

РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНЫЙ МИКРОАНАЛИЗ ПОВЕРХНОСТИ КАРБИДА КРЕМНИЯ ПОСЛЕ МИКРОЦАРАПАНИЯ ТИТАНА

В.А. Носенко, С.В. Носенко, А.В. Авилов, В.И. Бахмат

Рассмотрена структура поверхности карбида кремния непосредственно после микроцарапания титана и после удаления налипшего металла травлением в растворе плавиковой кислоты. Исследования проведены на электронном микроскопе Versa 3D. Морфологию поверхности изучали при увеличении от 800 до 20000 \times . Химический состав определяли методом локального микрорентгеноспектрального анализа при съемке в отдельных точках и сканировании участков поверхности. Ускоряющее напряжение электронов возбуждения изменяли от 5 до 20 кВ.

В нанослоях карбида кремния микрорентгеноспектральный анализ показал наличие пяти элементов: углерод, кремний, титан, азот и кислород. При 5 кВ, когда глубина зоны генерации рентгеновского характеристического излучения не превышает 270–320 нм, на участках поверхности карбида кремния без видимых следов налипшего металла концентрация титана достигает 3 % атом. Соотношение между атомами кремния и углерода свидетельствует о наличии избыточных атомов углерода. С увеличением ускоряющего напряжения до 15 кВ глубина слоя генерации рентгеновского характеристического излучения атомов титана может достигать 2000 нм. Поэтому с ростом U концентрация титана снижается, поскольку такое же количество титана, сконцентрированного в приповерхностном слое, теперь усредняется по значительно большему объему. При $U = 15$ кВ концентрация титана на нетравленной и травленной поверхностях составила соответственно 0,56 и 0,36 % атом.

До травления количество атомов углерода в 1,7 раза больше чем атомов кремния. Наличие избыточного углерода объясняется присутствием достаточно большого количества углерода на поверхности материала. После травления, в результате снижения содержания атомов титана, кислорода и азота, общей тенденции к снижению атомов углерода концентрация атом кремния $c(\text{Si})$ увеличивается. В результате количественное соотношение между атомами углерода и кремния снижается до 1,4.

Увеличение ускоряющего напряжения означает и увеличение объема основного материала, т. е. карбида кремния, находящегося в зоне генерации. С ростом U концентрация титана, азота, кислорода снижается, так как эти элементы находятся в основном на поверхности карбида кремния. Содержание атомов кремния и углерода, входящих в состав карбида кремния, будет возрастать практически пропорционально объему генерации. Поэтому с ростом U концентрация кремния должна увеличиваться, а углерода – снижаться. В действительности с увеличением U в диапазоне 5–15 кВ $c(\text{Si})$ на нетравленной поверхности возрастает более чем на 25 % и на 10 % после травления. Концентрация углерода имеет тенденцию к снижению.

Только при ускоряющем напряжении 20 кВ атомные концентрации углерода и азота с учетом доверительного интервала на средние арифметические значения можно считать приблизительно одинаковыми. В данных интервалах U концентрация углерода снижается заметно, что подтверждает ранее высказанное предположение о тенденции снижения $c(\text{C})$ с увеличением U .

Ключевые слова: рентгеноспектральный микроанализ, карбид кремния, титан, химический состав, поверхность, микроцарапание, ускоряющее напряжение.

Введение. Титан принадлежит к числу наиболее распространенных конструкционных металлов и занимает четвертое место после железа, алюминия, магния и первое место среди тугоплавких металлов IVB, VB и VIB подгрупп [1]. На основе титана изготавливают широкую гамму сплавов. Благодаря низкой плотности, достаточно высокой удельной прочности и коррозионной стойкости титановые сплавы используются в авиационной, ракетной и космической технике, судостроении и автомобилестроении для изготовления наиболее ответственных деталей [2–4]. Качество поверхности таких деталей в значительной степени формируется на заключительных операциях, к которым относится абразивная обработка и её разновидность – шлифование.

Шлифование титановых сплавов существенно отличается от большинства других конструкционных металлов. Например, при шлифовании закаленных железоуглеродистых сталей основной причиной затупления абразивного инструмента считается образование на вершинах зерен площадок износа [5, 6]. При шлифовании титановых сплавов затупление происходит в результате налипания металла на вершины зерен [7–10]. Основной причиной плохой обрабатываемости титановых сплавов шлифованием является высокая адгезионная активность титана во взаимодействии с абразивными материалами и карбидом кремния в частности [11–16]. Необходимо отметить, что карбид кремния используется также в подшипниках скольжения, уплотнениях и биоэлектронной технике [17–19]. Поэтому исследование его контактного взаимодействия с материалом контртела считается актуальным вопросом.

Смачиваемость карбида кремния жидкими металлами исследована в работах [20, 21]. Приведены сведения о поверхностной энергии SiC и металлов, рассмотрены некоторые аспекты контактного взаимодействия, в частности, перенос металла. Влияние электронного строения d -переходных металлов, в том числе титана, на интенсивность диффузионного, химического и адгезионного взаимодействия с SiC показана в работах [14, 15]. Высокая активность атомов титана объясняется их электронным строением [22]. Валентные электроны изолированного атома титана имеют конфигурацию d^2s^2 . В конденсированном состоянии образуются флуктуирующие d^3s -, d^4s^0 - и d^1s^2p -состояния, что определяет склонность атома титана к взаимодействию с другими элементами.

Тем не менее, контактное взаимодействие титана с карбидом кремния изучено недостаточно. Особую актуальность данный вопрос приобретает в связи с появлением более совершенных инструментов и методик контроля качества поверхности.

Цель работы: с использованием последних мировых достижений в области контроля качества поверхности исследовать взаимодействие титана с карбидом кремния методом локального микрорентгеноспектрального анализа.

1. Методика исследований. Состояние рельефа и химический состав обработанной поверхности исследовали на растровом двухлучевом электронном микроскопе Versa 3D LoVac, соединившего в себе последние мировые достижения в области физических методов контроля качества. Микроскоп оснащен электронной и ионной колоннами, позволяющими осуществлять всестороннее визуальное исследование объектов и химический анализ в нанослоях поверхности.

Состояние поверхности абразивного материала после взаимодействия с титановым сплавом исследовали при микроцарапании единичными кристаллами. Из крупных кристаллов карбида кремния зеленого производства ОАО «Волжский абразивный завод» вырезали заготовки размером $2 \times 2 \times 5$ мм, вставляли в специальные оправки и закрепляли композиционным пломбирочным материалом. Вершину кристалла затачивали на конус с углом при вершине 120° . Микроцарапание осуществляли на плоскошлифовальном станке по методике [23, 24] на скорости 35 м/с. Поверхность сплава ВТ1-00 предварительно обрабатывали кругом из кубического нитрида бора.

2. Результаты исследований. В связи с высокой адгезионной и когезионной активностью титана площадка износа кристалла карбида кремния покрыта налипшим металлом. Траектория главного движения вершины зерна 1 на рис. 1, *a* направлена снизу вверх под углом около 40° относительно вертикальной оси. Образующаяся стружка перемещается в направлении главного движения 2 и в боковых 3, 4.

Химический состав исследовали в двух относительно чистых участках карбида кремния без видимых следов налипшего титана. На рис. 1, *b* микроучастки выделены точками (Spot 1, Spot 2).

Микрорентгеноспектральный анализ показал наличие пяти элементов: углерод, кремний, титан, азот и кислород (рис. 2). Содержание каждого из элементов в двух анализируемых микроучастках с учетом доверительного интервала на средние арифметические значения можно считать одинаковым. Значимое отличие наблюдается по содержанию кислорода для $U = 5$ кВ. В точке Spot 1 кислорода на 13 % меньше, чем в Spot 2. Среднее содержание титана в нанослоях поверхности карбида кремния составляет около 2,5 % атом. С ростом U концентрация титана снижается более чем в 7 раз с 2,9 до 0,4 % атом. Многократно уменьшаются концентрации азота и кислорода.

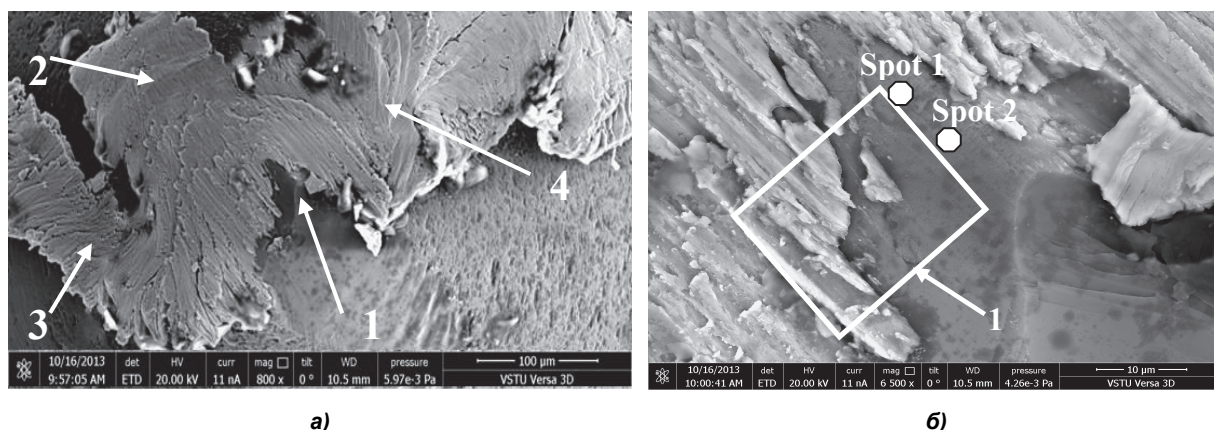


Рис. 1. Поверхность кристалла карбида кремния после микроцарапания титана при увеличении:
а – 800х; б – 6500х

Концентрацию химических элементов определяли также методом сканирования поверхности. Исследования проведены в зоне 1, выделенной на рис. 1, б прямоугольником 1. Химический состав измеряли в трех участках (рис. 3, а), $U = 15$ кВ. Участок сканирования 1 выбран на относительно чистой поверхности карбида кремния, участок 2 – рядом с налипом, участок 3 – непосредственно на налипе. Содержание углерода в поверхностях Агеа 1 и Агеа 2 с учетом доверительного интервала можно считать одинаковым (рис. 3, б). Атомарного кремния в поверхности 2 на 15 % меньше, но титана почти в 2 раза больше (рис. 3, в). Основным химическим элементом титан становится в поверхности 3, его содержание достигает 66 % атом. При этом более чем в 2 раза снижается концентрация углерода и еще в большей степени – концентрация кремния (рис. 3, г). В поверхности 3 обнаружены только следы кремния.

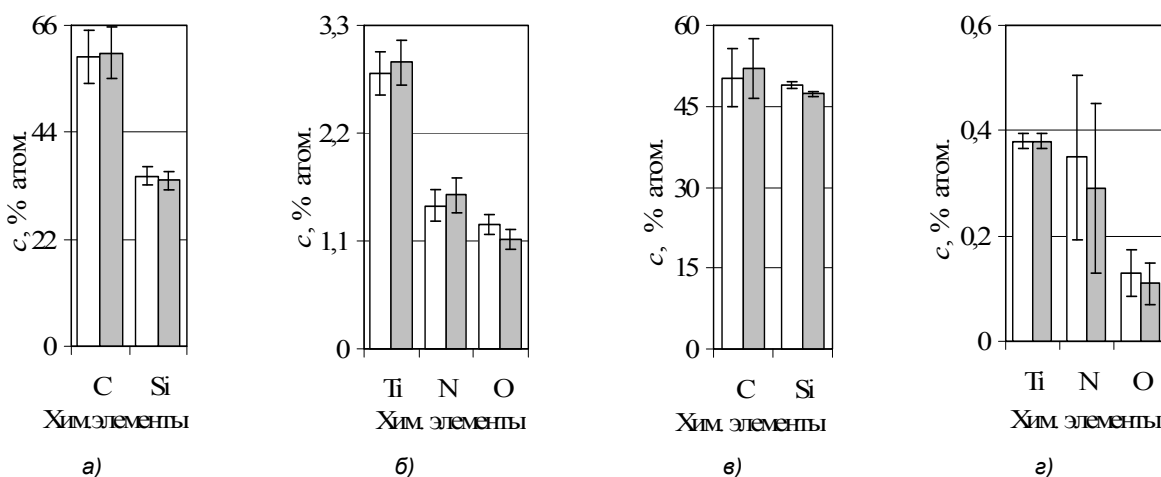


Рис. 2. Концентрация химических элементов в микроучастках Spot 1, Spot 2 (см. рис. 1б) при ускоряющем напряжении 5 кВ (а, б) и 20 кВ (в, г): □ – Spot 1; ■ – Spot 2

Поверхность кристалла карбида кремния после удаления налипшего титана раствором плавиковой кислоты показана на рис. 4, а.

Площадка износа карбида кремния почти полностью разрушена, остались только три фрагмента, выделенные стрелками. Очевидно, эти три фрагмента являлись опорами, на которых держался налипший металл. При травлении металла и протирке площадки износа часть вершины кристалла, присутствующая на рис. 1, б, была удалена. От видимой до травления части поверхности кристалла остался только фрагмент 2. Фрагменты 1 и 3 на рис. 1, а закрыты налипшим титаном.

На рис. 4, б представлена та же поверхность, повернутая на 180° вокруг вертикальной оси и наклоненная относительно горизонтали на 50° . Базовое увеличение электронных фотографий 4, а и 4, б, полученное на микроскопе Versa 3D, одинаковое и составляет $3500\times$.

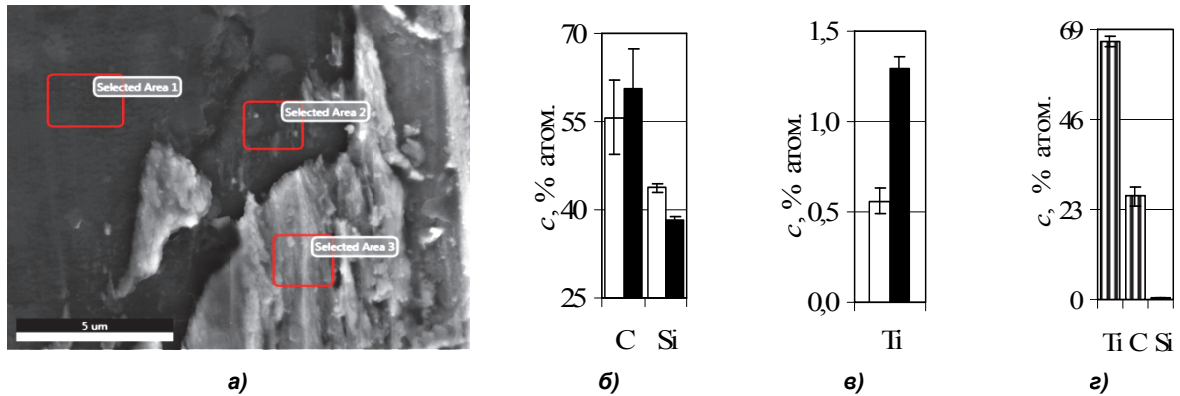


Рис. 3. Поверхность кристалла карбида кремния с выделенными участками сканирования (а) и концентрация с химических элементов (б, в, г): □ – поверхность 1 (Area 1); ■ – поверхность 2 (Area 2); ▨ – поверхность 3 (Area 3)

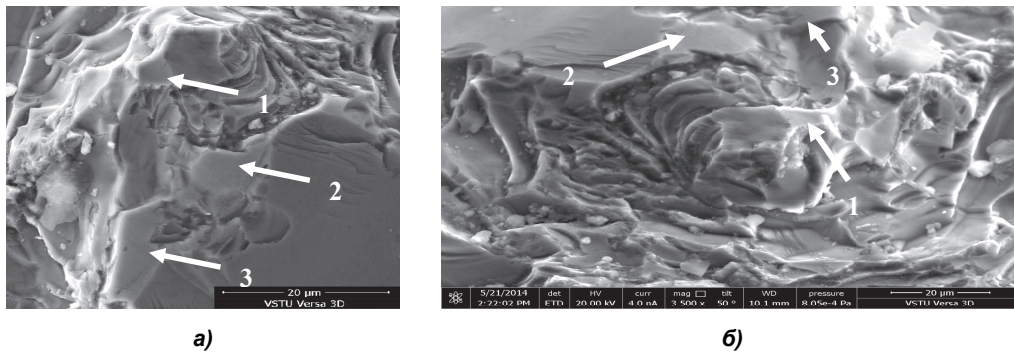


Рис. 4. Поверхность кристалла карбида кремния после стравливания титана: а – 3500х, α = 0°; б – 3500х, α = 50°

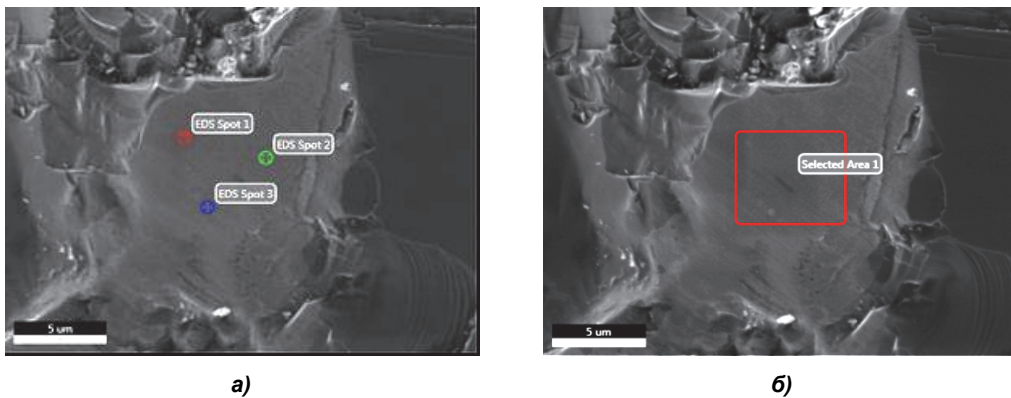


Рис. 5. Поверхность кристалла после стравливания титана с выделенными объектами анализа: а – анализ в точках (Spot 1, 2, 3); б – сканирование поверхности (Area 1)

Исследования химического состава проведены на поверхности 2 (см. рис. 4). Микрорентгеноспектральный анализ осуществляли в отдельных точках (рис. 5, а) и сканированием по поверхности (рис. 5, б).

Содержание титана в исследуемых микрообъектах с учетом доверительного интервала на средние арифметические значения можно считать одинаковым (рис. 6, а). То же можно сказать и в отношении концентрации углерода (рис. 6, б). Отличие между рассматриваемыми элементами состоит в том, что с увеличением энергии активации электронов возбуждения концентрация титана снижается, а концентрация углерода практически не изменяется. Концентрация кремния в рассматриваемых микрообъектах одинакова только при $U = 5$ кВ (рис. 6, в).

С увеличением энергии активации различие между средними арифметическими атомными концентрациями кремния в микрообъектах Spot 1, Spot 2 и Spot 3 следует считать значимым, что свидетельствует о неоднородности содержания кремния в исследуемой поверхности. С увеличением U концентрация кремния возрастает.

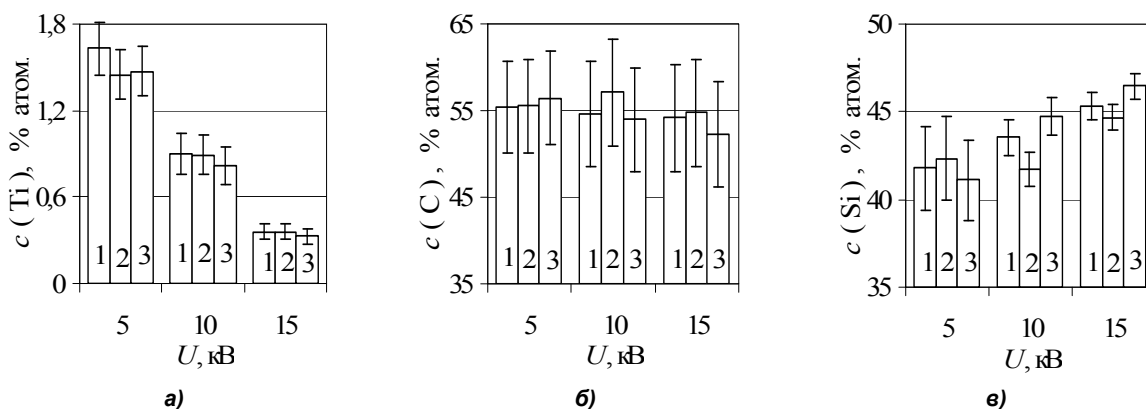


Рис. 6. Концентрация химических элементов с после травления титана в микрообъектах, выделенных на рис. 6, а, при различном ускоряющем напряжении U

При сканировании поверхности (см. рис. 5, б) рост U также приводит к уменьшению концентрации кремния (рис. 7, а), что согласуется с данными рис. 6, а. Концентрация углерода при сканировании поверхности с увеличением U не изменяется (рис. 7, б). Для концентрации кремния прослеживается четкая закономерность роста $c(\text{Si})$ с увеличением U (рис. 7, в). Такая же закономерность наблюдается и при измерении концентрации в отдельных точках (см. рис. 6, в).

Значения концентраций химических элементов в точках (см. рис. 6) были усреднены. Доверительный интервал на средние арифметические значения определяли из условия отсутствия значимых отличий дисперсий. Сопоставление средних арифметических концентраций, полученных при измерении в отдельных точках и при сканировании поверхности, показало, что с учетом доверительных интервалов между ними нет значимого отличия. Это позволяет считать рассматриваемые выборки принадлежащими одной генеральной совокупности.

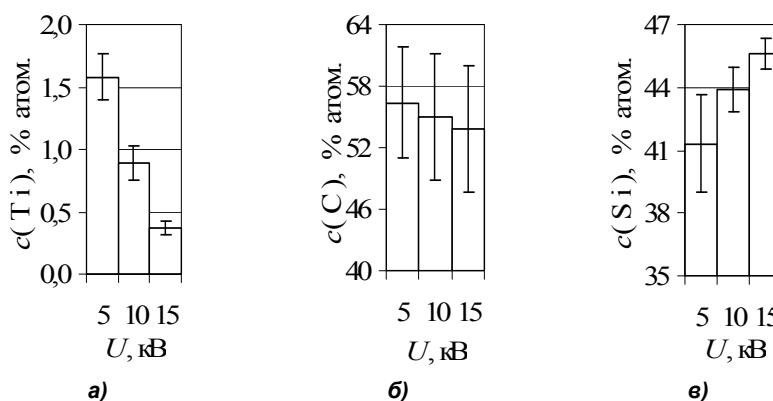


Рис. 7. Концентрация химических элементов с при сканировании поверхности (см. рис. 6, б) с различным ускоряющим напряжением U

Так как выборка значений при сканировании поверхности существенно больше, чем в точках, более достоверными следует считать статистические параметры, полученные при сканировании. С использованием этих данных и данных, полученных при измерении поверхности карбида кремния непосредственно после микроцарапания, построены графические зависимости изменения атомарных концентраций элементов от ускоряющего напряжения (рис. 8).

С увеличением энергии активации электронов возбуждения в 3 раза атомарная концентрация углерода изменяется незначимо как на поверхности карбида кремния после микроцарапа-

ния, так и после удаления титана методом травления в растворе плавиковой кислоты. Нет значимого отличия по содержанию атомарного углерода в поверхности карбида кремния до и после травления.

Концентрация кремния с увеличением U от 5 до 15 кВ возрастает: после микроцарапания – на 25 %; после травления – на 10 %. После травления содержание кремния в нанослоях поверхности карбида кремния значимо выше. Например, при $U = 5$ кВ концентрация кремния после травления на 20 % выше, при $U = 15$ кВ – всего на 4 %. Таким образом, с увеличением U различие в концентрации кремния на поверхности карбида кремния снижается.

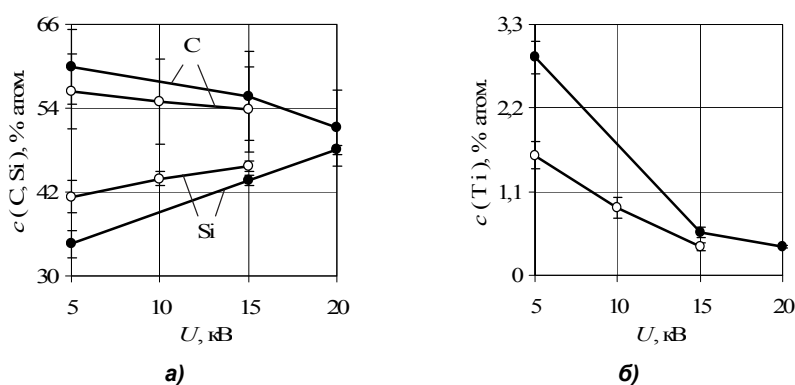


Рис. 8. Зависимость концентрации химических элементов c от ускоряющего напряжения электронов возбуждения U : ● – после микроцарапания; ○ – после стравливания титана

Необходимо учитывать также фактор глубины зоны генерации рентгеновского характеристического излучения. С увеличением ускоряющего напряжения возрастает энергия электрона и глубина его проникновения в поверхностный слой исследуемого материала, соответственно глубина и объем зоны генерации рентгеновского характеристического излучения.

Для оценки максимальной глубины зоны генерации использовали формулу Канайя–Окаямы, определяющую максимальную длину пробега электронов с учетом значения энергии зонда [25]. Необходимо отметить, что формула Канайя–Окаямы приближенная и даёт лишь оценочное значение данных величин [26]. Как показали расчеты, при $U = 5$ кВ глубина зоны генерации рентгеновского характеристического излучения $K\alpha$ для углерода и кремния не должна превышать соответственно 324 и 270 нм. У атомов титана возбуждаются только электроны уровня L . Максимальная глубина генерации рентгеновского характеристического излучения $TiL\alpha$ находится в этих же пределах. С увеличением U в три раза до 15 кВ максимальная глубина зоны генерации атомов возрастает в 6–7 раз и достигает 2000 нм.

Анализ визуальной чистой поверхности карбида кремния при $U = 5$ кВ (см. рис. 2 и 3) показал, что в нанослое материала глубиной около 300 нм, может содержаться почти 3 % атом. титана. Если допустить, что перенос титана произошел в результате диффузии или химического взаимодействия с карбидом кремния, то глубина модифицированного слоя не должна превышать десятков нанометров. То есть, в приповерхностном слое содержание титана заметно больше, чем в объеме генерации рентгеновского характеристического излучения. После травления концентрация титана снижается в 1,8 раза с 2,9 до 1,6 % атом. Если допустить, что в результате травления весь свободный титан был удален, то концентрация 1,6 % атом. – это титан тем или иным образом связанный с карбидом кремния, в том числе посредством диффузии.

С увеличением ускоряющего напряжения электронов возбуждения в 3 раза до 15 кВ глубина слоя генерации рентгеновского характеристического излучения атомов титана может достигать 2000 нм. Поэтому с увеличением U концентрация титана снижается, поскольку такое же количество титана, сконцентрированного в приповерхностном слое, теперь усредняется по значительно большему объему. При $U = 15$ кВ концентрация титана на нетравленной и травленной поверхностях составила соответственно 0,56 и 0,36 % атом.

При 5 кВ концентрация кремния на поверхности кристалла после травления значимо больше, чем до травления, и различие составляет около 7 % атом. Увеличение концентрации кремния после травления произошло в результате снижения концентрации титана и практически полного

отсутствия азота и кислорода. Учитывая, что на всех ускоряющих напряжениях среднее значение концентрации углерода после травления меньше, можно говорить и о тенденции снижения концентрации углерода после стравливания титана, что также способствует увеличению концентрации атомов кремния.

До травления количество атомов углерода в 1,7 раза больше атомов кремния. Наличие избыточного углерода объясняется присутствием достаточно большого количества углерода на поверхности материала. После травления, в результате снижения содержания атомов титана, кислорода и азота, общей тенденции к снижению атомов углерода, концентрация кремния увеличивается. В результате соотношение между атомами углерода и титана снижается до 1,4.

Увеличение ускоряющего напряжения означает и увеличение объема основного материала, т. е. карбида кремния, находящегося в зоне генерации. С ростом U концентрация титана, азота, кислорода снижается, так как эти элементы находятся в основном на поверхности карбида кремния. Содержание атомов кремния и углерода, входящих в состав карбида кремния, будет возрастать практически пропорционально объему генерации. Поэтому с ростом U концентрация кремния должна увеличиваться, а углерода – снижаться. В действительности с увеличением U в диапазоне 5–15 кВ концентрация атомов кремния на нетравленной поверхности возрастает более чем на 25 % и на 10 % – после травления. Концентрация углерода имеет тенденцию к снижению.

Только при ускоряющем напряжении 20 кВ атомные концентрации углерода и кремния с учетом доверительного интервала на средние арифметические значения можно считать приблизительно одинаковыми. В данных интервалах U концентрация углерода снижается значимо, что подтверждает ранее высказанное предположение о тенденции снижения $c(C)$ с увеличением U .

3. Выводы. В результате микрорентгеноспектрального анализа поверхности карбида кремния после микроцарапания титана установлено, что в нанослоях карбида кремния присутствует титан, не удаляемый травлением в растворе плавиковой кислоты. В титане, налипшем на поверхность карбида кремния, наблюдается увеличение содержания кремния.

При ускоряющем напряжении электронов возбуждения $U = 5$ кВ микрорентгеноспектральный анализ визуально чистых участков поверхности карбида кремния после микроцарапания титана показал наличие атомов C, Si, Ti, O, N. Соотношение между атомами Si и C свидетельствует о наличии избыточного углерода. После травления титана содержание избыточного углерода снижается.

С увеличением U от 5 до 15 кВ концентрация атомов титана уменьшилась на исходной поверхности карбида кремния и после травления титана соответственно с 2,8 и 1,6 до 0,6 и 0,4 % атом. При $U = 20$ кВ с учетом доверительного интервала на средние арифметические значения концентрацию атомов кремния и углерода можно считать одинаковой.

Литература

1. *Свойства элементов: справ. / под ред. М.Е. Дрица.* – М.: Металлургия, 1985. – 672 с.
2. Ушков, С.С. Становление и развитие производства титановых полуфабрикатов для судостроения / С.С. Ушков, А.С. Кудрявцев, Э.А. Карасев // *Вопросы материаловедения.* – 2006. – № 1. – С. 68–78.
3. *Титан и титановые сплавы в автомобилестроении* / Л.В. Давыденко, С.Б. Белова, Р.А. Давыденко, Ю.Б. Егорова // *Автомобильная промышленность.* – 2010. – № 10. – С. 41–42.
4. Каширин, В.В. Опыт и перспективы применения титановых сплавов в инновационных разработках ОАО «ОКБ Сухого» / В.В. Каширин, А.А. Бурханова, А.А. Филатов // *Титан.* – 2012. – № 1 (35). – С. 42–45.
5. Маслов, Е.Н. Теория шлифования металлов / Е.Н. Маслов. – М.: Машиностроение, 1974. – 320 с.
6. Корчак, С.Н. Производительность процесса шлифования стальных деталей / С.Н. Корчак. – М.: Машиностроение, 1976. – 280 с.
7. Сильвестров В.Д. Особенности шлифования титановых сплавов / В.Д. Сильвестров // *Основные вопросы высокопроизводительного шлифования / под ред. Е.Н. Маслова.* – М.: Гос. науч.-техн. изд-во машиностроит. литературы, 1960. – С. 153–160.

8. Саютин, Г.И. Шлифование деталей из сплавов на основе титана / Г.И. Саютин, В.А. Носенко. – М.: Машиностроение, 1987. – 80 с.
9. Creep feed grinding of gamma titanium aluminide and burn resistant titanium alloys using SiC abrasive / R. Hood, F. Lechner, D.K. Aspinwall, W. Voice // *International Journal of Machine Tools and Manufacture*. – 2007. – Vol. 47. – Iss. 9. – July. – P. 1486–1492.
10. 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.
11. Кремень, З.И. Шлифование титановых сплавов шлифовальными кругами на основе эльбора и алмаза // З.И. Кремень, Д.А. Поповский, В.Г. Юрьев // *Вестник машиностроения*. – 2013. – № 5. – С. 66–69.
12. Старков, В.К. Шлифование высокопористыми кругами / В.К. Старков. – М.: Машиностроение, 2007. – 688 с.
13. Полетаев, В.А. Глубинное шлифование лопаток турбин: библиотека технолога / В.А. Полетаев, Д.И. Волков. – М.: Машиностроение, 2009. – 272 с.
14. Носенко, В.А. Шлифование адгезионно-активных металлов: моногр. / В.А. Носенко. – М.: Машиностроение, 2000. – 262 с.
15. 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.
16. Nosenko V.A. Unidirectional and opposing deep grinding of titanium alloy with periodic wheel adjustment / V.A. Nosenko // *Russian Engineering Research*. – 2010. – Vol. 30 (10). – P. 1016–1021.
17. Miyoshi, K. Adhesion and friction of transition metals in contact with non-metallic hard materials / K. Miyoshi, D.H. Buckley // *Wear*. – 1982. – Vol. 77. – Iss. 2. – April. – P. 253–264.
18. Крыль, А.О. Конструкционная керамика на основе карбида кремния для узлов трения и деталей нефтегазового и химического оборудования / А.О. Крыль, Я.А. Крыль, Я.М. Дрогомирецкий // *Проблемы трибологии*. – 2011. – № 1 (59). – С. 25–28.
19. Multifunctional SiC Surfaces: From Passivation to Biofunctionalization / S.J. Schoell, A. Oliveros, M. Steenackers et al. // *Silicon Carbide Biotechnology*. – 2012. – P. 63–117.
20. Survey on wetting of SiC by molten metals / G.W. Liu, M.L. Muolo, F. Valenza, A. Passerone // *Ceramics International*. – 2010. – Vol. 36. – Iss. 4. – May. – P. 1177–1188.
21. Preparation and Interface Structures of Metal-encased SiC Composite Armors with Interpenetrating Structure / Guiwu Liu, Changye Ni, Qiangwe Xiao et al. // *Rare Metal Materials and Engineering*. – 2011. – Vol. 40. – Iss. 12. – December. – P. 2076–2079.
22. Некрасов, Б.В. Основы общей химии / Б.В. Некрасов. – М.: Химия. – 1973. – Т. 2. – 688 с.
23. Носенко, В.А. Технология шлифования металлов: моногр. / В.А. Носенко, С.В. Носенко. – Старый Оскол: ТНТ, 2013. – 613 с.
24. 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. – <http://indust-engineering.ru/issues/2014/2014-3-11.pdf>.
25. Kanaya, K. Penetration and energy loss theory of electrons in solid targets / K. Kanaya, S. Okayama // *J. Phys. D*. – 1972. – No. 5. – P. 43–58.
26. Рид, С.Дж.Б. Электронно-зондовый микроанализ и растровая электронная микроскопия в геологии / С. Дж. Б. Рид; пер. с англ. Д.Б. Петрова, И.М. Романенко, В.А. Ревенко. – М.: Техносфера РИЦ ЗАО, 2008. – 229 с.

Носенко Владимир Андреевич. Доктор технических наук, профессор, зав. кафедрой «Технология и оборудование машиностроительных производств», заместитель директора по учебной работе, Волжский политехнический институт (филиал) Волгоградского государственного технического университета, posenko@volpi.ru.

Носенко Сергей Владимирович. Кандидат технических наук, доцент кафедры «Технология и оборудование машиностроительных производств», Волжский политехнический институт (филиал) Волгоградского государственного технического университета, s.v.nosenko@gmail.com.

Авилов Александр Викторович. Кандидат технических наук, доцент кафедры «Технология и оборудование машиностроительных производств», Волжский политехнический институт (филиал) Волгоградского государственного технического университета, avilov@volpi.ru.

Бахмат Вера Ивановна. Лаборант кафедры «Технология и оборудование машиностроительных производств», Волжский политехнический институт (филиал) Волгоградского государственного технического университета, vto@volpi.ru.

Поступила в редакцию 12 ноября 2014 г.

*Bulletin of the South Ural State University
Series "Mechanical Engineering Industry"
2015, vol. 15, no. 1, pp. 69–79*

X-RAY SPECTRAL MICROANALYSIS OF THE SURFACE OF CARBIDE OF SILICON AFTER THE MICROSCRATCHING OF TITANIUM

V.A. Nosenko, Volzhskiy Polytechnic Institute (Branch) of the Volgograd State Technical University, Volzhsky, Russian Federation, nosenko@volpi.ru,

S.V. Nosenko, Volzhskiy Polytechnic Institute (Branch) of the Volgograd State Technical University, Volzhsky, Russian Federation, s.v.nosenko@gmail.com,

A.V. Avilov, Volzhskiy Polytechnic Institute (Branch) of the Volgograd State Technical University, Volzhsky, Russian Federation, avilov@volpi.ru,

V.I. Bakhmat, Volzhskiy Polytechnic Institute (Branch) of the Volgograd State Technical University, Volzhsky, Russian Federation, vto@volpi.ru

The structure of a surface of carbide of silicon directly after a microscratching of titanium and after deleting the stuck metal by etching in solution of fluoric acid is considered. Research are conducted on an electron microscope of Versa 3D. The morphology of a surface was studied in case of increase from 800 to 20000 \times . The chemical composition was determined by method of local micro x ray spectral analysis when shooting in separate points and scanning of sections of a surface. Acceleration voltage of electrons of excitation was changed from 5 to 20 kV.

In silicon carbide nanolayers micro x-ray spectral analysis showed existence of five elements: carbon, silicon, titanium, nitrogen and oxygen. In case of 5 kV when depth of a zone of generation of X-ray characteristic radiation doesn't exceed 270–320 nanometers, on silicon carbide surface sections without visible traces of the stuck metal concentration of titanium reaches 3 % atom. The ratio between atoms of silicon and carbon testifies to existence of excess atoms of carbon. With increase in the layer of generation of X-ray characteristic radiation of atoms of titanium accelerating to 15 kV depth can reach 2000 nanometers. Therefore with growth U concentration of titanium decreases as the same amount of the titanium concentrated in a near-surface layer averages on much bigger volume now. In case of $U = 15$ kV concentration of titanium on not etched and etched surfaces made respectively 0,56 and 0,36 % atom.

Before etching the amount of atoms of carbon is 1,7 times more than atoms of silicon. Availability of excess carbon is explained by presence rather big amount of carbon a surface swore. After etching, as a result of lowering of the content of atoms of titanium, oxygen and nitrogen, the general tendency to lowering of atoms of carbon with $c(\text{Si})$ increases. As a result the quantitative ratio between atoms of carbon and silicon decreases to 1,4.

The increase in acceleration voltage means also increase in volume of the main material, that is carbide of the silicon which is in a generation zone. With growth U concentration of titanium, nitrogen, oxygen decreases as these elements are in the main on a silicon carbide surface. The content of the atoms of silicon and carbon which are a part of carbide of silicon will increase practically in proportion to generation volume. Therefore with growth U concentra-

tion of silicon shall increase, and carbon – to decrease. Actually with increase in U with $c(\text{Si})$ on not etched surface increases in the range of 5–15 kV more than for 25 % and for 10 % after etching. Concentration of carbon tends to lowering.

Only in case of acceleration voltage of 20 kV atomic concentration of carbon and nitrogen taking into account a confidential interval on arithmetic averages of value can be read the approximately identical. In these intervals U concentration of carbon decreases significantly that confirms earlier suggested about a tendency of lowering $c(\text{C})$ with increase U .

Keywords: X-ray spectral microanalysis, silicon carbide, titanium, chemical composition, surface, microscratching, acceleration voltage.

References

1. Dritsa M.E. (Ed.) *Svoystva elementov: spravochnik* [Properties of Elements: Reference Manual]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1985. 320 p.
2. Ushkov S.S., Kudryavtsev A.S., Karasev E.A. [Formation and Development of Production of Titanic Semi-Finished Products for Shipbuilding]. *Voprosy materialovedeniya* [Materials Science Questions], 2006, no. 1, pp. 68–78. (in Russ.)
3. Davydenko L.V., Belova S.B., Davydenko R.A., Egorova Yu.B. [Titanium and Titanium Alloys in Automotive Industry]. *Avtomobil'naya promyshlennost'* [Automotive Industry], 2010, no. 10, pp. 41–42. (in Russ.)
4. Kashirin V.V., Burkhanova A.A., Filatov A.A. [Experience and Perspectives of Use of Titanium Alloys in Innovative Development OJSC “OKB Sukhogo”]. *Titan* [Titanium], 2012, no. 1, pp. 42–45. (in Russ.)
5. Maslov E.N. *Teoriya shlifovaniya metallov* [Theory of Grinding of Metals]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1974. 320 p.
6. Korchak S.N. *Proizvoditel'nost' protsessa shlifovaniya stal'nykh detaley* [Productivity of Process of Grinding of Steel Details]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1976. 280 p.
7. Sil'vestrov V.D. [Features of Grinding of Titanium Alloys]. *Osnovnye voprosy vysokoproizvoditel'nogo shlifovaniya* [Main Questions of High-Performance Grinding]. Moscow, Gosudarstvennoe nauchno-tekhnicheskoe izdatel'stvo mashinostroitel'noy literatury, 1960, pp. 153–160. (in Russ.)
8. Sayutin G.I., Nosenko V.A. *Shlifovanie detaley iz splavov na osnove titana* [Grinding of Details from Titanium-Based Alloys]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1987. 80 p.
9. Hood R., Lechner F., Aspinwall D.K., Voice W. Creep Feed Grinding of Gamma Titanium Aluminide and Burn Resistant Titanium Alloys Using SiC Abrasive. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2007, vol. 47, iss. 9, pp. 1486–1492.
10. Nosenko S.V., Nosenko V.A., Kremenetskiy L.L. [Influence of Editing of an Abrasive Tool on a Status of a Relief of the Processed Surface of Titanium Alloy in Case of Counter Depth Grinding]. *Vestnik mashinostroeniya* [Messenger of Mechanical Engineering], 2014, no. 7, pp. 64–68. (in Russ.)
11. Kremen' Z.I., Popovskiy D.A., Yur'yev V.G. [Grinding of Titanium Alloys Grinding Wheels on the Basis of an Elbor and Diamond]. *Vestnik mashinostroeniya* [Messenger of Mechanical Engineering], 2013, no. 5, pp. 66–69. (in Russ.)
12. Starkov V.K. *Shlifovanie vysokoporistymi krugami* [Grinding by High-Porous Circles]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 2007. 688 p.
13. Poletaev V.A., Volkov D.I. *Glubinnoe shlifovanie lopatok turbin: biblioteka tekhnologa* [Depth Grinding of Blades of Turbines: Library of the Technologist]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 2009. 272 p.
14. Nosenko V.A. *Shlifovanie adgezionno-aktivnykh metallov: monografiya* [Grinding of the Adhesive and Active Metals: Monograph]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 2000. 262 p.
15. Nosenko V.A. [Influence of Contact Interaction on Wear of an Abrasive Tool when Grinding]. *Problemy mashinostroeniya i nadezhnosti mashin* [Problems of Mechanical Engineering and Reliability of Machines], 2005, no. 1, pp. 71–77. (in Russ.)
16. Nosenko V.A. Unidirectional and Opposing Deep Grinding of Titanium Alloy with Periodic Wheel Adjustment. *Russian Engineering Research*, 2010, vol. 30 (10), pp. 1016–1021.
17. Miyoshi K., Buckley D.H. Adhesion and Friction of Transition Metals in Contact with Non-Metallic Hard Materials. *Wear*, 1982, vol. 77, iss. 2, pp. 253–264.

18. Kril' A.O., Kril' Ya.A., Drogomiretskiy Ya.M. [Constructional Ceramics on the Basis of Silicon Carbide for Nodes of Friction and Details of the Oil and Gas and Chemical Equipment]. *Problemy tribologii* [Tribology Problems], 2011, no. 1 (59), pp. 25–28. (in Russ.)
19. Schoell S.J., Oliveros A., Steenackers M., Sadow S.E., Sharp I.D. Multifunctional SiC Surfaces: From Passivation to Biofunctionalization. *Silicon Carbide Biotechnology*, 2012, pp. 63–117.
20. Liu G.W., Muolo M.L., Valenza F., Passerone A. Survey on Wetting of SiC by Molten Metals. *Ceramics International*, 2010, vol. 36, iss. 4, pp. 1177–1188.
21. Liu Guiwu, Ni Changye, Xiao Qiangwe, Jin Feng, Qiao Guanjun, Lu Tianjian. Preparation and Interface Structures of Metal-encased SiC Composite Armors with Interpenetrating Structure. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2011, vol. 40, iss. 12, pp. 2076–2079.
22. Nekrasov B.V. *Osnovy obshchey khimii* [Fundamentals of the General Chemistry]. Moscow, Khimiya Publ., 1973, Vol. 2, 688 p.
23. Nosenko V.A., Nosenko S.V. *Tekhnologiya shlifovaniya metallov: monografiya* [Technology of Grinding of Metals: Monograph]. Staryy Oskol, TNT Publ., 2013. 613 p.
24. Nosenko V.A., Nosenko S.V., Avilov A.V., Bakhmat V.I. [Morphology of a Surface of Corundum After a Microscratching of Titanium Alloy]. *Mashinostroenie: setevoy elektronnyy nauchnyy zhurnal* [Industrial Engineering: Internet Journal], 2014, no. 3, pp. 66–71. Available at: <http://industrial-engineering.ru/issues/2014/2014-3-11.pdf>. (in Russ.)
25. Kanaya K., Okayama S. Penetration and Energy Loss Theory of Electrons in Solid Targets. *J. Phys. D*, 1972, no. 5, pp. 43–58.
26. Rid S.Dzh.B. *Elektronno-zondovyy mikroanaliz i rastrovaya elektronnyaya mikroskopiya v geologii* [Electron Probe Microanalysis and Raster Electronic Microscopy in Geology], Transl. from Engl. Moscow, Tekhnosfera RITs ZAO, 2008. 229 p.

Received 12 November 2014