия в г. Гдыня, Гдыня, Польша*

Аннотация. Методом осциллирующей микротрибometрии на базе атомно-силовой микроскопии (АСМ) выполнены измерения коэффициента трения износостойких покрытий на основе нитрида молибдена: Mo_2N и системы $\text{Mo}(\text{C})\text{N}$, – осажденных на стальную подложку. Получены значения коэффициента трения для серии покрытий нитрида молибдена, а также серии покрытий нитрида молибдена с добавлением углерода. Содержание в покрытии нитрида молибдена 7% углерода приводит к снижению коэффициента трения покрытия и делает его более однородным по трибологическим свойствам. Увеличение количества углерода до 18% не приводит к дальнейшему изменению коэффициента при определении данным методом.

Ключевые слова: осциллирующая трибometрия; тонкие покрытия; нитрид молибдена; коэффициент трения.

Введение. Трение является процессом рассеяния энергии. Метод осциллирующей трибometрии разработан специально для оценки фрикционных свойств поверхностей и основан на поперечных осцилляциях зонда [1].

Затухание колебаний зонда связано с латеральными силами, действующими на острие, когда сближение зонда и образца меньше, чем несколько десятков нанометров. Эти силы являются комбинацией нескольких взаимодействий различной природы, таких как электростатические, капиллярные, ван-дер-ваальсовы, вязкие и другие. Преимущественно воздействие того или иного вида сил зависит от экспериментальных условий.

Данная работа основана на развитии оригинальной методики, при которой нанотрибometр для точной оценки трибологических свойств поверхностей функционирует в режиме «shear force» [1].

Метод осциллирующей микротрибometрии заключается в колебаниях зонда параллельно поверхности исследуемого материала в контакте с ним (рис. 1). Зонд представляет собой систему камертонного типа с индентором (в нашем случае сферическим), который нагружается со стороны образца. Потери энергии в результате трения индентора с поверхностью образца приводят к изме-

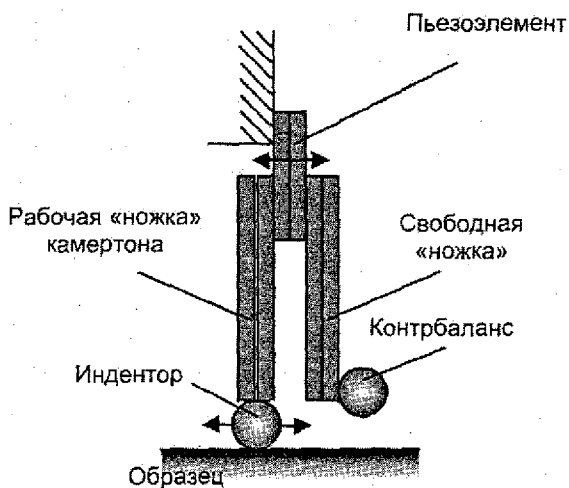


Рис. 1. Схема рабочего элемента камертона и его взаимодействия с поверхностью образца

нению динамических характеристик системы. При этом измеряется зависимость амплитуды колебаний зонда от частоты его колебаний и вертикального перемещения образца по направлению к индентору (нагружения). По изменению амплитуды колебаний индентора при его нагружении образцом вычисляются сила и коэффициент трения трибопары «индентор-образец».

Ранее решена задача о движении индентора осциллирующего трибометра по поверхности образца [2]. Получено, что при резонансной частоте колебаний индентора силу трения можно вычислить по формуле

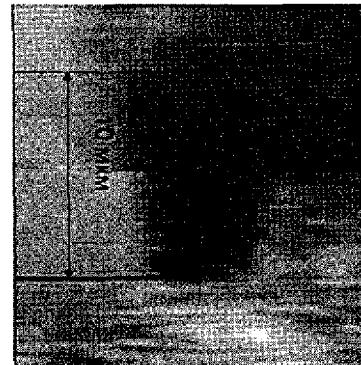
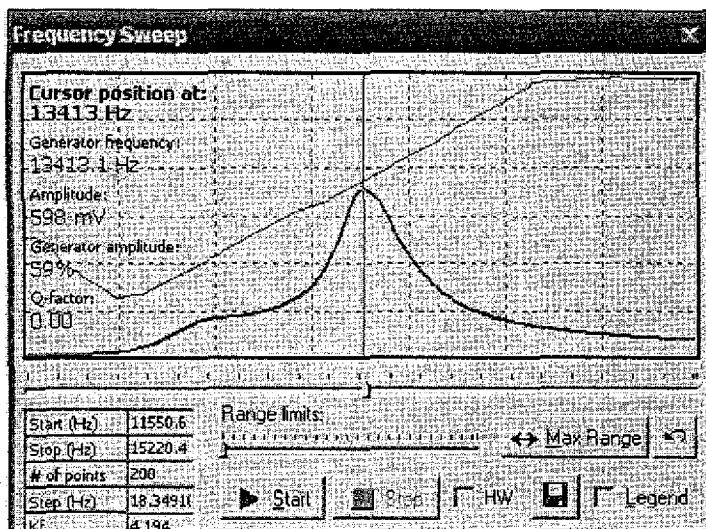
$$F = \frac{\pi k}{4Q} (A_0 - A). \quad (1)$$

Здесь k – изгибная жесткость рабочей «ножки» камертона, Н/м; Q – добротность камертона; A – измеренная амплитуда колебаний индентора в контакте с поверхностью образца, нм; A_0 – амплитуда колебаний индентора вдали от поверхности в воздухе (при $F = 0$), нм. Коэффициент трения получают делением силы трения на приложенную нагрузку.

Экспериментальные результаты. *Объекты исследования.* Образцами для исследования являлись покрытия Mo_2N и системы $\text{Mo}(\text{C})\text{N}$ толщиной 3 мкм с различным содержанием углерода на стальной подложке, нанесенные с помощью катодного дугового испарения на установке TINA 900M. Первая группа из четырех образцов представляла собой покрытия нитрида молибдена, осажденного при напряжении 10, 70, 150 и 250 В. Вторая группа из четырех образцов сформирована при напряжении 70 В при добавлении различного количества ацетилена в реакционную камеру, что дало содержание углерода 7, 14, 16 и 18% в покрытиях.

Сферический индентор диаметром 0,8 мм выполнен из сплава ВК8.

Калибровка амплитуды колебаний камертона. Исходно величину амплитуды колебаний ножки камертона с индентором на конце получают в единицах напряжения (вольтах). На рис. 2, а приведена амплитудно-частотная характеристика камертона, измеренная в воздухе (вдали от поверхности образца). Резонансная частота составила 13,4 кГц. Однако для расчета трибологических характеристик необходимо знать значение амплитуды колебаний индентора в единицах длины. Предложено использовать образец ультратонкой пленки полимера на кремниевой подложке для калибровки амплитуды колебаний индентора. Осциллирующий индентор камертона приводился в контакт с образцом



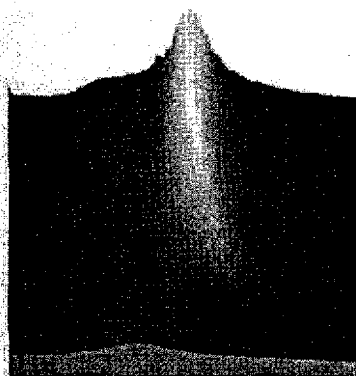
a

б

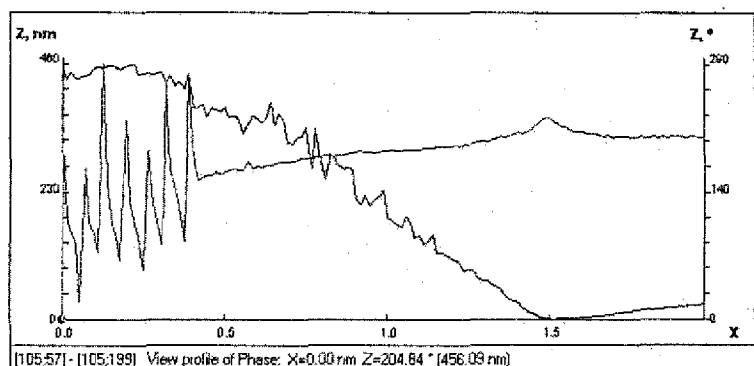
Рис. 2. Амплитудно-частотная характеристика камертона (а) и АСМ-изображение трека, оставленного индентором камертона на поверхности ультратонкой полимерной пленки (б)

(в данном случае использовалось покрытие полиметилметакрилата толщиной 30 нм на монокристалле кремния), затем с помощью оптической видеосистемы АСМ находили участок контакта и сканировали его в статическом режиме работы АСМ стандартным кремниевым зондом. АСМ-изображение с множественными треками, оставленными камертоном на поверхности образца кремния с покрытием, представлено на рис. 2, б. Калибровка выполнена при подаче напряжения на камертон 5 В. Рассчитанная амплитуда колебаний составила 3, 5 и 7 мкм при входном напряжении на камертон 3, 5, и 7 В.

Выходные данные. В результате измерений получают трехмерный «портрет» образца исследуемого материала – зависимость амплитуды колебаний индентора от частоты его колебаний и сближения с образцом (рис. 3). Анало-



a



б

Рис. 3. Зависимости, полученные на образце Mo_2N (10 В) в результате измерений методом осциллирующей трибометрии: а – трехмерная зависимость амплитуды колебаний индентора – частота колебаний индентора – сближение «индентор–образец»; б – зависимости амплитуды и сдвига фазы колебаний индентора от его сближения с образцом при резонансной частоте колебаний индентора

гичную трехмерную зависимость получают и для сдвига фазы колебаний индентора.

Обработка результатов и обсуждение. Для определения коэффициента трения образца из полученного трехмерного графика амплитуды колебаний индентора выбирают зависимость амплитуды от сближения с образцом при резонансной частоте колебаний индентора (значения амплитуды по максимальному пику на графике, рис. 3). Нормальную нагрузку определяют умножением величины сближения образца со столиком на изгибную жесткость пружины типа пластина, на которой установлен образец. Силу трения определяют по формуле (1). Коэффициент трения получают делением силы трения на приложенную нагрузку.

Графические зависимости амплитуды колебаний индентора, силы и коэффициента трения от нормальной нагрузки, полученные по результатам измерений для покрытия Mo_2N , которое нанесено при напряжении 70 В, представлены на рис. 4. Измерения выполнялись при трех скоростях трения: 0,16; 0,27; 0,38 м/с, соответствующие амплитудам колебаний индентора 3, 5 и 7 мкм. Заданием значения амплитуды колебаний индентора регулируется скорость трения.

Более высокие скорости трения индентора по образцу дают возможность достичь больших нагрузок (рис. 4). Весьма близкие зависимости коэффициента трения получены при скоростях трения 0,27 и 0,38 м/с (рис. 4, в). Измерения, выполненные при самой малой скорости трения 0,16 м/с, показали как такие же значения коэффициента трения, что и при более высоких скоростях, так и значительно превышающие их – до 0,35.

Получены графики зависимости коэффициента трения от приложенной нагрузки для двух групп покрытий на основе нитрида молибдена (рис. 5). Для всех покрытий группы Mo_2N можно наблюдать две тенденции для зависимости коэффициента трения, с более высоким и более низким коэффициентом, без существенных различий для режимов нанесения покрытий. Для покрытий системы $\text{Mo}(\text{C})\text{N}$ значения коэффициента трения не превышают

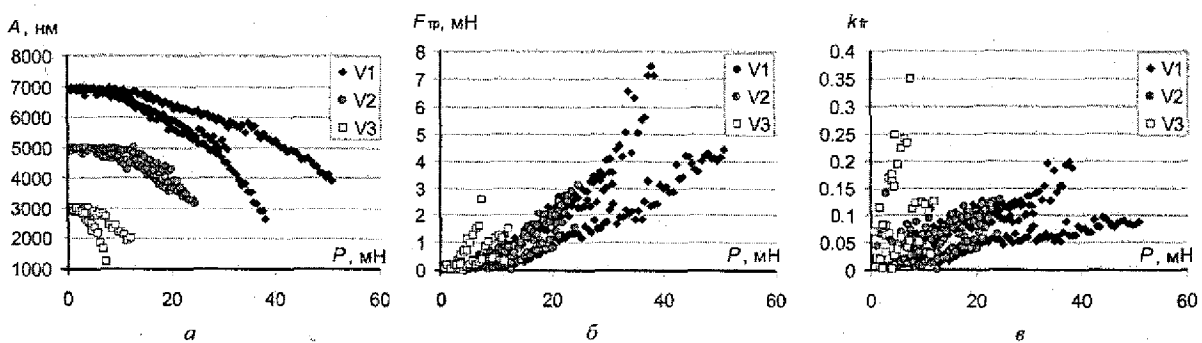


Рис. 4. Графические зависимости, полученные методом осциллирующей трибологии покрытия нитрида молибдена, осажденного на стальную подложку при напряжении 70 В ($v_1 = 0,38$ м/с, $v_2 = 0,27$ м/с, $v_3 = 0,16$ м/с): а – амплитуды колебаний индентора от приложенной нагрузки; б – силы трения от нагрузки; в – коэффициента трения от нагрузки

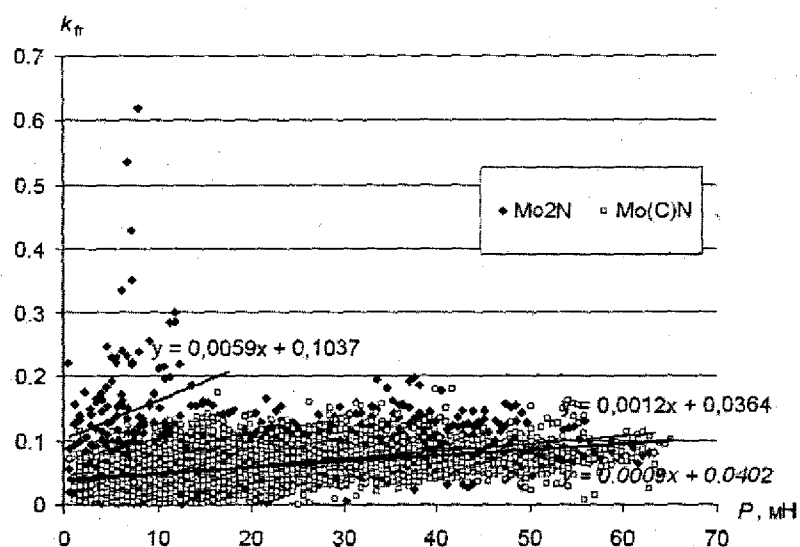


Рис. 5. Графики зависимости коэффициента трения от приложенной нагрузки, полученные методом осциллирующей микротрибометрии, для покрытий нитрида молибдена и нитрида молибдена с добавлением углерода

величины 0,18. Различное процентное содержание углерода в покрытиях не повлияло на значения коэффициента трения, измеренные данным методом. Все это дает основание сделать вывод, что добавление 7% углерода в покрытие нитрида молибдена приводит к снижению коэффициента трения покрытия в целом за счет отсутствия на нем участков, характеризующихся коэффициентом трения выше значения 0,18, и делает покрытие более однородным по трибологическим свойствам.

Можно привести следующую линейную аппроксимацию зависимостей коэффициента трения:

$$k_{fr} = 0,0009 P + 0,0402 \text{ для покрытий системы Mo(C)N;}$$

$k_{fr} = 0,0012 P + 0,0364$ для группы кривых, показавших более низкий коэффициент трения покрытий Mo_2N ;

$k_{fr} = 0,0059 P + 0,1037$ для группы кривых, показавших более высокий коэффициент трения покрытий Mo_2N .

Некоторые аппроксимированные значения коэффициента трения согласно данным зависимостям приведены в таблице.

Значения коэффициента трения для покрытий Mo_2N и системы Mo(C)N

| Нагрузка, мН | Коэффициент трения | | |
|-----------------|--|--|--|
| | для покрытий системы Mo(C)N, по аппроксимации $k_{fr} = 0,0009 P + 0,0402$ | для покрытий Mo_2N , по аппроксимации $k_{fr} = 0,0012 P + 0,0364$ | для покрытий Mo_2N , по аппроксимации $k_{fr} = 0,0059 P + 0,1037$ |
| 2 | 0,04 | 0,04 | 0,12 |
| 5 | 0,04 | 0,04 | 0,13 |
| 10 | 0,05 | 0,05 | 0,16 |
| 15 | 0,05 | 0,05 | 0,19 |

| Нагрузка, мН | Коэффициент трения | | |
|-----------------|--|---|---|
| | для покрытий системы Mo(C)N, по аппроксимации $k_{fr} = 0,0009 P + 0,0402$ | для покрытий Mo ₂ N, по аппроксимации $k_{fr} = 0,0012 P + 0,0364$ | для покрытий Mo ₂ N, по аппроксимации $k_{fr} = 0,0059 P + 0,1037$ |
| 20 | 0,06 | 0,06 | 0,22 |
| 30 | 0,07 | 0,07 | – |
| 40 | 0,08 | 0,08 | – |
| 50 | 0,09 | 0,10 | – |
| 60 | 0,09 | 0,11 | – |

Заключение. Таким образом, методом осциллирующей трибологии выполнены измерения коэффициента трения образцов Mo₂N и системы Mo(C)N индентором радиусом 0,8 мм из сплава ВК8. Средние значения коэффициента трения покрытий нитрида молибдена с добавлением углерода составили от 0,04 при нагрузке 2 мН до 0,09 при нагрузке 60 мН. Для покрытий Mo₂N выявлено две зависимости коэффициента трения от приложенной нагрузки, одна из которых практически совпадает с зависимостью для Mo(C)N: его средние значения составили 0,04 и 0,11 при нагрузке 2 и 60 мН соответственно. Другая зависимость коэффициента трения от нагрузки покрытий Mo₂N характеризуется более высокими средними значениями: от 0,12 при нагрузке 2 мН до 0,22 при нагрузке 20 мН.

Добавление 7% углерода в покрытие нитрида молибдена приводит к снижению коэффициента трения покрытия в целом за счет отсутствия на нем участков, характеризующихся величиной коэффициента трения выше 0,18, и делает покрытие более однородным по трибологическим свойствам. Увеличение количества углерода до 18% не приводит к дальнейшему изменению коэффициента трения покрытий, измеренного данным методом.

В работе использованы результаты, полученные в рамках госбюджетных тем «Эффективные теплофизические процессы и технологии 2.26» и «Энергоэффективность 2.2.1», а также гранта 7PR-PEOPLE-2013-IRSES-612593 7-й Рамочной программы, подпрограмма Марии Кюри.

Список использованных источников

1. Micro- and nanoscale testing of tribomechanical properties of surfaces / S. A. Chizhik [et al.] // Recent advances in mechatronics ; (eds.) Jabłoński [et. al]. – Berlin; Heidelberg : Springer, 2007. – P. 541–545.
2. Пантелей, С. О. (Абетковская, С. О.) Расчет осциллирующего движения микрозонда АСМ в «tapping» «shear force» режимах / С. О. Пантелей (С. О. Абетковская) // 6-й Белорусский семинар по сканирующей зондовой микроскопии : сб. докл., Минск, 12–15 окт. 2004 г. / Ин-т тепло- и массообмена им. А. В. Лыкова НАН Беларуси ; редкол.: акад. А. И. Свириденко [и др.]. – Минск, 2004. – С. 31–36.