

Vizualizácia morfológických zmien prostredníctvom Matlabu

¹ doc. Ing. E. Zdravecká, CSc., ² doc. Ing. J. Suchánek, CSc., ¹ doc. Ing. A. Gmitterko, PhD.,
¹ Ing. J. Tkáčová, PhD.

¹TU - Strojnícka fakulta, Košice, ²ČZU –Technologická fakulta, Praha

Abstrakt

Príspevok sa zaoberá spracovaním digitalizovaného obrazu v 3D pre hodnotenie morfológických zmien a povrchových charakteristík. Je porovnaná topológia povrchu povlaku TiN získaná z obrazov pomocou AFM a REM. Mikrogeometria profilu otlaku po meraní nanotvrdosti je hodnotená Toolboxom Matlabu- Imaging Processing.

Úvod

Materiály ktoré sú vystavené opotrebeniu, korózii, tepelnej únave a pod. sú opatrené tenkou oteruvzdornou vrstvou, pričom sa používajú povlaky duplexné, multiplexné s menej alebo viac výraznými prechodmi hraníc medzi jednotlivými vrstvami. Technologické variácie vrstiev, ich vrstvenie, špeciálne prípravy povrchu súvisia s výslednou kvalitou povlaku. Technologické podmienky povlakovania sa musia zároveň prispôbovať konkrétnym vlastnostiam substrátu (jeho tepelného spracovania, štruktúre, drsnosti a pod). Informácie o vlastnostiach povlaku, základného materiálu a systému tenká vrstva – základný materiál sú dôležité pre ďalšie aplikácie.

Existuje rad konvenčných skúšok tvrdých povlakov (meranie hrúbky, drsnosti, tvrdosti, mikrotvrdosti), ktoré sa podieľajú na hodnotení štruktúry a príprave povlakov.

Hodnotenia medzipovrchových javov v mikro a nanoštruktúrach sú potrebné, pretože v mikro a nanotribologických štúdiách sa získavajú dôležité prepojenie medzi vedeckým a praktickým prístupom k procesom trenia.

Kategorizácia javov v zóne kontaktu pri hodnotení mechanizmu opotrebenia podľa niektorých autorov [1, 2] je z týchto hľadísk:

Nanotribológia - molekulárna tribológia, zameraná na javy spojené s interakciou medzi molekulami a atómami (pôsobenie Van der Waalsových síl a monokryštalové štruktúry materiálov).

Mikrotribológia - tribológia drsnosti (zavedená Bowdenom a Taborom) uvažuje štúdium topografie vrcholov povrchu. Pozornosť sa sústreďuje na javy ako povrchový lom, elastická plastická deformácia, tvorba mikročastíc opotrebenia z povrchovej vrstvy a iné.

Z hľadiska kvality tvrdej vrstvy je dôležité poznať morfológiu. Pre meranie tvrdých povlakov je vhodná metóda AFM, ktorá umožňuje získavať reálnejšie zobrazenie povrchov, často až na atomárnej úrovni. Nanotribologický prístup je použitý pri hodnotení AFM (atomic force microscope) povlaku TiN a je porovnaný s hodnotením pomocou Matlab-Imaging Processing.

V príspevku sú dva prístupy hodnotenia nanoúrovňových javov prebiehajúcich v zóne kontaktu po meraní nanotvrdosti. Analýza povrchov a hĺbkového profilu duplexne spracovanej ocele s TiN zobrazenie : AFM a zobrazenie: Imaging Processing.

Význam štúdia AFM a nanoindentačné merania

Na význam skúmania mikromechanických a tribologických vlastností povrchov a ich rozhrania povlak/základný materiál poukazujú viaceré výskumné práce.

Objavenie a použitie proximálnych sond v mikroskopoch (scanning tunneling microscope and atomic force microscope - AFM) ako aj výpočtovej techniky pre simulovanie interakcií vrchol (hrot) – povrch, medzipovrchových vlastností dovoľuje

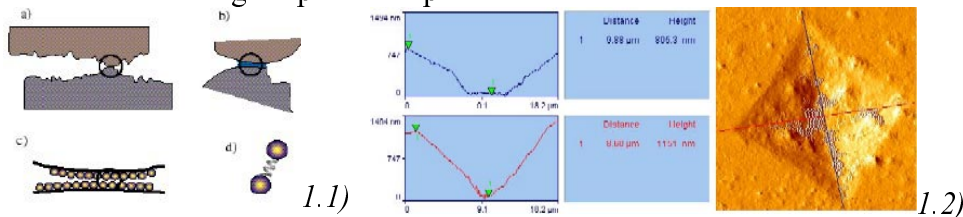
systematické skúmanie medzipovrchových problémov s vysokým rozlíšením práve tak, ako aj použitie prostriedkov pre manipulovanie a modifikovanie nanoúrovňových štruktúr

Oblasť mikro/nanotribológie (obr.1.1) súvisí s experimentálnym a teoretickým skúmaním medzipovrchových procesov v rozsahu atómovej a molekulej úrovne vyskytujúcej sa priebehu trenia a opotrebenia, nanonárazu, tenkého mazacieho filmu v povrchových vrstvách pri klznych povrchoch vo všetkých procesoch.

Mikroskopy AFM (Atomic Force Microscope) a FFM (Friction Force Microscope) sa používajú pre získanie modelu drsnosti v kontakte s tuhým alebo mazaným povrchom. Rozlíšenie použitej metódy AFM pri skúmaní povrchu je od 1 do 2 nm. Pri použití skeneru pre nanometrické rozlíšenie je minimálny skenovací rozsah až niekoľko Å (angstromov, napr. 10). Skener má minimálny skenovací rozsah cca 3µm s možnosťou dosiahnuť 100 nm.

Pre stanovenie adhézie tenkých tvrdých vrstiev sa využíva vnikacích metód, ktoré sú založené na vytvorení definovaného napätia na rozhraní a stanovenie kritickej hodnoty, pri ktorej dochádza k porušeniu. Pri nanoindentačnom meraní sa zaznamenáva závislosť hĺbky preniknutia indentora do materiálu H počas jeho zaťažovania a odľahčovania na veľkosti zaťaženia L namerané hodnoty sú ovplyvnené vlastnosťami substrátu, pokiaľ hĺbka preniknutia indentora neprekročí 0,1 hrúbky vrstvy, teda ovplyvnená oblasť otláčkou nezasahuje do substrátu.

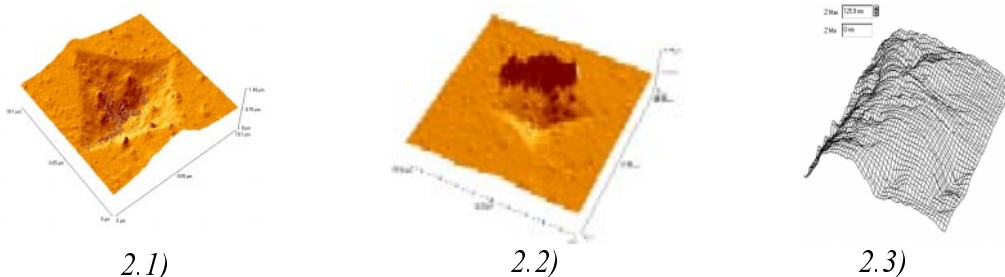
Meranie bolo realizované pomocou prístroji SHIMADZU DUH – 202, ktorý umožňuje vykonávať merania v rozsahu zaťaženia 0,01 gf až 200gf (s presnosťou 0,002gf) a merá okamžitú hĺbku preniknutia indentora v rozsahu 0 až 10µm s presnosťou 0,002 µgf). Prístroj umožňuje optické meranie dĺžky uhlopriečky (ak majú dostatočnú veľkosť). Tvar otláčku dáva informácie o vlastnostiach povlaku a súčasne aj parametroch technológie povlakovania. Pri experimente skúmaný tvar otláčku po nanoindentačnom meraní je pri maximálnom zaťažení 200 gf duplexného povlaku TiN.



Obr. 1.1) Povrchové zmeny od mikro po nanoplochu (a až d)., 1.2) AFM po meraní nanotvrdosti TiN, 1.2) AFM-3D - povlak TiN

Výsledkom pozorovaní pomocou AFM sú informácie o povlaku, jeho fyzikálnych vlastnostiach a mechanizme porušovania (obr. 1.2, 2.1 a 2.2).

Príkladom je tvar otláčku pozorovaný s AFM povlaku na obr. 2.2, ktorý má nelineárne hrany otláčku. Príčinou nepravidelného tvaru je kontaminácia kyslíka na povrchu základného materiálu.



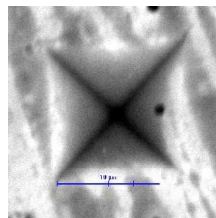
Obr. 2.1)AFM 2.2)AFM 2.3)sieť AFM

Výsledkom pozorovaní s AFM sú informácie o povlaku, jeho fyzikálnych vlastnostiach a mechanizme porušovania mikrogeometri a spôsoboch porušovania ako aj parametroch aplikovanej technológií [3].

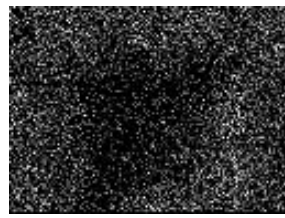
Mikroskop AFM pre výskum pohybu materiálu, odstraňovanie materiálu z povrchov na mikro alebo nanoúrovni napr. pri ryhovaní a opotrebení (kde tieto javy sú nežiaduce) a nanovýrobe-nanoobrábaní (kde tieto javy sú žiaduce) poskytuje informácie o mechanizme spojenia povlaku s podkladovým kovom. Súčasne informuje o parametroch technológie povlakovania, ktorá vplývajú na mikroštruktúru, vlastnosti rozhrania tenkých a tvrdých povlakov. Ďalšie štúdium bolo realizované pomocou REM s podporou Matlab.

REM - MATLAB / Toolbox - Imaging Processing

Nový prístup pre zisťovanie o povrchových a podpovrchových charakteristik tenkých a tvrdých povlakoch je prostredníctvom MATLAB – Toolbox - Imaging Processing (obr.4.2- 4.4) Z REM obrazu mikropvichu (povlak TiN-obr. 3.1) importovaného do prostredia Matlab poskytuje Imaging Processing grafický nástroj pre spracovanie obrazu v 3D (obr. 3.4) s informáciami v nm. Výkonný programovací jazyk umožňuje vytvoriť pričný profil mikropvichu z pôvodného pohľadu 2D (obr.3.). Charakter priebehu mikrogeometrie prieniku indentora povlakom je využiť pre analyzovanie dejov na rozhraní povlak/základný materiál.



3.1)

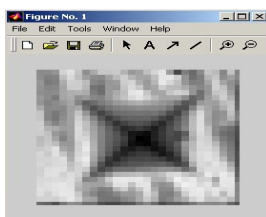


3.2)

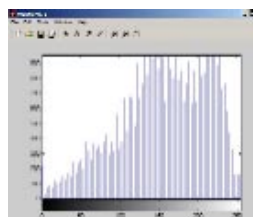
Obr.3. Pôvodný obraz povrchu REM

3.1) otláčok po nanoindentačnom meraní, 3.2) EDX povrchu otláčku

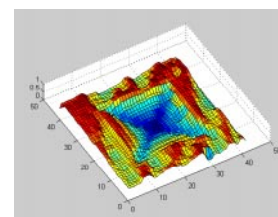
Pôvodný tvar otláčku po meraní nanotvrdosti vyhotovený REM je na obr.3.1, EDX analýza (obr. 2.2) poskytuje informáciu o rozložení N v oblasti otláčku. Spracovanie v obrazoch, ktoré poskytuje Matlab-Imaging Processing je na obr. 4.



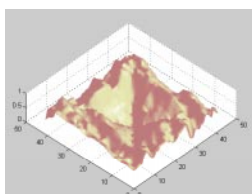
4.1)



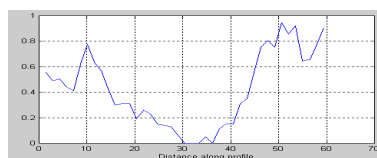
4.2)



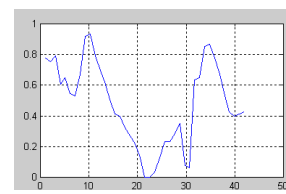
4.3)



4.4)



4.5)



4.6)

Obr. 4. Grafické spracovanie obrazu v Imaging Processing

4.1) spracovaný obraz REM-43 pixlov, 4.2) histogram), 4.3) farebný 3D obraz, 4.4) 3D hot image), 4.5, 4.5) profil priečného rezu v smere uhlopriečok

Zobrazenie 3D poskytuje vysoké rozlíšenie topológie otláčku (obr. 4.4) v porovnaní s pôvodným REM-2D (obr.3.1). Hodnotenie mikrogeometrie povrchov dotykovým profilometrom je v našom prípade obtiažne. V analyzovanom príklade hĺbka preniknutia indentora do materiálu H počas zaťažovania a odťahovania $H=2,4 \mu\text{m}$, polomer zaoblenia hrotu dotykových profilometrov je cca $d=2,5 \mu\text{m}$.

Vypracovali sme algoritmy v prostredí Imaging Processing, ktoré v normovanej forme (interval 0,1) zabezpečujú vyjadrenie charakteristík drsnosti: m – stredná čiara profilu, R_q – stredná kvadratická odchýlka profilu, R_a – stredná aritmetická odchýlka drsnosti povrchu, R_z – maximálna výška profilu, R_p – minimálna hĺbka profilu, R_{pk} – redukovaná výška profilu, R_{vk} – redukovaná hĺbka priehlbín profilu a ďalších výškových a dĺžkových parametrov drsnosti povrchu.

Z uskutočnených prác vyplýva, že spracovanie obrazu v Imaging Processing poskytuje výkonný nástroj pre hodnotenie topológie povrchu v nanomerítke. Kvantifikácia obrazu v 3D, stanovenie mikrogeometria priečného rezu (obr.4.5 a 4.6) umožňuje výskum povrchových javov pri trení v nanomerítke.

Matlab disponuje prácou s maticami, poľami, možnosťou doplniť software vlastným programom. Je potrebné vykonať kalibráciu vzťahu odtieň - priradená výška pri vytváraní topológie pre hodnotené druhy povrchov.

Záver

Analýza povrchových javov v mikro a nanoštruktúrach je potrebná, pretože v mikro a nanotribologických štúdiách sa získava dôležité prepojenie medzi vedeckým a praktickým prístupom k procesom trenia.

Mikroskop AFM (Atomic Force Microscope) pre skúmanie otláčku po nanoindentačnom meraní nanotvrdosti (Shimadzu DUH 202) informuje o medzipovrchových procesoch a únosnosti systému povlak-podklad. AFM poskytuje komplexný súbor parametrov drsnosti povrchu. Pri meraní bol použitý z dôvodu porovnania s možnosťami Imaging Processing.

Spracovanie obrazu v REM pomocou Imaging Processing poskytuje možnosti vizualizácie povrchových zmien s mierou rozlíšenia, kvantifikáciou morfológických zmien z digitalizovaného obrazu do obrazu 3D.

MATLAB poskytuje grafické a výpočtové obrazy, predkladá farebné nástroje, rozsiahle knižnice funkcií spolu s výkonným programovacím jazykom. Možnosti ktorým disponuje Matlab sú vhodným prostriedkom pre výskum v nanomerítke javov pre oblasť povrchového inžinierstva.

Ďalší výskum bude orientovaný na hodnotenie povlakov aplikovaných technológiou HVOF, a pri určovaní tvaru tribočastíc po opotrebení pomocou Tolboxu Matlabu.

Príspevok vznikol v rámci riešenia projektu Vega 1/9386/02, COST 532-M7 a COST 532-M5.

LITERATÚRA

1. Bhushan,B.: Micro/Nanotribology and materials characterization studies using scanning probe microscopy (SPM). In: II. World Tribology Congress 2001, Wiena.21-29
2. Holmberg, K.: Tribology in reliability engineering. In: WTC 2001, Vienna.13-19
3. Zdravecká, E.-Suchánek, J.-Trpčevská J.-Kalmar, P.-Kelemen, M.-Dozič, J.-Gmíterko, A.: Charakter porušovania tenkých vrstiev z pohľadu mikro/nanotribológie. In: Intertribo 2002, Dom techniky ZSVTS Bratislava s.r.o. ISBN 80-233-0476-3, s.244-246.
4. Scanning probe microscopy, www.tmmicro.com/spmguide

*doc.Ing.E.Zdravecká, CSc.: TU-SjF, Mäsiarska 74, 4001 Košice, email: eva.zdravecka@tuke.sk,
doc.Ing.J. Suchánek, CSc., ČZU-TF, Kamýcká, 129, 16521 Praha 6, email: csvzp@ms.anet.cz,
doc.Ing.A. Gmíterko, CSc, TU-SjF, Letná 9, 04001 Košice, email: alexander.gmíterko@tuke.sk,
Ing. Jana Tkáčová, PhD., TU-SjF, Mäsiarska 74, 0401 Košice, email: jana.tkacova@tuek.sk*