

ВЫСОКОРАЗРЕШАЮЩАЯ СКАНИРУЮЩАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ

В настоящей работе представлена информация о структуре и элементном составе вакуумных ионно-плазменных покрытий, сформированных на основе нитридов тугоплавких металлов. Исследования проводились методами растровой электронной и сканирующей туннельной микроскопии. Элементный состав покрытий определялся методом микрорентгеновского спектрального анализа.

Интерес к исследованию структуры ионно-плазменных покрытий связан с тем, что формирование поверхностного слоя из нитридов тугоплавких металлов обеспечивает высокие эксплуатационные свойства различных деталей.

При проведении исследований использовались растровые электронные микроскопы РЭМ-100У и JEOL JSM-T20, что позволило расширить диапазон электронно-оптического увеличения поверхности исследуемых образцов. Особенности топографии поверхности плазменных покрытий изучались методом сканирующей туннельной микроскопии с помощью микроскопа СММ-2000Т. Использование рентгеновского микроанализатора COVIBAX VS-46 совместно с растровым электронным микроскопом РЭМ-100У позволило провести качественное и количественное определение элементного состава плазменных покрытий и исследовать распределение химических элементов по поперечному сечению образцов. Электронно-оптическая система приборов обеспечивала диаметр микрозонда на уровне, позволяющем проводить элементный анализ с пространственным разрешением 70-90 нм.

Нами исследовалась структура покрытий, сформированных по вакуумной ионно-плазменной технологии /1,2/ из нитридов титана, цирко-

ния и их комбинации на поверхности инструментальной стали.

Для технологии обработки металла особый интерес представляет формирование переходной зоны в системе покрытие - подложка. На рисунках 1-4 представлены данные электронного эмиссионного анализа элементного состава по толщине покрытий из нитрида титана, сформированных на стали ХВГ. Полученные результаты показывают, что ионно-плазменное покрытие имеет четыре зоны, характеризующиеся различными структурными состояниями.

Первая зона, толщиной 6-7 мкм, соответствует нитриду титана с равномерным распределением титана по сечению слоя (рисунок 1).

Вторая зона, протяженностью 1-1,5 мкм, содержит химически не связанный титан, ее формирование определяется технологическими параметрами конденсации покрытий и характеризуется неравномерным распределением титана. На рисунке 2 приведены результаты элементного анализа, где показано изменение концентрации титана по глубине зоны.

Третья зона занимает область 0,2-0,4 мкм. По данным электронного эмиссионного анализа, подтвержденным результатами микродифракционных

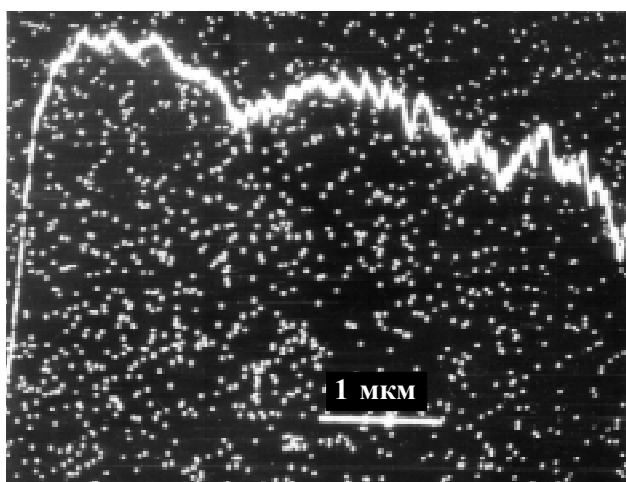


Рисунок 1. Распределение нитрида титана по площади сечения первой переходной зоны (светлые точки), по глубине слоя (светлая кривая).

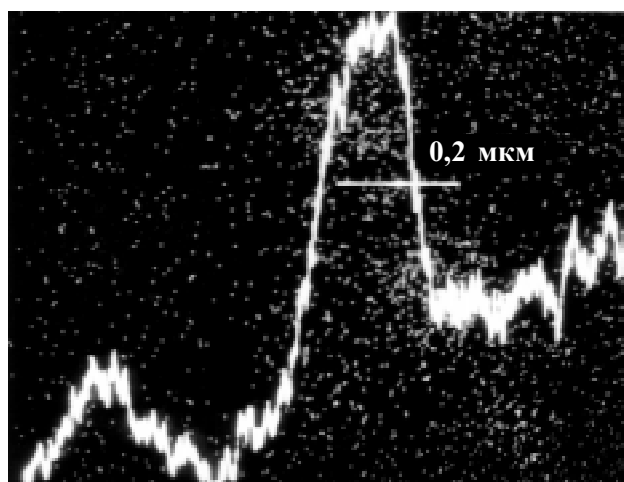


Рисунок 2. Распределение титана по площади сечения второй переходной зоны (светлые точки), по глубине - (светлая кривая).

рентгеновских исследований, данная зона формируется преимущественно из карбида титана, появление которого связано с направленной диффузией углерода из приповерхностных слоев стали-подложки в контактный слой плазменного покрытия. Четвертая область представляет собой безуглероденный слой стали толщиной 0,4-1 мкм.

На рисунке 3 приводятся данные по распределению титана в третьей зоне покрытия. На кривой зависимости концентрации титана от расстояния в глубь слоя присутствует несколько максимумов, что свидетельствует о переменной концентрации карбида титана по толщине зоны. Наличие суммарной переходной диффузионной зоны толщиной 0,6 - 1,4 мкм (рисунок 4) увеличивает адгезионную прочность связи покрытия с подложкой, что является важным фактором улучшения эксплуатационных физико-механических свойств плазменных покрытий [3].

Изучение структуры переходной зоны методом сканирующей туннельной микроскопии позволило выявить значительные различия в топографии конденсированных покрытий нитридов титана и циркония (рисунок 5-6). Сканирование проводилось по малоугловым срезам покрытий, которые получались путем ионно-плазменного травления образцов в атмосфере аргона в режиме тлеющего разряда.

Из полученных сканов можно сделать вывод, что поверхность покрытий из нитрида титана имеет преимущественно столбчатую структуру, с максимальной толщиной 332,8 нм. Для нитридо-циркониевых покрытий характерно наличие переходной зоны с чешуйчатой структурой толщиной 384,4 нм. По данным рентгеновского дифракционного анализа наличие столбчатой структуры обуславлива-

ет присутствие значительных микронапряжений и микропор, что уменьшает адгезионную и когезионную прочность покрытий.

Высокий уровень микронапряжений приводит к пластической деформации кристаллитов нитрида титана, что подтверждается результатами, полученными на растровом электронном микроскопе (рисунок 7). На рисунке 8 приводится топография поверхности переходной зоны нитридо-циркониевого покрытия, которое характеризуется сравнительно гомогенной структурой с небольшим уровнем микронапряжений, что обеспечивает высокое значение адгезионной и когезионной прочности.

Топография поверхности нитридо-титановых покрытий имеет высокоразвитую структуру с большим интервалом по дисперсности кристаллитов, с участками пластической деформации и наличием системы микропор (рисунок 5 и 9). Структура поверхности нитридо-циркониевого покрытия (рисунок 6 и 10) практически не имеет микроучастков пластической деформации, но имеет значительную концентрацию микропор.

Проведенный комплекс структурных и механических исследований плазменных покрытий показал, что наиболее высокие эксплуатационные свойства следует ожидать для покрытия из нитрида циркония, особенно это касается инструментальных сталей, работающих в сложных переменных температурно-динамических условиях [4,5].

Стандартные вакуумные ионно-плазменные покрытия на основе нитридов тугоплавких металлов не всегда обеспечивают достаточно высокие эксплуатационные свойства инструментальных сталей, особенно предназначенных для работы в сложных технологических условиях, поэтому ак-

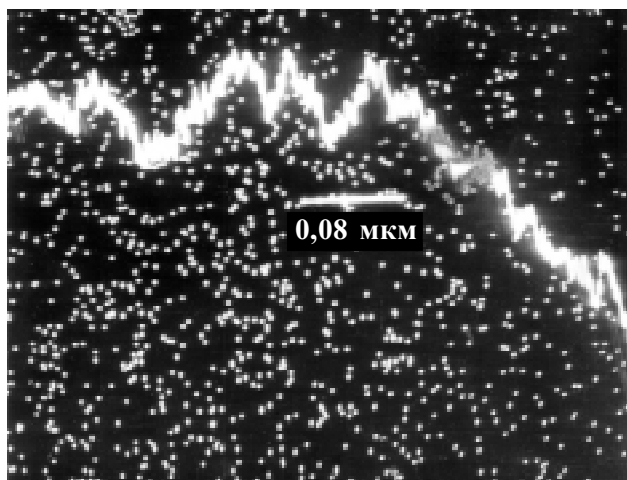


Рисунок 3. Распределение титана по площади сечения третьей переходной зоны (светлые точки), по глубине (светлая кривая).

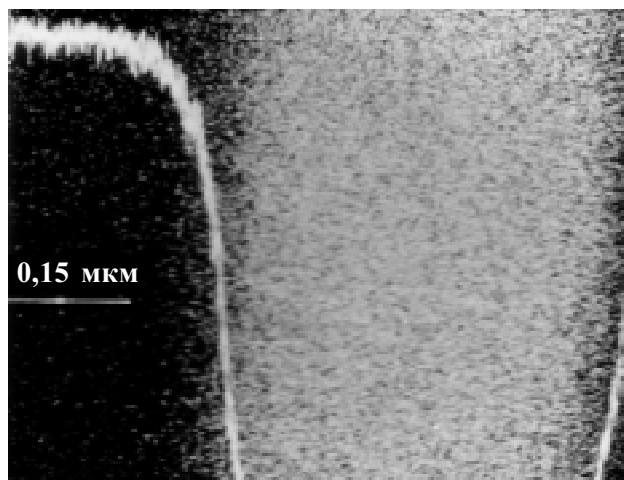


Рисунок 4. Распределение углерода в переходной диффузионной зоне по площади сечения (светлые точки), по толщине 0,8 мкм (светлая кривая)

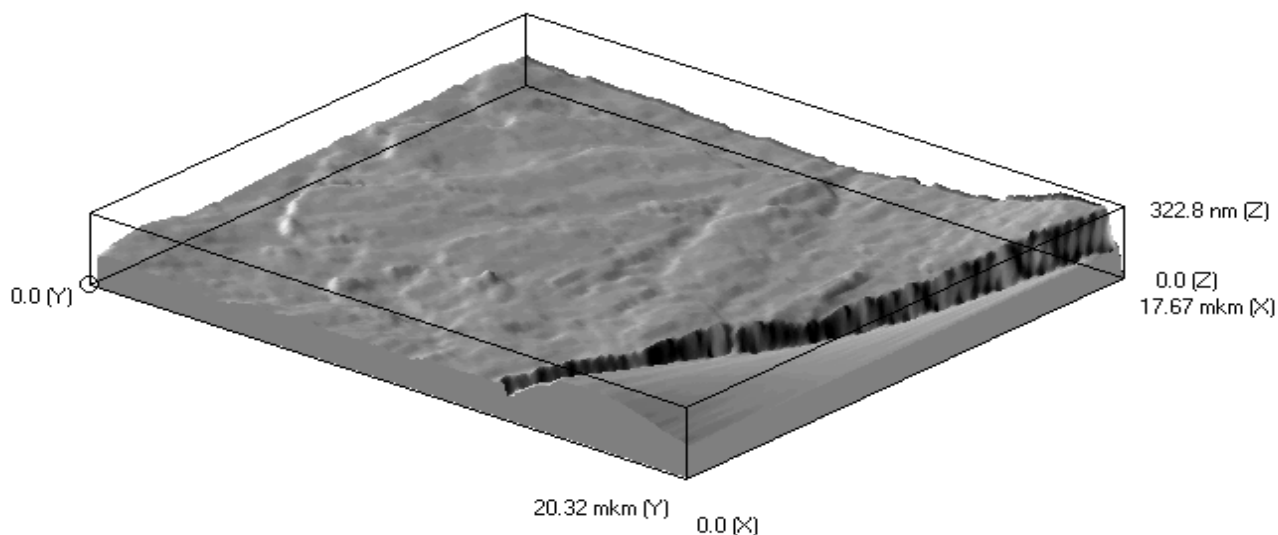


Рисунок 5. СТМ изображение структуры поверхности покрытия из нитрида титана

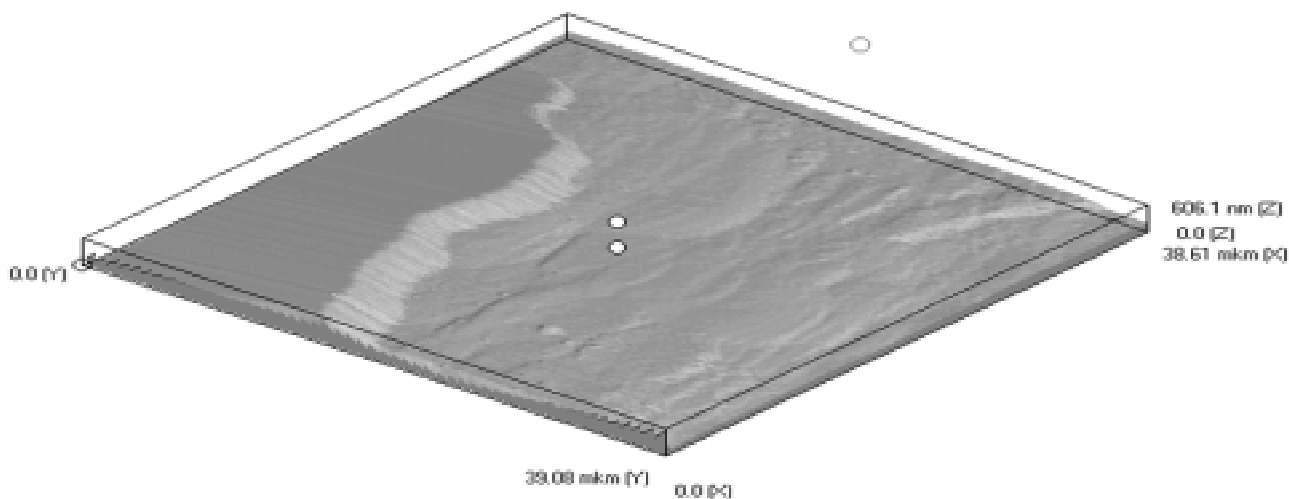


Рисунок 6. СТМ изображение структуры поверхности покрытия из нитрида циркония

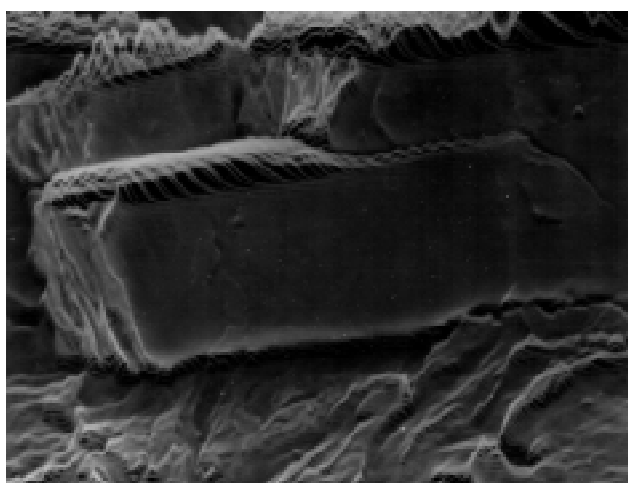


Рисунок 7. Топография поверхности покрытия из нитрида титана (РЭМ, 5500 кратное увеличение)

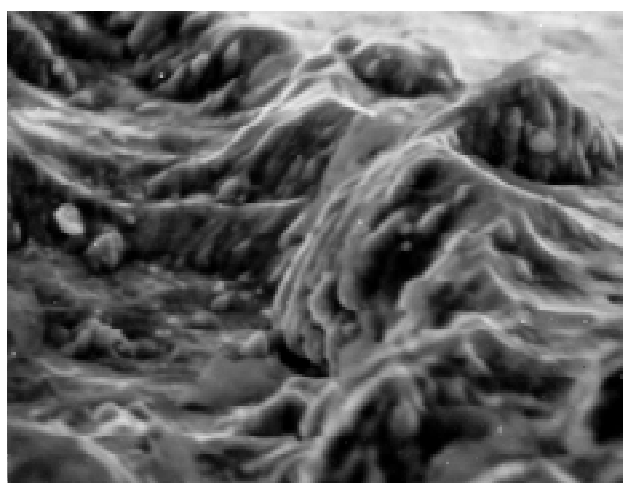


Рисунок 8. Топография поверхности покрытия из нитрида циркония (РЭМ, 4000 кратное увеличение)

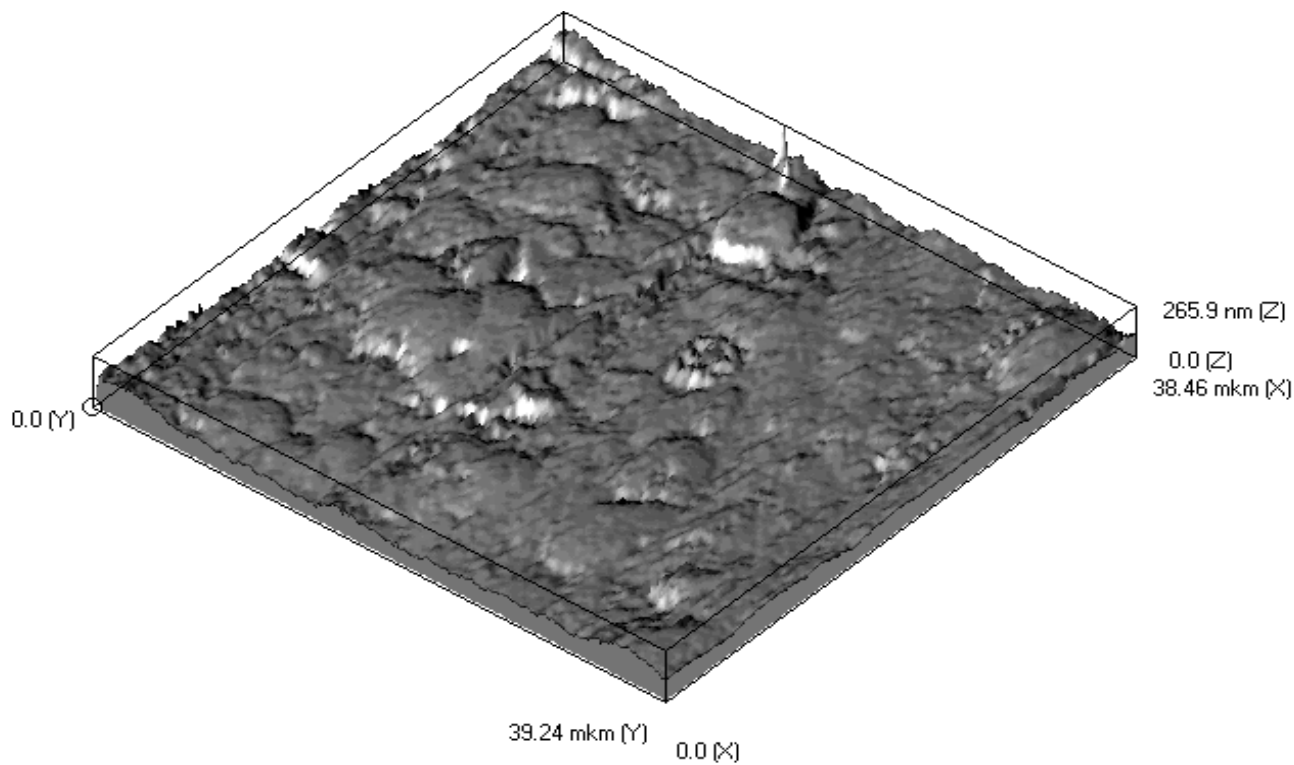


Рисунок 9. Сканограмма поверхности нитридо-титанового покрытия, СТС-метод, разрешение 800 нм

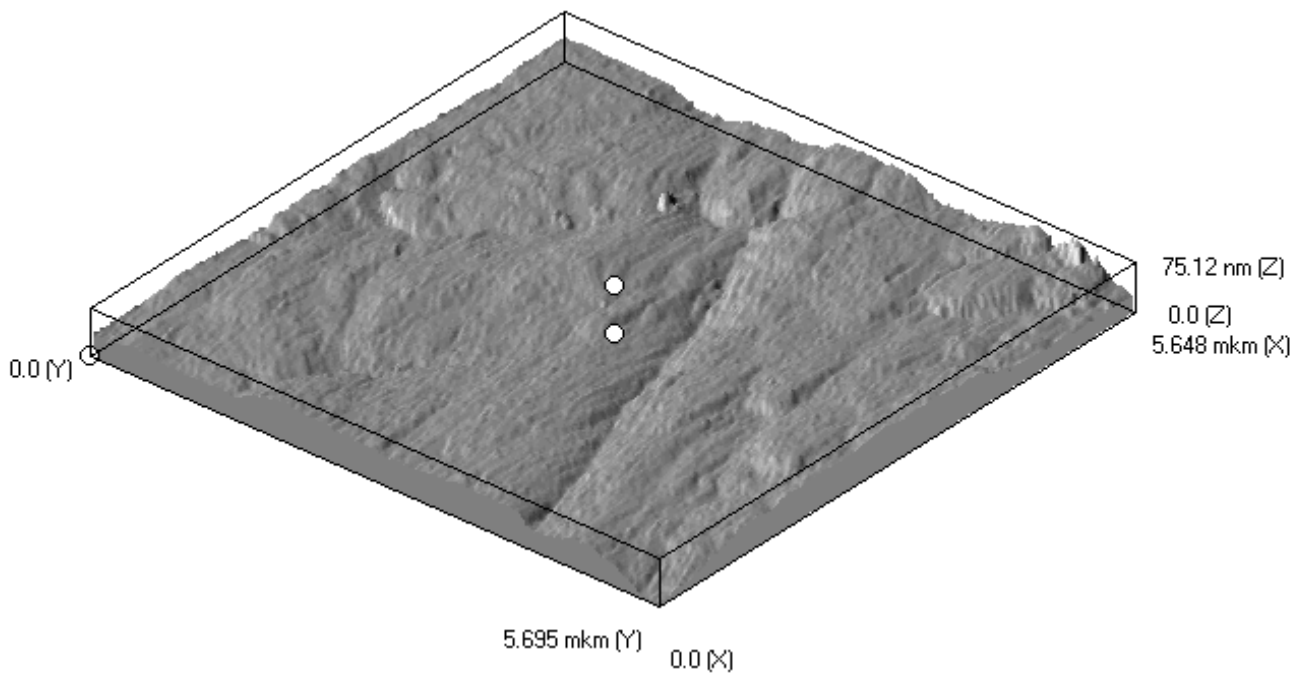


Рисунок 10. Сканограмма поверхности нитридо-циркониевого покрытия, СТС-метод, разрешение 900 нм

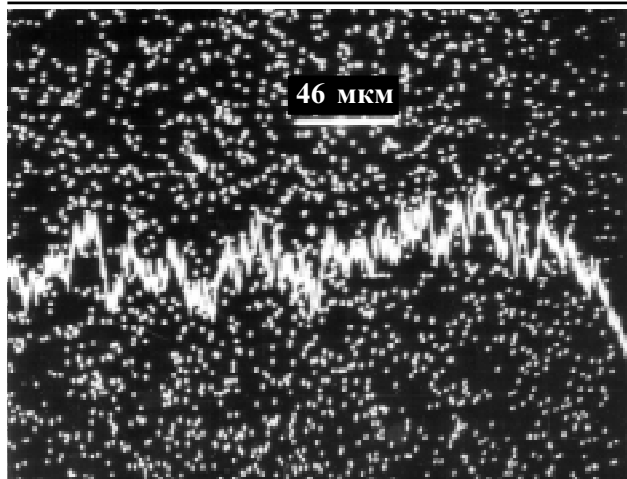


Рисунок 11. Распределение титана по площади сечения композиционного покрытия (светлые точки), по глубине 250 мкм (светлая кривая).

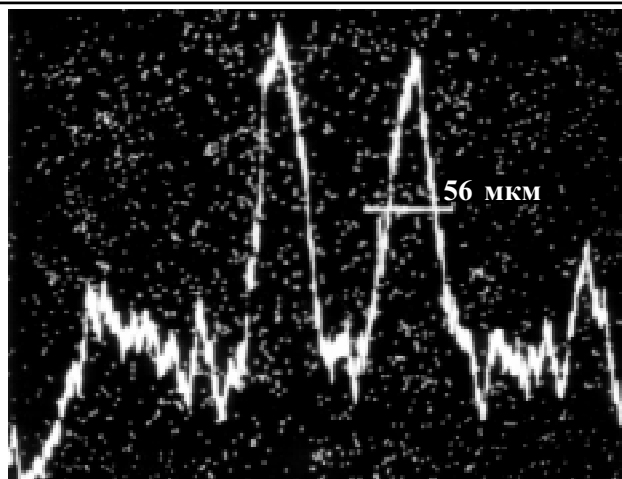


Рисунок 12. Распределение циркония по площади сечения композиционного покрытия (светлые точки), по глубине 300 мкм (светлая кривая)

тивно разрабатываются технологии получения покрытий сложного состава. Перспективным составом композиционного покрытия является (Ti, Zr)N. Технологические параметры конденсации покрытий обеспечиваются 50% содержанием нитрида титана и циркония.

Данные по распределению элементов в композиционных покрытиях приведены на рисунках 11,12. Из анализа полученных результатов можно сделать ряд выводов. Формирование сложной кристаллической решетки при конденсации композиционных покрытий приводит к растворению азота с небольшим интервалом по гомогенности по сравнению с интервалом растворимости азота в покрытиях однослойного типа. Оптимальным следует считать формирование однофазных покрытий с взаимным растворением тугоплавких компонентов.

Модификация механических характеристик композиционного покрытия, по данным структурных исследований (рентгеноструктурный и микрозондовый анализы), обуславливается одновременным действием нескольких механизмов, таких как:

- твердорастворное упрочнение, связанное с взаимным растворением атомов циркония в нитриде титана и атомов титана в нитриде циркония;
- дислокационное упрочнение, связанное с формированием преимущественной ориентации кристаллических блоков и стабильной дислокационной

конфигурацией, что обеспечивает появление напряжения сжатия в объеме покрытия.

Распределение тугоплавких компонентов в композиционных покрытиях (по данным микрорентгеновского спектрального анализа) имеет сложный характер и определяется значительным количеством как структурных, так и технологических факторов.

Из анализа распределения элементов в композиционном покрытии также можно сделать вывод о сравнительно равномерном распределении титана по толщине покрытия (рисунок 11), в то время как распределение циркония имеет два основных максимума, локализованных на глубине 130 -190 мкм (рисунок 12). Причиной отмеченной особенности является формирование преимущественно твердого раствора титана в цирконии из-за разности атомных размеров тугоплавких компонентов. При этом структура компонентов остается однофазной.

Таким образом, в результате проведения комплексных исследований химического и фазового состава ионно-плазменных покрытий, сформированных на основе нитрида титана и циркония, получена информация, которая дает возможность обоснованно выбирать составы покрытий и технологические параметры их конденсации для производства деталей с покрытиями различного функционального назначения.

Список использованной литературы:

1. Тушинский Л.И., Плошов А.В. Исследование структуры и физико-механических свойств покрытий. Новосибирск, 1986, 197 с.
2. Лазарев Э.М., Белофен С.Я. Фазовый состав, структура, текстура и остаточные напряжения в покрытиях из нитрида и карбида титана на твердых сплавах и сталях. Физика и химия обработки материалов. №6, 1993, с.60-65.
3. Практическая растровая электронная микроскопия. / Под редакцией Гоулдстейна Дж. Пер. с англ., под ред. Петрова В.И.. М: Мир, 1978, 656 с.
4. Электронно-зондовый микроанализ / Пер. с англ. Под редакцией Боровского И.Б. М.: Мир, 1974, 260 с. /
5. Распыление твердых тел ионной бомбардировкой. Пер. с англ. Под редакцией Берета М. М. Мир, 1984, 335 с.