

СКРЕТЧ-ТЕСТИРОВАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКИХ НИКЕЛЕВЫХ ПОКРЫТИЙ НА УГЛЕПЛАСТИКОВОЙ ПОДЛОЖКЕ

© 2021

Р. К. Салахова кандидат технических наук, начальник сектора;
Ульяновский научно-технологический центр Всероссийского института
авиационных материалов (УНТЦ ВИАМ), г. Ульяновск;
lab2viam@mail.ru

С. Г. Кирилин ведущий инженер-технолог;
Ульяновский научно-технологический центр Всероссийского института
авиационных материалов (УНТЦ ВИАМ), г. Ульяновск;
lab2viam@mail.ru

А. Б. Тихообразов ведущий инженер-технолог;
Ульяновский научно-технологический центр Всероссийского института
авиационных материалов (УНТЦ ВИАМ), г. Ульяновск;
lab2viam@mail.ru

Т. Б. Смирнова инженер-технолог;
Ульяновский научно-технологический центр Всероссийского института
авиационных материалов (УНТЦ ВИАМ), г. Ульяновск;
lab2viam@mail.ru

Предложен способ количественной оценки адгезионной прочности никелевых покрытий к углепластику КМУ-11-М2.200 методом склерометрии с применением лабораторного скретч-тестера, имеющего расширенные возможности благодаря работе по двум программам нагружения и дополнительному способу регистрации момента разрушения покрытия по изменению силы сопротивления царапанию. Представлен внешний вид и принципиальная схема нестандартного скретч-тестера СТ-01, разработанного в УНТЦ ВИАМ. Проведено скретч-тестирование никелевых покрытий, полученных традиционным электрохимическим способом в ванне и методом локального натирания, при этом рассмотрены два способа предварительной подготовки поверхности углепластика перед никелированием (пескоструйная обработка и травление в растворе азотной кислоты). Методом оптической микроскопии исследована морфология поверхности и определена толщина никелевых покрытий, осаждённых в ванне методом натирания. Путём совмещения полученных царапин с графиками зависимости нагрузки индентора и силы сопротивления от перемещения индентора определена критическая нагрузка, при которой фиксируется сплошное разрушение покрытия с отслоением. На основе формул П. Бенджамина и К. Вивера рассчитана адгезионная прочность никелевых покрытий и показано, что прочность сцепления никелевых покрытий, осаждённых в ванне, в 1,6 раза выше, чем покрытий, полученных методом натирания. Представлены результаты скретч-тестирования и описан характер разрушений никелевых покрытий при позиции индентора более 25 мм.

Скретч-тестер; склерометрия; углепластик; никелевое покрытие; адгезионная прочность; индентор; микротвёрдость

Цитирование: Салахова Р.К., Кирилин С.Г., Тихообразов А.Б., Смирнова Т.Б. Скретч-тестирование электролитических никелевых покрытий на углепластиковой подложке // Вестник Самарского университета. Аэрокосмическая техника, технологии и машиностроение. 2021. Т. 20, № 4. С. 100-114. DOI: 10.18287/2541-7533-2021-20-4-100-114

Введение

Переход к новым классам авиационных материалов и покрытий требует проведения глубоких системных исследований их свойств, а также ставит задачи по разработке новых методик испытаний в условиях, приближенных к эксплуатационным. Если для традиционных покрытий металлических материалов практически все методы контроля систематизированы и стандартизованы [1; 2], то для покрытий, осаждённых на неметаллические материалы, отсутствуют не только стандартные методики испытаний, но и

недостаточно сведений о разработанных и применяемых нестандартизированных методах исследований. В настоящее время весомую долю неметаллических материалов составляют полимерные композиционные материалы (ПКМ), основным потребителем которых является авиационно-космическая отрасль и оборонно-промышленный комплекс в целом [3]. Стремительно растущий интерес к композиционным материалам объясняется прежде всего тем, что на сегодня металлы не всегда отвечают потребностям современной инженерной практики [4 – 6]. Качество ПКМ, уровень их свойств определяется не только природой составляющих компонентов (матрица и армирующий наполнитель), но и использованием упрочняющей обработки и специальной защиты для обеспечения надёжности и безопасности работы конструктивных элементов. Процесс электрохимического никелирования ПКМ как раз и предлагается как новый способ одновременной защиты конструкций из угле- и стеклопластика от накопления статического электричества, поражения молниевым разрядом, а также эрозионного изнашивания [7].

Исследованию физико-механических свойств системы «углепластик – никелевое покрытие» с использованием нестандартного метода скретч-тестирования (склерометрии) посвящена данная работа. Метод склерометрии изначально был разработан в минералогии и является одним из старейших способов определения твёрдости и прочности материалов [8; 9]. Наиболее распространённым и универсальным из методов царапания является индентирование, широко применяемое для определения свойств поверхности по глубине от десятков нанометров до нескольких миллиметров [10]. В результате длительного развития этот простейший приём измерения превратился в тонкий многофункциональный исследовательский инструмент, пригодный для решения разнообразных инженерных задач, в том числе для определения механических свойств поверхности и покрытий (твёрдость [11], адгезионная и когезионная прочность, износостойкость [12]) и для оценки их линейных размеров (топография поверхности, шероховатость, толщина и структура [13]).

Метод склерометрии заключается в движении нагруженного индентора по поверхности образца. Нагрузка, при которой происходит отрыв покрытия, называется критической, и её величина зависит от адгезионной прочности испытуемого покрытия к подложке [14]. При этом очевидно, что использование исследователями различных инденторов позволяет получать лишь относительные результаты, применимые для одинаковых условий испытания.

В странах Евросоюза метод склерометрии (scratch testing) стандартизован (European Standard EN10109-2) и распространяется на покрытия толщиной $0,1 \div 20$ мкм [15].

В настоящей работе представлен разработанный в УНТЦ ВИАМ «скретч-тестер» (склерометр), имеющий расширенные возможности благодаря работе по двум программам нагружения (статичное или линейно изменяемое) и дополнительному способу регистрации момента разрушения покрытия по изменению силы сопротивления царапанию. Усовершенствованный лабораторный склерометр СТ-01, подключенный к персональному компьютеру, позволяет проводить количественную оценку прочности сцепления гальванических покрытий толщиной до 15 мкм с помощью специального программного обеспечения путём регистрации текущей нагрузки на индентор и силы сопротивления с построением графиков зависимости этих сил от перемещения индентора. Ранее на простейшем скретч-тестере без программного обеспечения (первый вариант) можно было лишь качественно оценить адгезию никель-кобальтового покрытия к ПКМ [16].

Цель данных исследований – количественная оценка адгезионных характеристик никелевого покрытия к углепластику с помощью модернизированного лабораторного

скретч-тестера СТ-01. Метод расчёта и предлагаемые для вычислений формулы лежат в основе модели адгезии тонких металлических плёнок П. Бенджамина и К. Вивера при царапании, согласно которой прочность сцепления плёнки с основой определяется усилием сдвига на плёнке при пластической деформации подложки и растяжении плёнки [17 – 19]. По мере увеличения нагрузки усилие сдвига повышается, пока не достигнет значения, при котором сцепление между плёнкой и основанием разрушается (критическая нагрузка), что вызывает отслоение покрытия при горизонтальном движении индентора. По теории Вивера адгезия может полностью объясняться силами Ван-дер-Ваальсовского взаимодействия на границе раздела между плёнкой и подложкой без прямой зависимости от механических свойств того и другого [20]. Понятно, что предложенная Вивером теория несовершенна, поскольку идеализирована форма отпечатка при царапании и не учитывается различная степень деформации покрытия и подложки в центральной и периферийной областях контакта, отсюда некоторое численное расхождение между экспериментальными и теоретическими значениями силы сдвига. В работе [21] предпринята попытка модификации модели Бенджамина и Вивера, что позволило предсказать экспериментальные результаты с точностью около 10%.

До сих пор самым распространенным методом количественной оценки прочности сцепления покрытий с основой остаётся метод отрыва. В работе [7] нами была экспериментально определена адгезионная прочность никелевого покрытия к стекло- и углепластику этим методом с помощью механического адгезиметра Elcometer 106. Нельзя сопоставлять численные значения прочности сцепления, полученные разными методами испытаний, т.е. адгезионные характеристики, вычисленные при скретч-тестировании, могут существенно отличаться от значений, полученных методом отрыва. Даже при использовании одного метода сравнивать результаты можно только в случае проведения испытаний при одинаковых условиях.

Материалы и методы

В качестве объекта исследования был использован углепластик КМУ-11-М2.200 на основе связующего ЭДТ-69Н. Из данного материала были изготовлены образцы размером 50×50×2. Никелирование образцов проводили из электролита Уоттса (ГОСТ 9.305-84, состав 1) двумя способами: традиционным – в гальванической ванне и методом электронатирания на лабораторной установке металлизации ПКМ, разработанной в УНТЦ ВИАМ [22]. Принципиальное отличие метода натирания заключается в том, что процесс локального никелирования осуществляется вне ванны путём натирания поверхности углепластика (катод) подвижным никелевым анодом, размещённым внутри чехла из сипрона и полипропиленовой ткани, при непрерывной подаче электролита к покрываемой поверхности с помощью насоса. Метод натирания может быть востребован при металлизации крупногабаритных деталей.

Процесс получения электропроводного подслоя химической меди был разработан на основе технологических карт ГОСТ 9.313-89, литературных данных [23 – 25] и полученного опыта предыдущих работ [7]. Наряду с пескоструйной обработкой поверхности углепластика корундовым песком F100 перед нанесением химической меди было выполнено травление образцов в концентрированной азотной кислоте в течение 5 минут [26; 27]. Проведён анализ прочности сцепления никелевого покрытия к углепластику в зависимости от вида предварительной подготовки поверхности основы перед осаждением покрытия.

Толщину никелевого покрытия определяли металлографическим методом с использованием инвертируемого микроскопа OLYMPUS GX-41. Также с помощью данного микроскопа проводили оптическое исследование полученных после скретч-тестирования царапин (ширина бороздок, форма навалов, трещины и сколы покрытий).

Микротвёрдость подложки (полимерной матрицы углепластика) измеряли с помощью микротвердомера ПМТ-3М по ГОСТ 9450, нагрузка на индентор составила 10 г.

Царапание никелированных образцов углепластика проводили с помощью лабораторного скретч-тестера СТ-01, внешний вид которого и принципиальная схема представлены на рис. 1, 2.



Рис. 1. Внешний вид скретч-тестера СТ-01

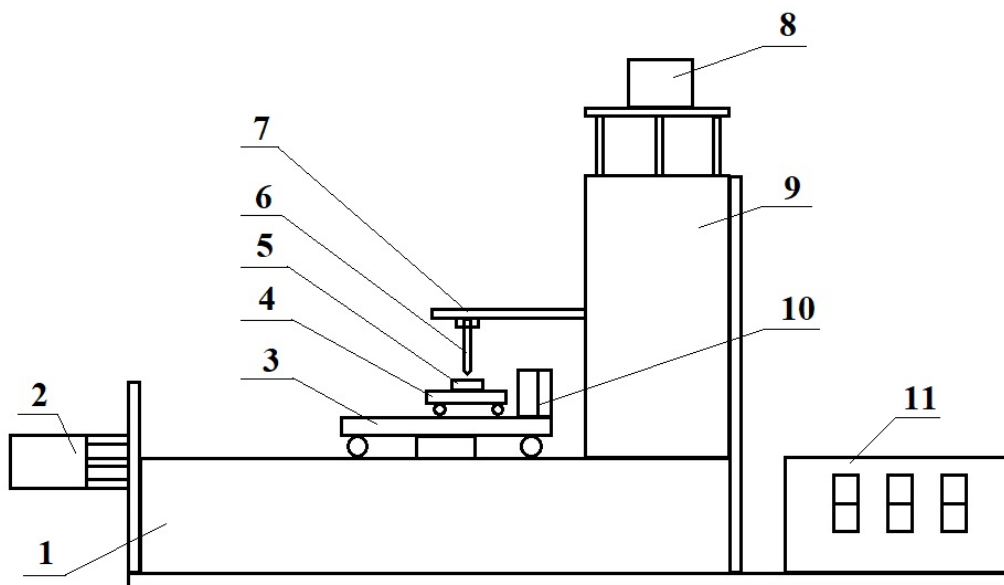


Рис. 2. Принципиальная схема скретч-тестера СТ-01:

1 – неподвижная платформа; 2 – двигатель привода подвижной платформы; 3 – подвижная платформа; 4 – тележка установки образца; 5 – образец; 6 – алмазный индентор; 7 – тензодатчик нагрузки индентора; 8 – двигатель привода индентора; 9 – привод индентора; 10 – тензодатчик силы сопротивления; 11 – блок управления

На подвижную тележку 4, расположенную на подвижной платформе 3 под индентором, устанавливается образец 5. С помощью электронного блока управления 11 вы-

бирается программа нагружения индентора b : при постоянной нагрузке с заданной длиной царапины – программа I, либо с изменяемой нагрузкой (возрастающей или убывающей) – программа II. Через привод 9 с помощью двигателя 8 индентор опускается до поверхности образца и начинается процесс нагружения. Как только нагрузка достигнет установленного на дисплее значения, двигатель подвижной платформы 2 запустит движение подвижной платформы 3 и начнётся процесс царапания. На дисплее пульта управления и мониторе компьютера будут отображаться нагрузка на индентор P и сила сопротивления царапанию – F . Критическая нагрузка W фиксировалась по изменению силы сопротивления и визуально-оптическим контролем царапины на наличие сколов и отслоений покрытия.

Индентор представляет собой алмазный конус, угол при вершине которого составляет 120° , а радиус скругления вершины равен 0,2 мм. Технические характеристики скретч-тестера СТ-01: нагрузка индентора на образец от 0 до 10 кгс; скорость нагружения 10 кгс/мин; максимальная длина царапания 40 мм; скорость царапания 1 мм/с; максимальные габариты образца: 50×45 мм.

Адгезионную прочность никелевого покрытия к углепластику (N , МПа) вычисляли по формуле [17; 19]:

$$N = 9,8 \frac{a D}{\sqrt{r^2 - a^2}}, \quad (1)$$

где D – микротвёрдость подложки, кг/мм^2 ; микротвёрдость полимерной матрицы углепластика равна 28 кг/мм^2 ; r – радиус индентора, равный 0,2 мм; a – радиус контакта при критической нагрузке, мм, равный

$$a = \sqrt{\frac{W}{\pi D}}, \quad (2)$$

где W – критическая нагрузка на индентор, кг.

Результаты и их обсуждение

Процесс металлизации образцов из углепластика состоял из трёх основных этапов:

1) подготовка образцов под осаждение электропроводного слоя, включающая последовательное выполнение следующих технологических операций:

- пескоструйная обработка поверхности корундовым песком F100;
- химическое обезжиривание;
- травление в неорганических кислотах;
- сенсбилизация;
- палладиевая активация;

2) химическое осаждение электропроводного слоя (химическое меднение);

3) электрохимическое никелирование в ванне и методом натирания.

Описание всех операций процесса никелирования углепластика приведено в ранее опубликованной работе [7], в которой детально рассматриваются особенности химико-гальванической металлизации ПКМ.

Внешний вид образцов из углепластика с никелевым покрытием, осаждённым в ванне и методом электронатирания, представлен на рис. 3. Оба способа электроосаждения обеспечивают получение полублестящего, сплошного, без видимых дефектов никелевого покрытия.

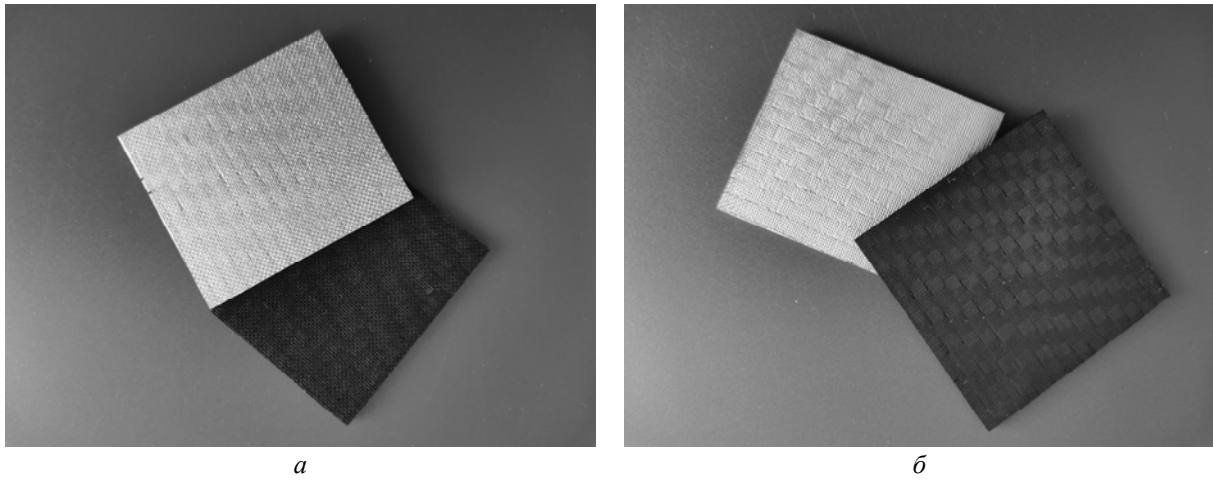


Рис. 3. Внешний вид никелевого покрытия:
 а – осаждение в ванне; б – осаждение методом натирания

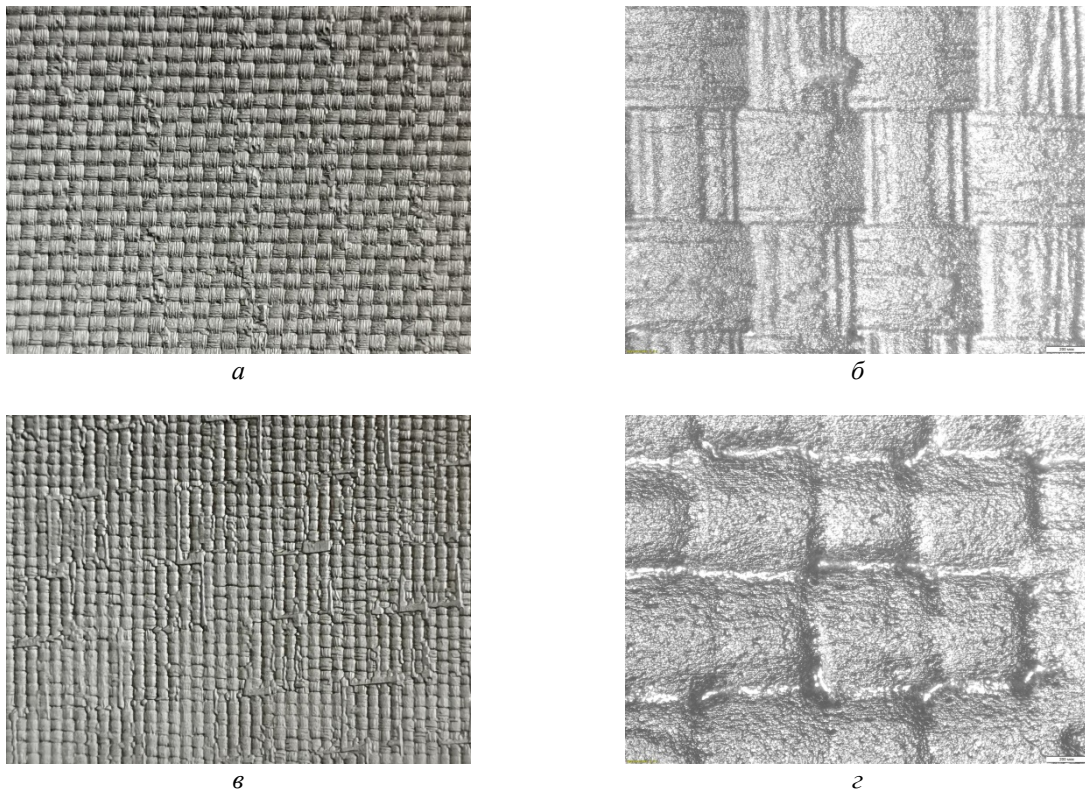


Рис. 4. Морфология никелевого покрытия:
 а, б – осаждение в ванне; в, г – осаждение методом натирания

Методом оптической микроскопии исследована морфология поверхности (рис. 4) и определена толщина никелевого покрытия (рис. 5). Как видно из рисунков, осадки, получаемые методом натирания, более компактные, с выраженной границей переплетения «уток-основа» ввиду осаждения методом натирания неравномерного по толщине покрытия, что подтверждается результатами металлографического исследования поперечных шлифов. Установлено, что толщина никелевого покрытия, полученного в ванне, составляет 8...10 мкм, методом натирания – 8...15 мкм.

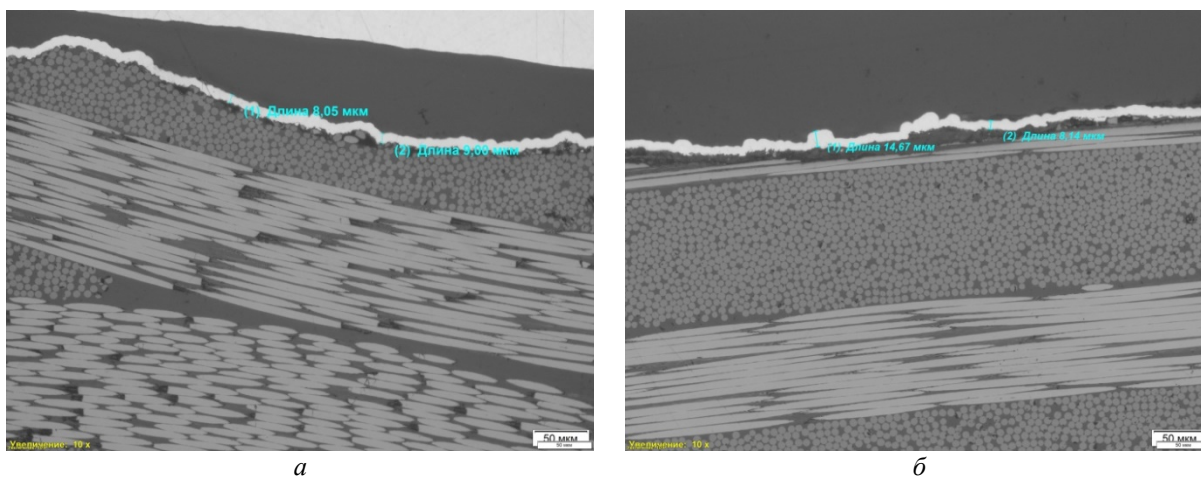


Рис. 5. Металлографическое исследование никелевого покрытия на углепластике: а – осаждение в ванне; б – осаждение методом натирания

Металлическое покрытие на полимерном материале можно рассматривать как систему «твёрдое покрытие на мягкой подложке», для которой при царапании реализуется механизм хрупкого разрушения, вызванного критическими растягивающими напряжениями на границе раздела [28]. Схема поперечного сечения царапины представлена на рис. 6. Характер хрупкого разрушения никелевого покрытия будет зависеть от таких факторов как твёрдость покрытия и подложки, вертикальная нагрузка на индентор и параметров, связанных с условиями испытания.

На рис. 7 – 10 представлены результаты скретч-тестирования никелевых покрытий, полученных в ванне и методом электронатирания, при подготовке поверхности углепластика двумя способами: пескоструйная обработка и пескоструйная обработка + травление. Для наглядности проведено совмещение полученных царапин с графиками зависимости нагрузки индентора и силы сопротивления от перемещения индентора. За критическую нагрузку принимали нагрузку, при которой фиксируется начальный участок сплошного разрушения покрытия с отслоением. Как видно из рисунков, характер разрушения покрытий можно также описывать по ходу кривых силы сопротивления: в момент отслоения покрытия от подложки сопротивление возрастает и по мере перемещения индентора по основе остаётся практически неизменным до следующей стадии разрушения покрытия, при которой сопротивление вновь начнёт увеличиваться. Амплитуда силы сопротивления зависит от шероховатости поверхности образцов, в нашем случае определяется характером переплетения жгутов углеткани.

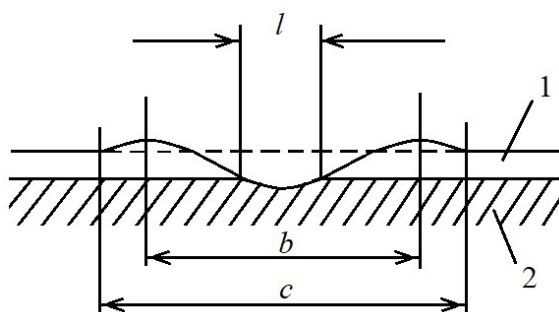


Рис. 6. Схема поперечного сечения царапины:
1 – никелевое покрытие; 2 – подложка (углепластик); l – ширина дорожки (трека) индентора;
 b – расстояние между гребнями; c – общая ширина деформированной зоны

По формулам (1) и (2) рассчитана адгезионная прочность никелевых покрытий, адгезионные характеристики покрытий приведены в табл. 1. Анализ рисунков и данных таблицы свидетельствует о том, что дополнительная операция травления после пескоструйной обработки способствует заметному повышению адгезионной прочности никелевых покрытий, прочность сцепления никелевых покрытий из ванны в 1,6 раза выше, чем прочность сцепления покрытий, полученных методом натирания.

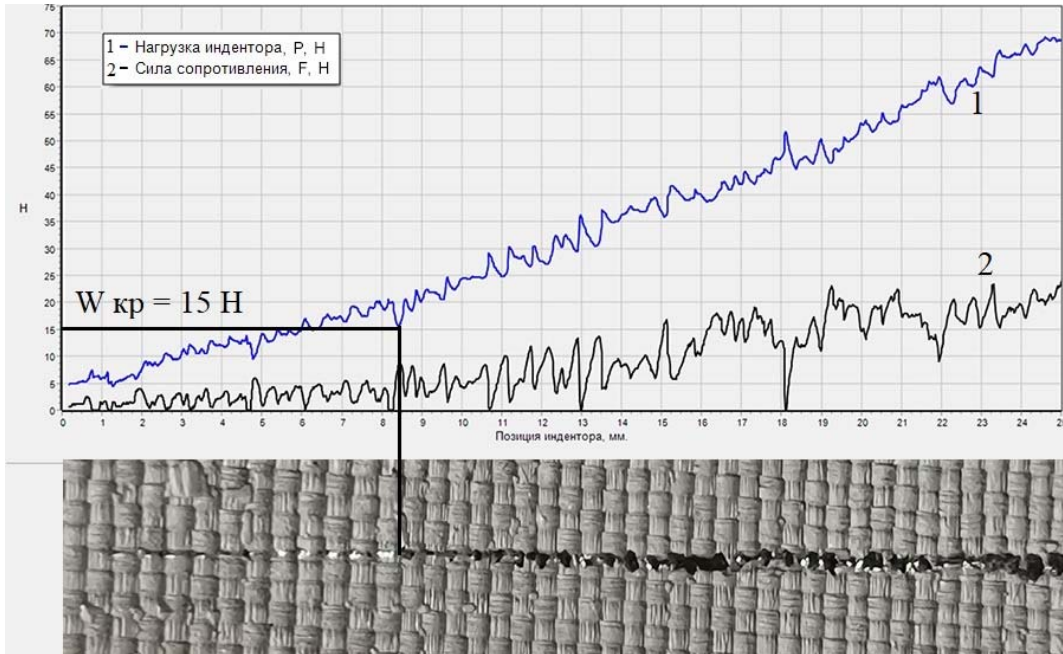


Рис. 7. Скретч-тест никелевого покрытия, полученного в ванне (пескоструйная обработка)

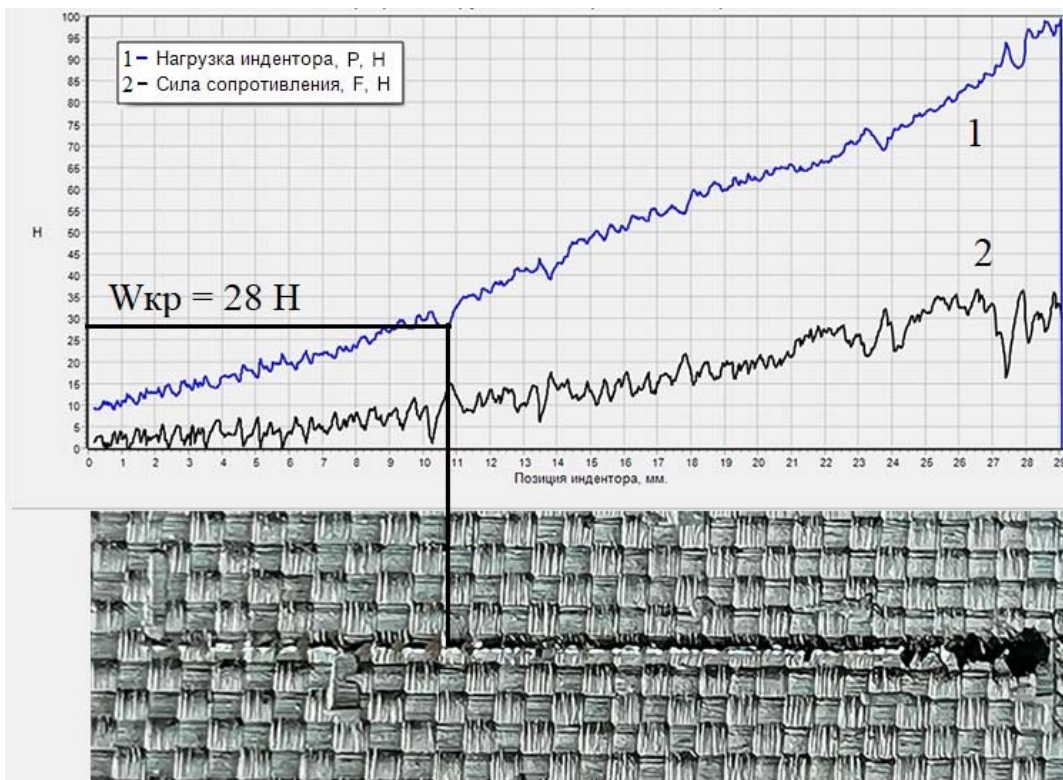


Рис. 8. Скретч-тест никелевого покрытия, полученного в ванне (пескоструйная обработка + травление)

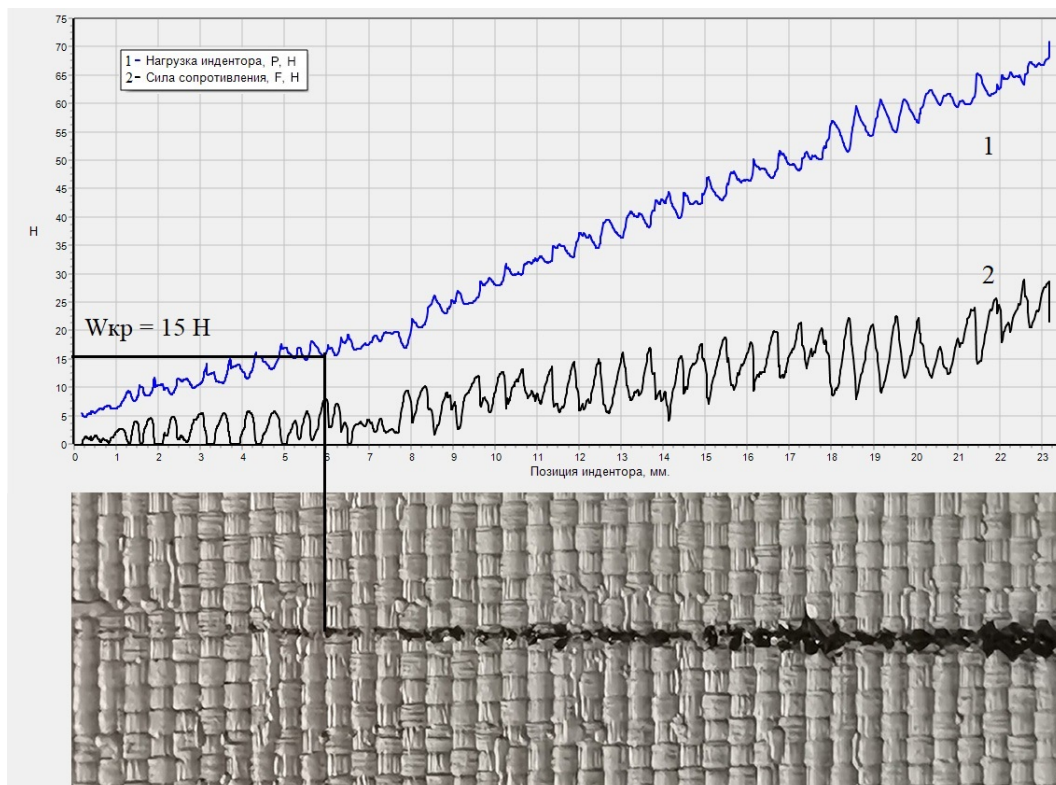


Рис. 9. Скретч-тест никелевого покрытия, полученного методом электронатирания (пескоструйная обработка)

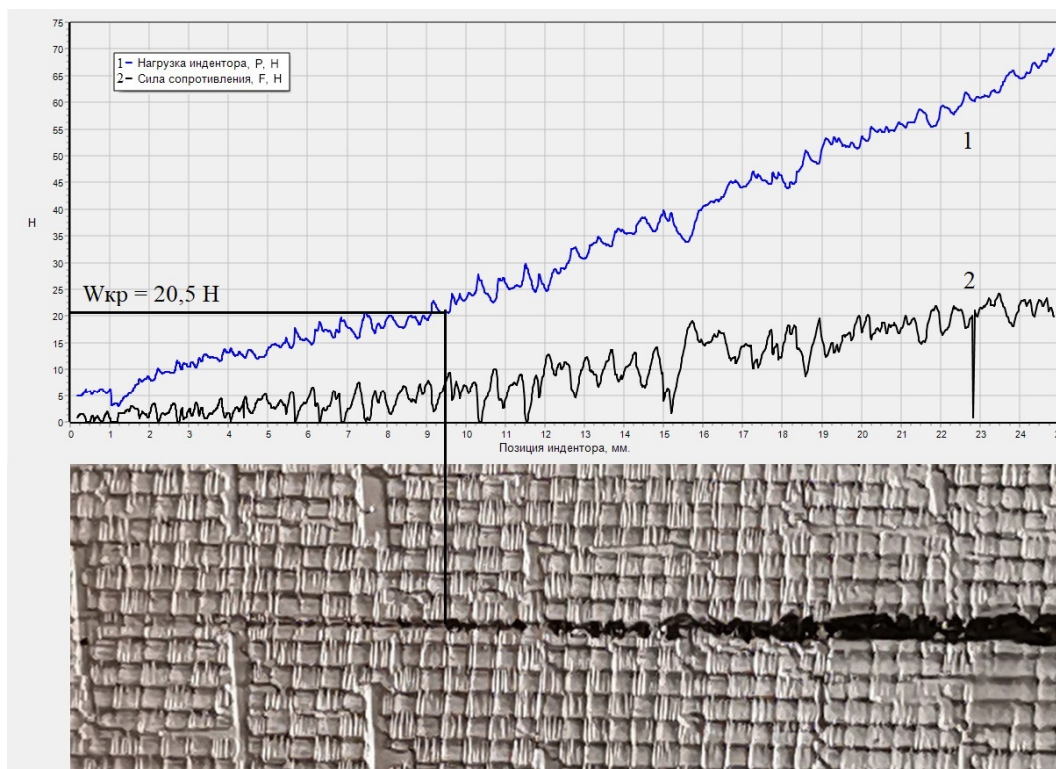


Рис. 10. Скретч-тест никелевого покрытия, полученного методом электронатирания (пескоструйная обработка + травление)

Таблица 1. Адгезионные характеристики никелевых покрытий на углепластике

№	Никелевое покрытие		Критическая нагрузка W , (Н/кг)	Радиус контакта при критической нагрузке, мм	Адгезионная прочность N , (МПа)
1	Осаждение в ванне	пескоструйная обработка	15/1,53	0,132	238,3
2		пескоструйная обработка + травление	28/2,86	0,180	552,5
3	Осаждение методом натирания	пескоструйная обработка	15/1,53	0,132	238,3
4		пескоструйная обработка + травление	20,5/2,09	0,154	343,4

Конечная стадия разрушения никелевых покрытий при скретч-тестировании представлена на рис. 11 и описана в табл. 2. При меньшей нагрузке на индентор (69 Н против 78 Н) степень повреждения никелевых покрытий, полученных методом натирания, значительно больше, чем покрытий, осаждённых в ванне.

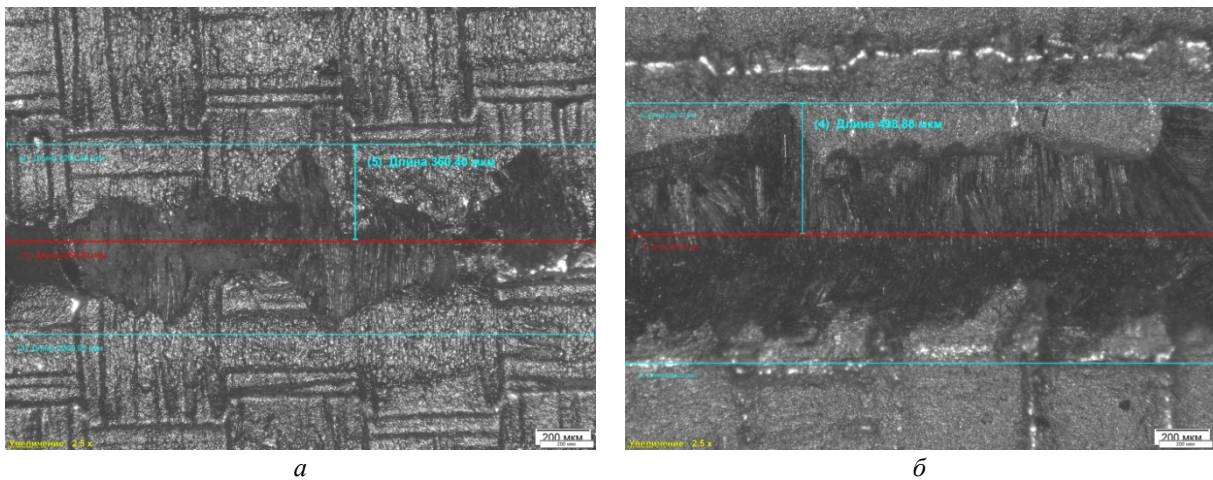


Рис. 11. Характер разрушения никелевого покрытия (пескоструйная обработка + травление) при позиции индентора 25 мм: а – осаждение в ванне; б – осаждение методом натирания

Таблица 2. Характеристики царапин никелевого покрытия (зона разрушения при позиции индентора 25 мм)

№	Способ осаждения никелевого покрытия	Нагрузка на индентор P , (Н)	Сила сопротивления F , (Н)	Полуширина царапины, мм	Характер разрушения
1	Ванна	78	30	0,36	Растрескивание покрытия кольцевидной формы
2	Метод натирания	69	24	0,49	Сплошное растрескивание покрытия по обе стороны канавки

Заключение

1. Предложен способ количественной оценки адгезионной прочности электролитических покрытий методом скретч-тестирования.
2. Для повышения адгезионной прочности никелевых покрытий на углепластике рекомендуется после пескоструйной обработки проводить операцию травления в азотной кислоте.
3. Адгезионная прочность никелевых покрытий, осаждённых в ванне, в 1,6 раза выше, чем покрытий, полученных методом натирания.

Библиографический список

1. Ковенский И.М., Поветкин В.В. *Металловедение покрытий*. М.: СП Интермет Инжиниринг, 1999. 296 с.
2. Салахова Р.К., Тихообразов А.Б. Термостойкость электролитических хромовых покрытий // *Авиационные материалы и технологии*. 2019. № 2 (55). С. 60-67. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-2-60-67
3. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения и цифровые технологии их переработки // *Вестник Российской академии наук*. 2020. Т. 90, № 4. С. 331-334. DOI: 10.31857/S0869587320040052
4. Каблов Е.Н. Композиты: сегодня и завтра // *Металлы Евразии*. 2015. № 1. С. 36-39.
5. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // *Интеллект и технологии*. 2016. № 2 (14). С. 16-21.
6. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. № 1 (34). С. 3-33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33
7. Салахова Р.К., Тихообразов А.Б., Смирнова Т.Б., Кирилин С.Г. Химико-гальваническая металлизация угле- и стеклопластика // *Гальванотехника и обработка поверхности*. 2020. Т. 28, № 3. С. 13-21. DOI: 10.47188/0869-5326_2020_28_3_13
8. Львова Н.А., Кравчук К.С., Широков И.А. Алгоритмы обработки изображений царапин в методе склерометрии // *Физика твёрдого тела*. 2013. Т. 55, № 8. С. 1570-1577.
9. Орешко Е.И., Уткин Д.А., Ерасов В.С., Ляхов А.А. Методы измерения твёрдости материалов (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2020. № 1 (85). С. 101-117. DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-1-101-117
10. Селиванов К.С. Оценка прочности материала поверхности при его испытании методом «скретч-тест» // *Вестник УГАТУ*. 2015. Т. 19, № 1 (67). С. 100-106.
11. Вешкин Е.А., Постнов В.И., Семенычев В.В., Крашенинникова Е.В. Исследование микротвёрдости и склерометрических характеристик связующего УП-2227Н, отверждённого при различных режимах // *Авиационные материалы и технологии*. 2018. № 1 (50). С. 39-45. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-1-39-45
12. Шугуров А.Р., Акуликин А.А., Панин А.В., Сергеев В.П., Калашников М.П., Воронов А.В., Cheng С.-Н. Исследование трещиностойкости покрытий TiAlN методом скретч-тестирования // *Физическая мезомеханика*. 2015. Т. 18, № 6. С. 66-74.
13. Гуляев А.И, Медведев П.Н., Сбитнева С.В., Петров А.А. Экспериментальное исследование по оценке адгезионной прочности «волокно – матрица» в углепластике на основе эпоксидного связующего, модифицированного полисульфоном //

Авиационные материалы и технологии. 2019. № 4 (57). С. 80-86. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-80-86

14. Анищик В.М., Кулешов А.К., Углов В.В., Русальский Д.П., Сыщенко А.Ф. Определение адгезионной прочности Mo-Ti-N и Mo-Cu-N покрытий на установке «скретч-тестер» // Приборы и методы измерений. 2015. № 1 (10). С. 81-86.

15. Кузнецова Т.А. Особенности разрушения при трении и адгезионная прочность комбинированных многослойных покрытий на основе Ti и ZrHf на стали P6M5 // Трение и износ. 2006. Т. 27, № 1. С. 69-77.

16. Семенычев В.В., Салахова Р.К. Оценка адгезии никель-кобальтового покрытия к стекло- и углепластику методом царапанья // Труды ВИАМ. 2016. № 7 (43). С. 48-57. DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-7-6-6

17. Benjamin P., Weaver C. The adhesion of metals to crystal faces // Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences. 1963. V. 274, Iss. 1357. P. 267-273.

18. Weaver C. Adhesion of thin films // Journal of Vacuum Science and Technology. 1975. V. 12, Iss. 1. P. 18-25. DOI: 10.1116/1.568754

19. Mittal K.L. Adhesion measurement of thin films // ElectroComponent Science and Technology. 1976. V. 3. P. 21-42. DOI: 10.1155/apec.3.21

20. Weaver C. Adhesion of high energy surfaces // In book: «Adhesion Fundamentals and Practice». London: Maclaren & Sons Ltd, 1969. P. 46-57.

21. Lee K.-R., Yong Eun K., Kim I., Kim J. Design of W buffer layer for adhesion improvement of DLC films on tool steels // Thin Solid Films. 2000. V. 377-378. P. 261-268. DOI: 10.1016/S0040-6090(00)01429-2

22. Салахова Р.К., Налетов Б.П., Тюриков Е.В. Электроосаждение гальванических покрытий методом натирания // Авиационные материалы и технологии. 2009. № 2 (11). С. 25-29.

23. Капица М. Активация поверхности диэлектрика // Технологии в электронной промышленности. 2005. № 5. С. 22-25.

24. Капица М. Химическая металлизация диэлектрика // Технологии в электронной промышленности. 2006. № 1. С. 35-39.

25. Мелашенко Н.Ф. Гальванические покрытия диэлектриков: справочник. Минск: Беларусь, 1987. 176 с.

26. Рахметулина Л.А., Гоц И.Ю., Закирова С.М. Влияние предварительной обработки поверхности углеродного волокна на скорость металлизации при химическом меднении с последующим электрохимическим осаждением на композитную основу // Вестник Казанского технологического университета. 2012. Т. 15, № 15. С. 145-148.

27. Тихомиров А.С., Сорокина Н.Е., Авдеев В.В. Модифицирование поверхности углеродного волокна растворами азотной кислоты // Неорганические материалы. 2011. Т. 47, № 6. С. 684-688.

28. Белов В.К. Геометрические и силовые параметры скретч-теста // Актуальные проблемы современной науки, техники и образования. 2019. Т. 10, № 1. С. 153-155.

SCRATCH TESTING OF ELECTROLYTIC NICKEL COATINGS ON A CARBON FIBER REINFORCED PLASTIC SUBSTRATE

© 2021

- R. K. Salakhova** Candidate of Science (Engineering), Head of Sector;
Ulyanovsk Science and Technology Center of All-Russian Research Institute
of Aviation Materials (USTC VIAM), Ulyanovsk, Russian Federation;
lab2viam@mail.ru
- S. G. Kirilin** Leading Process Engineer;
Ulyanovsk Science and Technology Center of All-Russian Research Institute
of Aviation Materials (USTC VIAM), Ulyanovsk, Russian Federation;
lab2viam@mail.ru
- A. B. Tikhoobrazov** Leading Process Engineer;
Ulyanovsk Science and Technology Center of All-Russian Research Institute
of Aviation Materials (USTC VIAM), Ulyanovsk, Russian Federation;
lab2viam@mail.ru
- T. B. Smirnova** Engineer;
Ulyanovsk Science and Technology Center of All-Russian Research Institute
of Aviation Materials (USTC VIAM), Ulyanovsk, Russian Federation;
lab2viam@mail.ru

A method for quantitative assessment of the strength of nickel coatings' adhesion to CFRP KМУ-11-M2.200 by the sclerometry method with the use of a laboratory scratch tester is proposed. The method has expanded capabilities due to the operation according to two loading programs and an additional technique for recording the moment of destruction of the coating by changing the scratch resistance force. The appearance and schematic diagram of the non-standard ST-01 scratch tester, developed at the STCU VIAM, are presented. Scratch testing of nickel coatings obtained by the traditional electrochemical method in a bath and by the method of local brushing was carried out, with two methods of pre-treatment of the carbon fiber surface before nickel plating being considered (sandblasting and nitric acid etching). The surface morphology was investigated by optical microscopy and the thickness of nickel coatings deposited in the bath and by brushing was determined. By combining the obtained scratches with the plots of the indenter load and the resistance force against the indenter displacement, the critical load is determined at which continuous destruction of the coating with delamination is recorded. Based on the formulas of P. Benjamin and K. Weaver, the adhesion strength of nickel coatings was calculated and it was shown that the adhesion strength of nickel coatings deposited in a bath is 1.6 times higher than that of coatings obtained by brushing. The results of scratch testing are presented, and the nature of the destruction of nickel coatings at an indenter position of more than 25 mm is described.

Scratch tester; sclerometry; carbon fiber reinforced plastic; nickel coating; adhesive strength; indenter; microhardness

Citation: Salakhova R.K., Kirilin S.G., Tikhoobrazov A.B., Smirnova T.B. Scratch testing of electrolytic nickel coatings on a carbon fiber reinforced plastic substrate. *Vestnik of Samara University. Aerospace and Mechanical Engineering*. 2021. V. 20, no. 4. P. 100-114. DOI: 10.18287/2541-7533-2021-20-4-100-114

References

1. Kovenskiy I.M., Povetkin V.V. *Metallovedenie pokrytiy* [Metallurgy of coatings] Moscow: SP Internet Inzhiniring Publ., 1999. 296 p.
2. Salakhova R.K., Tikhoobrazov A.B. Thermal resistance of electrolytic chromium coatings. *Aviation Materials and Technologies*. 2019. No. 2 (55). P. 60-67. (In Russ.). DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-2-60-67
3. Kablov E.N. New generation materials and technologies for their digital processing. *Herald of the Russian Academy of Sciences*. 2020. V. 90, Iss. 2. P. 225-228. DOI: 10.1134/S1019331620020124

4. Kablov E.N. Composites: today and tomorrow. *Metally Evrazii*. 2015. No. 1. P. 36-39. (In Russ.)
5. Kablov E.N. New generation materials represent the basis for innovations, technological leadership and national security of Russia. *Intellect i Tekhnologii*. 2016. No. 2 (14). P. 16-21. (In Russ.)
6. Kablov E.N. Innovative developments of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030». *Aviation Materials and Tekhnologies*. 2015. No. 1 (34). P. 3-33. (In Russ.). DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33
7. Salakhova R.K., Tikhoobrazov A.B., Smirnova T.B., Kirilin S.G. Chemical and electrochemical metallization of carbon and glasspolymer composites. *Electroplating & Surface Treatment*. 2020. V. 28, No. 3. P. 13-21. (In Russ.). DOI: 10.47188/0869-5326_2020_28_3_13
8. Lvova N.A., Kravchuk K.S., Shirokov I.A. Algorithms for processing scratch images in the sclerometry method. *Physics of the Solid State*. 2013. V. 55, Iss. 8. P. 1681-1689. DOI: 10.1134/S1063783413080179
9. Oreshko E.I., Utkin D.A., Erasov V.S., Lyakhov A.A. Methods of measurement of hardness of materials (review). *Proceedings of VIAM*. 2020. No. 1 (85). P. 101-117. (In Russ.). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-1-101-117
10. Selivanov K.S. Evaluation of the surface material strength using the scratch-test method. *Vestnik UGATU*. 2015. V. 19, no. 1 (67). P. 100-106. (In Russ.)
11. Veshkin E.A., Postnov V.I., Semenychev V.V., Krasheninnikova E.V. Research of microhardness and sclerometric characteristics of the binding UP-2227N, cured by different regimes. *Aviation Materials and Tekhnologies*. 2018. No. 1 (50). P. 39-45. (In Russ.). DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-1-39-45
12. Shugurov A.R., Akulinkin A.A., Panin A.V., Sergeev V.P., Kalashnikov M.P., Voronov A.V., Cheng C.-H. Study of crack resistance of TiAlN coatings by scratch testing. *Physical Mesomechanics*. 2017. V. 20, Iss. 2. P. 185-192. DOI: 10.1134/S1029959917020084
13. Gulyaev A.I., Medvedev P.N., Sbitneva S.V., Petrov A.A. Experimental research of «fiber-matrix» adhesion strength in carbon fiber epoxy/polysulphone composite. *Aviation Materials and Tekhnologies*. 2019. No. 4 (57). P. 80-86. (In Russ.). DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-80-86
14. Anischik V.M., Kuleshov A.K., Uglov V.V., Rusalsky D.P., Syschenko A.F. Measurement of adhesion strength of Mo-Ti-N and Mo-Cu-N coatings using "scratch-tester" device. *Devices and Methods of Measurements*. 2015. No. 1 (10). P. 81-86. (In Russ.)
15. Kuznetsova T.A. Features of damage in friction and adhesion strength of combined multilayer coatings based on Ti and ZrHf on steel P6M5. *Journal of Friction and Wear*. 2006. V. 27, no. 1. P. 69-77. (In Russ.)
16. Semenychev V.V., Salakhova R.K. Evaluation of nickel-cobalt coating adhesion to fiberglass and carbon fiber-reinforced plastic by scratching. *Proceedings of VIAM*. 2016. No. 7 (43). P. 48-57. (In Russ.). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-7-6-6
17. Benjamin P., Weaver C. The adhesion of metals to crystal faces. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*. 1963. V. 274, Iss. 1357. P. 267-273.
18. Weaver C. Adhesion of thin films. *Journal of Vacuum Science and Technology*. 1975. V. 12, Iss. 1. P. 18-25. DOI: 10.1116/1.568754
19. Mittal K.L. Adhesion measurement of thin films. *ElectroComponent Science and Technology*. 1976. V. 3. P. 21-42. DOI: 10.1155/apec.3.21
20. Weaver C. Adhesion of high energy surfaces. In book: «Adhesion Fundamentals and Practice». London: Maclaren & Sons Ltd, 1969. P. 46-57.

21. Lee K.-R., Yong Eun K., Kim I., Kim J. Design of W buffer layer for adhesion improvement of DLC films on tool steels. *Thin Solid Films*. 2000. V. 377-378. P. 261-268. DOI: 10.1016/S0040-6090(00)01429-2

22. Salakhova R.K., Naletov B.P., Tyurikov E.V. Electric deposition of the electroplated coatings with the rubbing method. *Aviation Materials and Technologies*. 2009. No. 2 (11). P. 25-29. (In Russ.)

23. Kapitsa M. Activation of dielectric material surface. *Tekhnologii v Elektronnoy Promyshlennosti*. 2005. No. 5. P. 22-25. (In Russ.)

24. Kapitsa M. Chemical metallization of dielectric material. *Tekhnologii v Elektronnoy Promyshlennosti*. 2006. No. 1. P. 26-30. (In Russ.)

25. Melashchenko N.F. *Gal'vanicheskie pokrytiya dielektrikov: spravochnik* [Plating coatings of dielectric materials: handbook]. Minsk: Belarus' Publ., 1987. 176 p.

26. Rakhmetulina L.A., Gots I.Yu., Zakirova S.M. Influence of carbon fiber surface pre-treatment on the speed of metallization in chemical copper plating with subsequent electrochemical deposition on the composite base. *Vestnik Kazanskogo Tekhnologicheskogo Universiteta*. 2012. V. 15, no. 15. P. 145-148. (In Russ.)

27. Tikhomirov A.S., Sorokina N.E., Avdeev V.V. Surface modification of carbon fibers with nitric acid solutions. *Inorganic Materials*. 2011. V. 47, Iss. 6. P. 609-613. DOI: 10.1134/S0020168511060203

28. Belov V.K. Geometric and force parameters of scratch testing. *Aktual'nye Problemy Sovremennoy Nauki, Tekhniki i Obrazovaniya*. 2019. V. 10, no. 1. P. 153-155. (In Russ.)