

(¹әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы қ.,

² «Жер туралы ғылымдар, металлургия және кен байыту орталығы» АҚ)

НАНОКОМПОЗИЦИЯЛЫҚ ҚАПТАМАЛАР БЕТІНІҢ МОРФОЛОГИЯСЫНА ТҮНДЫРУ ТЕМПЕРАТУРАСЫНЫҢ ӘСЕРІН ЭЛЕКТРОНДЫҚ МИКРОСКОПИЯ ӘДІСІМЕН ЗЕРТТЕУ

Аннотация

Мақалада наноөлшемді бөлшектердің дисперсті фаза ретінде кремний қостотығы SiO_2 мен шам күйесінің С хромдық қаптамаларды құрылымдау және микроқұрылымды зерттеу нәтижелері ұсынылған. Наноконпозициялық қаптамалар 5 кА/м^2 ток тығыздығымен және әртүрлі температурада 303–343 К алынған. Қаптамалар 8/12 л шам күйесі С және кремний қостотығы SiO_2 концентрация арақатынастарындағы электролиттен түндырылды. Зерттеу жұмыстары JEOL JXA-8230 электрондық микроскоп арқылы COMPO, WDS, EDS және SEI режимдерінде зерттелді. Температураның жоғарылауы наноқұрылымдалған композициялық электролиттік қаптаманың морфологиясына бірқалыпты әсер етпейтіндігі анықталды. Түндыру үдерісі кезінде микро-кеуектер, глобулалар, түйіршік тәрізді көріністер, микрожарықшалар пайда болады. Электротүндыру температурасының микроқұрылымға әсерін талдау нәтижесінде, 303 К – глобула (шар) тәрізді микроқұрылым қалыптасады, 313 К – тегіс, 323 К – фонда тегіс, жеке қарағанда көпіршік тәрізді көріністер және көптеген микрожарықшалар, 333 К – аса тегіс сирек микрожарықшалармен, 343 К – тегіс, жеке ұсақ көпіршікті микроқұрылымдардың пайда болуы байқалады.

Кілт сөздер: нано-құрылымданған композициялық электролиттік қаптамалар (нано-КЭҚ), электрондық микроскоп, микроқұрылым.

Ключевые слова: наноструктурированные композиционные электролитические покрытия (нано-КЭП), электронный микроскоп, микроструктура.

Keywords: nano-structured composition electrolytic coatings (nano-CEC), electronic microscope, microstructure.

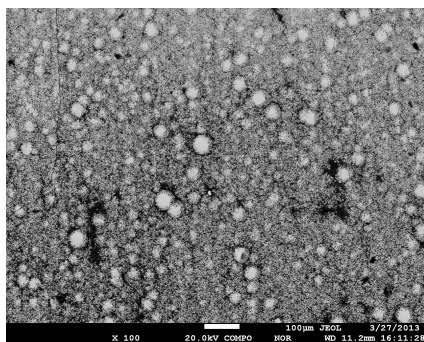
Кіріспе. Ғылыми-техникалық әлеуеттің деңгейі, жалпы түрде өркениеттің деңгейі – бұл жаңа материалдардың қажеттілігін анықтайды. Қажеттілік әсіресе XX ғасырдың соңғы он жылдығы мен XXI ғасырдың басында жоғары дәрежеге жете бастады. Ғылыми-

техникалық прогресс пен даму деңгейлері жаңа материал-дар жасаудың қажеттілігін арттырады [1, 2].

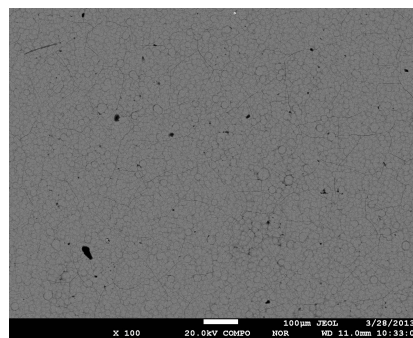
Қазіргі заманғы ең маңызды мәселелердің бірі – нанокөмпозициялық қаптамалар бетінің морфо-логиясына тұндыру температурасының әсерін зерттеу болып табылады. Негізінен қаптаманың ролі, корро-зиядан қорғаушы ретінде, металды сыртқы ортада оқшаулауға, гальваноэлементтердің металл бетінде жұмысын тоқтатуына және металдың термодинамикалық тұрақтылығын арттыруға негізделген [3, 4]. Біздің жағдайымызда негізгі металл – хром, ал қапталатын металл – болат төсеніштер болып табылады. Хром-күміс-болатты түсті металл, қатты, морт, темірге қарағанда теріс әлеуетті, бірақ оны электролиттік ауа да және қышқылдық орта да қорғамайды, себебі өте күшті пассивтену қабілетіне байланысты ол асыл металдардың қасиетіне ие. Жалпы хромдық қаптамалар ыстыққа төзімді және үлкен қаттылық пен тозуға тұрақты болып келеді. Қаттылығы бойынша олар жоғары көміртегілі және шыныққан болаттардан асып түседі. Біздегі ең маңыздысы ол нанокөмпозициялық қаптамалар мен негізгі зерттеу жұмыстары, олардың құрылымы мен қасиетін анықтайды [5, 6].

Зерттеу бөлімі және нәтижелерді талдау. Нанокөмпозициялық қаптамалар бетінің морфологиясына тұндыру температурасы әсерінің бірнеше әдістері бар, солардың бірі және ғылыми-зерттеу жұмысына арқау болған әдіс – бұл электрондық микроскоп әдісі. Бұл әдіс – жарық ағынының орнына 200В÷400 кэВ және одан да көп энергиялы электрондар шоғарын пайдалану арқылы объектің бейнесін 10^6 дейінгі макси-мум үлкеюімен алуға мүмкіндік беретін құрылғы. Электрондық микроскоптың көрсеткіштік қабілеті өте жоғары. Қазіргі электрондық микроскоптың көрсеткіштік қабілеттілігі 0,1–0,3 нм-ге дейін жетеді. Электрон-дық микроскоптың құрылыс принципі жарық микроскопына ұқсас, сәулелерінің ролін электр тоғымен қыздырылған вакуумда орналасқан В пішінді фольфрам сымы электрондар ағынының қызметін атқарады, әйнек линзалардың орнында электромагниттік линзалар қолданылады [7, 8]. Жарық микроскопының объек-тиві мен окулярының орнына электрондық микроскоптың магниттік катушкалары сәйкес келеді. Электрон-дық микроскопта (ЭМ) міндетті түрде вакуум болуы қажет, себебі ауада электрондар алысқа кете алмайды, оттегі, азот немесе көмір қышқыл газы молекулалармен кездесе, олар бөгеліп өз жолын өзгертіп шашырай кетеді. Электрондар тасқынының бағытын қажетіне қарай қуатты электр өрісі немесе магнит өрісімен өзгертуге болады. Электрондардың жылдамдығы үдесе, электрондық микроскоптың ажырату қабілеті артады.

Электрондық микроскоптың экраны мен фотопластинкада 50 000 есе үлкейтуге, сурет шығаруда одан да көп есе үлкейтуге (10) болады. Қазіргі уақытта флуоресценцияланатын экраннан электронды-микроскопия-лық суреттерді сандық телекамерамен компьютерге беріледі. Принтерді пайдалана отырып, суреттерді шығара алады. Электрондық микроскоптың көмегімен металл мен кристалды торларды зерттеуге қолданады. Электрондық микроскоптарда жарықтың орнына электрон сәулелері қолданылады, осыған байланысты қолданылатын қуаттың күші 50–100 кВ-қа дейін жетеді, ал толқын ұзындығы 0,056–0,035 Å-ге жетеді. Толқын ұзындығы неғұрлым қысқа болса, микроскоптың ажырату (көрсеткіштік) қабілеттілігі соғұрлым артатынын физика курсынан жақсы білеміз. Осыған байланысты электрондық микроскоптардың көрсеткіш-тік қабілеттілігі – 1–7 Å-ға, ал үлкейткіштік қабілеттілігі 600 000-ға дейін жетеді. Электрондық микроскоп-



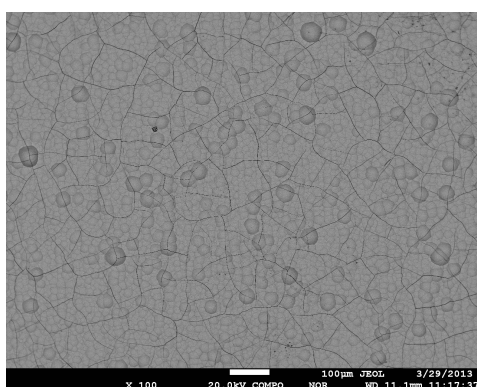
а



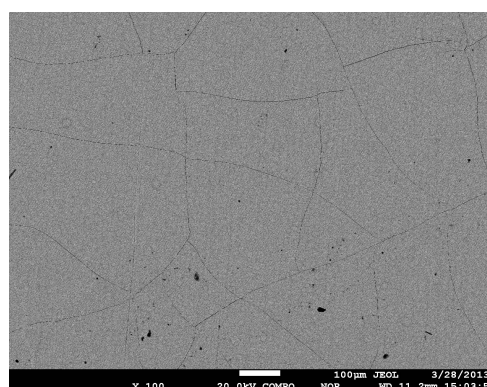
б

а – 303 К, б – 313 К

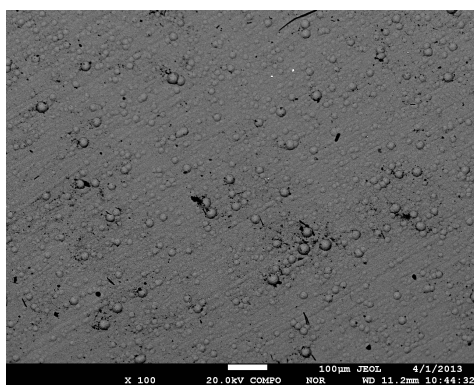
1-сурет – Нано-КЭЖ-тің электрондық микроскопиясы



а



б



а – 323 К, б – 333 К, в – 343 К

2-сурет – Нано-КЭЖ-тің электрондық микроскопиясы

в

Құрылымның температураға тәуелді өзгерістерінің зерттеу нәтижелерін талдау жұмыстары 8/12 г/л концентрация қатынасындағы және тоқ тығыздығы 5 кА/м² кезінде

микрoкұрылым бетінің өзгерулеріне алып келеді. 323 К температурада фонда тегіс, жеке қарағанда көпіршік тәрізді көріністер және көптеген микро-жарықшалар көрінеді (2, а-сурет), 333 К температурада аса тегіс сирек микрожарықшалармен (2, б-сурет), 343 К температурада тегіс, жеке ұсақ көпіршікті микрoкұрылым пайда болады (2, в-сурет).

Электрондық микроскопиялық зерттеудің нәтижелерінен төмендегідей қорытындылар жасай аламыз: нано-КЭҚ-ның температурасының жоғарылауына байланысты қаптамалардың құрылымдары өзгеріске ұшырайды. Оны біз суреттерден көре аламыз. Сонымен 313 К температурада алынған нано-КЭҚ тегіс, 323 К температурада алынған нано-КЭҚ сан жағынан да, өлшемі жағынан да өзгерген, ал 333 К температурада алынған нано-КЭҚ аса тегіс микрoкұрылымға ие болатыны суреттерден анық көрінеді.

ӘДЕБИЕТ

1 Lawrence D., Yang F., Junyan M., David C. Low-voltage electron microscopy of polymer and organic molecular thin films. – 2004. – 247–256 p.

2 Wells O. G. Scanning Electron Microscopy. – New York: McGraw-Hill, 2004. – 112 p.

3 Яр-Мухамедова Г.Ш., Татарченко Г.О. Коррозионная стойкость нержавеющей сталей в присутствии озона // Комплексное использование минерального сырья. – Алматы: ЦНЗМО, 2012. – № 3. – С. 82-87.

4 Yar-Mukhamedova G.Sh., Darisheva A.M., Moldabaev M., Zabortcev S.P. Investigation of nano-dispersion phase components ratio influence on corrosion resistance of Cr-SiO₂-C nano-composition electrolytic coatings // Комплексное использование минерального сырья. – Алматы: ЦНЗМО, 2012. – № 3. – С. 87-92.

5 Морис Ф., Мени Л., Тиксье Р. Микроанализ и растровая электронная микроскопия. – М.: Металлургия, 2008. – 392 с.

6 Гоулдстейн Дж., Ньюбери Д., Эчлин П., Джой Д., Фиори Ч., Лифшин Э. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ. – М.: Мир, 2004. – Т. 1. – 303 с.

7 Arenas M.A., de Frutos A., Liu Y. // Surface and Coating Tehnology. – 2008. – Vol. 202(16). – 379 p.

8 Сайфуллин Р.С. Композиционные покрытия и материалы. – М.: Химия, 1997. – 272 с.

9 Yar-Mukhametova G.Sh., Kalipekova M.A., Kshibekova B.B., Moldabaev M. The role of healing effect in increasing of corrosion resistance of chromium nano-CEC // Комплексное использование минерального сырья. – 2010. – № 6. – 114 с.

10 Weinberg F. Tools and techniques in physical metallurgy. – 2010. – Vol. 2. – 368 p.

REFERENCES

- 1 Lawrence D., Yang F., Junyan M., David C. **2004**. 247–256.
- 2 Wells O. G. **2004**. 112.
- 3 Yar-Mukhamedova G.Sh., Tatarchenko G.O. // *Kompleksnoye ispol'zovaniye mineral'nogo syr'ya*. **2012**. №3. 82-87 (in Russ).
- 4 Yar-Mukhamedova G.Sh., Darisheva A.M., Moldabaev M., Zabortcev S.P. // *Kompleksnoye ispol'zovaniye mineral'nogo syr'ya*. **2012**. №3. 87-92.
- 5 Moris F., Meni L., Tikse R. **2008**. 392 (in Russ).
- 6 Gouldsteyn Dzh., Nyuberi D., Echlin P., Dzhoy D., Fiori Ch., Lifshin E. **2004**. Т. 1. 303 (in Russ).
- 7 Arenas M.A., de Frutos A., Liu Y. // *Surface and Coating Tehnology*. **2008**. Vol. 202 (16). 379.
- 8 Sayfullin R.S. **1997**. 272 .
- 9 Yar-Mukhametova G.Sh., Kalipekova M.A., Kshibekova B.B., Moldabaev M. The role of healing effect in increasing of corrosion resistance of chromium nano-CEC // *Kompleksnoye ispol'zovaniye mineral'nogo syr'ya*. **2010**. №6.114(in Russ).
- 10 Weinberg F. **2010**. 368.

Резюме

З. Я. Токтобакиева¹, Г. Ш. Яр-Мухамедова²

¹ Казахский национальный университет им. аль-Фараби, г. Алматы,

²АО «Центр наук о Земле, металлургии и обогащения»)

ЭЛЕКТРОННОМИКРОСКОПИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ОСАЖДЕНИЯ НА МОРФОЛОГИЮ ПОВЕРХНОСТИ

В статье рассматривается использование наноразмерных частиц диоксида кремния SiO₂, сажи ламповой С в качестве дисперсной фазы для структурирования хромовых электролитических покрытий и представ-лены результаты исследований микроструктуры. Нанокomпозиционные покрытия получены при плотности тока 5 кА/м², температурах электроосаждения 303–343 К из электролита с соотношением концентраций С/SiO₂– 8/12. Исследования проводили на электронном микроскопе JEOL JXA-8230 в режиме COMPO, SEI, WDS, и EDS. Установлено, что увеличение температуры неоднозначно влияет на морфологию нанострукту-рированных композиционных электролитических покрытий. В процессе осаждения на поверхности появ-ляются микропоры, глобулы, пузырьковые

образования и микротрещины. По результатам анализа влияния температуры электроосаждения на микроструктуру выявлено, что при 303 К формируется глобулярная микроструктура, 313 К – гладкая, 323 К – на фоне гладкой наблюдаются пузырьковые образования и множественные микротрещины, 333 К – совершенно гладкая с редкими микротрещинами, 343 К – гладкая с отдельными мелкими пузырьками.

Ключевые слова: наноструктурированные композиционные электролитические покрытия (нано-КЭП), электронный микроскоп, микроструктура.

Summary

Z. Ya. Tostobakyeva¹, G. Sh. Yar-Mukhamedova²

⁽¹⁾ Al-Farabi Kazakh national university, Almaty,

⁽²⁾ «Center of Earth Science, Metallurgy and Benification» JSC, Almaty)

ELECTRON MICROSCOPY INVESTIGATION OF TEMPERATURE INFLUENCE ON NANO-COMPOSITION COATINGS SURFACE MORPHOLOGY

In article the using of nanodimensional particles of silicon dioxide SiO_2 and soot lamp C as a disperse phase for structuring chromic electrolytic coatings is considered and results of microstructure researches are presented. Nanocomposite coatings are obtained at 5 kA/m^2 current density, electrodeposition temperatures 303–343 K, from electrolyte with concentration ratio of C/ SiO_2 -8/12. Researches conducted on an electronic microscope of JEOL JXA-8230 in the COMPO, SEI, WDS and EDS mode. It is established that temperature increasing ambiguously influences on nanostructured composite electrolytic coatings morphology. During electro deposition process on the coatings surface there are micropores, globules, vesiculate formations and microcracks. The results of analysis electrodeposition temperature influencing on microstructure revealed that at 303 K – globular microstructure, 313 K – smooth, 323 K – multiple microcracks are formed and on the phone of smooth structure there are observed bubble formations, 333 K – perfect smooth with rare microcracks, 343 K – smooth with separate small bubbles are established.

Keywords: nano-structured composition electrolytic coatings (nano-CEC), electronic microscope, microstructure.

Поступила 27.03.2013г.