

MIKROSTRUKTURNA KARAKTERIZACIJA TRDIH PREVLEK (Ti,Al)N IN Cr(C,N)

Zoran Samardžija, Miran Čeh, Peter Panjan, Miha Čekada

Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 1000 Ljubljana, Slovenija

POVZETEK

Danes sta vrstična elektronska mikroskopija (SEM) in energijsko disperzijska spektroskopija (EDXS) standardni tehniki, ki se uporabljata za študij mikrostrukture in sestave masivnih vzorcev. V tem prispevku opisujemo možnosti uporabe omenjenih analitskih tehnik pri raziskavah tankih plasti.

Microstructural characterization of (Ti,Al)N and Cr(C,N) hard coatings

ABSTRACT

Nowadays scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive spectroscopy (EDXS) are standard techniques for microstructural and compositional study of bulk materials. In this paper we described the possibility and limitations of these techniques for study of thin films.

1 UVOD

Trde prevleke (Ti,Al)N in Cr(C,N), pripravljene s fizikalnimi (vakuumskimi) postopki, se že vrsto let uporabljajo v industrijski proizvodnji za zaščito orodij iz legiranih orodnih jekel in karbidne trdine. Nanašamo jih lahko s postopki ionskega prekrivanja z uporabo nizkoenergijskega plazemskega curka, z napršenjem ali z naprevanjem s katodnim lokom ⁽¹⁾.

V tem prispevku poročamo o rezultatih mikrostrukturne karakterizacije izbranih trdih prevlek (Ti,Al)N in Cr(C,N), ki smo jih dobili z vrstično elektronsko mikroskopijo (SEM) in energijsko disperzijsko spektroskopijo (EDXS). SEM-posnetke smo naredili s sekundarnimi (SE) in povratno sipanimi elektroni (BE). Sekundarni elektroni nastanejo z neelastičnim sipanjem primarnih elektronov. Sliko, ki nastane s sekundarnimi elektroni, odlikuje velik topografski kontrast. Del vpadlih primarnih elektronov pa se na atomih preiskovanega materiala siplje elastično. Sipalni presek oziroma število povratno sipanih elektronov je odvisno od vrstnega števila atoma (Z). Zato nam posnetki, ki jih dobimo s takšnimi elektroni z uporabo t. i. faznega kontrasta, dajo tudi kvalitativno informacijo o kemijski sestavi.

Bistvo EDXS-spektroskopije je energijska analiza rentgenskih žarkov, ki nastanejo kot posledica neeleastičnega sipanja primarnih elektronov na atomih materiala podlage. Primarni elektroni, ki imajo zadostno visoko energijo, lahko izbijejo enega ali več elektronov iz atomskih orbital. Vrzeli, ki pri tem nastanejo, zapolnijo elektroni iz višjih orbital, pri čemer nastanejo karakteristični rentgenski žarki s točno določeno valovno dolžino oziroma energijo.

Rentgenske žarke zaznamo s polprevodniškim Si(Li)-detektorjem. V energijskem spektru karakterističnim rentgenskim žarkom ustrezajo ostri vrhovi, ki so značilni za izbrani material. Poleg karakterističnih črt je v spektru tudi kontinuum ozadja, ki je posledica zavornega sevanja.

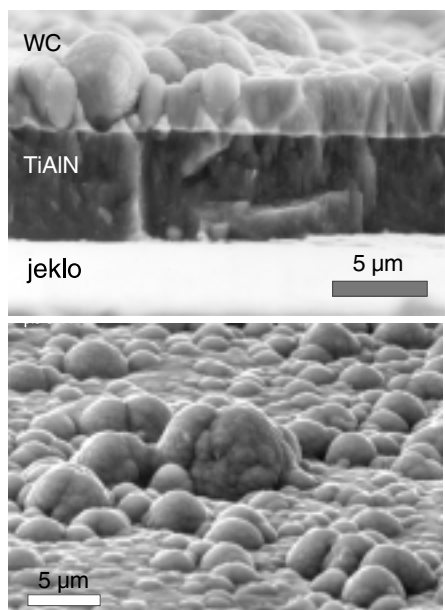
2 EKSPERIMENTALNI DEL

Meritve so bile narejene na konvencionalnem vrstičnem elektronskem mikroskopu JEOL JSM 5800 z volframovo katodo, ki je opremljen z analitskim sistemom EDXS (Link ISIS-300). Da bi preprečili nabijanje električno neprevodnih delov vzorca, smo na površino vzorcev nanесли tanko plast ogljika (≈ 20 nm). Pospeševalno napetost elektronov, nagib vzorca, razdaljo vzorca od izvira elektronov in gostoto toka elektronov smo izbrali tako, da smo optimizirali kvaliteto SEM-posnetkov in mikroanalizo. Topografijo površine vzorca in plast na prelomu vzorca smo opazovali tako s sekundarnimi (SE) kot tudi povratno sipanimi primarnimi elektroni (BE).

Pri EDXS-analizi smo omejeni z debelino prevleke. Pri korektni EDXS-analizi mora biti vzbujen volumen vzorca, v katerem nastanejo rentgenski žarki, znotraj plasti, ki jo analiziramo. Pri analizi vzorcev, ki vsebujejo Ti, Al, Cr, C, N in O s spektralnimi linijami K_{α} , lahko prostorsko ločljivost EDXS-analize izboljšamo pod $\approx 0,5 \mu\text{m}$, če za vzbujanje vzorca uporabimo elektrone z manjšo energijo ($\leq 10 \text{ keV}$) ⁽²⁾. Lahke elemente (C, N, O) lahko analiziramo samo kvalitativno. Da bi določili atomsko razmerje med titanom in aluminijem v prevlekah (Ti,Al)N, smo naredili EDXS-točkovno analizo na metalografskem obrusu vzorca. Na obrusu smo naredili tudi kvalitativno EDXS-linijsko profilno analizo, ki nam pokaže porazdelitev posameznih elementov po globini trdih prevlek (Ti,Al)N in Cr(C,N).

3 REZULTATI

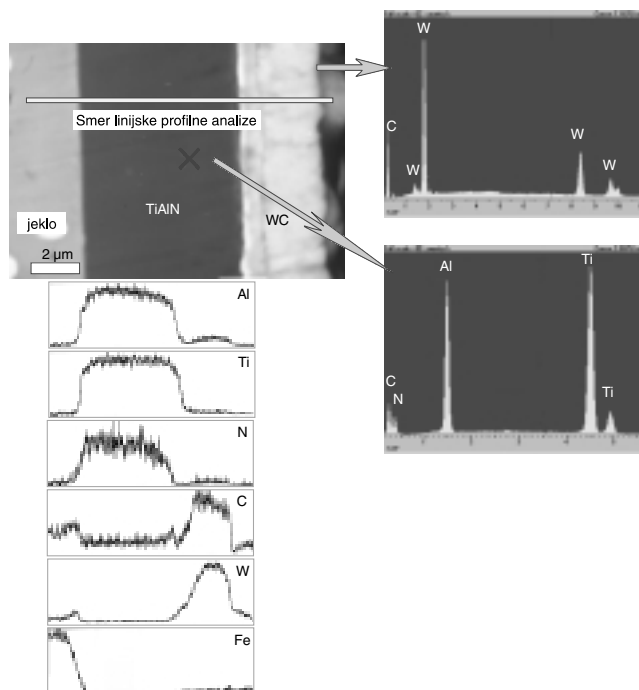
Slika 1 prikazuje SEM-posnetek prelomljene podlage, prekrite z dvoplastno zaščitno prevleko (Ti,Al)N-WC/C (WC/C-prevleka se uporablja kot trdo mazivo za zaščito rezalnih in preoblikovalnih orodij za suho obdelavo ter za obrabno zaščito in zmanjšanje trenja pri strojnih delih). Na sliki 1 vidimo tudi SEM-posnetek topografije vrhnje plasti WC/C. SEM-posnetek



Slika 1: SEM-posnetek preloma dvoplastne prevleke (Ti,Al)N-WC/C na podlagi iz orodnega jekla (zgoraj) in topografija vrhne plasti (slika spodaj)

metalografskega obrusa iste strukture, narejen s povratno sipanimi elektroni, pa je prikazan na sliki 2. Kvalitativna linijska profilna analiza (slika 2) potrjuje, da ima prevleka (Ti,Al)N homogeno sestavo po globini. Točkovna EDXS-analiza (slika 2) je pokazala, da je atomsko razmerje Ti/Al 70/30.

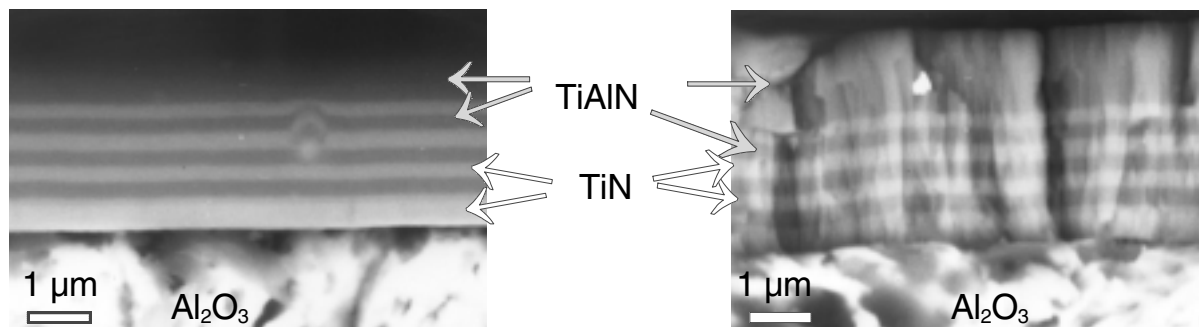
Na sliki 3 je prikazan SEM-posnetek večplastne strukture TiN/(Ti,Al)N, nanese na polirano Al_2O_3 -



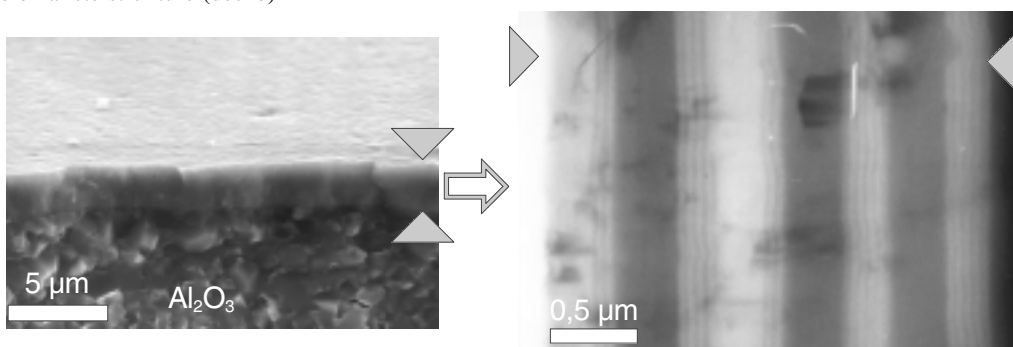
Slika 2: SEM-posnetek dvoplastne prevleke (Ti,Al)N-WC/C, narejen s povratno sipanimi elektroni (zgoraj levo), linijska profilna analiza elementne sestave (spodaj levo) in točkovna EDXS-analiza (Ti,Al)N ter WC/C (desno)

podlago. Posnetek je bil narejen s povratno sipanimi elektroni. Pri veliki povečavi je razvidno (slika 4), da ima vsaka od plasti še substrukturno z značilnimi debelinami okrog 200 nm.

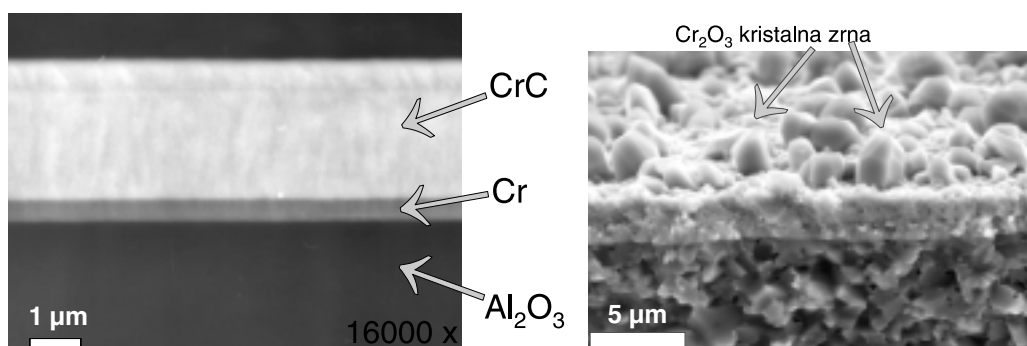
Na sliki 5 je prikazan SEM-posnetek metalografskega obrusa prevleke CrC, nanese na polirano



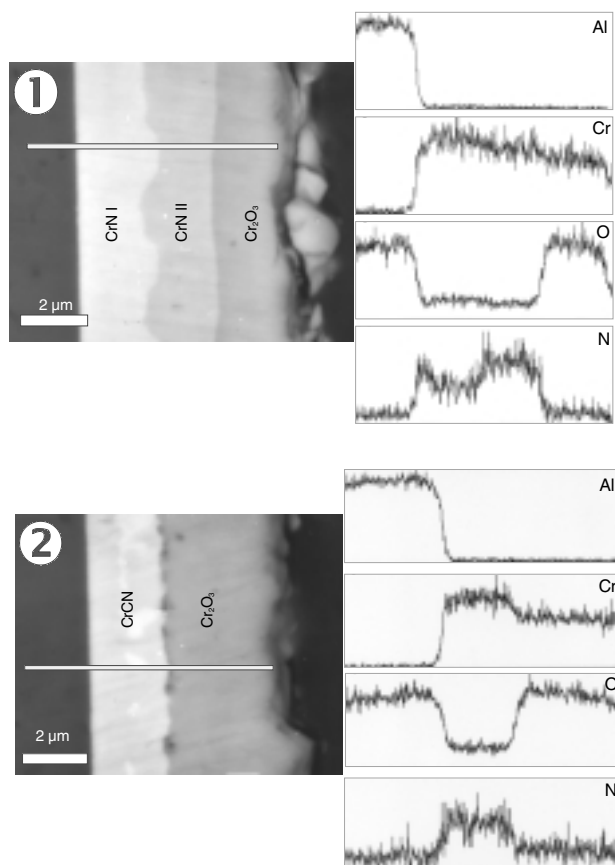
Slika 3: Posnetek metalografskega obrusa večplastne strukture TiN/(Ti,Al)N na polirani podlagi iz aluminijoksidne keramike (levo) in posnetek preloma iste strukture (desno)



Slika 4: SEM-posnetek površine večplastne strukture TiN/(Ti,Al)N (levo) in submikrometrška struktura posameznih plasti TiN in (Ti,Al)N (desno)



Slika 5: SEM-posnetek metalografskega obrusa prevleke CrC na polirani podlagi iz aluminijevega oksida po nanosu (levo) in posnetek površine istega vzorca po 15-urni oksidaciji na 900 °C (desno)



Slika 6: SEM-posnetek metalografskega obrusa dveh prevlek CrN na polirani podlagi iz aluminijevega oksida po oksidaciji (levo) in linijska profilna analiza elementne sestave (desno). CrN-prevleka na zgornjem posnetku je bila po nanosu sestavljena iz dveh plasti CrN z različno koncentracijo dušika, prevleka CrCN na spodnjem posnetku pa je bila enoplastna.

keramično podlago. Tudi ta posnetek je bil narejen z povratno sipanimi elektroni. Zelo lepo je vidna tanka plast čistega kroma, ki smo jo nanесли na podlago, da bi izboljšali oprijemljivost prevleke. Po 15-urni oksidaciji na 900 °C v kisikovi atmosferi je plast CrC v celoti oksidirala (slika 5). Na površini so vidni veliki

kristali kromovega oksida. Na sliki 6 sta prikazana SEM-posnetka dveh različno pripravljenih prevlek po 21-urni oksidaciji na 830 °C v atmosferi kisika. Ena od prevlek je sestavljena iz dveh plasti CrN z različno koncentracijo dušika, druga je bila enoplasten CrN. Posnetek je bil narejen s povratno sipanimi elektroni. Na isti sliki spodaj je prikazan linijski koncentracijski profil obeh struktur po oksidaciji. V prvem primeru imamo triplastno strukturo: plast CrN z manj dušika (na podlagi), plast CrN z več dušika (v sredini) in vrhnja plast, ki je kromov oksid. V drugem primeru opazimo, tako kot smo pričakovali, dve plasti: plast CrCN (na podlagi) in vrhnjo plast kromovega oksida.

4 SKLEPI

Tehniki SEM in EDXS smo uporabili za karakterizacijo mikrostrukture in sestave trdih prevlek (Ti,Al)N in Cr(C,N). Ugotovili smo, da lahko s konvencionalnim vrstičnim elektronskim mikroskopom s primerno izbiro parametrov SEM-analize jasno razločimo mikrostrukturne značilnosti prevleke z značilno dimenzijo tudi pod 1 µm. Tudi pri linijski profilni analizi EDXS lahko izmerimo elementno porazdelitev na mikrometrski skali.

V primerjavi s konvencionalnim SEM imajo moderni FEG-SEM-mikroskopi s katodo, ki deluje na poljsko emisijo, še boljše ločljivost in omogočajo dokaj enostavno opazovanje submikrometrskih detajlov velikosti nekaj nanometrov.

5 LITERATURA

- ¹P. Panjan, B. Navinšek, M. Čekada, A. Zalar, Vacuum **53** (1999), 127–131
- ²J. Goldstein, G. Lawes, Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, Plenum Press, NY, 1992
- ³M. Čekada, M. Maček, D. Kek, P. Panjan, Thin Solid Films **433** (2003) 174–179