

Badania wpływu powłok grafenowych na mikrogeometrię powierzchni

Effect of application of graphene coatings on surface microgeometry

JAN TOMASIK
MARTA WIŚNIEWSKA*

Przedstawiono wyniki badań wpływu powłok grafenowych na strukturę geometryczną powierzchni. Pomiar mikrogeometrii wykonano za pomocą profilometru Form Talysurf PGI 830 firmy Taylor Hobson oraz interferometru światła białego CCI SunStar tego samego producenta.

SŁOWA KLUCZOWE: grafen, mikrogeometria powierzchni, profilometria

Effect of application of graphene coatings on surface microgeometry has been investigated. The research work was carried out with use of the Form Talysurf PGI 830 profilometer and the CCI SunStar white light interferometer. Both instruments were acquired from Taylor Hobson.

KEYWORDS: graphene, surface microgeometry, profilometry

Autorzy artykułu uczestniczą w realizacji projektu badawczego, którego głównym celem jest opracowanie metody nanoszenia powłok grafenowych na powierzchnie zminiaturyzowanych elementów mechanicznych (kół zębatych, łożysk ślizgowych), pracujących w specjalnych warunkach i charakteryzujących się odpowiednią odpornością mechaniczną. Grafen, czyli warstwa węgla o grubości jednego atomu, cieszy się ogromnym zainteresowaniem naukowców i inżynierów ze względu na swoje wyjątkowe właściwości oraz mnogość potencjalnych zastosowań [1, 2]. Skutkuje to m.in. gwałtownym postępem w dziedzinie badań nad wysokiej jakości cienkimi powłokami grafenowymi o jednorodnej grubości, stosowanymi na dużych powierzchniach.

Ze względu na fakt, że pojedyncza warstwa grafenu jest bardzo cienka, mikrogeometria powierzchni, na którą nakłada się grafen, ma kluczowe znaczenie dla osiągnięcia przez powłokę odpowiednich właściwości mechanicznych. W artykule przedstawiono wyniki badań porównawczych mikrogeometrii powierzchni próbek testowych przed nałożeniem i po nałożeniu grafenu.

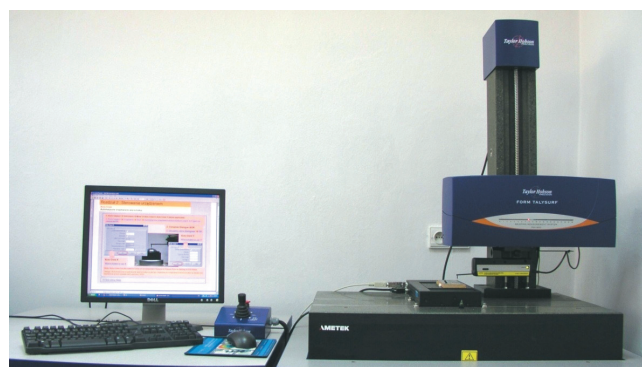
Stanowiska pomiarowe, przedmiot i metodyka badań

Do przeprowadzenia badań wykorzystano najnowszej generacji profilometr do pomiarów stykowych PGI 830 (rys. 1), umożliwiający pomiar chropowatości, falistości i kształtu, a także profilometr optyczny CCI SunStar (rys. 2). Najważniejsze parametry metrologiczne tych urządzeń zestawiono w tabl. I i II [3, 4].

Przedmiotem badań, które polegały na pomiarach mikrogeometrii powierzchni przed nałożeniem i po nałożeniu grafenu, były próbki testowe o wymiarach 20 × 20 mm, wykonane z brązów berylowego i krzemowego (z domieszkami miedzi i aluminium) oraz ze stali (45, 40HM-T, 35HGS) z miedzią cyjankaliczną i elektrolityczną. Powierzchnie próbek zostały obrobione w procesach:

- dokładnego frezowania,
- średnio dokładnego szlifowania,
- dokładnego szlifowania.

Pomiary właściwe poprzedzono pomiarami wstępnymi w celu wyznaczenia odpowiedniego odcinka elementarnego [5] oraz określenia charakteru struktury nierówności powierzchni, aby ustalić liczbę pomiarów dla jednej próbki.



Rys. 1. Profilometr do pomiarów stykowych (PGI 830)

TABLICA I. Najważniejsze parametry techniczno-metrologiczne profilometru PGI 830

Rodzaj głowicy pomiarowej	laserowa
Zakres pomiarowy (oś Z, dla końcówki o długości ramienia 60 mm), mm	8,3
Krok próbkowania, μm	0,125
Rozdzielczość przetwornika, nm	0,8
Osiowa nieliniowość (oś Z), μm	0,07 + 0,03 Z *
* wartość Z w mm	

Rys. 2. Profilometr optyczny (CCI SunStar) [4]



TABLICA II. Najważniejsze parametry techniczno-metrologiczne profilometru CCI SunStar

Zakres pomiarowy (Z), mm	2,2
Rozdzielczość (Z), nm	0,01
Powiększenie obiektywu	10×
Ogniskowa, mm	7,4
Rozdzielczość optyczna (X, Y), μm	1,02
Zakres pomiarowy (X × Y), mm	1,65 × 1,65

* Dr inż. Jan Tomasiak (j.tomasik@mchtr.pw.edu.pl), mgr inż. Marta Wiśniewska (martwisn@mchtr.pw.edu.pl) – Instytut Metrologii i Inżynierii Biomedycznej, Wydział Mechatroniki Politechniki Warszawskiej

W czasie pomiarów wyznaczano wartości czterech parametrów amplitudowych (R_a , R_z , R_p , R_v) oraz dwóch współczynników udziału materiałowemu ($Mr1$ i $Mr2$).

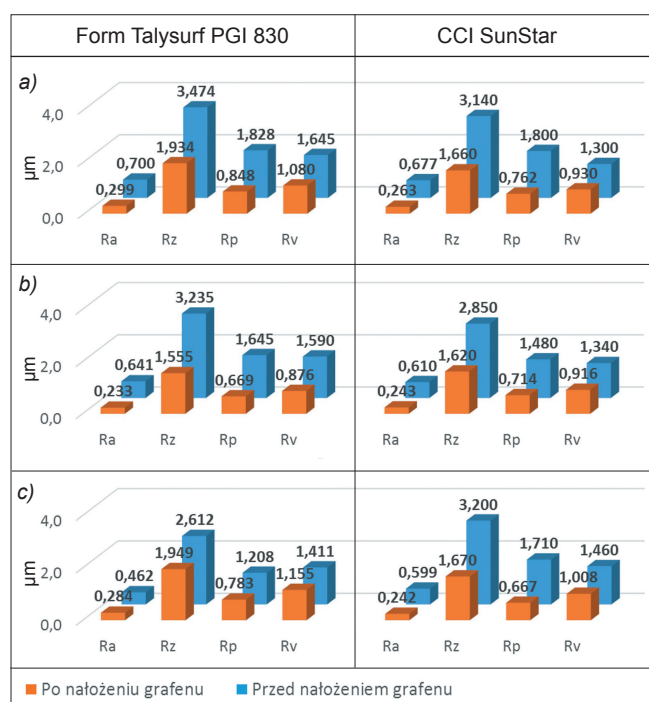
W pomiarach profilometrem PGI 830 wykorzystano końcówkę pomiarową o promieniu zaokrąglenia ostrza odwzorowującego $2\ \mu\text{m}$. Ponadto przed przystąpieniem do pomiarów przeprowadzono kalibrację na kuli kalibracyjnej. Zgodnie z zaleceniami producenta (firmy Taylor Hobson) parametr Pt (maksymalna wysokość nierówności dla profilu niefiltrowanego) nie powinien przekraczać wartości $0,15\ \mu\text{m}$ (po kalibracji przeprowadzonej przed pomiarami Pt wyniósł $0,037\ \mu\text{m}$).

Wyniki pomiarów i ich analiza

Ze względu na trudności (wyjaśnienie ich przyczyn wymaga odrębnych analiz), jakie wystąpiły podczas prób nałożenia grafenu na powierzchnie próbek wykonanych z brązu berylowego i krzemowego, dalej przedstawiono jedynie wyniki pomiarów mikrogeometrii powierzchni próbek testowych ze stali z naniesioną miedzią elektrolityczną i cyjankaliczną.

W analizie wyników uwzględniono wartości średnie parametrów z trzech pomiarów wykonanych dla każdej powierzchni próbki przed nałożeniem i po nałożeniu grafenu. Uzyskane wartości parametrów chropowatości przedstawiono graficznie w postaci wykresów słupkowych (rys. 3). Ich analiza potwierdza, że powierzchnie próbek po nałożeniu grafenu są gładziej od powierzchni wyjściowych (dla próbek z nałożoną warstwą grafenu wartości mierzonych parametrów uzyskane w obu metodach pomiarowych – stykowej i bezstykowej – są dwu-, a niekiedy nawet trzykrotnie mniejsze). Polepszenie gładkości powierzchni wynika jednak nie tylko z nałożenia warstwy grafenu (która – jak wiadomo – jest bardzo cienka), lecz także ze zmian zachodzących na powierzchni miedzianej pod wpływem wysokiej temperatury (występującej w procesie nakładania grafenu), co potwierdzono w badaniach wstępnych.

Widoczne na rys. 3 różnice w wartościach parametrów uzyskanych dla obu metod pomiarowych (większe wartości otrzymano w badaniach urządzeniem CCI SunStar) wynikają prawdopodobnie z faktu, że pomiar wykonany profilometrem optycznym ma charakter powierzchniowy, stąd wyższe

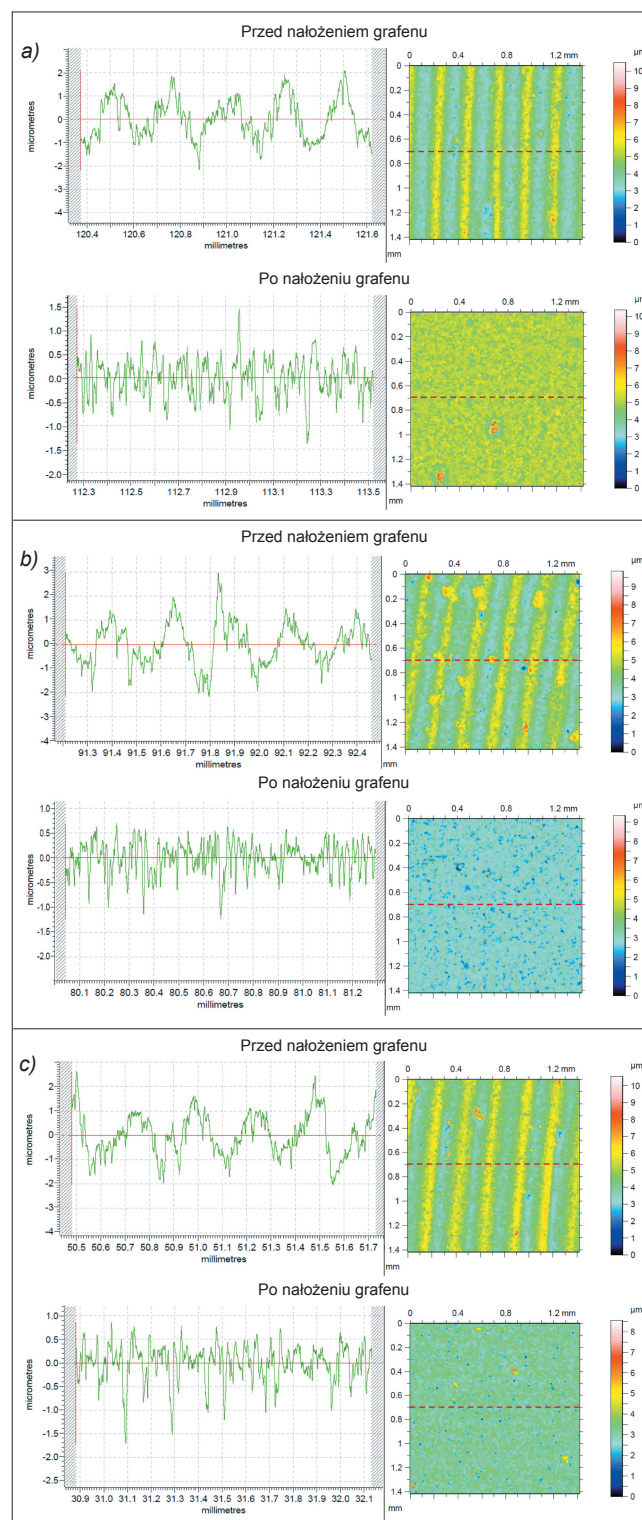


Rys. 3. Przykładowe parametry chropowatości uzyskane w pomiarach stykowych (wykonanych profilometrem Form Talysurf PGI 830) i bezstykowych (wykonanych profilometrem CCI SunStar) dla powierzchni próbki – po nałożeniu i przed nałożeniem grafenu – ze stali: a) 45, b) 40HM-T, c) 35HGS

prawdopodobieństwo zarejestrowania nierówności o większej amplitudzie [6].

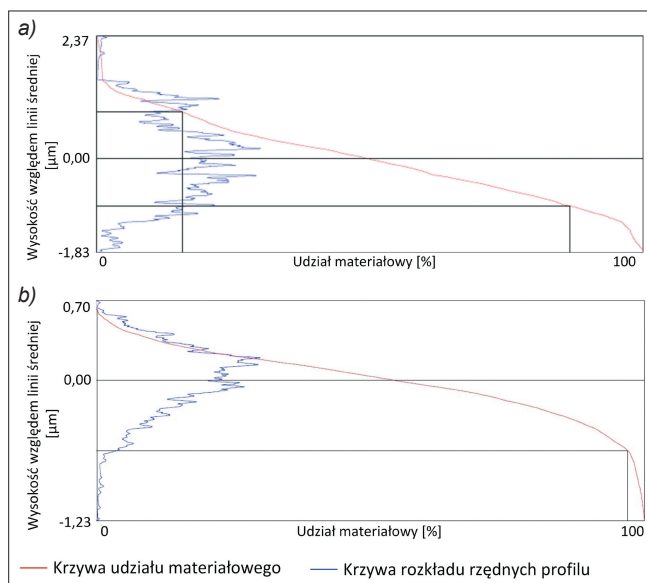
Warto nadmienić, że aby uzyskać zmniejszenie chropowatości powierzchni, warstwa grafenu musi być ciągła. Przed jego nałożeniem należy więc starannie oczyścić powierzchnię.

Wyniki pomiarów powierzchni próbek w sposób graficzny pokazano na rys. 4 (czerwoną linią przerywaną wyróżniono profile, dla których wyznaczano wartości parametrów chropowatości w pomiarach z użyciem mikrointerferometru światła białego). Na ilustracjach wyraźnie widać, że powierzchnie o zdefiniowanej strukturze nierówności przed nałożeniem



Rys. 4. Przykładowe profilogramy zarejestrowane profilometrem PGI 830 (po lewej) oraz fragmenty powierzchni uzyskane z profilometru CCI SunStar (po prawej) dla próbek, przed nałożeniem i po nałożeniu grafenu, wykonanych ze stali: a) 45, b) 40HM-T, c) 35HGS

grafenu stają się powierzchniami o losowej strukturze nierówności. Potwierdzają to również przykładowe krzywe rozkładu rzędnych profilu i udziału materiałowego zamieszczone na rys. 5. Wśród pomiarów wykonanych przez autorów w ramach projektu badawczego były i takie, które wskazywały, że chropowatość powierzchni wzrosła po nałożeniu grafenu, na co jednak mogły mieć wpływ zmiany struktury nierówności spowodowane wysoką temperaturą występującą w trakcie procesu nakładania grafenu (częściowo zostało to potwierdzone w badaniach wstępnych).



Rys. 5. Przykładowe krzywe rozkładu rzędnych profilu i udziału materiałowego dla próbki ze stali 40HM-T: a) przed nałożeniem grafenu, b) po nałożeniu grafenu

Podsumowanie

Uzyskane dotychczas wyniki potwierdzają, że po nałożeniu grafenu powierzchnia staje się mniej chropowata, a struktura nierówności bardziej równomierna. Aby uzyskać jak najlepsze efekty po nałożeniu warstwy grafenu, powierzchnia przed jego nałożeniem powinna być gładka – co najmniej w takim stopniu jak powierzchnia uzyskana po procesie średnio dokładnego szlifowania – oraz starannie oczyszczona i odtłuszczona. Należy sądzić, że po nałożeniu równomiernej warstwy grafenu na powierzchnię elementów maszynowych polepszą się jej właściwości trybologiczne, co będzie przedmiotem dalszych badań.

Praca została wykonana w ramach projektu Graf-Tech/NCBR/05/13/2012 „Grafenowe pokrycia specjalnych kół zębatych i łożysk ślizgowych”, finansowanego przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju w latach 2012-2014.

LITERATURA

1. Geim A. "Graphene: status and prospects". *Science*. 324 (2009) 5934: pp. 1530-1534.
2. Ujjal K.S. "Graphene: a rising star on the horizon of materials science". *International Journal of Electrochemistry*. 2012 (2012) ID 237689: p. 12.
3. Taylor Hobson Precision "Form Talysurf PGI 830. Bearing Measurement Systems". Leicester 2006.
4. Taylor Hobson Precision "CCI HD. HD-3D surface and film thickness optical profiler". Leicester 2011.
5. PN-EN ISO 4288:2011. Specyfikacje geometrii wyrobów (GPS) – Struktura geometryczna powierzchni: Metoda profilowa – Zasady i procedury oceny struktury geometrycznej powierzchni
6. Tomasiak J. „Badania porównawcze mikrogeometrii powierzchni w układzie 2D i 3D”. *Mechanik* 8-9/2009: s. 722-726. ■