



Acoperiri nanometrice pentru imbunatatirea caracteristicilor functionale ale componentelor mecatronice aferente sistemelor mecatronice inteligente

Liliana-Laura Badita, Gheorghe Gheorghe, Marian Vocurek, Aurel
Zapciu, Iulian-Sorin Munteanu, Valentin Gornoava

Institutul National de Cercetare Dezvoltare pentru Mecatronica si
Tehnica Masurarii, Bucuresti

Introducere

Necesitatea de noi materiale care să îndeplinească anumite cerințe:

- domeniul mecanic – materiale care să reziste la temperaturi cât mai mari, pentru ca motoarele cu ardere internă sau cu injecție să funcționeze mai eficient
- domeniul electric – materiale care să fie folosite pentru componente electronice cât mai rapide și care să funcționeze la temperaturi înalte
- domeniul chimic – materiale cât mai rezistente la coroziune chimică
- domeniul biomedical – materiale biocompatibile care să prezinte înaltă rezistență la coroziune chimică și la solicitări mecanice
- domeniul aviatic – materiale cu un raport rezistență-greutate cât mai mare

Introducere

- Ingineria suprafețelor oferă posibilitatea de a reduce uzarea, producția de particule de uzură și eliberarea de ioni în diferite cuple
- Factori care contribuie la reducere:
 - creșterea durabilității componentelor unor sisteme
 - chimia suprafeței diferită care să reducă frecarea adezivă
 - componentele acoperite care rămân nedistruse
- Filmele subțiri realizate din materiale cu structuri nanometrice depuse prin metode inteligente pot fi folosite în domenii variate
- Mecatronica $\equiv$ Știința Mașinilor Inteligente (automobile moderne, roboți industriali, microroboți utilizați în industria militară, nanoroboți utilizați în investigații medicale, sisteme de protezare și organe artificiale, etc)

Introducere

- Componentele care au miscari relative sunt supuse unor fenomene specifice tribologice → trebuie sa fie realizate in conditii optime privind forma, materialul si caracteristicile functionale impuse de conditiile de lucru
- Componente structurale: rulmenti, arcuri/resorturi, axe, osii, arbori, stalpi, bare, grinzi, traverse, flanse etc.
- Componente structurale – rezistenta mecanica si proprietatile de suprafata/ material (ex. duritate, uzura, frecare) sunt importante
- Lagare – organe de masini care asigura simultan sprijinirea si rotatia arborilor sau osiilor, respectiv preluarea sarcinilor in timpul functionarii – principalele elemente de tribologie sunt: frecarea, uzarea si lubrifierea

- **Obiectivele** proiectului:
 - utilizarea materialelor nanostructurate pentru imbunatatirea tribologica a componentelor mecatronice
 - caracterizarea suprafețelor filmelor subtiri cu structuri nanometrice depuse in scopul cresterii duratei de viata a sistemelor mecatronice pentru masurare, pozitionare si reglare ultraprecise

Materialle si metode experimentale

- Materialele utilizate pentru realizarea acoperirilor tribologice – proprietati esentiale
 - aderenta ridicata la substrat si coeziunea ridicata intre straturi – pentru a se preveni desprinderea de pe substrat sau alunecarea intre straturi
 - duritate ridicata a intregului ansamblu – pentru a se permite sarcini de apasare ridicate ale cuplelor de frecare
 - stabilitate termica si rezistenta la coroziune – pentru a se preveni oxidarea termica sau corodarea cuplelor de frecare la temperaturi ridicate sau in prezenta gazelor corozive
 - coeficient de frecare cat mai redus – pentru a se preveni incalzirea excesiva si uzura accelerata a cuplelor de frecare

Materiale si metode experimentale

- straturi subtiri nanostructurate de Al, Cr, Ti si multistrat Ti+Al pe substraturi de otel

Substrat otel	Standard european	Simbolizare alfanumerica	Compozitie %						Propr.fizico-mecanice
			C	Si	Mn	P	S	Cr	Duritate HB
OLC45	SR EN 10083-1,2	C45U	0,42-0,50	0,15-0,40	0,60-0,80	0,030	0,030	-	207
Rul1	SR-EN-ISO 683-17	102Cr6	0,55-0,65	0,15-0,35	0,25-0,45	-	-	1,35-1,65	223
C120	SR-EN-ISO 4957	X210Cr12	1,90-2,20	0,10-0,60	0,20-0,60	-	-	11,0-13,0	248
OSC8	SR-EN-ISO 4957	C80U	0,75-0,85	0,10-0,30	0,10-0,40	-	-	-	192

- OLC45, Rul 1 – producerea de joje, bucuri, elemente de actionare, cepi de masurare, cepi de contrare, suporti de pozitionare, corp joja
- C120, OSC8 – producerea de calibre filetate si lise, capete palpator, etaloane, poansoane

Depunere straturi subțiri

- **Evaporare cu fascicul de electroni** – realizează depuneri de straturi subțiri metalice pentru transpunerea geometriilor de pe masca în substrat urmata de lift-off
- Temescal FC-2000 – sistem de evaporare cu ciclu rapid, încărcare blocata, care permite ca sursa să rămână în vid în timpul reîncărcării substratului



Componente standard:

- sistem de control
- sursa de fascicul de electroni
- sursa de alimentare
- pompă în vid și control
- sistem aer
- sistem apă
- camera vid

Determinarea grosimii straturilor depuse

Metoda microbalantei cu cristal de cuarț (QCM) măsoară o variație de masă pe unitatea de suprafață, prin măsurarea schimbării frecvenței unui cristal de cuarț rezonator

- Rezonanța este perturbată prin adăugarea sau îndepărtarea unei mase mici, din cauza creșterii/ oxidării de degradare sau depunerii de film la suprafața rezonatorului acustic
- Frecvența de oscilație a cristalului de cuarț depinde parțial de grosimea cristalului
- Când o masă este depusă pe suprafața cristalului, grosimea crește → frecvența de oscilație scade de la valoarea inițială

Determinarea grosimii straturilor depuse

- Configurare tipică pentru QCM:
 - tuburi de răcire cu apă
 - unitate de reținere
 - echipament de detectare a frecvenței printr-un micro-punct de intrare
 - sursă de oscilație
 - dispozitiv de măsurare și de înregistrare

Caracterizare fizico-mecanica

Determinarea duritatii straturilor subtiri depuse

- Sistemul HMV-2 poate masura cu precizie duritatea pieselor mici, structuri metalice utilizate în echipamente de precizie, straturi de suprafață prelucrate, suduri și alte puncte de adeziune și straturi de depunere cu metal, materiale tratate termic, straturi de vopsea și placare metalică, etc., toate cu microdefecte de structură



Sistemul automat de citire măsoara distanța dintre colțuri opuse ale amprenteii → duritatea Vickers bazată pe imaginea amprenteii realizate pe suprafața de încercare și capturată de camera CCD

Caracterizare fizico-mecanica

Determinarea duritatii straturilor subtiri depuse

Caracteristici tehnice ale sistemului de citire pentru testele de duritate Vickers

Metodă de citire automată	Analiza digitală a imaginii (numai duritate Vickers)
Metoda manuală de citire	Citire manuală a lungimii liniei pe ecran (Duritate Vickers, Knoop)
Rezoluția lectură	Citire manuală: 0,25 pm (x 40 lentila obiectivului) Citire automată: 0.125 pm (x 40 lentila obiectivului)
Intervalul de măsurare	Aproximativ. $100 \times 140 \mu\text{m}$ (V x H) (x 40 lentila obiectivului)
Lungimea care poate fi citită	13 pm (x 40 lentila obiectivului)
Tip de încercare	2 tipuri, simplu test de duritate și încercare de duritate continuă
Formatul de stocare	Condițiile și rezultatele încercărilor:CSV
Rezultatul încercării	Imagini: Poate fi copiate în clipboard

Conditii de masurare: $T = 24^{\circ}\text{C}$; $H = 50\%$, $F = 98.07\text{mN}$, $HV_{0,01}$, 10 sec.

Caracterizare fizico-mecanica

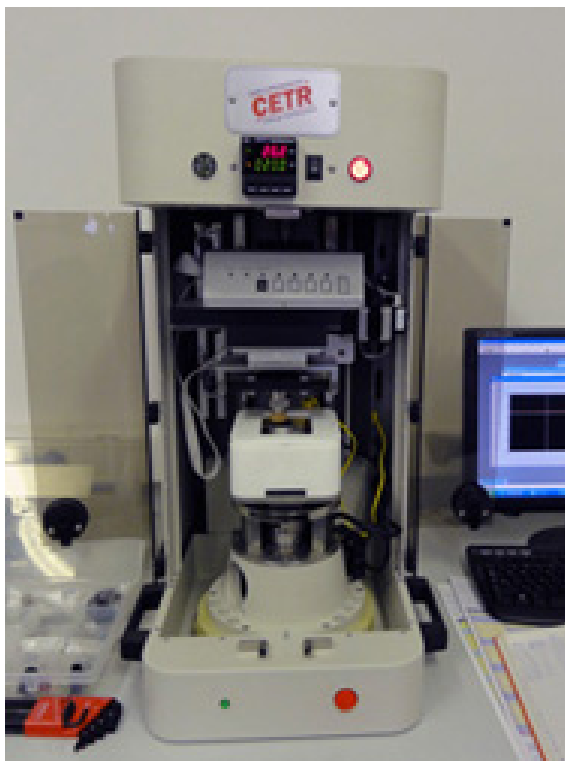
Determinarea aderenței straturilor subtiri depuse

- Aderenta straturilor subtiri depinde de:
 - duritatea materialului depus
 - metoda de depunere cu parametrii de depunere (temperatura, durata, presiune)
- **Metoda de testare prin zgariere** – sarcinile critice la care apar erori sunt folosite pentru a compara proprietățile de adeziune ale acoperirilor sau ale materialelor substratului.
- Modificarea bruscă a datelor de adâncime poate indica delaminarea
- Informațiile despre adâncime pre și post zgariere pot da informații asupra deformării plastice fata de cea elastica pe durata încercării

Caracterizare fizico-mecanica

Determinarea aderenței straturilor subțiri depuse

- Sistem CETR-UMT 2



- 2 moduri de contacte glisante: cu piston alternativ sau unidirecțional glisante
- controlează temperatura mediului și umiditatea aerului

Pentru piston alunecare:

- încărcare: 0,01 N până la 200 N
- frecvență: 0,1 Hz până la 40 Hz
- viteza de alunecare: 0,01 m/s până la 2 m/s
- cursă: 1 mm până la 25 mm

Pentru unidirecțională alunecare:

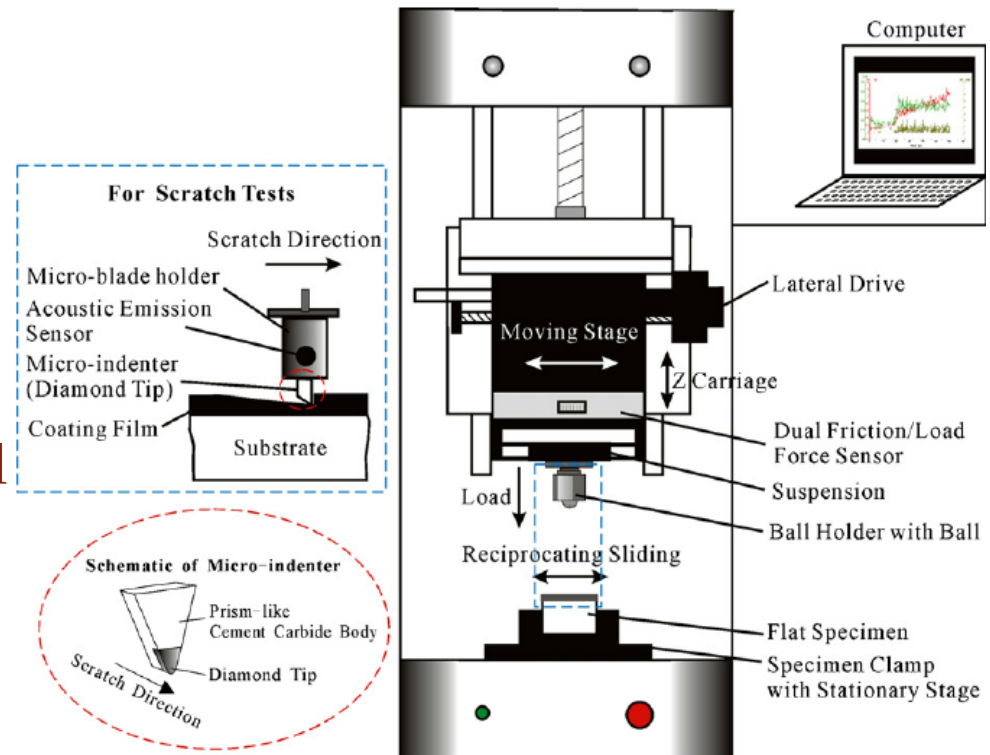
- încărcare: 0,01 N până la 200 N
- frecvență: 0,1 Hz până la 40 Hz
- viteza de alunecare: 0,01 m/s până la 10 m/s

Caracterizare fizico-mecanica

Determinarea aderenței straturilor subțiri depuse

- Sistem CETR-UMT 2 – modul de bază:

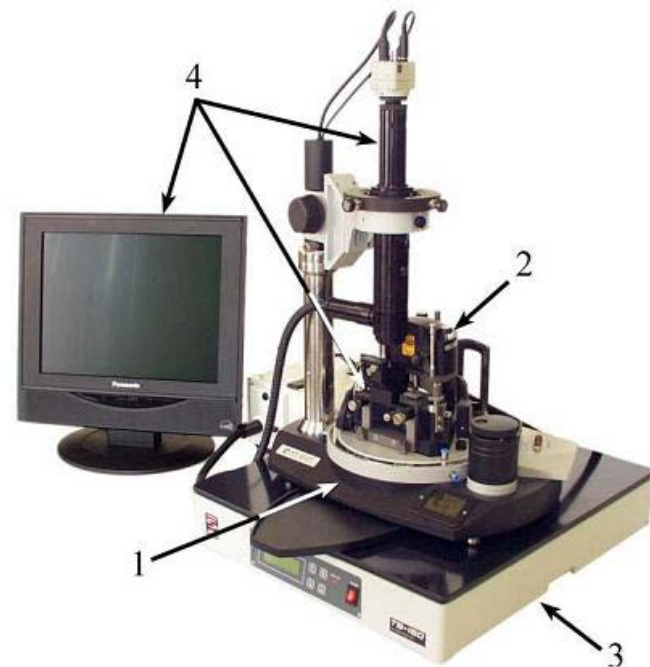
- sistem de poziționare
- sistem de încărcare
- sistem de acționare
- sistem de măsurare
- sistem electronic de control și achiziție-prelucrarea datelor



Caracterizare structurala si topografica

Microscop de forta atomica NTEGRA Probe NanoLaboratory NT-MDT - componente:

- unitate de bază
- module de bază: capete de măsura, suport de schimb, scanner, platforma de încălzire, celule lichid, etc.
- hotă protectoare
- sistem optic de vizualizare
- sistem de izolare a vibrațiilor
- sistem de control: controler SPM, termocontroler
- computer cu panou interfață



Caracterizare structurala si topografica

Microscop de forta atomica NTEGRA Probe NanoLaboratory NT-MDT – caracteristici tehnice:

- Domeniu maxim de scanare X, Y: $50 \times 50 \mu\text{m}$
- Domeniu maxim de scanare pe Z: $12 \mu\text{m}$
- Rezolutie: $< 0,6 \text{ nm}$ (cu bucla inchisa), $< 0,01 \text{ nm}$ (fara bucla inchisa)
- Abaterea de planeitate: max 2 nm pe un interval orizontal de 50 microni , fara corectii software
- Cap AFM cu dioda super-luminiscenta (835 nm)
- Marire: $780\times$ (pe monitor de 19 inch)
- Rezolutie optica: $1 \mu\text{m}$
- Focalizare motorizata, controlata prin software, pe o adancime de 10 mm

Camera digitala CCD:

- Rezolutie: $1032 \times 778 \text{ pixeli}$
- Viteza cadrelor: 20Hz
- Viteza procesor controler: $> 500 \text{ MHz}$

Caracterizare structurala si topografica

Sistem de masurare cu laser a microgeometriei suprafetelor - KLA
TENCOR MICRO XAM 100

- utilizat pentru cuantificarea rugozitatii si topografiei suprafetei fara contact, cu precizie si viteza ridicate
- analizeaza o suita de imagini 2D si 3D si furnizeaza automat protocolul de date analizate
- sistemul cu modul optic de vizualizare masoara prin proiectie secvential sau independent franje de lumina ce inconjoara cu pana la 360 grade proba, unghiurile de incidenta putand fi controlate
- sistemul masoara fiind izolat impotriva vibratiilor

Caracterizare structurala si topografica

Sistem de masurare cu laser a microgeometriei suprafetelor - KLA
TENCOR MICRO XAM 100 - caracteristici tehnice

- Rezolutia masurarii pe axe: $0,5\ \mu\text{m}$
- Precizia de pozitionare pe axe: $1\ \mu\text{m}$
- Rezolutia masurarii pe verticala (Z):
 $0,1\ \text{nm}$
- Rezolutia laterala (X,Y): $0,5\ \mu\text{m}$
- Repetabilitate RMS (mod PSI):
 $0,01\ \text{nm}$



Caracterizarea structurala a straturilor subtiri depuse utilizand microscopia de forta atomica



Ti depos pe C120



Cr depos pe Rul1



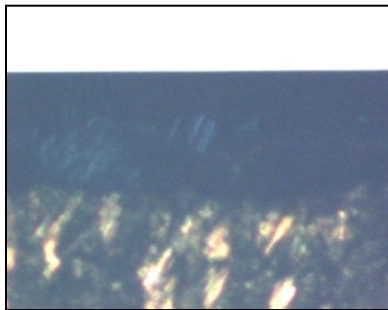
Al depos pe OSC8



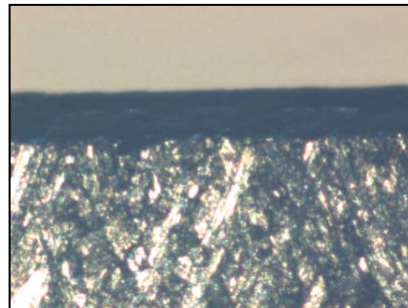
Ti+Al depos pe OLC45

Caracterizarea structurala a straturilor subtiri depuse utilizand microscopia de forta atomica

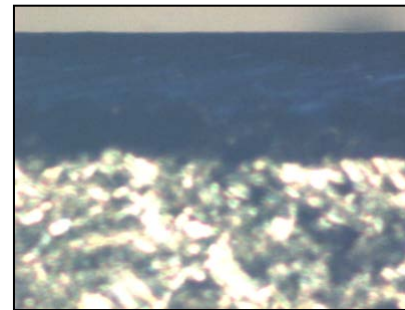
Caracterizarea la nivel microscopic a filmelor subtiri depuse pe substratul de tip OLC45



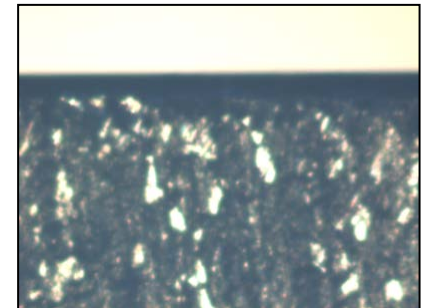
Ti_100 nm



Al_50 nm



Cr_50 nm



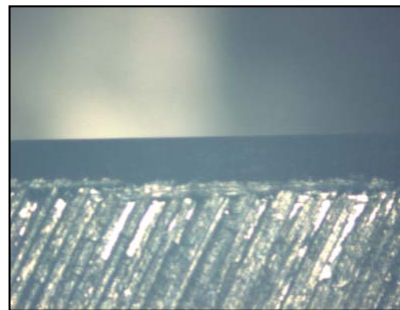
Ti+Al_50+50 nm

Caracterizarea structurala a straturilor subtiri depuse utilizand microscopia de forta atomica

Caracterizarea la nivel microscopic a filmelor subtiri depuse pe substratul de tip Ru1



Ti_100 nm



Al_50 nm



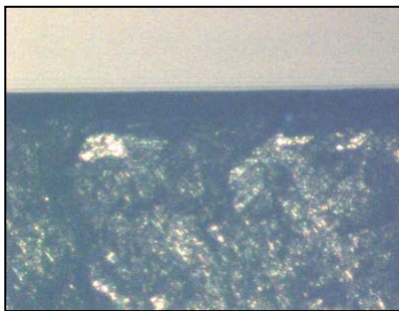
Cr_50 nm



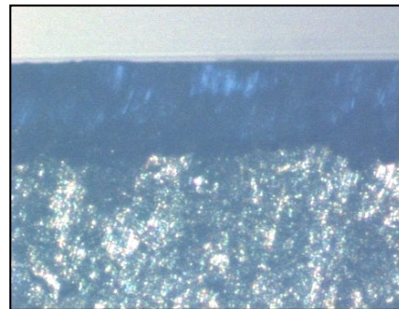
Ti+Al_50+50 nm

Caracterizarea structurala a straturilor subtiri depuse utilizand microscopia de forta atomica

Caracterizarea la nivel microscopic a filmelor subtiri depuse pe substratul de tip C120



Ti_100 nm



Al_50 nm



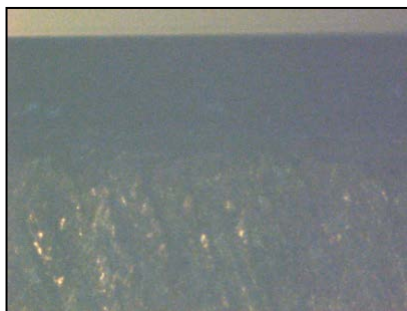
Cr_50 nm



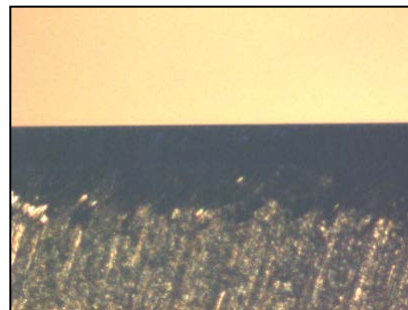
Ti+Al_50+50 nm

Caracterizarea structurala a straturilor subtiri depuse utilizand microscopia de forta atomica

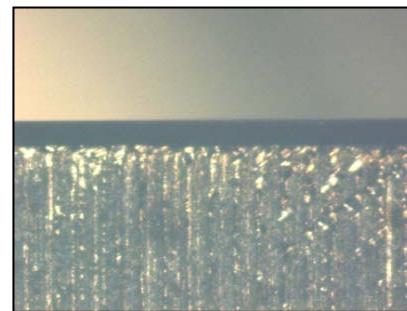
Caracterizarea la nivel microscopic a filmelor subtiri depuse pe substratul de tip OSC8



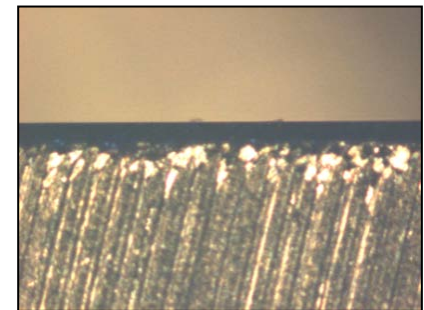
Ti_100 nm



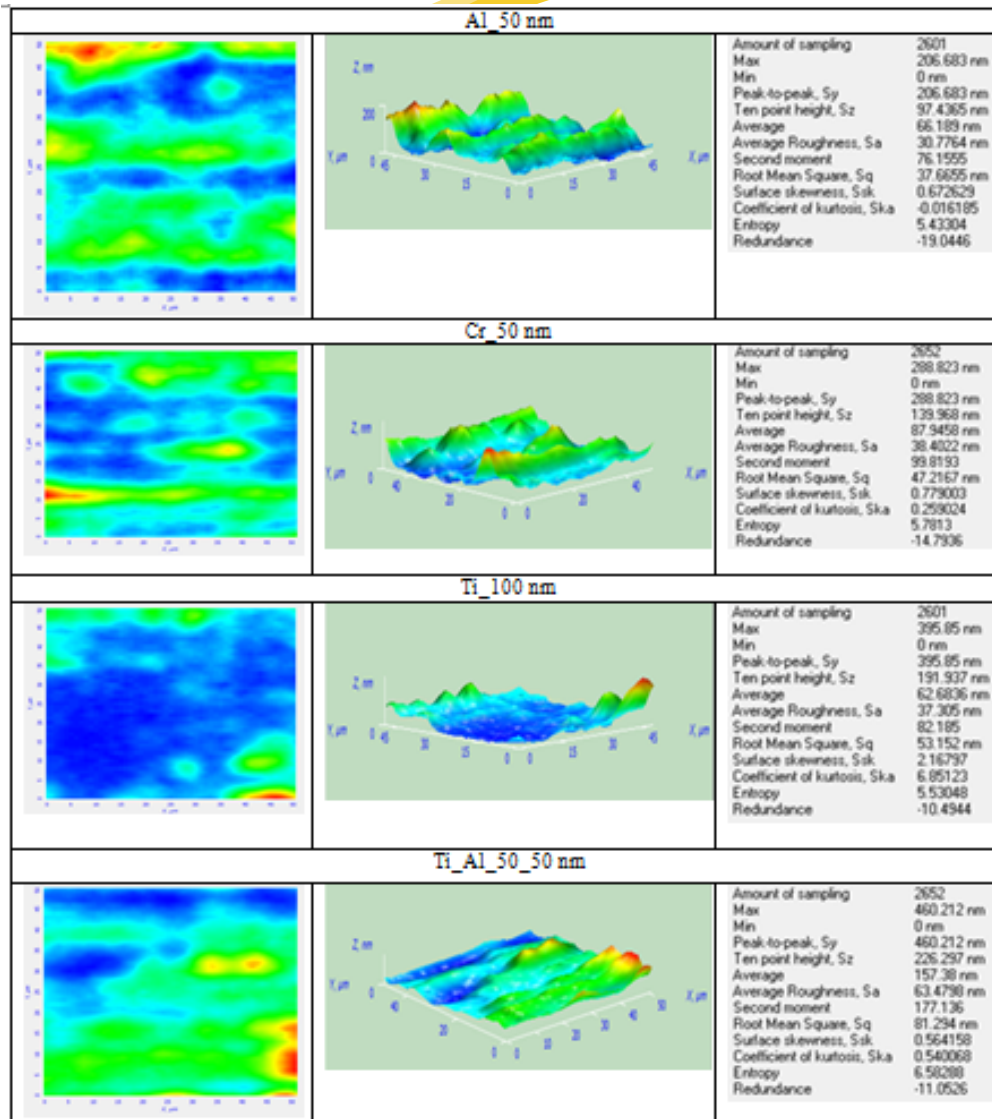
Al_50 nm



Cr_50 nm



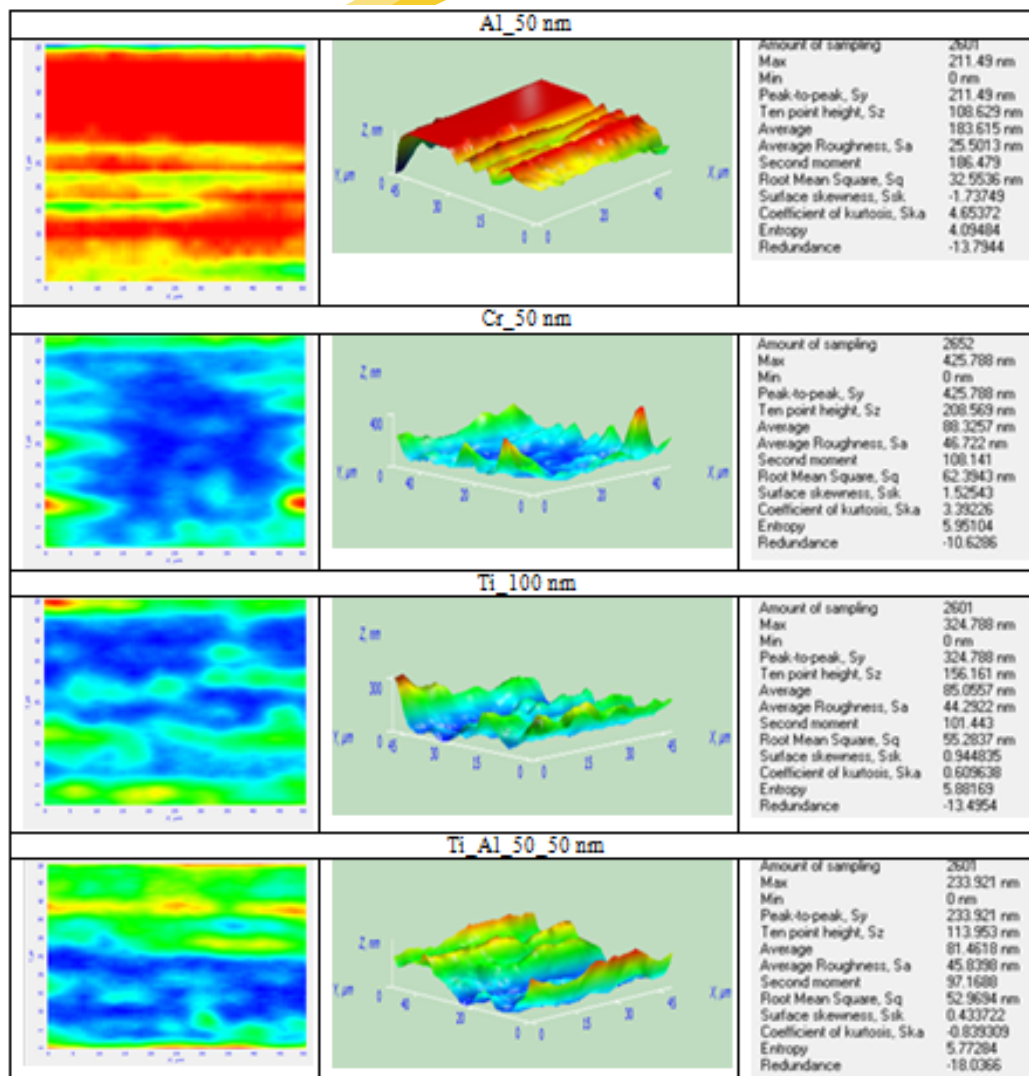
Ti+Al_50+50 nm



Caracterizarea structurala a straturilor subtiri depuse utilizand microscopia de forta atomica

Straturi depuse pe otel de tip OLC45

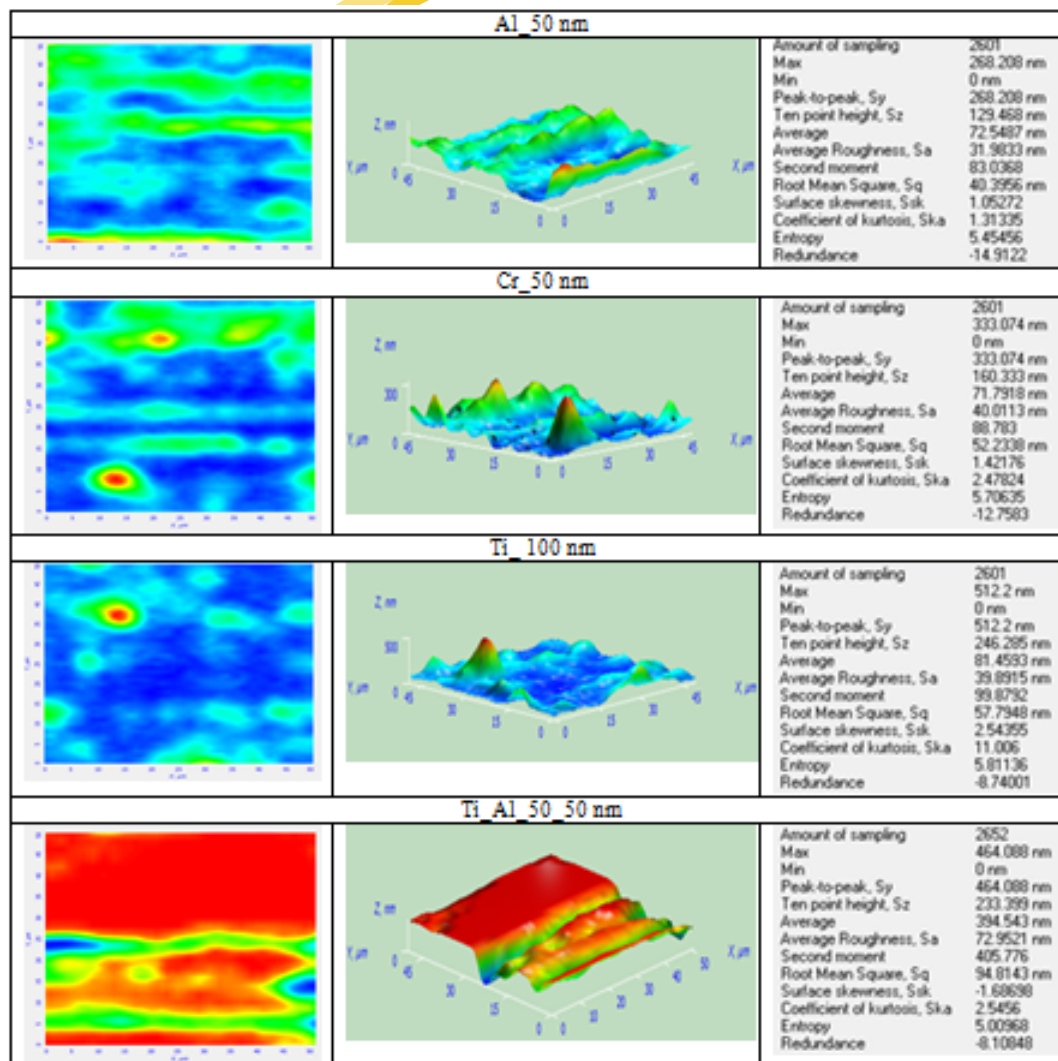
Rezultate



Caracterizarea structurala a straturilor subtiri depuse utilizand microscopia de forta atomica

Straturi depuse pe otel de tip Ru1

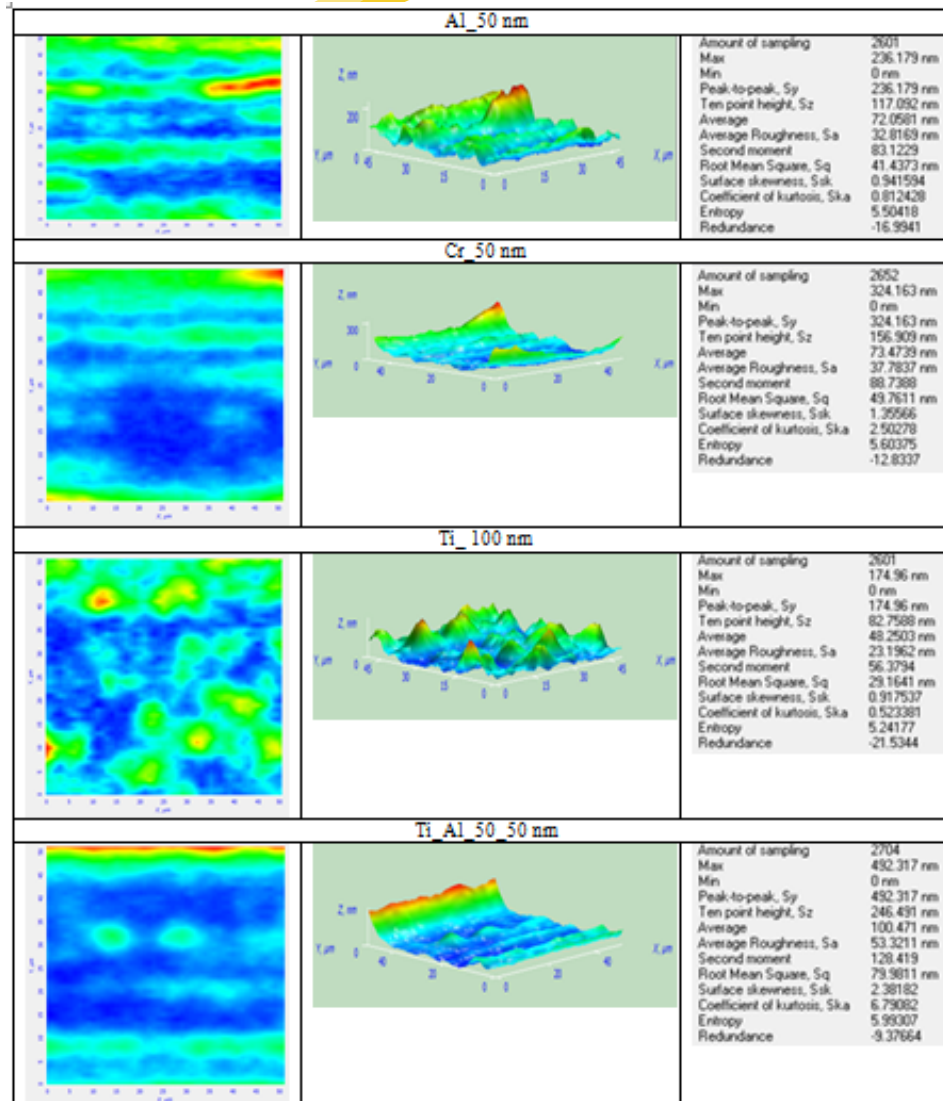
Rezultate



Caracterizarea structurala a straturilor subtiri depuse utilizand microscopia de forta atomica

Straturi depuse pe otel de tip C120

Rezultate



**Caracterizarea
structurala a straturilor
subtiri depuse utilizand
microscopia de forta
atomica**

Straturi depuse pe otel de tip OSC8

Caracterizarea structurala a straturilor subtiri depuse utilizand microscopia de forta atomica

- Pe substratul de otel de tip OSC8 sunt depuse straturile cu cea mai uniforma suprafata
- Ti (100 nm grosime) are suprafata cea mai uniforma
- Dintre filmele subtiri depuse cu grosime de 50 de nm, Al este mai uniform depus pe acest tip de substrat de otel
- Multistratul Ti+Al a avut cea mai mica **rugozitate** in cazul depunerii pe substratul de otel tip C120 si cea mai mare valoare a rugozitatii pe substratul de otel de tip OSC8 → multistratul Ti+Al are o dispunere mai uniforma pe substratul de tip C120

Caracterizarea structurala a straturilor subtiri depuse utilizand microscopia de forta atomica

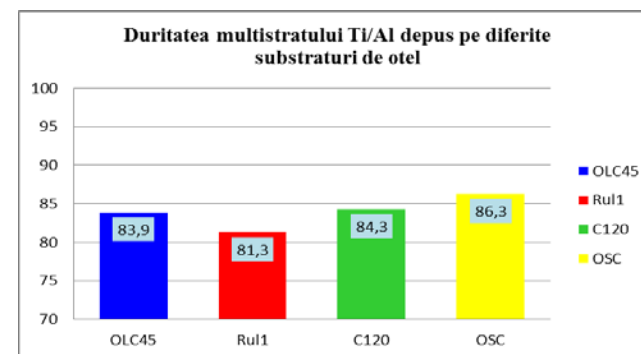
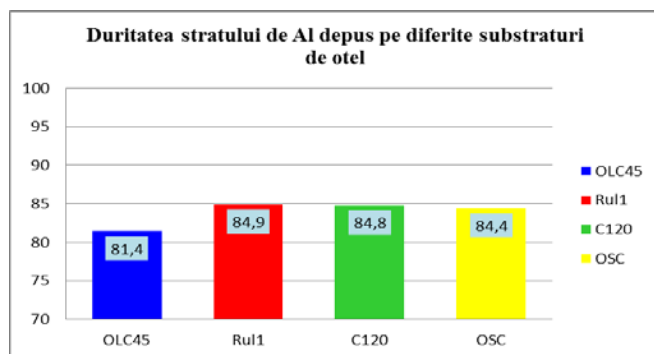
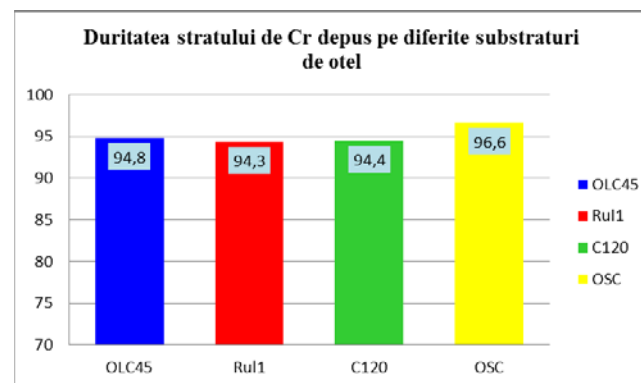
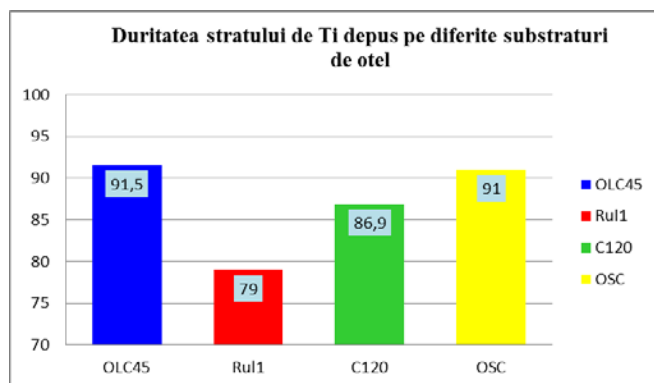
- Valorile medii ale **indicelui de asimetrie**, in cazul tuturor celor trei tipuri de straturi depuse, au avut valori foarte apropiate de zero, majoritatea sub 0,1 → se poate concluziona ca acestea au o distributie simetrica
- Exceptie este in cazul multistratului Ti+Al, care are un indice de asimetrie pozitiv, dar peste 1 → depunere cu repartitie de sondaj asimetrica spre dreapta

Caracterizarea structurala a straturilor subtiri depuse utilizand microscopia de forta atomica

- **Coeficientul de aplatizare** face parte din indicii de apreciere a formei unei distribuții
- Valorile excesului obtinute in experimente sunt atat pozitive cat si negative → repartitie leptocurtica (inaltimea curbei este mai mare comparativ cu cea normala) cat si platicurtica (curba este aplatizata)
- Valorile excesului obtinut in urma analizei coeficientului de aplatizare indica o repartitie platicurtică a tuturor filmelor subtiri depuse pe toate cele 4 tipuri de substrat
- Exceptia este in cazul filmului de Ti de 100 nm grosime, a carui exces are o valoare pozitiva, prin urmare o repartitie leptocurtică

Caracterizarea fizico-mecanica a straturilor subtiri depuse

Determinarea duritatii straturilor subtiri depuse



Caracterizarea fizico-mecanica a straturilor subtiri depuse

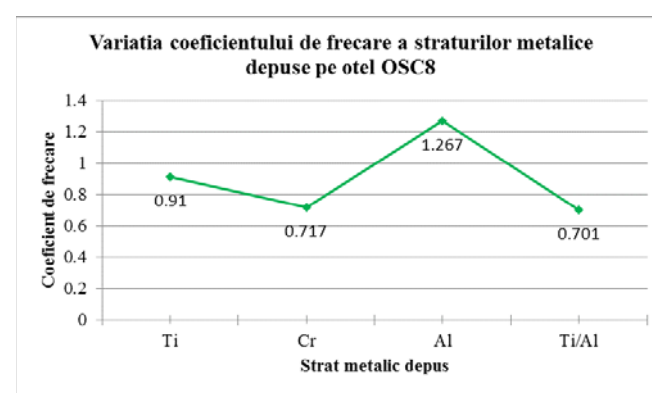
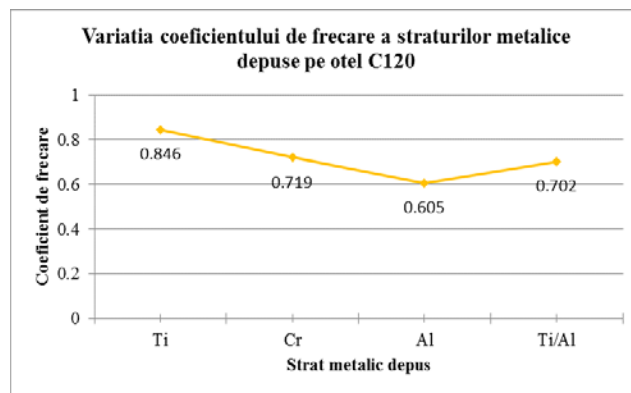
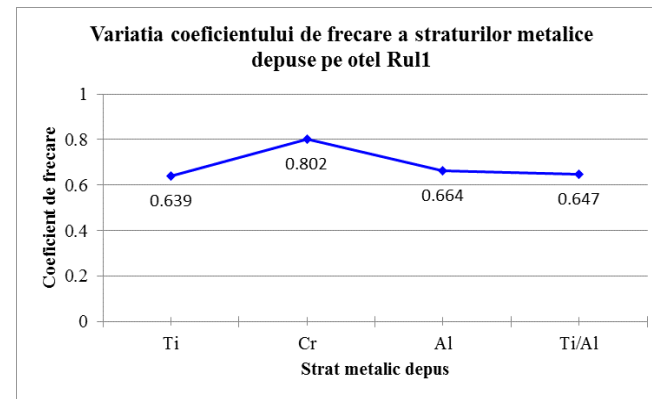
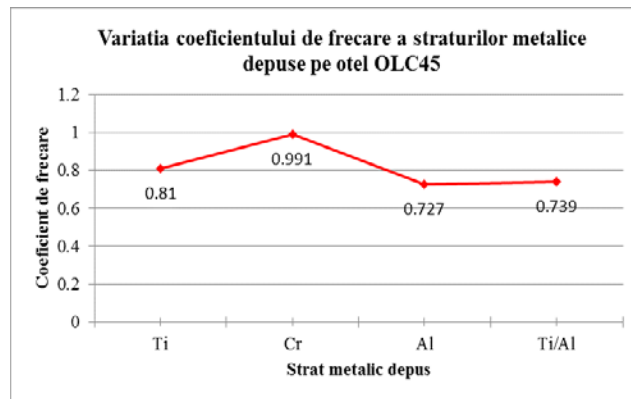
Determinarea duritatii straturilor subtiri depuse

- Duritatea stratului de Ti descreste: OLC45 → OSC8 → C120 → Rul1
- Duritatea stratului de Cr descreste: OSC8 → OLC45 → C120 → Rul1
- Duritatea stratului de Al descreste: Rul1 → C120 → OSC8 → OLC45
- Duritatea multistratului Ti/Al descreste: OSC8 → C120 → OLC45 → Rul1

- Cr prezinta cea mai mare duritate, una aproape liniara pe toate cele patru tipuri de substrat
- pe suprafata substratului OSC8 s-a obtinut valoarea medie cea mai ridicata a duritatii pentru toate cele patru tipuri de straturi nanometrice

Caracterizarea fizico-mecanica a straturilor subtiri depuse

Determinarea aderenței straturilor subtiri depuse

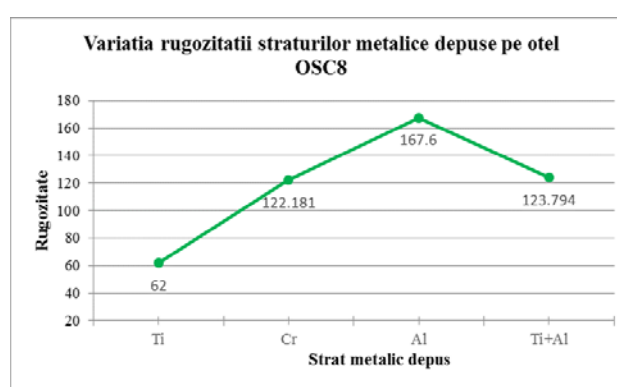
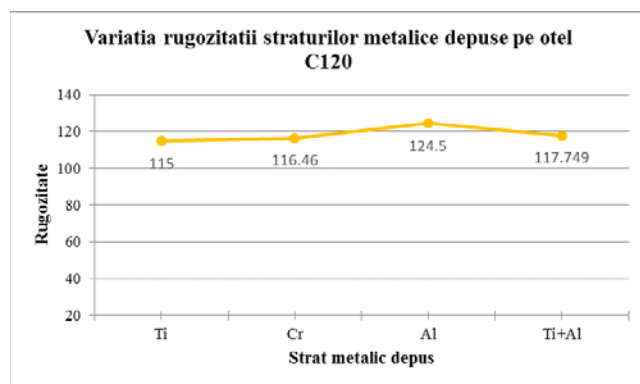
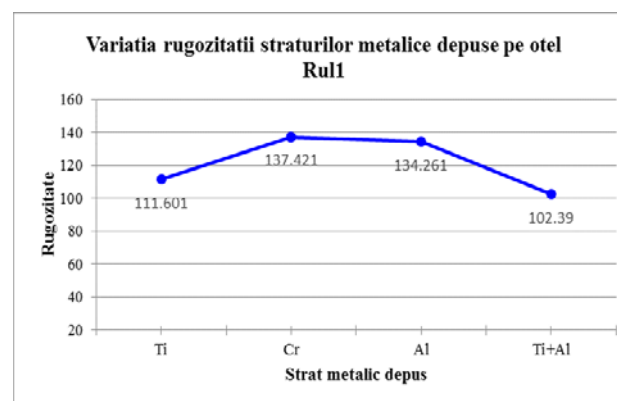
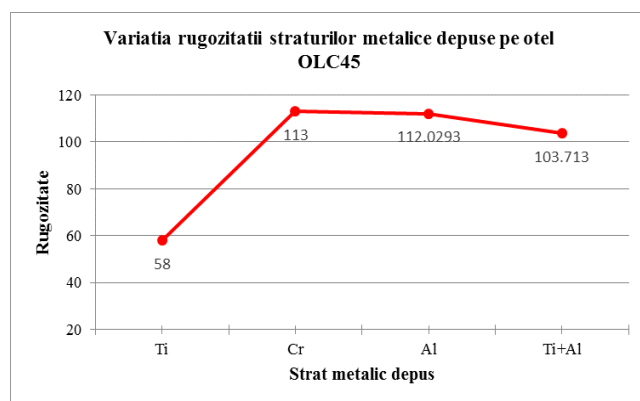


Caracterizarea fizico-mecanica a straturilor subtiri depuse

Determinarea duritatii straturilor subtiri depuse

- Valorile COF sunt descrescatoare: $\text{Al} \rightarrow \text{Cr} \rightarrow \text{Ti} \rightarrow \text{Ti+Al}$.
- Aceste valori sunt generate si de structura aderenta a materialului depus, dar si de rezistenta la exfoliere a stratului superficial durificat.
- Variatii ale COF pentru fiecare material:
 - Pe substratul de tip OLC45 valorile COF descresc $\text{Cr} \rightarrow \text{Ti} \rightarrow \text{Ti+Al} \rightarrow \text{Al}$
 - Pe substratul din Rul1 valorile COF descresc $\text{Cr} \rightarrow \text{Al} \rightarrow \text{Ti+Al} \rightarrow \text{Ti}$
 - Pe substratul din C120 valorile COF descresc $\text{Ti} \rightarrow \text{Cr} \rightarrow \text{Ti+Al} \rightarrow \text{Al}$
 - Pe substratul din OSC8 valorile COF descresc $\text{Al} \rightarrow \text{Ti} \rightarrow \text{Cr} \rightarrow \text{Ti+Al}$
- Momentul desprinderii stratului superficial depus:
 - Al se desprinde cel mai rapid de pe substratul de tip C120, Cr de pe Rul1, Ti de pe substratul de tip OSC8, iar multistratul Ti+Al de pe substratul de tip C120
 - In acel moment se produce o crestere semnificativa a adancimii de patrundere a dispozitivului de testare

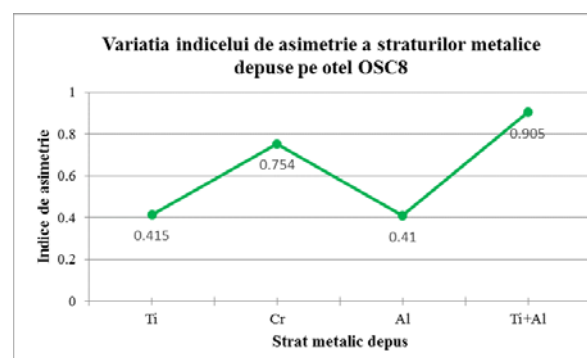
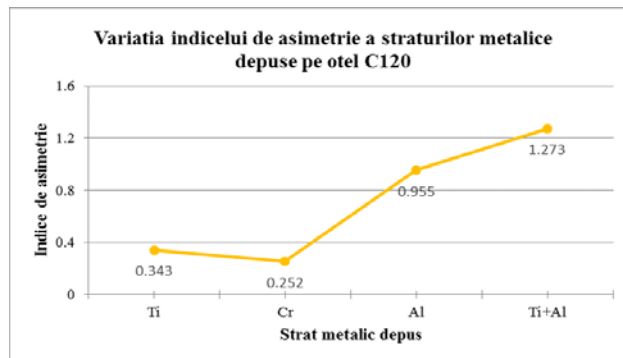
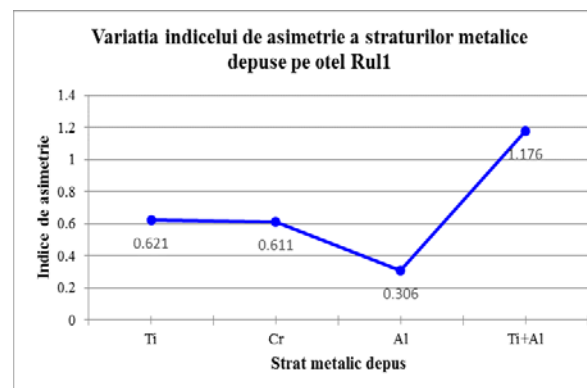
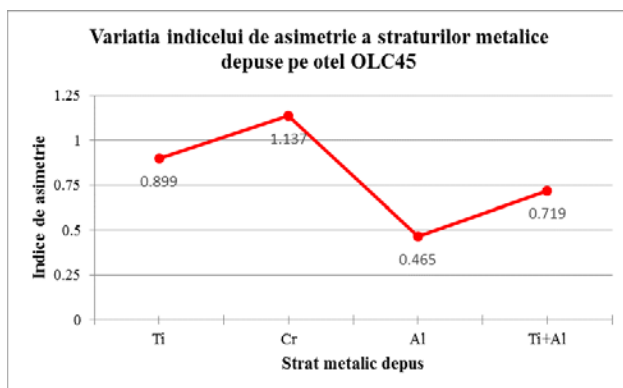
Caracterizarea topografică a suprafețelor straturilor subțiri depuse și supuse testelor de zgariere



Caracterizarea topografica a suprafetelor straturilor subtiri depuse si supuse testelor de zgariere

- Pe substratul de otel tip OLC45, stratul de Ti depus are o valoare a **rugozitatii** care indica faptul ca este cel mai putin deteriorat strat pe acest tip de substrat
- Ti a fost foarte putin deteriorat dupa testul de zgariere atunci cand a fost depus si pe C120, respectiv OSC8 → rezistenta marita a acestui tip de metal, dar aceste valori se pot datora si grosimii diferite a stratului
- Intre Cr si Al, straturi cu aceeasi grosime, valoarea rugozitatii indica o deteriorare mai mare a Cr pe substratul de tip OLC45 si Rul1
- Pe substraturile din otel C120 si OSC8, Al este mai deteriorat, Cr avand o suprafata mai rezistenta
- Multistratul Ti+Al are o valoare a rugozitatii dependenta de faptul ca stratul superior este cel de Al, iar Ti are o aderenta mai buna la cele patru tipuri de substraturi testate

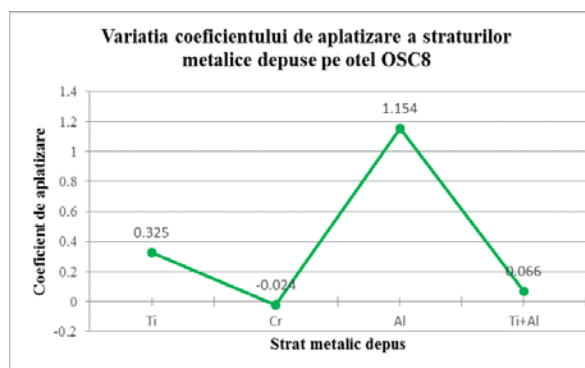
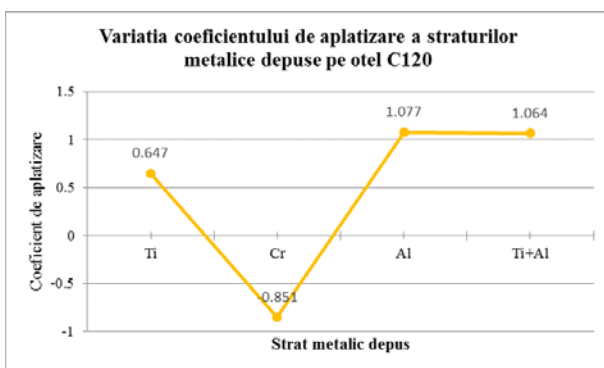
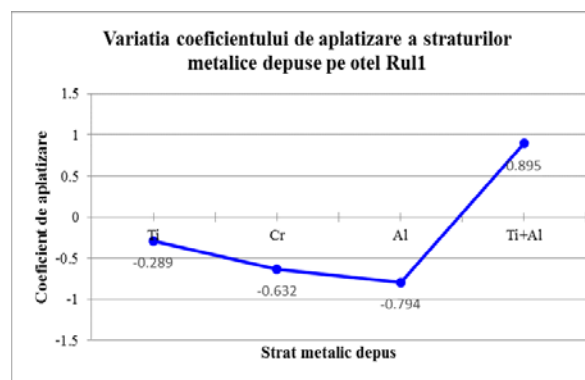
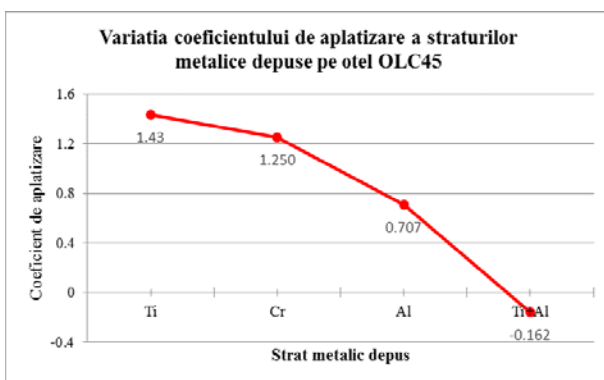
Caracterizarea topografică a suprafețelor straturilor subțiri depuse și supuse testelor de zgariere



Caracterizarea topografică a suprafețelor straturilor subțiri depuse și supuse testelor de zgariere

- **Indicele de asimetrie** al celor 4 straturi depuse pe toate tipurile de substraturi are valori pozitive → repartitie a stratului asimetrică spre dreapta
- Deși există și valori apropiate de 0 pentru unele straturi metalice depuse pe diferite tipuri de oțel (Al pe OLC45 și Ru1, Ti și Cr pe C120, Ti și Al pe OSC8), distribuția acestor materiale nu poate fi considerată complet simetrică

Caracterizarea topografică a suprafețelor straturilor subțiri depuse și supuse testelor de zgariere



Caracterizarea topografică a suprafețelor straturilor subțiri depuse și supuse testelor de zgariere

- În nici unul dintre testele realizate **coeficientul de aplatizare** nu a avut o valoare egală cu 3, care să indice o repartiție normală a straturilor metalice depuse
- În cazul tuturor straturilor metalice depuse pe cele patru tipuri de oțeluri s-au obținut valori departate de medie → repartiție cu “cozi” mari
- În urma calculului excesului au fost obținute valori negative → repartiție platicurtică a stratului

Concluzii

- Pe substratul de otel de tip OSC8 sunt depuse straturile cu cea mai uniforma suprafata
- Valorile medii ale indicelui de asimetrie, in cazul tuturor straturilor depuse pe cele patru tipuri de substraturi au avut valori foarte apropiate de zero → acestea au o distributie simetrica
- Singura exceptie a fost in cazul stratului de Ti cu grosime de 100 nm depus pe substratul de otel de tip C120, care are o repartitie asimetrica spre dreapta
- Valorile coeficientului de aplatizare → repartitie platicurtică a tuturor filmelor subtiri depuse pe toate cele patru tipuri de substrat
- Exceptia – filmul de Ti de 100 nm grosime are o repartitie leptocurtică

Concluzii

- Cr este filmul subțire depus care prezintă cea mai mare duritate pe toate cele 4 tipuri de substrat
- Pe suprafața substratului OSC8 s-a obținut valoarea medie cea mai ridicată a durității pentru toate cele patru tipuri de straturi nanometrice
- Al se desprinde cel mai rapid de pe substratul de tip C120, Cr de pe Ru1, Ti de pe OSC8, iar multistratul Ti+Al de pe C120.
- Faptul că testele de zgariere nu au distrus suprafața foarte tare a fost interpretat ca o bună aderență a stratului de Ti pe aceste tipuri de substrat

Concluzii

- Având în vedere comportarea filmelor subțiri nanostructurate studiate până în prezent, urmează ca acestea să fie integrate pe sistemele mecatronice reale
- Acestea permit dezvoltarea de noi materiale cu acoperiri de straturi micro și nanostructurate, pentru diferite aplicații mecatronice
- Rezultatele finale ale acestor cercetări sunt extrem de utile inginerilor din domeniul mecatronic

VĂ MULȚUMESC PENTRU ATENȚIE!



**Institutul National de Cercetare Dezvoltare
pentru
Mecatronica si Tehnica Masurarii**

Sos. Pantelimon 6-8, sector 2, Bucuresti,
ROMANIA

Phone: +4021 252.30.68/69

Fax: +4021 252.34.37

E-mail: incdmtm@incdmtm.ro

www.incdmtm.ro