

## ULOGA NANOTRIBOMETRIJE U SAVREMENIM TRIBOLOŠKIM ISPITIVANJIMA

Mr Fatima Živić<sup>1)</sup>, Dr Slobodan Mitrović<sup>1)</sup>, Dr Miroslav Babić<sup>1)</sup>

<sup>1)</sup> Mašinski fakultet u Kragujevcu, S. Janjić 6, 34000 Kragujevac, zivic@kg.ac.yu

### REZIME

*Kao značajna istraživačka oblast sa intenzivnim ulaganjima poslednjih godina se izdvaja oblast nanotehnologija, upravo zbog svog uticaja na buduće trendove razvoja nauke uopšte. Publikovani rezultati ukazuju na opravdanost daljih ispitivanja u oblasti nanotribologije obećavajući nove materijale i značajno unapređene tehnologije. Nove visoko tehnološke industrije, čiju osnovu predstavlja znanje, kroz primenu rezultata istraživanja u nano- i mikro- oblasti oblikuju budući razvoj industrije i proizvoda. Integracija novih tehnologija u industrijsku praksu sa fokusom na nove tehnologije i materijale usmerene na rešenje postojećih problema predmet su savremenih istraživanja u laboratorijama širom sveta.*

*Nanotribometrija predstavlja robustan alat savremenih triboloških pristupa. Tribološka ispitivanja novih vrsta materijala neophodno je realizovati sa nano i mikro aspekta uporedo sa njihovim makro ispitivanjima. Nanotribometar kao laboratorijski instrument za tribološka ispitivanja u oblasti malih opterećenja elemenata u kontaktu omogućava upravo takvu vrstu testiranja. Na taj način moguće je kvantifikovati tribološke karakteristike posmatranih materijala na nano nivou i vršiti uporedne preglede sa njegovim makro karakteristikama. U radu su prikazane neke karakteristike nanotribometra kao i oblasti njegove primene.*  
*Ključne reči: nanotribometar, nanotribologija*

### 1. UVOD

Uzimajući u obzir činjenicu da se oblast nanotehnologija odnosi na ispitivanje materijala na nano nivou, razvoj mernih uređaja kao neophodne podrške doživeo je ekspanziju uporedo sa razvojem različitih vrsta modela u oblasti nanotehnoloških ispitivanja. U ovom radu dat je pregled najvažnijih karakteristika nanotribometra, kao instrumenta koji omogućava istraživačima kvantifikovanje triboloških karakteristika posmatranih materijala na nano nivou i koji predstavlja važan element savremenih nanotriboloških laboratorijskih ispitivanja.

Merenje i posmatranje sile trenja, kao i određivanje koeficijenta trenja su od neosporne važnosti za veći broj tribosistema a kod nekih sistema su i od kritične važnosti kao što je to slučaj kod različitih vrsta kočionih sistema, spojnica i kontrolnih sistema kod kojih sila trenja suštinski određuje ponašanje sistema. Značajna oblast istraživanja danas je određivanje modela predviđanja tipa habanja kome su elementi u sistemu izloženi i na osnovu čega bi se mogao preciznije primeniti odgovarajući model testiranja. Već razvijeni modeli testiranja koji uzimaju u obzir različite karakteristike kao što su tip kontakta, režim podmazivanja, temperaturna polja i drugo, takođe su veoma važni s aspekta daljih nanotribometrijskih ispitivanja.

Eksperimentalni podaci laboratorijskih ispitivanja ukazuju na činjenicu da je tribološko ponašanje određeno karakteristikama sloja materijala prvih sto nanometara [1]. Već razvijeni laboratorijski instrumenti za ispitivanja u nano oblasti pružaju dobru osnovu za ispitivanje tribološkog ponašanja materijala na nano nivou. Može se reći da je era nanotehnologija otpočela otkrićem elektronskog mikroskopa, odnosno skenirajućeg tunel mikroskopa (STM), 1981. godine, za čije su otkriće Heinrich Rohrer i Gerd K. Binnig 1986. godine dobili Nobelovu nagradu za fiziku [2]. Otkriće STM mikroskopa omogućilo je razvoj više različitih vrsta mikroskopa među kojima je i AFM mikroskop koji je u širokoj primeni u laboratorijama danas.

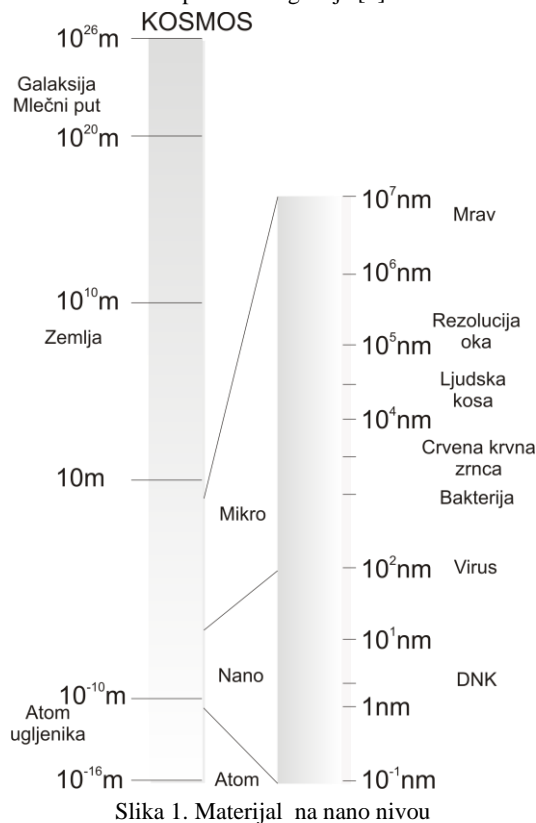
### 2. NANOTRIBOMETRIJA

Tribometrija, generalno posmatrano, predstavlja oblast tribologije koja se bavi sredstvima i metodama merenja sila trenja u zoni kontakta, habanja elemenata tribomehaničkog sistema, temperature, površinskih karakteristika kao što su hrapavost površina, veličine kontaktne površine, naponi u zoni kontakta i dr. [3]. Merenje sile trenja i određivanje koeficijenta trenja za mnoge tribosisteme je od izuzetne važnosti, a za neke sisteme kao što su različite vrste kočionih sistema, spojnica i kontrolnih sistema sila trenja suštinski određuje ponašanje sistema. Značajna oblast istraživanja danas je određivanje modela predviđanja tipa habanja kome su elementi u sistemu izloženi i na osnovu čega bi se mogao preciznije primeniti odgovarajući model testiranja. Već razvijeni modeli testiranja koji uzimaju u obzir različite karakteristike kao što su tip kontakta, režim podmazivanja, temperaturna polja i drugo, takođe su veoma važni s aspekta daljih nanotribometrijskih ispitivanja.

Svaki pojedinačni tribološki sistem poseduje skup dominantnih karakteristika koje određuju način njegovog funkcionisanja. Ne postoji jedan zajednički pristup tribološkom testiranju svakog postojećeg tribosistema upravo zato što tribološka ispitivanja treba da zadovolje određene potrebe s aspekta pojedinih posmatranih karakteristika sistema. Odabir odgovarajućih metoda testiranja koje zadovoljavaju inženjerske zahteve prema sistemu predstavlja složen i kompleksan zadatak. Zavisno od slučaja, analiziraju se funkcionalni zahtevi, a zatim se prema njima usvajaju procedure testiranja.

Tribološko ponašanje materijala na nano nivou mora se analizirati uzimajući u obzir donekle različit skup glavnih karakterističnih parametara sistema, posmatrano u odnosu na klasični makro pristup (slika 1.). Od velike je važnosti istraživanje fenomena i manipulacije različitih triboloških materijala na nanonivou. Primena takvog znanja omogućava uvođenje novih formi proizvodnih procesa, novih proizvoda i servisa. Takođe, kao veoma važno je uvođenje pojma tzv. "zelenih" tehnologija - tehnologija koje su svesne svog okruženja s aspekta njegove zaštite, a što nanotehnologije obećavaju kao budućnost razvoja uopšte.

Univerzalni zakoni trenja mogu se posmatrati na različitim nivoima (nm,  $\mu\text{m}$ , cm), čime se omogućava detaljnije ispitivanje triboloških fenomena na makro i nano nivou. Na primer, pitanje trenja u tribosistemu, s aspekta disipacije energije u zoni kontakta predmet su nanotribometrijskih istraživanja, ali se može posmatrati i sa makro aspekta. Realizovani laboratorijski eksperimenti ukazuju na to da je tribološko ponašanje određeno karakteristikama materijala u prvih sto nanometara površinskog sloja [1].



Slika 1. Materijal na nano nivou

Nano-instrumenti (Slika 2.) predstavljaju dobar alat u procesu proučavanja različitih mehanizama prisutnih u jednom tribosistemu, na nivou atoma, kao što su, na primer, ponašanje sistema u uslovima graničnog podmazivanja, optimalna debljina maziva, ponašanje maziva u kontaktu i slično.



Slika 2. Nanotribometar

Teorijske studije fenomena trenja na nivou atoma i molekula još uvek zahtevaju značajna istraživanja. Nanostrukture koje se kreiraju u zoni kontakta površina u relativnom kretanju predstavljaju osnovu u analizi mehanizama disipacije energije. Trendovi razvoja istraživanja u ovoj oblasti ukazuju na mogućnost inženjeringa frikcionih površina na takav način da zadovoljavaju unapred predefinisane zahteve s aspekta koeficijenta trenja. Molekularna dinamika i statističke simulacije, zajedno sa razvojem nano instrumenata kao što je nanotribometar, predstavljaju robustan alat za istraživanja u ovoj oblasti.

Ispitivanja fenomena na nano nivou interesantna su za veći broj istraživačkih oblasti, ali su izuzetno značajna i za niz realnih industrijskih aplikacija s aspekta poboljšanja već postojećih rešenja. Veoma važan deo istraživanja i razvoja uopšte u nauci danas, predstavlja obast razvoja novih materijala, kao i razvoj novih tehnologija. Već postoji niz novih nano-materijala, koji višestruko unapređuju sisteme kod kojih su u primeni. Na primer, materijal na bazi hafnijum oksida primenjuje se u proizvodnji Intelovih 45nm mikroprocesora novih generacija [4]. Za nove materijale neophodno je nastaviti istraživanja u smislu poboljšanja njihovih performansi, ali i proizvodnih tehnologija.

Prema rezultatima istraživanja, očekuje se povećanje primene aluminijuma i njegovih legura, a posebno njihovih recikliranih materijala, u automobilske industriji i građevini upravo zbog mogućnosti inženjeringa površina prema zahtevu uz već poznati dobar odnos karakteristika jačina / težina ovih materijala. Postoji potreba za detaljnijim ispitivanjem teorijskih ali i praktičnih aspekata uticaja površinskih karakteristika, kao i tribološkog ponašanja ovih materijala na njihovo funkcionisanje u okviru sistema.

Veoma je važno u većoj meri povezati postojeća teorijska saznanja sa podacima dobijenim iz praktičnih primena i laboratorijskih eksperimenata triboloških ispitivanja.

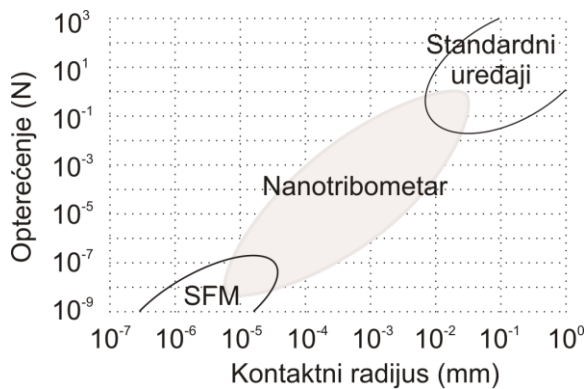
### 3. NANOTRIBOMETAR

U okviru triboloških ispitivanja postoji veći broj primenjenih tehnika merenja i određivanja karakteristika materijala i njihovih površina pri relativnom kontaktu elemenata. Takođe je razvijen i veći broj procedura za specifične uslove primene.

Instrument koji je u širokoj primeni u tribološkim laboratorijama u svetu je tribometar. Tribometar se definiše kao: 1) Laboratorijski instrument za merenje normalne i sile trenja površina pri njihovom relativnom kretanju; 2) Uređaj konstruisan za merenje karakteristika materijala ili elemenata sistema kojima se određuje njihovo ponašanje s aspekta trenja, habanja ili podmazivanja [2].

Za ispitivanja trenja i habanja sistema na nano nivou, primenjuje se laboratorijski instrument nanotribometar. Osnovu nanotribometra predstavlja dizajn skenirajućeg mikroskopa. Greda koja nosi skenirajuću sondu povezana je sa dva optička senzora za merenje njenog normalnog i poprečnog pomeranja tokom klizanja po posmatranom uzorku, prema čemu se dalje određuje koeficijent trenja.

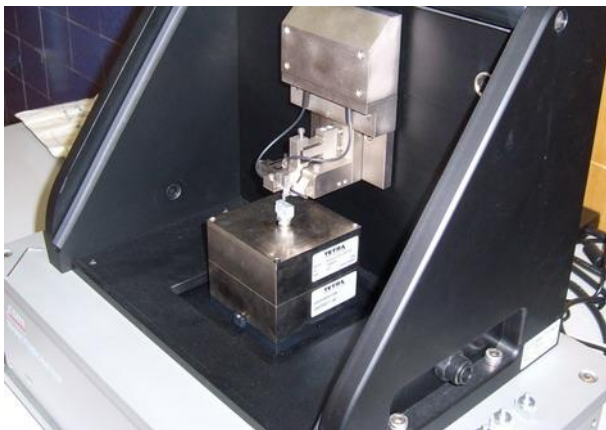
Uređaj je konstruisan da bi se obuhvatila oblast ispitivanja koja se nalazi između one koja je pripada analizama skenirajućim mikroskopom i oblasti koju pokrivaju uređaji za standardna klasična tribološka ispitivanja. Oblast rada za koju se primenjuje nanotribometar u poređenju sa skenirajućim mikroskopima i klasičnim tribometrima prikazana je na slici 3. Nanotribometar dozvoljava varijaciju u širem opsegu kontaktnih uslova pa je veoma pogodan za tribološka ispitivanja materijala pri veoma malim opterećenjima. Konstruisan je za rad u oblasti dimenzija kontakta u rasponu od manje od 1 nm pa do oko 10  $\mu\text{m}$  uz opterećenja u rasponu reda nN do mN [5]. Nanotribometar CSM proizvođača je laboratorijski instrument koji omogućava ispitivanja u oblasti izuzetno niskih opterećenja čak do 50  $\mu\text{N}$  [5]. Može imati različite dodatne opcije (module) kao što su vezano za kontrolu radnog okruženja (temperatura, vlažnost), uslova podmazivanja, kontaktnog pritiska, frekvencije ili vremena ispitivanja. Moguće je reprodukovati različite realne uslove rada kroz laboratorijsku simulaciju variranjem ovih parametara nanotribometra.



Slika 3. Oblast rada nanotribometra

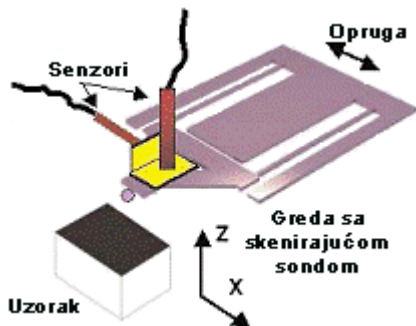
Linearni naizmjenični modul nanotribometra primenjuje se za simulaciju većeg broja realnih sistema kod kojih je kao karakteristično prisutno naizmjenično kretanje. Većina kontaktnih geometrija se može reprodukovati uključujući tip Pin-on-Plate, Ball-on-Plate i Flat-on-Plate. Modul je objedinjen sa odgovarajućim specijalizovanim softverom koji izračunava nivo habanja ili Hercov napon, na primer.

Linearni naizmjenični modul nanotribometra prikazan je na slici 4. Modulom se simulira naizmjenično kretanje koje je karakteristično za veliki broj realnih mehanizama. Pri merenju se dobijaju koeficijenti trenja posebno za oba pravca kretanja. Za CSM nanotribometar, frekvencija naizmjeničnog kretanja nalazi se u opsegu od  $10\mu\text{m}$ - $1000\mu\text{m}$  sa dužinom radnog hoda od 250 nm.



Slika 4. Linearni naizmjenični modul CSM nanotribometra

Nanotribometar, kao laboratorijski uređaj, omogućava jednostavno i efikasno kvantifikovanje trenja na nano nivou. On spada u grupu instrumenata za ispitivanja u nano oblasti koja zahtevaju kontakt sa uzorkom [6]. Na slici 5. šematski je prikazan princip rada nanotribometra.



Slika 5. Šematski prikaz principa rada nanotribometra [5]

Neke osobine nanotribometra su:

- Sile se mogu menjati u širokom opsegu tokom ispitivanja.
- Direktno se mere x-, y- i z- pomeranja uzorka.
- Komercijalno postoji veći broj senzora sile za ugradnju na konzolu nanotribometra (od  $0.1\text{N/m}$  do  $1000\text{N/m}$ ).
- Kontaktne dimenzije su u opsegu od  $1\text{nm}$  do  $10\mu\text{m}$ .
- Preizna kalibracija merenja trenja i habanja.
- Linearno ili rotaciono kretanje uzorka.
- Automatsko isključivanje pri postizanju graničnih vrednosti za koeficijent trenja ili ukupnog broja zadatih ciklusa.
- Ispitivanje kompatibilno sa ASTM G99 i DIN 5032 standardima.
- Kontinualno merenje dubine habanja.

Analiza fenomena habanja pri linearnom naizmjeničnom kretanju je veoma važna jer se mnogi primeri realne prakse mogu simulirati na ovaj način. Potrebno je u većoj meri povezati fenomen habanja sa topografijom površine i kretanjem čestica u zoni kontakta, na osnovu čega je moguće razviti određene modele habanja [7]. Za takav tip ispitivanja nanotribometar je od neosporne važnosti.

Oblasti primene nanotribometrijskih ispitivanja variraju u širokom rasponu, kao što je su istraživanja u oblastima novih materijala, novih sredstava za hlađenje i podmazivanje, SHP aditivi, sistemi sa samopodmazivanjem, zaštitne prevlake, optičke prevlake otporne na grebanje, prevlake otporne na habanje kao što su TiN, TiC, DLC prevlake, boje i polimeri ili farmaceutska ispitivanja (tablete, implantati), biotriboška ispitivanja i dr. U svakoj od ovih oblasti a i šire, rezultati dosadašnjih istraživanja ukazuju na značaj daljeg rada.

### 3.1 Tribološka ispitivanja prevlaka

Mehaničke karakteristike tankih filmova i prevlaka na nano nivou ne mogu se meriti precizno primenom tehnika merenja kao što su testovi mikrotvrdoće ili testovi na istezanje predviđeni za određivanje zapreminskih karakteristika, već se primenjuje metoda nanotiskivanja. Podaci dobijeni primenom nanotribometra mogu se primeniti za dalju optimizaciju karakteristika procesa. Tribološko ponašanje prevlaka generalno je oblast značajnih istraživanja s aspekta velikog broja industrijskih primena.

Različiti modeli habanja, optimizacija uslova nanošenja prevlaka, modeli poboljšanja uniformnosti površinskih karakteristika neke su od oblasti vezane za istraživanje prevlaka u kojima su instrumenti za ispitivanje materijala na nano nivou značajni, jer se mogu dobiti informacije koje se odnose na adhezione procese, stick-slip fenomen i dr. što dalje omogućava proučavanje mehanizama trenja [8], [9].

Poboljšanjem karakteristika na nano nivou iznalaze se različiti načini za produženje životnog veka i smanjenje potrošnje energije posmatranog sistema, čime se daje doprinos njegovoj održivosti [10]. Rezultati merenja na tribometru omogućavaju ispitivanje prevlaka kvantifikovanjem vrednosti za koeficijent trenja i stepen habanja čime se uspostavljaju relacije između karakteristika modela habanja i strukture površine. Očekuje se realizacija preciznih modela habanja kojima bi se vršilo predviđanje habanja za određene sisteme i unapređenje primenjenih materijala.

Ispitivanja prevlaka spadaju u multidisciplinarna jer povezuju različite oblasti istraživanja neophodne za potpuno razumevanje i unapređenje postojećih procesa u sistemu. Projekat finansiran u okviru FP5 istraživačkog programa sa akronimom NANOTRIB [11], [12] sastojao se od 6 zasebnih projekata koji su zajedno predstavljali zajednički rad 60

partnera iz 16 zemalja u oblasti istraživanja podmazivanja na nanonivou i površina sa niskim nivoom trenja. Delovi ovog velikog projekta predstavljali su istraživanja u sledećim oblastima: prevlake sa niskim nivoom trenja; procesi obrade tvrdih prevlaka za mikropodmazivanje; razvoj prevlaka od nanokompozita s aspekta unapređenja konkurentnosti ali i očuvanja životne sredine; nanostrukturne prevlake za tribološke aplikacije; prevlake od nanokompozita otporne na habanje; samopodmazujuće PVD prevlake za alate i komponente; površinski slojevi sa smanjenim nivoom trenja i habanja i dr. [12].

Neki veoma važni rezultati i zaključci ovog projekta u oblasti razvoja prevlaka su [12]: razvoj relativno debelih samopodmazujućih prevlaka, 100-500  $\mu\text{m}$ , za primenu u oblasti mašinske industrije; razvoj tankih samopodmazujućih prevlaka, 1-50  $\mu\text{m}$ , za primenu u oblasti avionske i automobilske industrije; razvoj novih kompozitnih praškastih materijala za proizvodnju samopodmazujućih prevlaka sa povećanom otpornošću na habanje na temperaturama do 900°C u vakuumu i na vazduhu (nanopraškasti materijali na bazi Ni-Al, nanokompoziti na bazi Fe-Al, WC/Co tvrdi metali kao nanomaterijali). Tribometar koji poseduje visoku preciznost merenja je neophodan za evaluaciju trenja, habanja, podmazivanja i životnog veka u prethodnim oblastima istraživanja prevlaka sa samopodmazivanjem.

Posebno značajna oblast razvoja prevlaka su ispitivanja u oblasti alatnih prevlaka. Odgovarajuće površinske modifikacije alata i istraživanja u ovoj oblasti su od najvećeg značaja za savremene alate i procese [13], [14]. Zahtevi koji se postavljaju prevlakama za alatne mašine povećavaju se naročito uvođenjem novih savremenih materijala koji se obrađuju. Inovativne prevlake i unapređeni tehnološki procesi neophodni su s aspekta savremenih zahteva tržišta. Ispitivanja karakteristika novih višeslojnih nano prevlaka (kao što je na primer TiAlCrN/NbN) koje pokazuju značajno smanjenje stepena habanja u poređenju sa standardnim alatnim prevlakama je takođe veoma značajna oblast [15].

Istraživačka oblast koja se izdvaja kao veoma značajna poslednjih godina su organske prevlake. Na primer, prevlake od polimera na substratu od legure aluminijuma su relevantne za širok spektar oblasti primene kao što su građevinska, automobilska ili avio industrija. Mehanizmi adhezije i procesi koji se odvijaju u uskoj zoni granice/međusloja prevlaka – substrat određuju ponašanje i makro karakteristike takvih sistema. Ovakvi sistemi privlače veliku pažnju zbog svojih izuzetnih mehaničkih i termičkih svojstava [16]. Nanotribometar je za ovakve sisteme važan deo laboratorijske opreme. Cilj je ispitivanje svojstva ovakvih prevlaka u različitim uslovima primene i njihovo dalje unapređenje sa tribološkog aspekta kao i sa aspekta šire industrijske primene.

Razvoj procesa habanja pri izuzetno niskim opterećenjima i pri malom kontaktu je oblast koja je od primarnog interesa za razvoj nanotribologije [17]. Inovativne procedure i metode testiranja treba istraživati i primenjivati na takav način da omoguće bolje razumevanje osnovnih triboloških procesa na nano / mikro nivou, kao i unapređenje već postojećih procedura testiranja. Razumevanje tribološkog ponašanja na nano nivou omogućava bolju kontrolu tribološkog funkcionisanja na makro nivou. Nanotribometrija treba da omogući upoznavanje uticaja većeg broja različitih parametara procesa, na nano nivou, na posmatrane tribološke sisteme, kao i da ih poveže u sveobuhvatniju celinu.

#### 4. ZAKLJUČCI

Tribološko ponašanje materijala na nano nivou potrebno je proučavati sa donekle različitim skupom posmatranih

parametara u poređenju sa klasičnim tradicionalnim pristupom. Od velike je važnosti detaljnije istraživanje fenomena i manipulacije materije na nano nivou. Primena takvih saznanja omogućava uvođenje novih formi proizvodnih procesa, novih proizvoda i usluga.

Teorijska proučavanja trenja na nivou atoma i molekula još uvek zahtevaju ozbiljniju potvrdu sa praktičnog aspekta. Nanostrukture kreirane između površina u relativnom kretanju osnova su za mehanizme disipacije energije. Neka predviđanja istraživanja u ovoj oblasti ukazuju na mogućnost kreiranja frikcionih površina na takav način da zadovoljavaju prethodno definisane uslove s aspekta koeficijenta trenja.

#### LITERATURA

- [1.] *Bhushan B. (ed.)*, Nanotribology and Nanomechanics, Springer, 2005.
- [2.] Friction, Lubrication, and Wear Technology, Volume 18, ASM Metals Handbook, ASM International, 1992.
- [3.] *Ivkovic B., Rac A.*, Tribology (in Serbian), Yugoslav Tribology Society, 1995.
- [4.] Hafnium-based Intel® 45nm Process Technology, <http://www.intel.com/technology/45nm/index.htm>
- [5.] *CSM bulletin*, Tribology at Nanometer scale, <http://www.csm-instruments.com>
- [6.] *Chen G. X., Zhou Z. R.*, Study on transition between fretting and reciprocating sliding wear, Vol. 250, Wear, 2001.
- [7.] *I. Samerski (Sp), et al.*, Influence of the Surface Topography on the Transition between High and Low Wear Regimes under Multidirectional Reciprocating Sliding, International Symposium on Friction, Wear and Wear Protection, 9-11 April, 2008., Germany
- [8.] *Stachowiak G.W., Batchelor A.W.*, Fretting and Minor Wear Mechanisms, Engineering Tribology, 2006.
- [9.] *Bhushan B. (ed.)*, Springer handbook of nanotechnology, Springer, 2004.
- [10.] *Bhushan B., et al. (ed.)*, Applied Scanning Probe Methods, Springer, 2005.
- [11.] *Živić F.*, Nanotribometer Area of Application, Tribology in industry, vol. 29, No. 3&4, 2007.
- [12.] NANOTRIB cluster, [http://ec.europa.eu/research/industrial\\_technologies/articles/article\\_360\\_en.html](http://ec.europa.eu/research/industrial_technologies/articles/article_360_en.html)
- [13.] *Schulte J.*, Nanotechnology, Global Strategies, Industry Trends and Applications, John Wiley & Sons Ltd, 2005.
- [14.] *Warnke C. (Sp), et al.*, High Performance PVD-Coatings for Tools, International Symposium on Friction, Wear and Wear Protection, 9-11 April, 2008., Germany
- [15.] *L. Ning, S.C. Veldhuis, K. Yamamoto*, Investigation of wear behaviour and chip formation for cutting tools with nano-multilayered TiAlCrN/NbN PVD coating, International Journal of Machine Tools and Manufacture, Vol.48, 2008.
- [16.] *Girardi F.*, et al, Inorganic-organic hybrid materials with zirconium oxoclusters as protective coatings on aluminium alloys, Progress in Organic Coatings, Vol.62, 2008.
- [17.] *Achanta S., Drees D., Celis J.P.*, Friction and nanowear of hard coatings in reciprocating sliding at milli-Newton loads, Vol. 259, Wear, 2005