

УДК 621.762

Н. К. Давидчук

## СТРУКТУРНІ ОСОБЛИВОСТІ ТА ВЛАСТИВОСТІ ЗМІЦНЕНОЇ АЛЮМООКСИДНОЇ КЕРАМІКИ

*Вивчені процеси утворення високодисперсного композиційного порошку (лігатури) в результаті взаємодії нестехіометричного карбїду кремнію з оксидом титану. Була створена методом гарячого пресування високо щільна алюмооксидна кераміка, зміцнена синтезованою порошковою лігатурою. Досліджені її фазовий склад, особливості структуроутворення і механічні характеристики. Розглянуто практичне використання розробленого матеріалу в якості ріжучого інструменту.*

*Ключові слова:* нестехіометричний карбїд кремнію, оксид титану, лігатура, гаряче пресування, міцність зерен, ріжучі пластини

### Вступ

Одним із перспективних напрямків на сучасному етапі розвитку матеріалознавства є створення міцних конструкційних композиційних керамік різного застосування. Широке розповсюдження знаходить оксидно-карбїдна кераміка, яку отримують введенням в склад основи  $Al_2O_3$  легуючих добавок карбїдів хрому, титану, кремнію, вольфраму, молібдену і складних карбїдів цих металів. Це підвищує твердість, тріщиностійкість, межу міцності кераміки на згин до 450–700 МПа, але трохи знижує її теплостійкість і зносостійкість [1]. Підвищення фізико-механічних властивостей, за рахунок введення тугоплавких сполук, дозволяє успішно застосовувати її для чистої і напівчистої обробки різанням вуглецевих і легированих сталей, а також ковких високоміцних відбілених чавунів. Серійно випускаються кераміка марок ВЗ і ВОК-60, також ВОК-63. При різанні чавуну і сталі різної твердості сплав ВОК-71 показав переваги перед іншими сплавами. Склад його:  $Al_2O_3$  з домішкою 20% TiC. Ще більш ефективним виявилось зміцнення нитковидними кристалами (вусами), зокрема кристалами карбїду кремнію. Цей матеріал має назву ВОК75-У [2–3]. Паралельно з удосконаленням керамічних матеріалів на основі оксиду алюмінію були створені нові марки ріжучої кераміки на основі нітриду кремнію (силініт Р). Такий керамічний матеріал має високу міцність на згин ( $\sigma_{зг.} = 800$  МПа), низький коефіцієнт термічного розширення, що вигідно відрізняє його від оксидних керамічних матеріалів [4]. В нашому дослідженні була використана спроба зміцнювати алюмооксидну кераміку синтезованою високодисперсною порошковою лігатурою, яка була утворена при взаємодії нестехіометричного карбїду кремнію з оксидом титану.

### Методика експерименту

Вихідними компонентами гарячого пресування виступали порошок оксиду алюмінію фірми “Alcoa Alumina & Chemicals, LLC” з середнім розміром частинок 0,8 мкм і синтезована порошкова лігатура, утворена в результаті взаємодії нестехіометричного карбіду кремнію з оксидом титану. Змішування суміші проводили в планетарному млині “Санд” в середовищі ізопропилового спирту на протязі 90 хв. Співвідношення компонентів визначалось трьома значеннями (10, 30 та 50%) введенням синтезованого дисперсного продукту до складу порошку оксиду алюмінію.

Гаряче пресування проводили на установці СПД-120. Фазовий склад матеріалів визначали за допомогою дифрактометра ДРОН-УМ1 (CuK<sub>α</sub>-випромінення). Дослідження мікроструктури проводилось з допомогою електронного мікроскопу та елементного мікроаналізу. Питому поверхню порошкового продукту визначали методом теплової десорбції азоту. Вимірювання твердості проводили за Вікерсом при навантаженні на індентор 10 кг, а також за Роквелом при навантаженні на індентор 60 кг.

### Результати експерименту та їх обговорення

Взаємодія нестехіометричного карбіду кремнію з оксидом титану в умовах високотемпературного нагріву в середовищі аргону відбувається з утворенням багатофазного високодисперсного композиційного порошкового продукту (рис. 1), який в своєму складі містить фази оксиду та нітриду кремнію, а також карбід титану і карбід кремнію.

Питома поверхня синтезованого продукту після його обробки в одновалковому млині з участю керамічних кульок складає 5,20 м<sup>2</sup>/г. Слід зазначити, що питома поверхня гомогенізованої вихідної суміші для гарячого пресування (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + синтезована композиційна лігатура (10 %) перевищує питому поверхню лігатури і складає 9,08 м<sup>2</sup>/г.

Гарячим пресуванням суміші складу Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + синтезована композиційна лігатура (10, 30, 50%) були отримані зразки високо щільної кераміки.

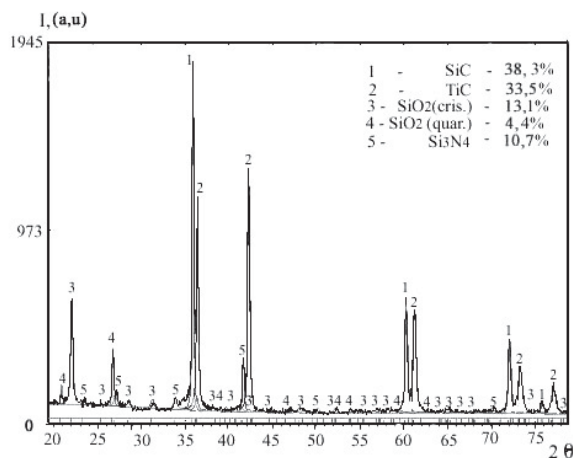


Рис. 1. Фрагмент рентгенограми продукту взаємодії в системі 60(SiC–C)–40TiO<sub>2</sub> при температурі 1700 °С. Вміст фаз вказаний у масових відсотках

Рентгеноструктурним аналізом (рис. 2) в складі спеченого зразку вдалось зафіксувати фази оксиду алюмінію, карбіду кремнію і карбіду титану, а також

фазу муліту. Наявність у складі лігатури досить високої долі двох різних форм оксиду кремнію призводить до формування в процесі гарячого пресування фази муліту, вміст якого складає 17,8%. Також слід зазначити, що в результаті такого реакційного спікання формується певна доля аморфної фази за рахунок поверхневих нестехіометричних оксидних утворень. Відхилення параметру ґратки оксиду алюмінію від його стандартного значення свідчить про реалізацію умов формування твердого розчину. Однак форма дифракційних піків оксиду алюмінію не є спотвореною, що може свідчити про не досить високий рівень внутрішніх напруг. Дослідження мікроструктури спечених зразків методом електронної мікроскопії показали її неоднорідність (рис. 3), яка зумовлена наявністю агломератів.

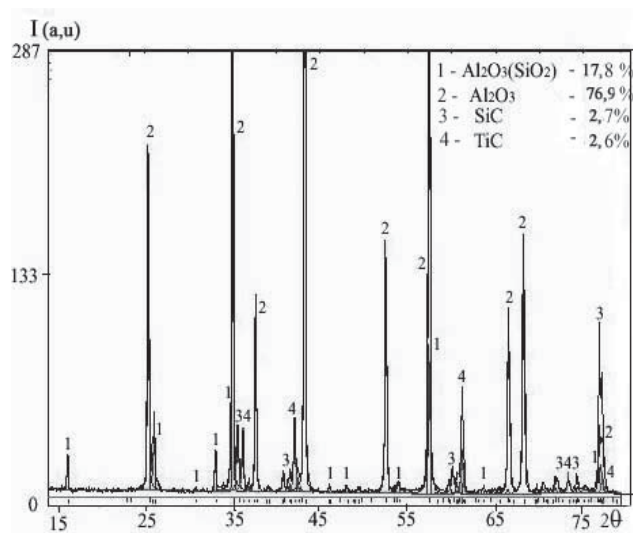


Рис. 2. Фрагмент рентгенограми гарячепресованої алюмооксидної кераміки з вмістом 10% синтезованої композиційної порошкової лігатури, яка має склад 38,3 SiC–33,5 TiC–13,1 SiO<sub>2</sub>(cryst.)–4,4 SiO<sub>2</sub>(quart.)–10,7 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>

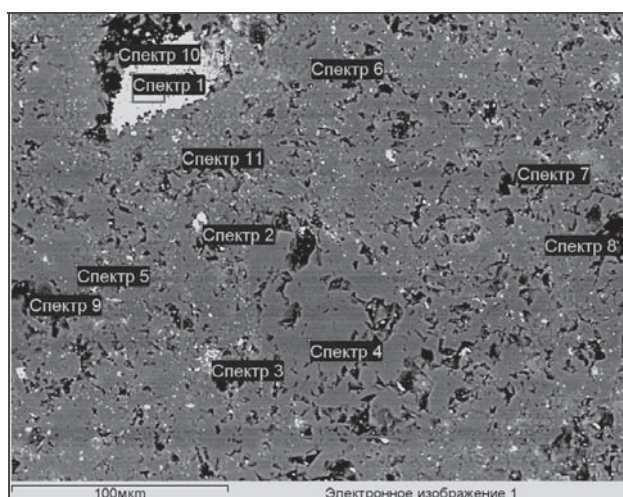


Рис. 3. Фрагмент мікроструктури гаряче пресованої алюмооксидної кераміки з вмістом 10% синтезованої композиційної порошкової лігатури в системі 60(SiC–C)–40TiO<sub>2</sub>

Як видно із зображення вибраного фрагменту, мікроструктура являє собою розгалужену матрицю, яка належить оксиду алюмінію (на рис. 3. ділянки сірого кольору — сектор 4, 5, 6 і 11), в якій розміщуються високодисперсні частинки TiC і SiC. Слід зазначити, що в процесі гарячого

Таблиця 1

**Хімічний склад виділених спектрів фрагменту мікроструктури (рис. 3)**

Спектр	Вміст хімічних елементів, %(вагових)				
	C	O	Al	Si	Ti
1	11,61	20,49	1,43	3,12	63,34
2	22,40	13,49	7,73	26,57	29,81
3	20,09	17,11	13,38	34,82	14,60
4	2,64	48,39	48,97	–	–
5	3,02	47,60	49,38	–	–
6	2,30	47,87	49,83	–	–
7	23,66	16,36	28,09	31–89	–
8	46,44	22,00	28,96	2,29	0,31
9	39,05	30,14	29,46	1,36	
10	43,03	27,97	20,60	7,01	1,39
11	10,40	45,19	38,57	4,68	1,16

пресування відбувається формування структури муліту, що значним чином впливає на кінетику процесу ущільнення за рахунок об'ємних змін, викликаних атомною перебудовою оксидів алюмінію та кремнію при формуванні структури кристалічного муліту. Дослідження механічних характеристик отриманої кераміки, показали, що при збільшенні вмісту лігатури до 30% спостерігається езначне зниження густини і твердості гарячепресованих зразків (табл. 2). Це відбувається за рахунок збільшення аморфних фаз в структурі зразку.

Таблиця 2

**Механічні характеристики гарячепресованої кераміки на основі Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-лігатура в системі 60(SiC-C)-40TiO<sub>2</sub>**

№ п/п	Склад вихідної суміші	Механічні характеристики			
		Густина ρ, г/см <sup>3</sup>	Твердість HRA	Твердість HV <sub>10</sub> , ГПа	Трщиностійкість K <sub>1с</sub> , МПа· м <sup>1/2</sup>
1	90%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 10% лігатура	3,9	92	19,3	5,6
2	70%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 30% лігатура	3,5	85	16,3	5,9

Спечену кераміку подрібнювали за допомогою пресу, а потім розмілювали на планетарному млині. Отриманий керамічний порошок знову спікали гарячим пресуванням. Характеристики спечених зразків представлені в табл. 3.

Таблиця 3

**Механічні характеристики спечених зразків, отриманих гарячим пресуванням дробленої кераміки  $Al_2O_3$ -лігатура системи  $60(SiC-C)-40TiO_2$**

№п/п	Склад вихідної суміші	Механічні характеристики			
		Густина $\rho$ , г/см <sup>3</sup>	Твердість, HRA	Твердість HV10, ГПа	Тріщиностійкість $K_{Ic}$ , МПа· м <sup>1/2</sup>
1	90% $Al_2O_3$ + 10% лігатура	4,09	91	18,6	4,9
2.	70% $Al_2O_3$ + 30% лігатура	4,11	89,5	15,0	5,8
3.	50% $Al_2O_3$ + 50% лігатура	3,96	89,5	14,7	4,3

Порівнюючи дані таблиці 2 і 3 можна зробити висновок, що при спіканні меленої кераміки відбувається лише незначне підвищення густини зразків. Проте досягнути більш високих значень тріщиностійкості при такому способі спікання не вдалось. Це пояснюється структурними особливостями отриманого матеріалу, які встановлені результатами мікроскопічних досліджень. Мікроскопічні дослідження злому структури зразків (рис. 4) показали, що при спіканні меленої кераміки з вмістом 30% лігатури на основі  $(SiC-C)-TiO_2$  відбувається значний ріст зерен у порівнянні з керамікою, яка містить 10% лігатури (рис. 5).

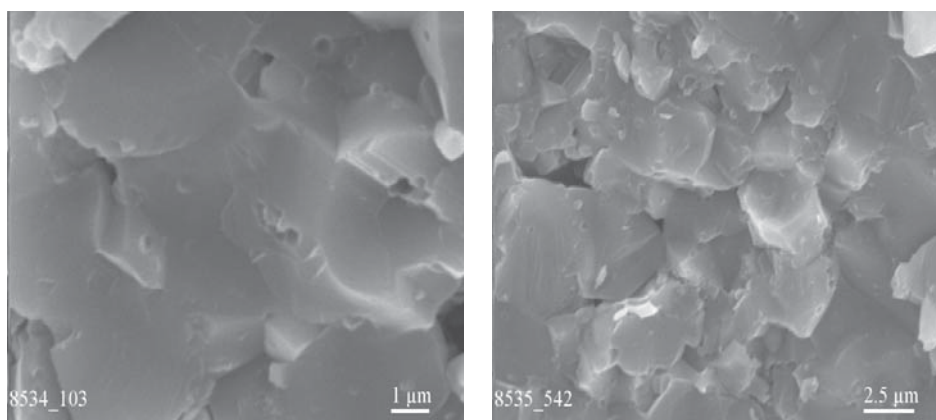


Рис. 4. Ділянки злому гарячепресованої кераміки в системі  $70Al_2O_3 + 30\%$  лігатура в системі  $60(SiC-C)-40TiO_2$

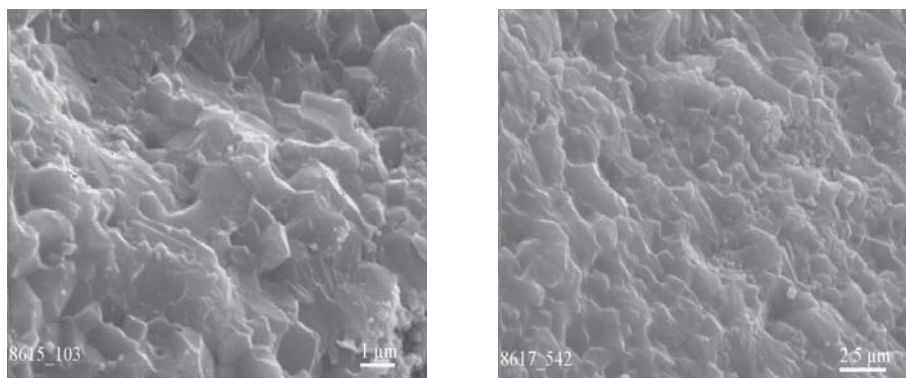


Рис. 5. Ділянки злому гарячепресованої кераміки в системі  $90\%Al_2O_3 + 10\%$  лігатура в системі  $60(SiC-C)-40TiO_2$

Злом зразка гарячепресованої кераміки, зображений на рис. 5, відрізняється більш дрібнозернистою структурою. Основний об'єм складається із зерен  $1\text{ мкм}$  і менше.

Як в першому так і в другому випадку поширення злому відбувається по границях зерен з утворенням характерного ступінчатого рельєфу.

Середнє значення показника міцності зерен отриманого керамічного матеріалу  $P = 3,92\text{ Н}$  знаходиться в межах інтервалу  $(\underline{P}; \overline{P}) = (3,22; 4,38)$  із довірчою ймовірністю 95%, тобто  $\Delta P^+ = +0,46$ ,  $\Delta P^- = -0,70$ . Середнє значення показника міцності електрокорунду  $P = 3,52\text{ Н}$  знаходиться в межах інтервалу  $(\underline{P}; \overline{P}) = (2,89; 3,93)$  із довірчою ймовірністю 95%, тобто  $\Delta P^+ = +0,42$ ,  $\Delta P^- = -0,63$ . Порівнюючи ці значення, можна констатувати, що міцність зерна досліджуваного матеріалу перевищує міцність електрокорунду на 10%.

Аналіз отриманих результатів показав, що в процесі гарячого пресування порошку оксиду алюмінію з додаванням синтезованої лігатури відбувається зміцнення алюмооксидної матриці високодисперсними частинками карбідів кремнію і титану, які є в її складі. Це призвело до зростання тріщиностійкості матеріалу. Тому доцільно випробовувати отриману кераміку в якості матеріалу для ріжучого інструменту. Використовуючи спечені зразки кераміки, були виготовлені змінні багатогранні пластини. Виготовлені пластини були випробувані для точіння загартованої сталі ШХ15, яка має твердість HRC 62–64. На початку процесу точіння зношення пластин практично не спостерігається. Потім з'являються дрібні сколювання. Зношення ріжучого керамічного матеріалу по задній грані вважається критичним при досягненні  $0,4\text{ мм}$ .

Випробування проводили в наступному режимі:  $V = 55, 100\text{ м/хв.}$ ,  $S = 0, 05\text{ мм/об.}$ ,  $\text{трез.} = 0,5\text{ мм}$ , де  $V$  — швидкість різання,  $S$  — подача різання,  $t$  — глибина.

В результаті випробування було встановлено, що кращі результати зносу кромки задньої стінки різця  $h_3$  показав зразок з вихідним складом  $90\%Al_2O_3 + 10\%$  лігатури. При швидкості різання  $55\text{ м/хв}$  на протязі 5 і 10 хв зношення складає  $0,03$  і  $0,07\text{ мм}$ . Згідно літературних даних [5], значення критерію зношування таких основних марок ріжучої кераміки, як силініт Р, силініт Р1, ВОК71 при аналогічних режимах різання знаходиться в межах  $0,05$ – $0,08$ . Тому можна констатувати, що ріжучі властивості отриманої кераміки не поступаються ріжучим властивостям цих відомих марок кераміки.

В процесі випробування різця, виготовленого на основі кераміки складу  $70\%Al_2O_3 + 30\%$  лігатури при швидкості різання  $55\text{ м/хв}$  на протязі 5 і 10 хвилин

спостерігається дрібне сколювання, а зношення по задній грані знаходиться в межах 0,25–0,3мм.

### Висновки

Взаємодія нанорозмірного нестехіометричного карбіду кремнію з оксидом титану відбувається шляхом його відновлення і призводить до утворення багатоконпонентного дисперсного порошкового продукту, який може виступати лігатурою для зміцнення оксидної кераміки.

Гаряче пресування оксиду алюмінію з додаванням отриманої композиційної лігатури призводить до формування полікристалічного стану з підвищеним рівнем тріщиностійкості, що формує підвищення рівня міцності полікристалічних зерен подрібненої спеченої кераміки в порівнянні з монокристалічними зернами електрокорунду.

Досліджені різальні характеристики створеної кераміки при обробці загартованих легованих сталей можуть конкурувати з властивостями різального інструменту на основі нітриду кремнію та оксиду алюмінію.

*Изучены процессы образования высокодисперсного композиционного порошка (лигатуры) при взаимодействии нестехиометричного карбида кремния с оксидом титана. Методом горячего прессования создана высокоплотная алюмооксидная керамика, упрочненная синтезированной порошковой лигатурой. Исследованы фазовый состав, особенности структурообразования и механические характеристики полученных образцов. Рассмотрено практическое использование разработанного материала в качестве режущего инструмента.*

**Ключевые слова:** нестехиометрический карбид кремния, оксид титана, лигатура, горячее прессование прочность зерен, режущие пластины.

*The processes of formation of fine composite powder (ligatures) in collaboration nestihiometrichnogo silicon carbide with titanium oxide were investigated. Creation by hot pressing of high-density alumina ceramic, reinforced synthetic powder ligature. Phase composition, characteristics of structure and mechanical properties of the samples were discussed. We consider the practical use of the developed material as a cutting tool.*

**Keywords:** nestihiometrichesky silicon carbide, titanium oxide, ligatura, hot pressing strength grain inserts.

1. Матренин С. В. Техническая керамика: учебное пособие / С. В. Матренин, А. И. Слосман. – Томск: Изд-во ТПУ, 2004. – 75 с.
2. Панов В. С. Современная инструментальная керамика. Составы области применения. Инструментальный світ // 2007. – № 1. – С. 30–33.
3. Современные инструментальные материалы: учебное пособие / С. Н. Григорьев, В. А. Гречишников, А. Р. Маслов, А. Г. Схиртладзе. – М.: Издательский центр МГТУ “Станкин”, 2011. – 104 с.
4. Шведков Е. Л. Безвольфрамовые материалы для режущего инструмента. – К., 1983. – 24 с. (Препринт /ФН УССР. Ин-т. проблем материаловедения НАН Украины; № 15).
5. Керамические инструментальные материалы. Г. Г. Гнесин, И. И. Осипова, Г. Д. Ронталь и др. // К.: Техника, 1991. – 388 с.