

ПРЕИМУЩЕСТВА И НЕДОСТАТКИ МЕТОДА АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОПИИ ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ МНОГОСЛОЙНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОКРЫТИЙ

М. А. Андреев, Л. В. Маркова, Т. А. Кузнецова, В. А. Чекан

ГНУ «Институт порошковой металлургии», ул. Платонова, 41, 220071г. Минск

Введение

Комбинированный метод модификации поверхности с использованием электродугового испарения в вакууме и обработки поверхности в азотно-водородной плазме пульсирующего разряда (ионное азотирование) позволяет повысить износостойкость поверхности в 3-5 раза. Общая толщина покрытия при этом не превышает 4 мкм [1]. Изучение тонких поверхностных слоев требует высокоразрешающих методов исследования. До появления сканирующей зондовой микроскопии таким универсальным высокоразрешающим методом исследования поверхности была сканирующая электронная микроскопия. Используя этот метод, стало возможным изучить механизм формирования вакуумных покрытий толщиной 100-300 мкм [2]. С появлением туннельной и атомно-силовой микроскопии классическое материаловедение получило инструмент изучения поверхности в нанометровом диапазоне [3].

Метод атомно-силовой микроскопии, сочетающий в себе режимы топографии и фазового контраста позволяет не только исследовать структуру поверхности в нанометровом масштабе, но и выявить в структуре поверхности зоны с изменением микромеханических свойств. Поскольку в современном материаловедении еще отсутствуют эталоны структур, полученные атомно-силовой микроскопией, целесообразно совмещать данный метод с более традиционным – сканирующей электронной микроскопией. Это позволит исключить артефакты изображения и сделать выводы о том, насколько выявленная АСМ локальная микроструктура характерна для общей структуры поверхности образца.

Целью данной работы явилось исследование структуры и микромеханических свойств поверхности комбинированных износостойких покрытий на основе хрома после различных стадий технологического процесса нанесения.

Методика эксперимента

Технологический процесс формирования покрытий состоял из трех основных этапов:

- на полированную поверхность стали Р6М5 методом вакуумного электродугового испарения наносился подслой хрома толщиной 1 мкм;
- образцы с подслоем хрома подвергали ионному азотированию в плазме пульсирующего тока;
- методом вакуумного электродугового испарения на образцы наносилось покрытие CrN толщиной 3 мкм.

Структура поверхности покрытий изучалась на сканирующем электронном микроскопе «Cam Scan» (Англия) в режиме отраженных электронов при ускоряющем напряжении 20кВ. Разрешение прибора составляет 70Å. Локальная структура поверхности исследовалась с помощью атомно-силового микроскопа «Нанотоп 203» (ИММС НАНБ) с использованием режимов топографии и фазового контраста. В работе использовались вольфрамовые зонды с жесткой консолью (300-800 Н/м) и радиусом острия менее 50 нм.

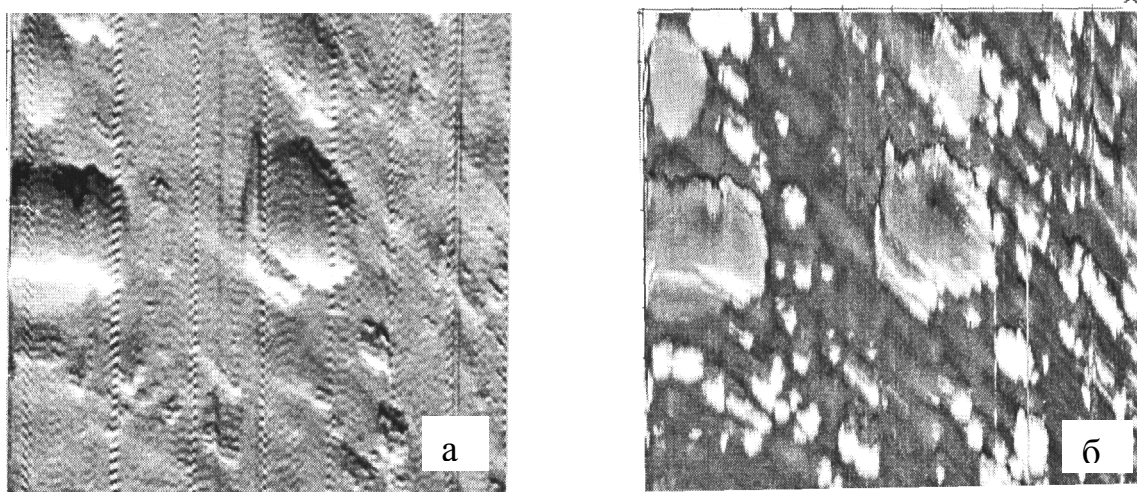


Рис.1. АСМ изображение поверхности стали Р6М5 после полировки, размер поля 7x7 мкм: а – топография поверхности, б – фазовый контраст.

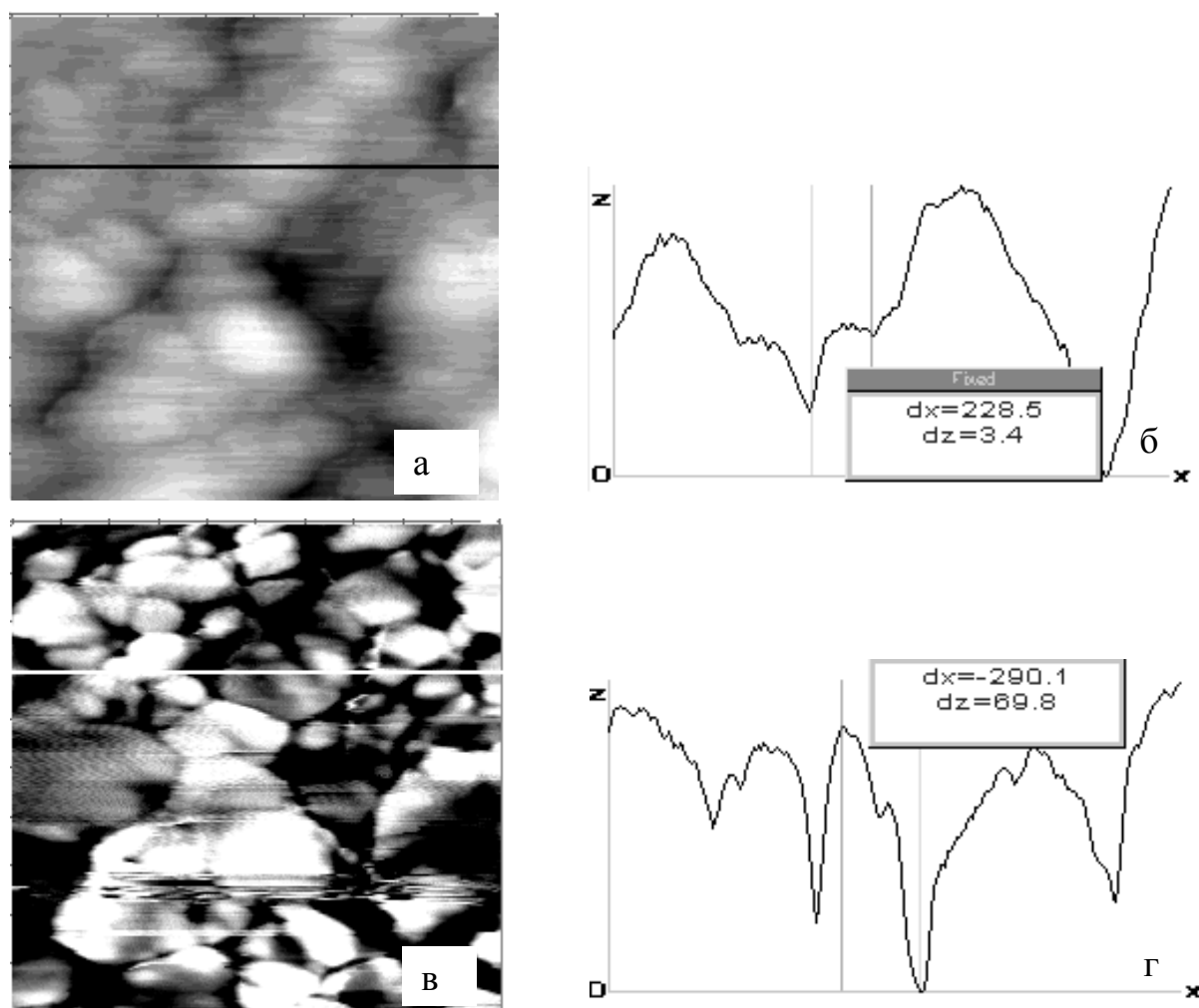


Рис.2. АСМ изображение поверхности хромового подслоя, размер поля 2x2 мкм: а – топография поверхности, б – профиль сечения, проведенного вдоль черной линии на изображении топографии, в - фазовый контраст, г – профиль сечения, проведенного

Результаты и обсуждение

Полированная с высокой степенью чистоты обработка поверхности подложка из стали Р6М5 ($R_a=0,02$ мкм) при исследовании методом АСМ имеет направленность структуры (рис.1). Эта направленность создается следами полировки. Режим фазового контраста выявляет эту направленность более ярко (рис.1б). На фоне однородной железной матрицы четко выделяются карбидные включения. Приняв, что изменение фазы колебаний зонда в АСМ фиксирует изменение упругих свойств поверхности, мы получаем карту

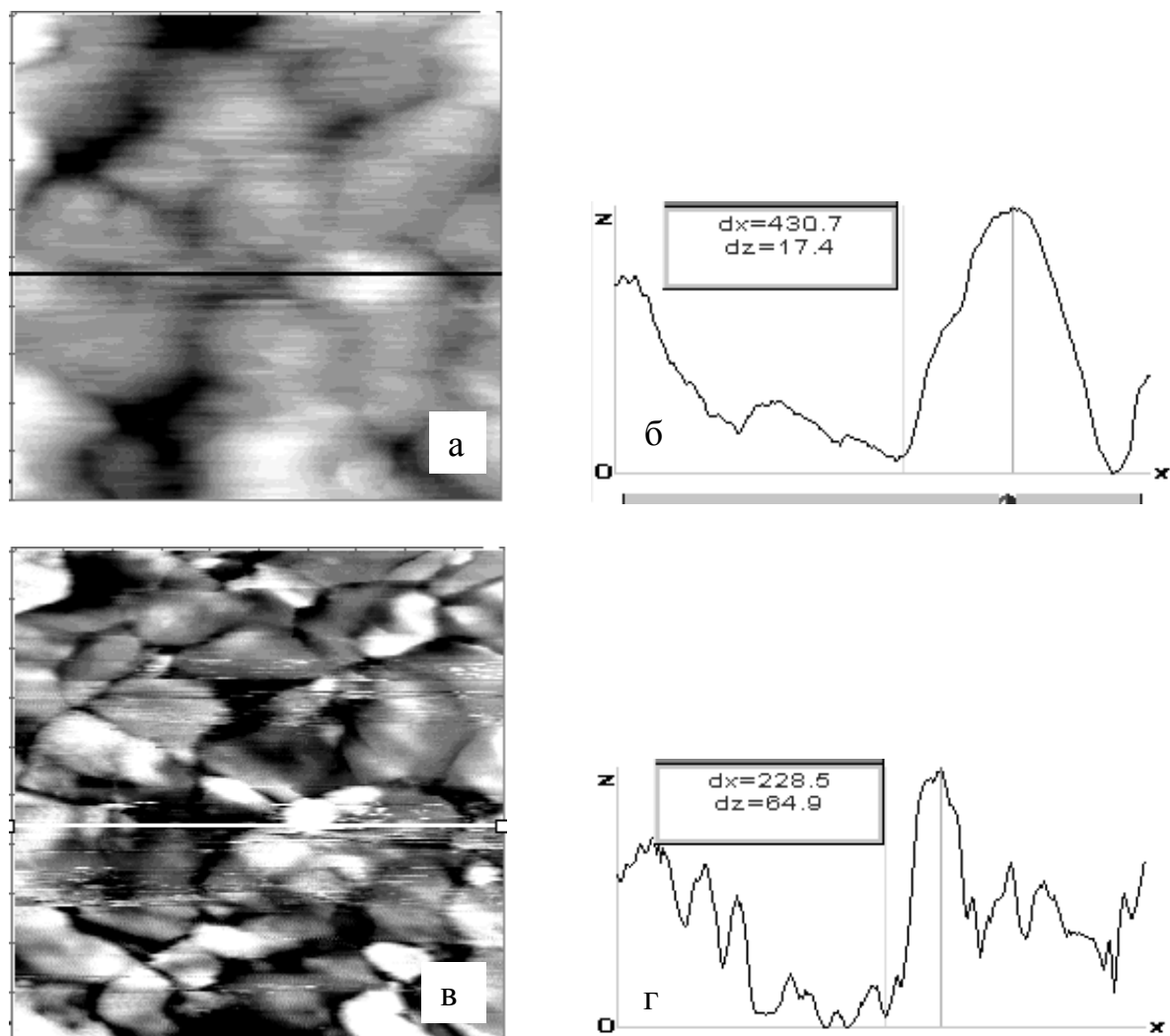


Рис.3. АСМ изображение поверхности хромового подслоя после ионного азотирования, размер поля 2x2 мкм: а – топография поверхности, б – профиль сечения, проведенного вдоль черной линии на изображении топографии, в – фазовый контраст, г – профиль сечения, проведенного вдоль белой линии на

распределения микромеханических свойств поверхности стали Р6М5 после полировки. Светлым цветом окрашиваются поверхности с более высоким модулем упругости. Таким образом, более высокими механическими свойствами обладают мелкие зерна карбидной фазы, почти не проявляющиеся на шлифе топографически. Крупные карбидные зерна показывают более низкий модуль упругости с возрастанием свойств на границах зерен. Минимальными значениями микромеханических свойств обладают границы следов полировки.

Нанесение хромового подслоя ликвидирует ориентацию структуры подложки, превращая ее в равноосную (рис.2). На изображении фазового контраста максимум механических свойств зачастую фиксируется на месте «провала» в рельефе. Области максимума модуля упругости материала распределены неравномерно и захватывают целую группу зерен. Это свидетельствует о влиянии карбидной фазы подложки на микромеханические свойства поверхности хромового подслоя.

Операция азотирования хромового подслоя приводит к равномерному перераспределению зон с максимальными микромеханическими свойствами в

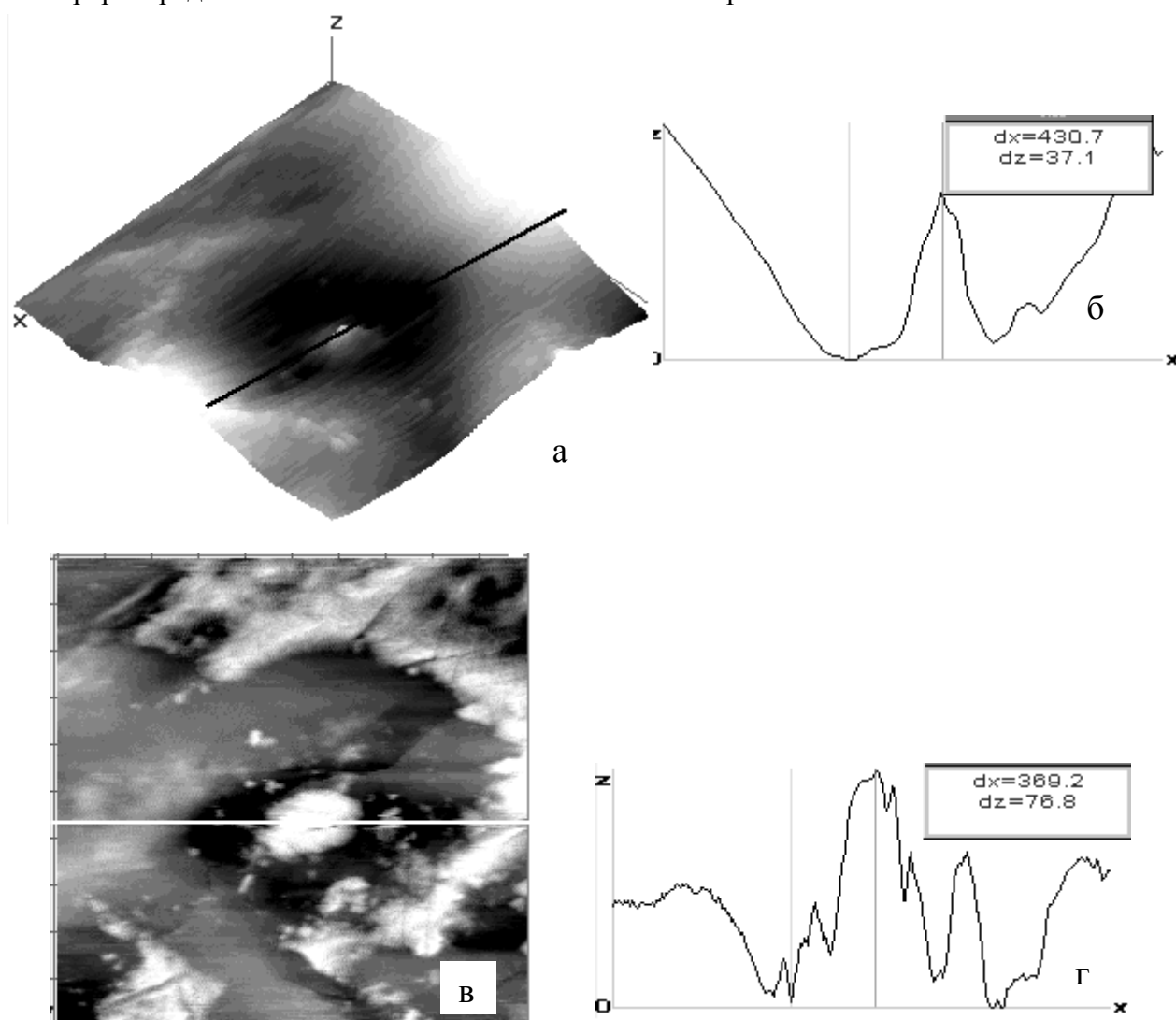


Рис.4. АСМ изображение единичной ячейки поверхности нитрида хрома, размер поля 2x2 мкм: а – топография поверхности, б – профиль сечения, проведенного вдоль черной линии на изображении топографии, в - фазовый контраст, г – профиль сечения, проведенного вдоль белой линии на

структуре покрытия (рис.3). Хотя топография поверхности хромового покрытия на АСМ-изображении до и после азотирования очень схожа, характер распределения механических свойств после операции азотирования сильно меняется. Зоны с повышенным модулем упругости представляют собой единичное зерно, а не группу зерен и равномерно распределены в структуре покрытия.

Заключительная стадия формирования покрытия состоит в нанесении CrN. Поверхность нитрида хрома представляет собой ячеистую структуру. Иногда в центре ячеек присутствуют округлые капельные образования. В очертаниях единичной ячейки, которую удалось зафиксировать методом АСМ, просматриваются прямые грани (рис.4). Области с возрастанием микромеханических свойств локализуются, как правило, в местах выступающего рельефа, но не совпадают с ним полностью, а имеют свои четко очерченные границы (рис.4б). Так наиболее выступающий на изображении топографии пик не находит своего отражения на карте механических свойств. Кроме “каркаса” из фаз с повышенными механическими свойствами по границам ячеек в структуре поверхности CrN имеются мелкодисперсные включения с такими же микромеханическими свойствами, которые не проявляются топографически.

Недостатком метода АСМ при исследовании комбинированных многослойных покрытий является локальность метода. Если для тонких пленок, осажденных на атомарно гладкие монокристаллические подложки, метод АСМ является достаточным для исследования морфологии поверхности, то для покрытий толщиной 1-3 мкм, осажденных на металлическую подложку, необходимо параллельное применение метода, позволяющего фиксировать более общую картину поверхности. В данном случае таким методом явилась сканирующая электронная микроскопия (СЭМ). Предварительное определение общего характера поверхности позволило подобрать такие режимы сканирования в АСМ, при которых была выявлена наиболее типичная структура поверхности для каждой операции техпроцесса.

Выводы

Исследование многослойных композиционных покрытий методами СЭМ и АСМ позволило изучить структуру поверхности после каждой стадии техпроцесса. Режим фазового контраста позволил выявить характер распределения микромеханических свойств после стадий полировки, напыления хромового подслоя, азотирования и нанесения CrN. Показана важность напыления хромового подслоя для формирования равноосной структуры покрытия.

Литература

1. Андреев М. А., Чекан В. А., Маркова Л. В., Босяков М. Н., Кузнецова Т. А., Жук Д. В. Модификация поверхности быстрорежущей стали Р6М5 комбинированными методами // Оборудование и инструмент для профессионалов, № 6 (2002), 26-30.
2. V.A. Chekan, L. V. Markova. Mechanism of High-Temperature Oxidation and Sulfur Oxide Corrosion of Vacuum Plasma Coating of Me-Cr-Al-Y Type on Heat-Resistant Nickel-Based Alloys in Handbook of Surfaces and Interfaces of Materials (H.S. Nalwa, Ed.), Vol. 4. Academic Press, New York, 2001.
3. Н. Opielka, P. McKay, B. Rzehak-Opielka Rastertunnelmikroskopie zur Gefügeuntersuchung an metallographischen Anschliffen // Praktische Metallographie, 30 (1993) 8, 399 – 412.