

МОРФОЛОГИЯ ПОВЕРХНОСТИ КАРБИДА КРЕМНИЯ ПОСЛЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ С НИОБИЕМ

Носенко В.А.¹, Авилов А.В.¹, Кудряшова А.В.¹, Амиралиева Е.А.¹

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

Исследование поверхности карбида кремния после микроцарапания ниобия выполнены на электронном микроскопе Versa 3D. Показано, что в результате микроцарапания образуется площадка износа, покрытая налипшим металлом. На отдельных участках налипков видны трещины, причиной появления которых могут быть как трещины на площадке износа карбида кремния, так и деформации металла. После травли налипшего металла установлено, что площадка износа кристалла карбида кремния представляет собой сочетание сколов и ровных поверхностей. В результате когезионного взаимодействия происходит перенос металла, налипшего на вершину кристалла, на поверхность царапины. А в результате адгезионно-усталостных процессов, механического воздействия происходит разрушение площадки износа и вдавливание отдельных кристаллов карбида кремния в поверхность царапины. Особенности поведения ниобия при микроцарапании кристаллом карбида кремния рассматриваются с позиции электронного строения атома металла.

Ключевые слова: карбид кремния, ниобий, микроцарапание, площадка износа, морфология поверхности, электронный микроскоп.

THE MORPHOLOGY OF SURFACE OF THE CRYSTAL OF SILICON CARBIDE AFTER INTERACTION WITH NIOBIUM

Nosenko V.A.¹, Avilov A.V.¹, Kudryashova A.V.¹, Amiralieva E.A.¹

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

The research of the surface of silicon carbide was executed after interaction with niobium using electron microscope Versa 3D. It is shown that as a result of microscratching was formed the platform which was covered by adhering metal. At some areas of adhered metal we can see visible cracks, which is cause are the appearance of cracks can be either at the platform of the silicon carbide wear or deformation of the metal. After etching of sticking metal was found that area of the wear crystal silicon carbide it is a combination of spallings and flat surfaces. As a result of the interaction is transferred cohesive metal adhered to the top of the crystal of the surface scratches. Also as a result of adhesion-fatigue processes and mechanical strength is destroyed platforms wear. Beside of that indentation of single crystals of silicon carbide occurs to the surface of scratches. The features of behavior of niobium after interaction with silicon carbide was report from the perspective of the electronic structure of the metal atom.

Keywords: carbide of silicon, niobium, microscratching, platform of the wear, surface morphology, electron microscope.

Ниобий, относящийся к категории редкоземельных металлов, был открыт в 1801 году [1]. Жаропрочные сплавы на основе ниобия используются в авиационных реактивных двигателях для изготовления дисков и неохлаждаемых турбинных лопаток взамен охлаждаемых [2]. В последние годы применяется в атомной энергетике благодаря высокой устойчивости при облучении и сравнительно небольшому захвату тепловых нейтронов [3].

По критерию интенсивности контактного взаимодействия пары абразив-металл, оцениваемого по количеству абразивного материала, перенесенного на обработанную поверхность при шлифовании [4], ниобий относится к группе адгезионно активных металлов [5–7], для обработки которых рекомендуется применять абразивные инструменты из карбида

кремния, износостойкость которого при микроцарапании в 1,2–8,5 раз выше корунда [8].

Среднее арифметическое содержание кремния на обработанной поверхности ниобия, перенесённого при шлифовании из абразивного инструмента, в 11,5 раз больше, чем на обработанной поверхности железа или кобальта [9, 10].

В общем случае под адгезией понимают все виды межатомного или межмолекулярного взаимодействия между твердыми телами [11]. Следует ожидать, что в результате такого взаимодействия происходит химическое модифицирование площадок износа зерен карбида кремния при шлифовании ниобия или его сплавов, что является одной из причин износа. Тем не менее, контактное взаимодействие карбида кремния с ниобием исследовано недостаточно.

Цель исследования

Исследование состояния поверхности кристалла карбида кремния после взаимодействия с ниобием в условиях шлифования.

Материал и методы исследования

Шлифование представляет собой процесс массового микрорезания обрабатываемого материала вершинами абразивных зерен, расположенных на рабочей поверхности шлифовального круга. Поэтому контактное взаимодействие зерна с металлом при шлифовании моделировали на единичном кристалле карбида кремния, закрепленном в оправке. В качестве абразивного материала использовали карбид кремния зеленый производства ОАО «Волжский абразивный завод». Оправку вставляли в металлический диск, закрепляли его в планшайбе и устанавливали на шпинделе плоскошлифовального станка 3Г71. Микроцарапание осуществляли на скорости 35 м/с по методике [12, 13]. Первоначальная глубина микроцарапания составляла около 15 мкм.

Поверхность ниобиевого сплава Нб 1 (далее – ниобия) перед микроцарапанием обрабатывали кругом из кубического нитрида бора на бакелитовой связке характеристики 1А1 250 × 20 × 76,2 × 5 ЛКВ30В107100 МВ35 м/с ГОСТ Р 53923-2010. Шероховатость поверхности ниобия Ra 0,15 мкм получали выхаживанием.

Состояние рельефа и химический состав обработанной поверхности исследовали на растровом двухлучевом электронном микроскопе Versa 3D LoVac.

Результаты исследования и их обсуждение

Внешний вид кристалла карбида кремния после микроцарапания ниобия показан на рис. 1а, из которого следует, что практически вся вершина кристалла, контактирующая с ниобием, покрыта налипшим металлом.

Приблизительно под углом 45° к горизонту от вершины кристалла отходит трещина 1. В связи с достаточно высокой адгезионной активностью ниобия при микроцарапании будет

формироваться достаточно большая сила резания, прикладываемая к вершине кристалла. Многократное воздействие большой по величине силы резания могло привести к образованию трещины.

По левую и правую стороны трещины произошло скалывание части кристалла (фрагменты 2 и 3).

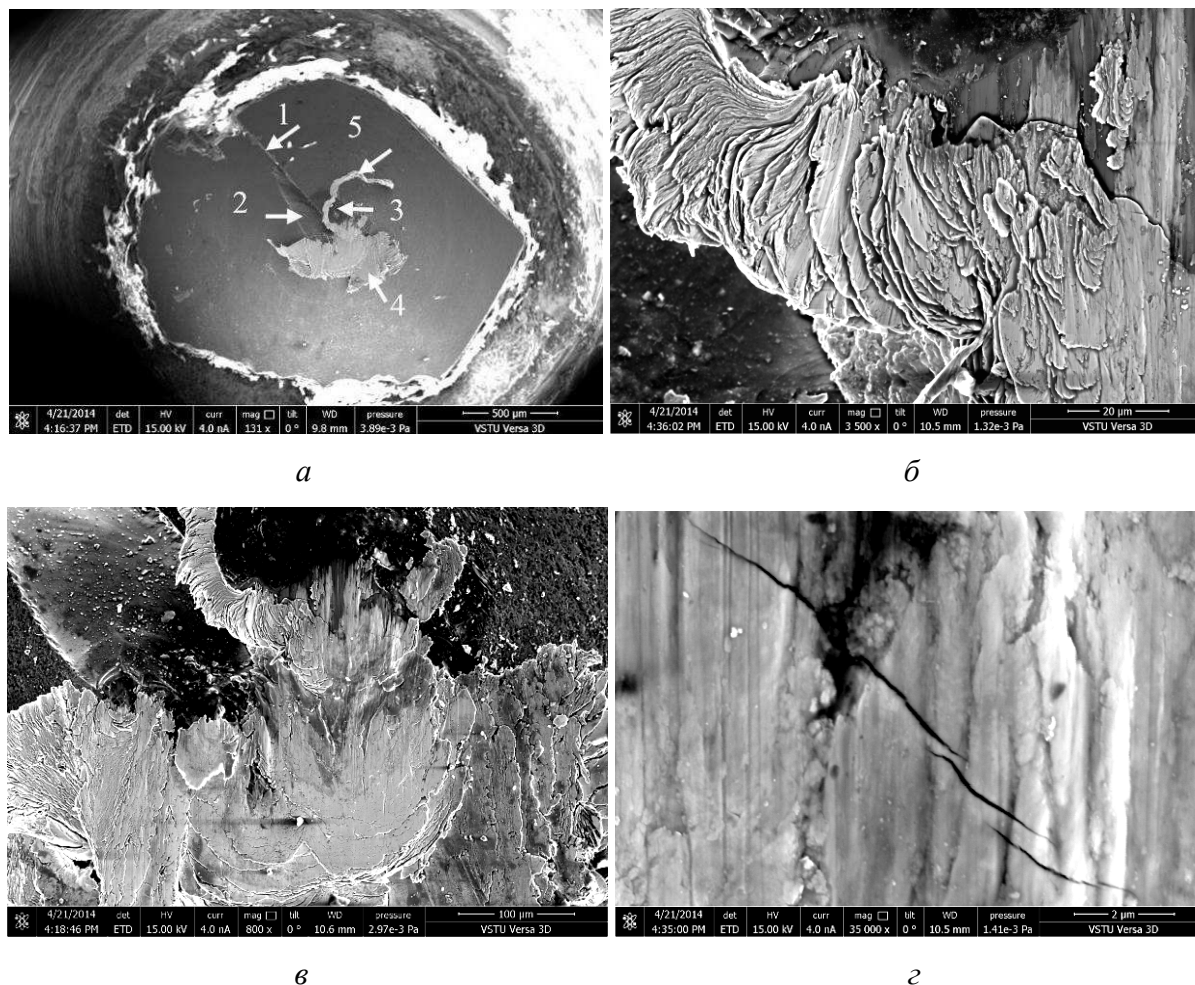


Рис. 1. Поверхность карбида кремния после микроцарапания ниобия:

а – 131×; б – 3500×; в – 800×; г – 35000×

Направление микроцарапания кристалла (главное движение резания) вертикальное, сверху вниз. В нижней части относительно вершины кристалла образовался массивный налип металла 4, представляющий собой сходящую стружку. Очевидно, что площадка износа кристалла имеет несколько вершин, к одной из которых с левой части кристалла приварилась тонкая стружка 5, изгибающаяся назад относительно главного движения. При увеличении 15000× хорошо различимы отдельные элементы стружки (рис. 1б).

При увеличении 800× (рис. 1в) под налипшим металлом просматривается площадка износа карбида кремния. На отдельных участках площадки износа, покрытой налипшим металлом, видны трещины (рис. 1г), причиной появления которых могут быть как трещины на площадке износа карбида кремния, так и деформации металла.

После обработки поверхности кристалла смесью плавиковой и азотной кислот, сколы на кристалле видны не только по краям трещины 1, примыкающей к вершине, но и со стороны задней поверхности 2 (рис. 2а). Увеличение на данной электронной фотографии несколько больше, чем на рис. 1а, поэтому стала заметнее трещина 1, проходящая через кристалл. Она распространяется и на левую часть кристалла, разделяя его на две части.

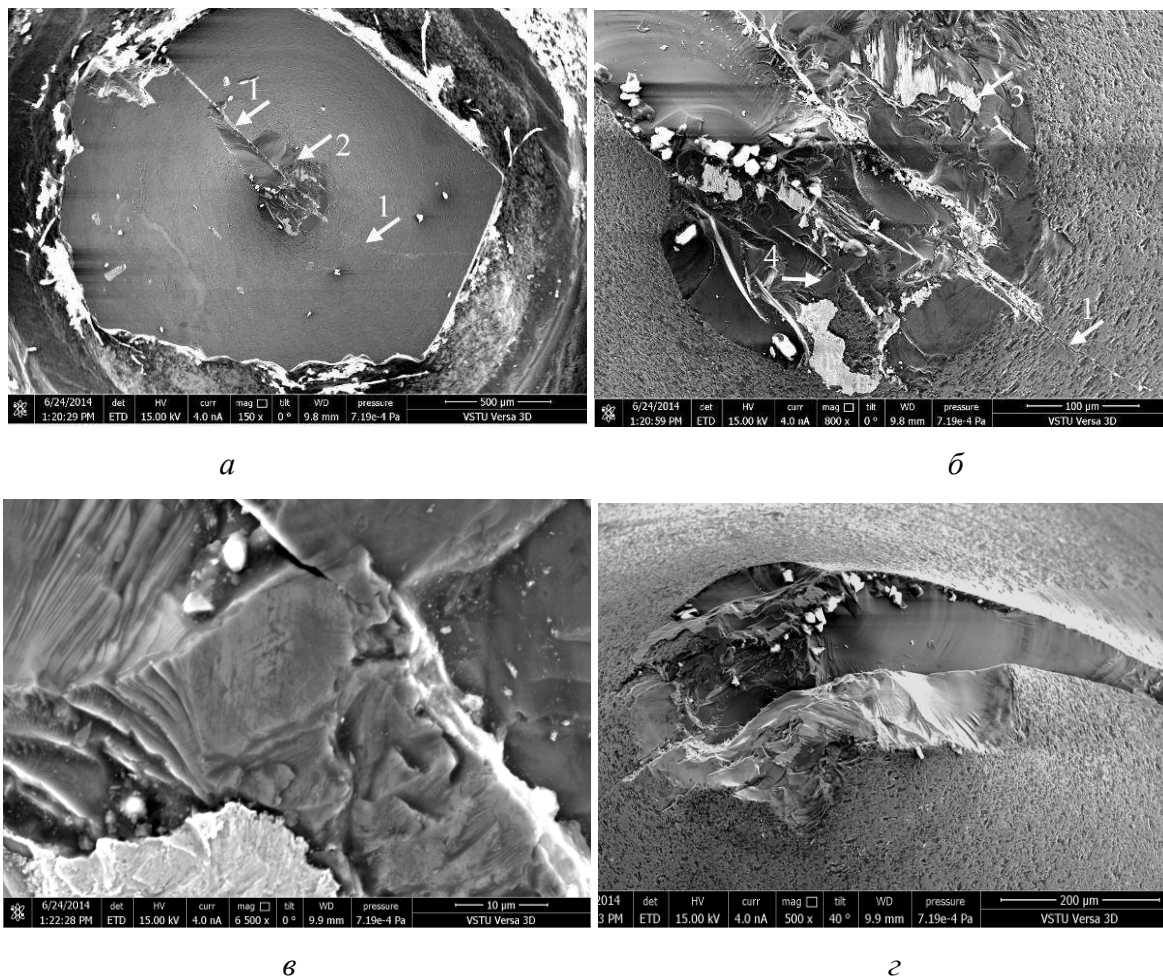


Рис. 2. Поверхность карбида кремния после микроцарапания ниобия и травления:

а – 150 $\times$, $\alpha=0^\circ$; б – 800 $\times$, $\alpha=0^\circ$; в – 6500 $\times$, $\alpha=0^\circ$; г – 500 $\times$, $\alpha=40^\circ$

Ниобий плохо подвергается травлению, поэтому на вершине кристалла присутствуют остатки налипшего металла (рис. 2б), например 3. При увеличении 800 $\times$ более заметной становится трещина 1 в правом нижнем углу фотографии. В результате хрупкого разрушения карбида кремния при микроцарапании ниобия практически отсутствует площадка износа на вершине кристалл, которая формируется, например, при микроцарапании кобальта [13, 14] или при микроцарапании титана корундом [15, 16]. К остаткам площадки износа можно отнести, например, фрагмент 4. Фрагмент 4 показан на рис. 2в при увеличении 6500 $\times$. Более наглядное представление о состоянии вершины кристалла после микроцарапания ниобия дает электронная фотография, полученная при наклоне предметного столика с образцом кристалла на угол $\alpha=40^\circ$ (рис. 2г). Перед наклоном в горизонтальной плоскости образец был

повернут вокруг вертикальной оси на угол около 120° по часовой стрелке.

В связи с большим разрушением площадки износа на вершине кристалла, были проведены повторные испытания. Первоначальная глубина внедрения вершины кристалла в поверхность ниобия принята на уровне около 15 мкм, и царапание осуществляли без подачи на глубину до полного износа кристалла. О завершении испытаний судили по отсутствию царапин на поверхности образца металла.

Вершина кристалла, полученная после микроцарапания ниобия на новом режиме, показана на рис. 3а. По внешнему виду она существенно отличается от рис. 1а, весьма незначительным количеством налипшего металла, хотя и в том и другом случаях травление металла не осуществляли. Осталась более значительная, чем ранее, относительно ровная поверхность, показанная на рис. 3б.

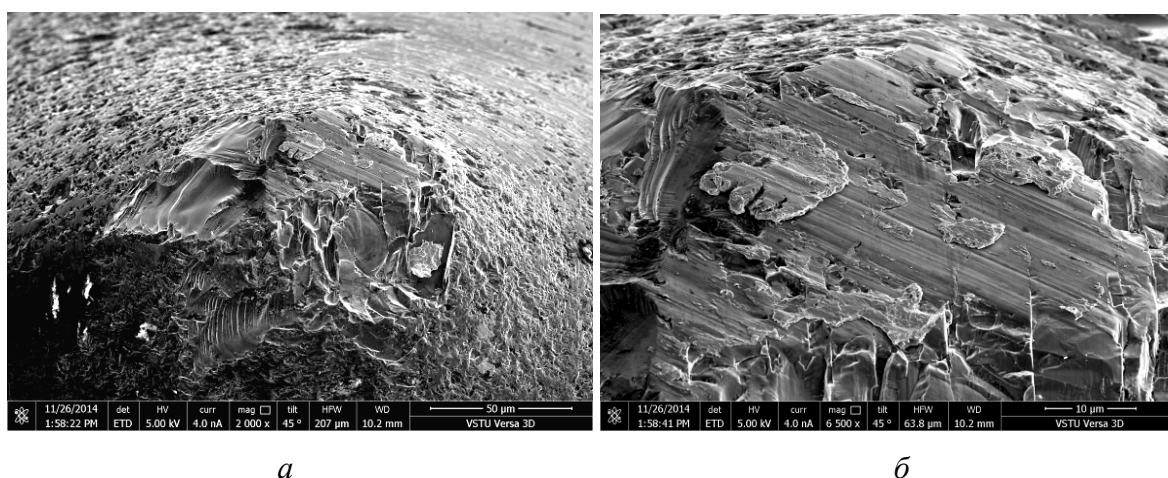


Рис. 3. Поверхность карбида кремния после микроцарапания ниобия на новом режиме:

а – 2000 $\times$, $\alpha=45^\circ$; *б* – 6500 $\times$, $\alpha=45^\circ$

Особенности поведения ниобия при микроцарапании кристаллом карбида кремния следует рассматривать с позиции электронного строения атома металла.

В Периодической системе химических элементов ниобий находится в VB подгруппе 5 периода. В изолированном состоянии электронная конфигурация атома ниобия – d^4s^1 . При содержании в d -оболочке более двух электронов система стремится посредством $s \rightarrow d$ -переходов к образованию полузаполненных d^5 -состояний. У ниобия в s -состоянии находится около одного электрона на атом, а p -электроны практически отсутствуют. Поэтому основное состояние электронов d^4s в наборе флуктуирующих состояний d^3sp и d^5s^0 . В соответствии с теорией локализации валентных электронов статистический вес атомов со стабильной электронной конфигурацией СВАК d^5 достаточно высокий, что определяет большую силу связи между атомами ниобия [17].

Несмотря на более высокое значение СВАК d^5 атомов ниобия по сравнению, например, с титаном, атомная активность их остается на достаточно высоком уровне. Это

согласуется с результатами расчетов термодинамической вероятности возможных химических реакций *d*-переходных металлов с карбидом кремния [18].

Обладая определенной адгезионной активностью, усиливающейся в результате структурно-термической активации и образования новых поверхностей в условиях микроцарапания, ниобий налипает на поверхность карбида кремния, что показано на рис. 1. Но атомы ниобия имеют и высокую связующую стабильность. При последующих контактах вершины кристалла с основным металлом во взаимодействие вступает ниобий, налипший на поверхность кристалла. В результате взаимодействия между одноименными атомами, т.е. когезионного взаимодействия, происходит перенос металла, налипшего на вершину кристалла, на поверхность царапины, что подтверждается исследованиями состояния поверхности царапин. Наряду с участками относительно выглаженного рельефа (рис. 4а), имеется достаточно большое количество участков, свидетельствующих об интенсивном адгезионном или когезионном взаимодействии (рис. 4б). В результате адгезионно-усталостных процессов, механического воздействия происходит разрушение площадки износа и вдавливание отдельных кристаллов карбида кремния в поверхность царапины (рис. 4в).

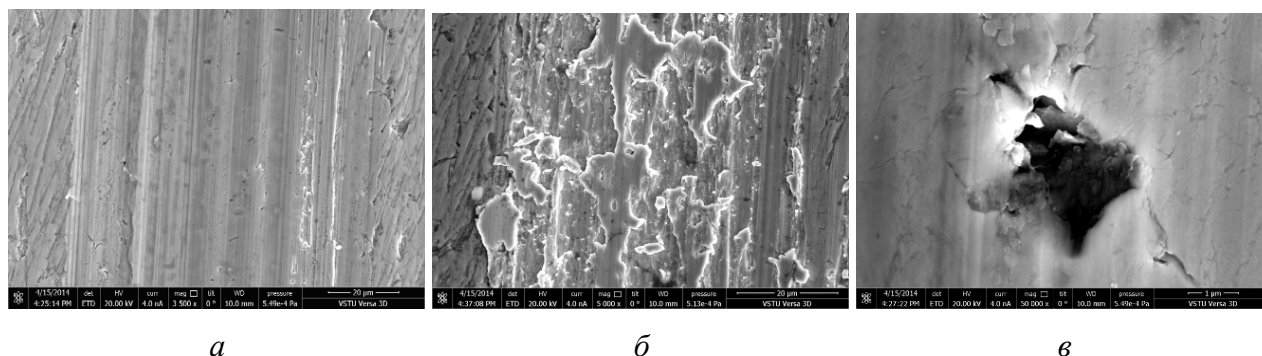


Рис. 4. Поверхность царапины:

а – 3500×; *б* – 5000×; *в* – 50000×

Глубина царапин в связи с износом вершины кристалла постепенно уменьшается, соответственно снижается количество ниобия переносимого на вершину кристалла, по крайней мере, в виде налипавшей стружки.

Выводы

При микроцарапании ниобия кристаллом карбида кремния на вершине кристалла формируется площадка износа, покрытая налипшим металлом. Металл налипает непосредственно на площадку износа, переднюю и боковые поверхности вершины. На площадке износа металл удерживается силами адгезионного взаимодействия с карбидом кремния и в результате механического закрепления на неровностях поверхности. К передней и боковым поверхностям вершины кристалла налипает стружка, удерживаемая силой

адгезии, механического заклинивания в неровностях поверхностей и сцепления с металлом, налипшим на площадку износа.

Налипший металл периодически срывается с вершины кристалла и переносится на поверхность царапины.

В результате механического воздействия и адгезионно-усталостных процессов происходит хрупкое разрушение площадки износа с отделением макро- и микрокристаллов карбида кремния, некоторые из которых переносятся на поверхность царапины. При царапании на глубине 15 мкм возможно раскалывание кристалла.

С уменьшением глубины микроцарапания и снижения силы контактного взаимодействия на вершине кристалла формируется относительно ровная площадка износа с меньшим количеством налипшего металла.

Выполнено при финансовой поддержке гранта РФФИ 14-08-97043

Список литературы

1. Свойства элементов: Справочник / под ред. М.Е. Дрица. – М. : Металлургия, 1985. – 672 с.
2. Химушин Ф.Ф. Жаропрочные стали и сплавы / Ф.Ф. Химушин. – М. : Металлургия, 1969. – 752 с.
3. Зеликман А.Н. Металлургия редких металлов: учебник / А.Н. Зеликман, Б.Г. Коршунов – М. : Металлургия, 1991. – 432 с.
4. Носенко В.А. Критерий интенсивности взаимодействия обрабатываемого и абразивного материалов при шлифовании / В. А. Носенко // Проблемы машиностроения и надежности машин. – 2001. – № 5. – С. 85.
5. Носенко В.А. К вопросу об интенсивного контактного взаимодействия d-переходных металлов с карбидом кремния при шлифовании / В.А. Носенко // Проблемы машиностроения и надежности машин. – 2002. – № 5. – С. 78-84.
6. 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.
7. Носенко В.А. Совершенствование абразивного инструмента на бакелитовой связке / В.А. Носенко // Проблемы машиностроения и надежности машин. – 2004. – № 3. – С. 85-90.
8. Носенко В.А. Технология шлифования металлов : монография / В.А. Носенко, С.В. Носенко. – Старый Оскол : ТНТ, 2013. – 613 с.
9. Носенко В.А. Шлифование адгезионно-активных металлов / В.А. Носенко. – М. : Машиностроение, 2000. – 262 с.

10. Трение, износ и смазка (трибология и триботехника) / А.В. Чичинадзе, Э.М. Берлинер, Э.Д. Браун и др. // Под общ. Ред. А.В. Чичинадзе. – М. : Машиностроение, 2003. – 576 с.
11. Ахматов А.С. Молекулярная физика граничного трения / А.С. Ахматов. – М. : Физматгиз, 1963. – 472 с.
12. Носенко В.А. Технология шлифования: монография / В.А. Носенко, С.В. Носенко // ВПИ (филиал) ГОУ ВПО ВолгГТУ. – Волгоград : ИУНЛ ВолгГТУ, 2011. – 425 с.
13. Носенко В.А. Электронно-микроскопические и микрорентгеноспектральные исследования площадки износа карбида кремния после микроцарапания кобальта / В.А. Носенко, А.В. Авилов, А.В. Морозов, В.И. Бахмат // Современные проблемы науки и образования. – 2014. – № 6. – URL : www.science-education.ru/120-15418.
14. Носенко В.А. Исследование поверхности карбида кремния после взаимодействия с кобальтом при микроцарапании / В.А. Носенко, А.В. Авилов, К.В. Афанасьева, В. И. Бахмат // Новый университет. Серия: Технические науки. – 2014. – №9(31). – С. 68-71. – Режим доступа : http://www.universityjournal.ru/docs/TN_9_14.pdf.
15. 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 : <http://indust-engineering.ru/issues/2014/2014-3-11.pdf>.
16. Носенко В.А. Микрорентгеноспектральные исследования поверхности корунда после микроцарапания титана // В.А. Носенко, С.В. Носенко, А.В. Авилов, В.И. Бахмат // Известия Волгоградского государственного технического университета. – 2014. – Т. 12. № 21 (148). – С. 29-32.
17. Самсонов Г.В. Электронная локализация в твердом теле / Г. В. Самсонов, И. Ф. Прядко, Л. Ф. Прядко – М. : Наука, 1976. – 339 с.
18. Термодинамические свойства неорганических веществ : Справочник / Под ред. А.П. Зефирова. – М. : Атомиздат, 1965. – 458 с.

Рецензенты:

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

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