ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКИЕ И МИКРОРЕНТГЕНОСПЕКТРАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПЛОЩАДКИ ИЗНОСА КАРБИДА КРЕМНИЯ ПОСЛЕ МИКРОЦАРАПАНИЯ КОБАЛЬТА

Носенко В.А.¹, Авилов А.В.¹, Морозов А.В.², Бахмат В.И.¹

¹Волжский политехнический институт (филиал) ФГБОУ ВПО «Волгоградский государственный технический университет», Волжский, Россия (404121, Волжский, ул. Энгельса, 42a), e-mail: <u>nosenko@volpi.ru</u>

²ОАО «ЕПК Волжский», Волжский, Россия (404112, Волжский, ул. Пушкина, 45), e-mail: <u>mav@vpz.ru</u>

Приведены результаты исследования поверхности карбида кремния после микроцарапания кобальта. Исследования состояния рельефа поверхности выполнены на электронном микроскопе Versa 3D. Показано, что микроцарапание сопровождается переносом кобальта на поверхность карбида кремния с образованием налипов различных размеров. Присутствуют достаточно большие налипы кобальта толщиной до 3 мкм, что установлено при съемке под углом. Методом ионного травления получены поперечные сечения налипов с основой. В слое налипа имеются пустоты различной длины вытянутые в горизонтальном направлении и достигающие 0,3 мкм. Зазор между налипом и карбидом кремния достигает 2 мкм. После стравливания налипшего металла установлено, что на площадке износа кристалла карбида кремния формируется развитая шероховатая поверхность. Характер изменения интенсивности пика линий кобальта и кремния на границе сплошного контакта свидетельствуют о возможности диффузионного взаимодействия между контактирующими материалами.

Ключевые слова: карбид кремния, кобальт, микроцарапание, площадка износа, морфология поверхности, электронный микроскоп, рентгеноспектральный микроанализ, химические элементы.

ELECTRON-MICROSCOPIC AND MICROX-RAY SPECTRAL RESEARCHES OF A SITE OF WEAR OF CARBIDE OF SILICON AFTER A COBALT MICROSCRATCHING

Nosenko V.A.¹, Avilov A.V.¹, Morozov A.V.², Bakhmat V.I.¹

¹ Volzhskiy Polytechnical Institute (branch) FSBEI HE «Volgograd State Technical University», Volzhskiy, Russia (404121, Volzhskiy, street Engels, 42a), e-mail: <u>nosenko@volpi.ru</u>

²OJSS «EPK Volzhskiy», Volzhskiy, Russia (404112, Volzhskiy, street Pushkina, 45), e-mail: <u>mav@vpz.ru</u>

Results of research of a surface of carbide of silicon after a cobalt microscratching are given. Researches of a status of a relief of a surface are executed on an electron microscope of Versa 3D. It is shown that the microscratching is followed by transfer of cobalt on a silicon carbide surface with formation of stucks of different sizes. There are rather big stucks of cobalt up to 3 microns thick that is set when shooting at an angle. The method of the ion etching received transverse sections of stucks with a basis. In a layer of a stuck there are emptiness of different length of 0,3 microns which are drawn out in the horizontal direction and reaching. The gap between stuck and carbide of silicon reaches 2 microns. After etching away of the stuck metal it is set that on a site of wear of a crystal of carbide of silicon the extended rough surface is created. Nature of change of intensity of a pica of lines of a cobalt and silicon on boundary of continuous contact testify to possibility of diffusion interaction between the contacting materials.

Keywords: silicon carbide, cobalt, microscratching, wear site, surface morphology, electron microscope, X-ray spectral microanalysis, chemical elements.

Прогрессивное развитие техники и технологии требует постоянного совершенствования конструкционных материалов. Добиться желаемого результата нельзя без использования таких металлов как кобальт и никель, относящихся к классу d-переходных металлов. Перечисленные металлы обладают уникальными комплексами физических, химических и механических свойств, поэтому области использования и спектр их применения постоянно расширяются.

В Периодической системе кобальт расположен в 4 периоде VIII подгруппы в

триаде железа. Впервые получен в 1735 году и представляет собой серебристый металл с розовым отливом [10]. В промышленности используется в качестве основы жаропрочных сплавов. Наиболее жаропрочные кобальтовые сплавы работают при температуре 1400 К и предназначены для изготовления лопаток турбореактивных двигателей. Для восстановления деталей широко применяются износостойкие покрытия на основе кобальта.

Качество поверхности деталей машин во многом технологией изготовления на финишных операциях, к числу которых относится шлифование. Основной разновидностью абразивных материалов являются электрокорунд и карбид кремния.

В связи с этим, исследование контактного взаимодействия абразивных материалов с кобальтом является актуальной задачей.

Цель исследования

В данной работе исследована морфология поверхности кристалла карбида кремния после микроцарапания кобальта.

Материал и методы исследования

Кристал карбида кремния, заточенный на конус с углом при вершине 110°, закрепляли в специальной оправке композиционным пломбировочным материалом. Оправку закрепляли в металлическом диске и моделировали процесс плоского шлифования. Скорость резания составляла 25 м/с, первоначальная глубина микроцарапания – 15 мкм. Царапины наносили на предварительно подготовленную поверхность образца. Образцы изготавливали из кобальтового сплава К0, содержание основного металла – 99,98 %. Царапание осуществляли с продольной подачей стола – 4 м/мин. Общая методика экспериментов приведена в работах [5, 6].

Состояние поверхности площадки износа карбида кремния после микроцарапания кобальта исследовали на электронном микроскопе Versa 3D.

Результаты исследования и их обсуждение

На поверхности видны продольные полосы, совпадающие с направлением главного движения скорости микроцарапания. При наклоне поверхности площадки износа на угол 45° эти полосы становятся более рельефными (рис. 1a), особенно при увеличении $14000 \times$ (рис. 16) и, тем более, при $24000 \times$ (рис. 16). Представленные фотографии свидетельствуют о том, что большинство налипов, особенно, небольших размеров неплотно прилегает к площадке износа карбида кремния, по крайней мере, на границе налипа. Отдельные налипы, например, 3 (рис. 16) удерживаются на поверхности площадки износа за счет сплошного контакта ближе к центральной части налипа. Фрагмент 4 (рис. 16), скорее всего, не имеет сплошного контакта с карбидом кремния и удерживается на поверхности благодаря сцеплению с основным налипом.





Рис. 1. Поверхности площадки износа карбида кремния при наклоне предметного столика микроскопа на угол 45° и различном увеличении:

 $a - 1000 \times; \ 6 - 7000 \times; \ B - 24000 \times$

На рис. 1*в* показан фрагмент одного из наиболее крупных налипов, расположенного в центре площадки износа. Представленная торцовая поверхность налипа образовалась, скорее всего, в результате отрыва отсутствующей на рисунке правой части. Толщина торцовой части налипа составляет в среднем около 1,4 мкм, изменяясь от 1,2 до 1,7 мкм. Зазор между налипом и площадкой износа по вершинам гребней на карбиде кремния составляет 0,6–1,1 мкм, по впадинам достигает 1,5 мкм. Сцепление налипа на уровне торцовой части с

поверхностью карбида кремния осуществляется выступом 5.

На поверхности площадки износа подготовлены два шлифа. Первый шлиф выполнен на участке сплошного налипания кобальта (см. рис. 1*a*), второй – на поверхности ранее рассмотренного налипа. Последний шлиф на рис. 1*a* отсутствует, его положение определено вертикальной линией 2. Поверхности шлифов расположены перпендикулярно траектории микроцарапания и поверхности площадки износа. Первый шлиф сделан со стороны, противоположной направлению скорости микроцарапания, второй – по направлению.

Шлифы изготавливали непосредственно в камере прибора методом травления ионами галлия. Ионная колонна повернута на угол 52° относительно вертикали. Поэтому для осуществления травления предметный столик с индентором карбида кремния также поворачивали на угол 52°.

В результате чернового травления на поверхности площадки износа образуется углубление, по форме напоминающее прямоугольную призму с треугольным основанием (рис. 2*a*). На чистовом режиме осуществляется полировка вертикальной стенки, т.е. окончательная подготовка поверхности шлифа к проведению морфологического и химического анализов.

На поперечном сечении шлифа (рис. 26) можно выделить несколько слоев разнородных материалов. Верхний слой 1, как будет подтверждено ниже, представляет собой платину. Слой 2 – это налипший кобальт, под которым лежит карбид кремния 3. Средняя толщина налипа составляет около 1 мкм, максимальная достигает 1,6 мкм. Налипший кобальт не всегда плотно контактирует с подложкой карбида кремния. В отдельных участках между налипом и карбидом кремния имеется зазор 4, величина которого достигает 0,1–0,2 мкм. На номинальной длине шлифа, представленного на рис. 46, суммарная номинальная длина зазоров составляет около 30 %.Стрелкой 5 выделен зазор в виде поры, размер которой составляет около 0,4 мкм. Справа от большой поры можно различить несколько мелких. Размер этой группы пор составляет 0,1–0,2 мкм.

Рельеф поперечного сечения площадки износа имеет выступы и впадины, максимальное расстояние между которыми более 1 мкм.

Химический анализ поверхностного слоя осуществляли методом локального микрорентгеноспектрального анализа. Впервые данный метод анализа был опробован при шлифовании сплавов на основе титана Г.И. Саютитным [2, 9] и получил дальнейшее развитие в наших работах [1, 3, 4, 7, 8]. Использование двухлучевого электронного микроскопа Versa 3D, в котором заложены последние мировые достижения в области контроля, позволяет проводить исследования на качественно новом уровне.

Сканирование электронами возбуждения осуществляли на поверхности шлифа 1 по

линии 6 (см. рис. 2б).





Рис. 2. Фрагменты площадки износа карбида кремния с канавками, образованными травлением ионами галлия (*a*, *в*), и поверхности полученных поперечных шлифов (*б*, *г*)

Некоторое падение интенсивности характеристического излучения платины $R_0(Pt)$ в начале сканирования (рис. 3) свидетельствует о том, что начальная точка лежит в приграничной зоне, и часть электронов возбуждения рентгеновского характеристического излучения выходит за пределы материала. Максимального значения $R_0(Pt)$ достигает на глубине 0,1 мкм от начала сканирования. Затем концентрация платины снижается, о чем свидетельствует почти восьмикратное уменьшение $R_0(Pt)$ в интервале 0,1–0,3 мкм. В этом же интервале возрастает содержание кобальта, т.к. $R_0(Co)$ увеличивается в 4,5 раза. Учитывая, что платина принадлежит к наиболее инертным металлам, между кобальтом и платиной должна существовать четкая граница раздела. На графике рис. 3 снижение концентрации платины и увеличение концентрации кобальта происходит в интервале 0,2 мкм, что определяется размерами электронного зонда и зоны генерации рентгеновского характеристического характеристического характеристического карактеристического наличения.

Начиная с глубины 0,3 мкм R_0 (Co) начинает снижаться. С этого же уровня наблюдается тенденция увеличения концентрации кремния. Наиболее значительное увеличение концентрации кремния и снижение концентрации кобальта происходят в

интервале глубин 0,6–0,8 мкм: R_0 (Si) возрастает с 53 до 481, R_0 (Co) падает с 380 до 31. Далее, в интервале глубин 0,8–1,0 мкм R_0 (Co) продолжает возрастать, но с меньшей интенсивностью; R_0 (Co) – снижается практически до своего минимального уровня.

Увеличение диапазона изменения концентраций на границе раздела между кобальтом и карбидом кремния возможно в результате диффузионного взаимодействия между материалами или в результате отклонения границы раздела от перпендикулярности к плоскости шлифа. Для однозначного ответа на данный вопрос необходимо провести дополнительные исследования.



Рис. 3. Изменение интенсивности пика линий химических элементов *R*_{oi} по глубине сканирования *h*

В процессе приготовления шлифа 2 приходилось дважды выполнять чистовое травление, поэтому рядом с вертикальной поверхностью шлифа на дне канавки образовалась выраженная горизонтальная площадка, а на поверхности шлифа отсутствует слой платины, удаленный в результате нескольких чистовых травлений (рис. 2*в*).

Данный участок площадки износа корунда имеет увеличенную, по сравнению с первым шлифом, толщину налипшего кобальта, достигающую 3 мкм. Как и в предыдущем случае между налипом и карбидом кремния имеется зазор, величина которого составляет 0,2-0,3 мкм. Длина зазора при общей длине шлифа составляет около 30 %. В налипшем металле имеются поры. Вытянутая в горизонтальном направлении форма пор свидетельствует о преимущественном вертикальной деформации материала при образовании налипа. Длина максимальной поры достигает 0,3 мкм.

Выводы

В результате взаимодействия в условиях микроцарапания вершины кристалла карбида кремния с кобальтом на площадке износа кристалла формируется развитая шероховатая

поверхность.

Микроцарапание сопровождается переносом кобальта на поверхность карбида кремния с образованием налипов различных размеров. Толщина налипа может достигать 3 мкм. Зазор между налипом и карбидом кремния достигает 1-2 мкм. Сцепление налипа с карбидом кремния на участке зазора происходит по отдельным микровыступам на площадке износа карбида кремния. В слое налипа имеются пустоты различной длины вытянутые в горизонтальном направлении и достигающие 0,3 мкм.

Характер изменения интенсивности пика линий кобальта и кремния на границе сплошного контакта свидетельствуют о возможности диффузионного взаимодействия между контактирующими материалами.

Выполнено при финансовой поддержке гранта РФФИ 14-08-97043

Список литературы

 Носенко В.А. Влияние контактного взаимодействия на износ абразивного инструмента при шлифовании / В.А. Носенко // Проблемы машиностроения и надежности машин. – 2005.
№1. – С. 73–77.

2. Носенко В.А. Влияние энергии активации на перенос кремния при шлифовании титанового сплава кругом из карбида кремния / В.А. Носенко, Г.И. Саютин // Трение и износ. – 1994. – Т. 15, № 4. – С. 713–715.

3. Носенко В.А. К вопросу об интенсивности контактного взаимодействия d-переходных металлов с карбидом кремния при шлифовании / В.А. Носенко // Проблемы машиностроения и надёжности машин. – 2002. – № 5. – С. 78–84.

4. Носенко В.А. Критерий интенсивности взаимодействия обрабатываемого и абразивного материалов при шлифовании / В.А. Носенко // Проблемы машиностроения и надёжности машин. – 2001. – № 5. – С. 85–91.

5. Носенко В.А. Морфология поверхности корунда после микроцарапания титанового сплава / В.А. Носенко, С.В. Носенко, А.В. Авилов, В.И. Бахмат // Машиностроение: сетевой электронный научный журнал. – 2014. – № 3. – С. 66–71. – Режим доступа: <u>http://indust-engineering.ru/issues/2014/2014-3-11.pdf</u>.

6. Носенко В.А. Технология шлифования металлов : монография / В.А. Носенко, С.В. Носенко. – Старый Оскол: ТНТ, 2013. – 613 с.

7. Носенко, В.А. Шлифование адгезионно-активных металлов : монография / В.А. Носенко. – М. : Машиностроение, 2000. – 262 с.

8. Носенко С.В. Влияние правки абразивного инструмента на состояние рельефа обработанной поверхности титанового сплава при встречном глубинном шлифовании / С.В. Носенко, В.А. Носенко, Л.Л. Кременецкий // Вестник машиностроения. – 2014. – № 7. – С. 64–68.

Саютин Г.И. Шлифование деталей из сплавов на основе титана : монография / Г.И.
Саютин, В.А. Носенко. – М. : Машиностроение, 1987. – 80 с.

10 Свойства элементов: Справочник / Под ред. М. Е. Дрица. – М. : Металлургия, 1985. –
672 с.

Рецензенты:

Багайсков Ю.С., д.т.н., профессор, зав. кафедрой «Общетехнические дисциплины» ВИСТех (филиал) ВолгГАСУ, г. Волжский;

Пушкарев О.И., д.т.н., профессор кафедры «Общетехнические дисциплины» ВИСТех (филиал) ВолгГАСУ, г. Волжский.