

Министерство образования и науки Российской Федерации
федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего
образования «Московский государственный технологический университет
«СТАНКИН»



На правах рукописи

ТЕТ НАИНГ СО

**СОЗДАНИЕ РЕЖУЩЕГО ИНСТРУМЕНТА ИЗ КЕРАМИКИ SiC-TiB₂-TiC
ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ ЭФФЕКТИВНОСТИ МЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ
ДЕТАЛЕЙ ИЗ ЗАКАЛЕННЫХ СТАЛЕЙ**

Специальность: 2.5.5 - Технология и оборудование механической и физико-
технической обработки

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
кандидат технических наук, доцент,
Солис Пинарготе Нестор Вашингтон

Москва 2025

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	5
ГЛАВА 1. СОСТОЯНИЕ ИССЛЕДОВАНИЙ В ОБЛАСТИ СОЗДАНИЯ РЕЖУЩЕГО ИНСТРУМЕНТА ИЗ КЕРАМИКИ ДЛЯ ОБРАБОТКИ ЗАКАЛЕННЫХ СТАЛЕЙ.....	11
1.1. Особенности высокоэффективной обработки закаленной стали ШХ15	11
1.2. Инструментальные материалы для обработки закаленной стали ШХ15.....	13
1.3. Тренды развития современных режущих керамик.....	19
1.4. Применение графена в керамических композитах.....	24
1.5. Выводы по главе 1.....	25
ГЛАВА 2. МЕТОДИКИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ И ИССЛЕДОВАНИЯ КЕРАМОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИТОВ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ОБРАЗЦОВ	27
2.1. Подготовка порошковых керамических композитов.....	27
2.2. Подготовка спиртовой суспензии оксида графена.....	30
2.3. Искровое плазменное спекание композиционных порошков.....	33
2.4. Определение физико-механических свойств исходных порошков и спеченных образцов.....	36
2.4.1. Плотность исходных порошковых материалов.....	36
2.4.2. Плотность спеченных образцов методом Архимеда.....	37
2.4.3. Пробоподготовка спеченных образцов.....	38
2.4.4. Рентгенофазовый анализ	39
2.4.5. Твердость по Виккерсу	40
2.4.6. Трещиностойкость	41
2.4.7. Испытание на трехточечный изгиб	42
2.4.8. Сканирующая электронная микроскопия.....	43
2.4.9. Спектроскопии комбинационного рассеяния.....	44
2.5. Электроэрозионная обработка.....	45
2.6. Выводы по главе 2.....	46
ГЛАВА 3. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ИСКРОВОГО	

ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ КОМПОЗИТОВ СИСТЕМЫ SiC-TiB₂-TiC	47
3.1. Исследование процесса спекания композитов системы SiC-TiB ₂ -TiC и их физико-механических свойств.....	47
3.1.1. Исследование фазового состава.....	48
3.1.2. Исследование микроструктуры спеченных образцов.....	49
3.1.3. Механизмы искрового плазменного спекания системы SiC-TiB ₂ -TiC.....	51
3.1.4. Определение относительной плотности спеченных образцов.....	54
3.1.5. Исследование трещиностойкости спеченных образцов.....	55
3.1.6. Исследование предела прочности на изгиб спеченных образцов....	58
3.1.7. Определение твердости по Виккерсу спеченных образцов.....	58
3.1.8. Исследование электропроводности спеченных образцов	59
3.2. Исследование влияния параметров ЭЭО на качество обработанных поверхностей изделий СМРП из керамики SiC-TiB ₂ -TiC.....	61
3.3. Выводы по главе 3.....	74
ГЛАВА 4. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ ГРАФЕНСОДЕРЖАЩИХ КОМПОЗИТОВ СИСТЕМЫ 60SiC.....	77
4.1. Выбор двумерного материала для улучшения свойств композита 60SiC...	77
4.2. Подготовка модифицированных графеном порошковых композитов 60SiC.....	78
4.3. Исследование процесса ИПС модифицированных графеном композитов 60SiC и их физико-механических свойств.....	79
4.3.1. Исследование относительной плотности композитов 60SiC-G.....	80
4.3.2. Исследование предела прочности на изгиб композитов 60SiC-G....	81
4.3.3. Исследование твердости по Виккерсу композитов 60SiC-G.....	82
4.3.4. Исследование трещиностойкости композитов 60SiC-G.....	83
4.4. Исследование структур и химического состава композитов 60SiC-G.....	84
4.4.1. Исследование фазового состава спеченных композитов 60SiC-G...	84
4.4.2. Микроструктура спеченных композитов 60SiC-G.....	85
4.4.3. Спектроскопии комбинационного рассеяния композитов 60SiC-G.	86

4.5. Исследование свойства самозалечивания трещин спеченных образцов 60SiC-0.25G.....	88
4.5.1. Влияние самозалечивания трещин на прочность керамики 60SiC-0,25G.....	90
4.6. Выводы по главе 4.....	95
ГЛАВА 5. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ SiC-TiB₂-TiC-G.....	97
5.1. Изготовление сменных многогранных режущих пластин.....	97
5.1.1 Шлифование опорных поверхностей спеченной дисковых изделий	97
5.1.2. Электроэрозионная обработка изделий СМРП.....	99
5.1.3. Периферийная обработка изделий СМРП.....	100
5.2. Зависимость шероховатости обработанной поверхности от режимов резания.....	102
5.2.1. Взаимосвязь шероховатости обработанной поверхности от режимов резания по однофакторному эксперименту.....	102
5.2.2. Взаимосвязь шероховатости обработанной поверхности от режимов резания керамики 60SiC по полному факторному эксперименту.....	107
5.2.3. Взаимосвязь шероховатости обработанной поверхности от режимов резания керамики 60SiC-0,25G по полному факторному эксперименту.....	113
5.3. Зависимость износа режущих пластин токарного резца на срок службы инструмента при точении стали ШХ15.....	118
5.4. Выводы по главе 5.....	128
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	129
СПСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	131

ВЕДЕНИЕ

Актуальность данной исследовательской работы. В настоящее время решение вопроса производительной обработки труднообрабатываемых материалов, таких как чугуны, закаленные стали, никелевые и титановые сплавы все еще остается актуальной задачей. В связи с растущим производством разнообразных механизмов и машин в мире, в промышленно развитых странах массово используют закаленную шарикоподшипниковую сталь ШХ15 (или ее аналоги) для производства многообразных деталей, таких как детали подшипников, валики топливных насосов, валики, оси различных рычагов и др. Для обеспечения высокого качества обработанной поверхности изделий из закаленной стали ШХ15, которая характеризуется высокой твердостью и хорошим сопротивлением износу, необходимо использовать процесс шлифования, отличающийся дороговизной и сложностью. С целью сокращения времени изготовления деталей из закаленной стали ШХ15 было предложено использовать инструмент из режущей керамики для замены операции чернового шлифования на точение [1,2]. Режущая керамика – это материал, способный обеспечивать высокопроизводительную и качественную обработку при его минимальном износе. Преимуществами режущей керамики являются высокая твердость и устойчивость к высоким температурам и химическому воздействию, а к ее недостаткам относятся: низкая пластичность, и трещиностойкость, а также ее высокая хрупкость при обработке в условиях ударных нагрузок.

Для обеспечения широкого применения режущих керамик в промышленности необходимо устранить ее недостатки. Поэтому, задача создания новых керамических композитов для применения в качестве режущей керамики и исследования их эксплуатационных свойств при резании труднообрабатываемых материалов является на сегодняшний день актуальной. Это подтверждается тем, что на протяжении последних десятилетий непрерывно проводятся многочисленные научно-исследовательские работы, направленные на формулирование новых составов материалов для режущих керамических

инструментов, которые обладают повышенными эксплуатационными характеристиками, такими как стойкость и долговечность. Повышение эксплуатационных характеристик режущих керамик можно достичь не только за счет поиска и создания новых составов, а путем применения новых методов спекания керамических материалов, например технологии искрового плазменного спекания, которая является перспективной для спекания сложных керамических систем с повышенными механическими свойствами.

Степень разработанности темы. Развитием новых технологий для изготовления инструментальных керамических материалов занимались многие ученые, среди которых хочется отметить Геллера Ю.А., Моисеева В. М., Кремнева Л.С., Григорьева С.Н., Кузина В.В., Перетягина П.Ю., Пожидаев С.С. и др. Популярными материалами, применяемыми для изготовления режущих керамик являются оксид алюминия (Al_2O_3), карбонитрид титана ($TiCN$), нитрид кремния (Si_3N_4), карбид кремния (SiC) и карбид титана (TiC). Эти материалы по отдельности имеют высокую прочность и температурную стабильность, однако они обычно обладают низкой пластичностью и трещиностойкостью, что затрудняет их обработку и формирование сложных форм. Карбид кремния – самый известный керамический материал с выдающимися свойствами, такими как низкая плотность и высокая твердость, прочность и стойкость к коррозии и окислению, а также высокая теплопроводность и низкий коэффициент теплового расширения. Однако, монокристаллические SiC -материалы имеют низкую трещиностойкость. Различными учеными было доказано, что эффективным способом повышения износостойкости и трещиностойкости композитов на основе SiC является внедрением в них различных упрочняющих фаз, таких как TiC . Введение частиц TiC полностью препятствует росту удлиненных зерен SiC и обеспечивает формирование более разноосной микроструктуры, что приводит к увеличению прочности композитов $SiC-TiC$. Помимо этого, механические свойства композитов на основе SiC можно улучшить внедрением частиц из диборида титана (TiB_2). Благодаря своим свойствам, таким как высокая твердость и износостойкость, а также высокая теплопроводность и электропроводность TiB_2

является привлекательным армирующим материалом для режущих инструментов и износостойких деталей на основе SiC-керамики. Таким образом, можно ожидать, что включение TiB_2 в композиты SiC-TiC сделает его электропроводящим, а также упрочнит и повысит износостойкость керамического режущего инструмента и, таким образом, расширит его применение для передовых инженерных сфер. Дополнительное улучшение свойств при разработке композитов можно осуществлять за счет введения графена (G) в керамическую матрицу, так как он обладает рядом уникальных свойств, включая высокую прочность, превосходную электропроводность, теплопроводность и низкий коэффициент трения. Ввиду низкой спекаемости компонентов SiC, TiC, TiB_2 в традиционных методах спекания и без использования спекающих добавок систему SiC- TiB_2 -TiC-G необходимо консолидировать при помощи новой технологии, такой как технология искрового плазменного спекания (ИПС). Эта технология позволяет спекать подобные керамические системы без использования спекающих добавок и при этом сохранять исходный размер частиц. Сохранение ультрадисперсной структуры в режущей керамике является ключевым моментом для достижения превосходных свойств материала. На сегодняшний день в России практически отсутствуют разработки в данном направлении и результаты данной работы будут иметь большую значимость для науки и промышленности.

Цель научно-исследовательской работы состоит в создании режущего инструмента из керамики системы SiC- TiB_2 -TiC для повышения его стойкости при механической обработке деталей из закаленных сталей и улучшения качества обработанной поверхности.

Задачи исследования, которые предполагается решить для достижения поставленной цели:

1) определить состав и выявить рациональные режимы спекания для керамики системы SiC- TiB_2 -TiC путем исследования физико-механических свойств полученных образцов;

2) изготовить сменные многогранные режущие пластины (СМРП) из разработанной керамики для проведения исследования механизма улучшения ее

физико-механических характеристик, повышающих стойкость режущего инструмента;

3) провести сравнительные стойкостные испытания режущих пластин из новой керамики относительно инструмента с режущей частью из модифицированной графеном керамики при точении закаленной стали ШХ15 и оценить качество обработанных поверхностей.

Объектом исследования в данной работе являются процессы взаимодействия созданного режущего инструмента из керамики системы SiC-TiB₂-TiC и закаленной стали ШХ15, проявляющиеся как изменение качества обработанной поверхности детали и периода стойкости токарного инструмента.

Предметом исследования является влияние комбинации составов предложенной режущей керамики SiC-TiB₂-TiC, в том числе и графена, на режущую способность инструмента при точении закаленной стали ШХ15.

Научная новизна состоит в:

1) установленной взаимосвязи режимов электроэрозионной обработки режущей керамики системы SiC-TiB₂-TiC с параметрами качества обработанной поверхности режущих пластин;

2) установленной взаимосвязи шероховатости обработанной поверхности детали из закаленной стали ШХ15 с режимами резания при точении инструментом из режущей керамики системы SiC-TiB₂-TiC;

3) выявленном эффекте самовосстановления повреждений разработанной режущей керамики системы SiC-TiB₂-TiC, возникающих в поверхностном слое.

Методы исследования. Диссертационные исследования выполнены на основе основных положений теории резания и физического материаловедения. Полученные в ходе экспериментов результаты были обработаны с использованием методов математической статистики и теории экспериментального проектирования.

Теоретическая значимость работы заключается в прогнозировании качества обработанной поверхности закаленной стали ШХ15 и линейного износа по задней поверхности режущего инструмента из режущей керамики системы

SiC-TiB₂-TiC при точении в пределах исследуемых скоростей обработки, подачи и глубины резания.

Практическая значимость исследования заключается в:

1) разработанной лабораторной технологии изготовления пластин из режущей керамики SiC-TiB₂-TiC, включающая выбор и подготовка порошковых компонентов, консолидация смесей по технологии искрового плазменного спекания, электроэрозионной обработки спеченных дисков, и шлифование опорных и рабочих поверхностей режущих пластинок;

2) Рекомендации по выбору режимов резания инструментом из режущей керамики SiC-TiB₂-TiC, обеспечивающих требуемую шероховатость обработанной поверхности.

3) Рекомендации по выбору режимов резания инструментом из режущей керамики SiC-TiB₂-TiC, обеспечивающих повышению стойкости при обработке закаленной стали.

Основные положения, выносимые на защиту:

1) взаимосвязи режимов электроэрозионной обработки режущей керамики системы SiC-TiB₂-TiC с параметрами качества поверхности режущих пластин [п.4];

2) взаимосвязи шероховатости обработанной поверхности детали из закаленной стали ШХ15 с режимами резания при точении инструментом из новой режущей керамики системы SiC-TiB₂-TiC, модифицированной графеном и без [п.3];

3) зависимость величины износа по задней поверхности режущего инструмента из предложенной режущей керамики системы SiC-TiB₂-TiC, модифицированной графеном, от режимов резания при точении закаленной стали ШХ15 [п.6].

Степень достоверности полученных результатов подтверждается согласованием результатов теоретических и экспериментальных исследований, а также результатами успешной апробации основных положений в рецензируемых научных изданиях и на международных и российских научных конференциях.

Апробация. Отдельные результаты диссертационной работы получены при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках государственного задания в сфере научной деятельности (проект № FSFS-2023-0003).

Основные положения диссертационной работы были доложены на конференциях: 1) 8th International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE-2022) October 2–8, 2022, Tomsk, Russia; 2) 15th International Conference "Gas Discharge Plasmas and Their Applications" GDP 2021 (Ekaterinburg, September 5–10, 2021); 3) Материалы научно-практической конференции с международным участием «Перспективные технологии и материалы», г. Севастополь, 14-16 октября 2020 г, стр. 124-128; 4) XXIII Международная научно-практическая конференция «ИННОВАЦИОННЫЕ НАУЧНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ: ТЕОРИЯ, МЕТОДОЛОГИЯ, ПРАКТИКА», г. Пенза ,10 октября 2020 г, стр. 19- 24; 5) IV Международная научно-практическая конференция «SCIENCE AND TECHNOLOGY INNOVATIONS», г. Петрозаводск, 22 октября 2020 г, стр. 29-34.

Публикации. По теме выпускной работы опубликована 3 статьи в журналах из списка изданий, рекомендованных ВАК РФ, 5 статьи в журналах, индексируемых в наукометрических базах Scopus и Web of Science, 5 печатных работ в сборниках международных научно-технических конференций.

Соответствие диссертации паспорту научной специальности. Диссертационная работа соответствует научной специальности 2.5.5 – «Технология и оборудование механической и физико-технической обработки» в части пунктов 3, 4 и 6 её паспорта.

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения и списка литературы. Объем работы: основной текст содержит 130 страницы, включая 79 рисунка и 17 таблиц; список литературы включает 126 наименования.

ГЛАВА 1. СОСТОЯНИЕ ИССЛЕДОВАНИЙ В ОБЛАСТИ СОЗДАНИЯ РЕЖУЩЕГО ИНСТРУМЕНТА ИЗ КЕРАМИКИ ДЛЯ ОБРАБОТКИ ЗАКАЛЕННЫХ СТАЛЕЙ

1.1 Особенности высокоэффективной обработки закаленной стали ШХ15

В настоящее время, при производстве металлических изделий все еще остаются актуальными следующие вопросы, которые требуют решения: сокращение затрат и увеличение эффективности обработки, а также рост технологичности и конкурентоспособности оборудования и режущего инструмента. Распространенным методом снижения себестоимости изделий в производстве является повышение производительности процесса изготовления металлических изделий посредством увеличения скоростей резания за счёт применения современных технологий, инструментов или режущих материалов.

В условиях высокой конкуренции производства разнообразных механизмов и машин в мире, снижение себестоимости их комплектующих является ключевым моментом для достижения экономического преимущества среди производителей. Это особенно наблюдается в промышленно развитых странах, где массово производят изделия из закаленной шарикоподшипниковой стали ШХ15 (и ее аналогов). Закаленная сталь ШХ15 широко применяется в изготовлении многообразных деталей, таких как кольца подшипников, тела качения, стабилизаторные втулки, валики и роликовые подшипники для текстильного оборудования, а также клапана, толкатели, валики топливных насосов и др. (рисунок 1.1).

Для обеспечения высокого качества обработанной поверхности изделий из закаленной шарикоподшипниковой стали ШХ15, которая характеризуется высокой твердостью ($HRC > 45$) и хорошим сопротивлением износу, необходимо применять процесс шлифования, отличающийся дороговизной и сложностью.

Таким образом, для повышения производительности процесса изготовления изделий из закаленной стали ШХ15 был предложен способ механической

обработки, при котором операция черного шлифования заменяется на более универсальный процесс – точение, которое выполняется на токарных станках с применением инструмента из режущей керамики.



Рисунок 1.1 – Пример изделий из закаленной шарикоподшипниковой стали ШХ15: а) разнообразные кольца подшипников; б) стабилизаторных втулок, (в) валики, и (г) роликовый подшипник для текстильного оборудования; (д) ролики и тела качения; (е) клапана; (ж) толкатели.

Предложенный способ обработки закаленной стали ШХ15 имеет ряд преимуществ по сравнению с традиционными методами: повышение эффективности и производительности операций за счет увеличения снимаемого материала заготовки в единицу времени, повышение качества обработанной поверхности и другие.

Высокоэффективная обработка точением закаленной стали ШХ15 обычно осуществляется при высоких скоростях резания (150-200 м/мин при подаче 0,05–0,15 мм/об и глубине 0,1–0,5 мм) и с использованием инструмента из режущей керамики или кубического нитрида бора (КНБ) [3-5].

Режущая керамика способна обеспечивать высокопроизводительную и качественную обработку закаленных сталей при ее минимальном износе, однако,

ее низкая пластичность и трещиностойкость, а также высокая хрупкость при обработке в условиях ударных нагрузок ограничивают ее широкое применение в промышленности.

Кубический нитрид бора (CBN) – это сверхтвердый материал, который благодаря своей исключительной твердости при высоких температурах является наиболее подходящим для обработки высокотвердых материалов на основе железа при очень высоких скоростях резания. Однако, из-за высокой себестоимости этот материал экономичнее использовать при обработке жаропрочных сталей с низким содержанием железа, серых чугунов, цветных металлов и их сплавов, инструментальных сталей и других.

В связи с вышесказанным, поиск нового инструментального материала для обработки закаленных сталей, в котором будут устранены недостатки существующих режущих керамик, остается актуальным.

1.2. Инструментальные материалы для обработки закаленной стали ШХ15

Любой инструментальный материал должен обладать необходимыми свойствами (твердостью, прочностью на изгиб, износостойкостью, теплостойкостью, технологичностью) для обеспечения оптимальной производительности и долговечности инструмента [6-9].

Под твёрдостью понимают способность инструментального материала противостоять деформациям и износу, вызванным более твердым телом под воздействием механических нагрузок. Это очень важное свойство, поскольку лезвийные инструменты подвергаются значительному механическому напряжению при их работе и необходимо, чтобы они сохраняли свои формы и размеры в течение всей обработки.

Так как прочность – это способность материала сопротивляться разрушению под действием напряжения, возникающего со стороны внешних сил, то инструментальный материал должен выдерживать механические нагрузки без его разрушения или деформации.

Износостойкость – это способность инструмента сохранять свои режущие свойства в течение длительного времени при обработке материалов, сопротивляясь износу и деформации. Высокая износостойкость является одним из важнейших параметров, влияющих на эффективность и экономичность использования режущих инструментов в промышленности.

Под теплостойкостью понимают способность материала (или изделия) сохранять свои физико-химические характеристики и эксплуатационные свойства при повышенных температурах. Таким образом, режущие материалы должны сохранять свою твердость, прочность и износостойкость при высокой температуре, возникающей в процессе резания. Иначе, инструмент может деформироваться, режущие кромки притупляться, и в совокупности это приведет к снижению качества обработки и/или поломке инструмента.

Технологичность – это совокупность характеристик, определяющих его пригодность для эффективного изготовления, использования, обслуживания и ремонта с минимальными затратами труда, материалов и времени.

Литературный анализ в области исследования показал, что для обработки закаленных сталей, в том числе и закаленной шарикоподшипниковой стали ШХ15, предпочтительно использовать инструменты из режущей керамики или кубического нитрида бора [10].

Режущая керамика отличается отсутствием связующей фазы, что придает ей ряд преимуществ, например, низкая плотность, высокие прочность (700-1200 МПа) и твердость (HRA 91–93); высокая износостойкость и теплостойкость; низкие адгезионные свойства и коэффициент температурного расширения; отсутствие наростообразования; скорости резания до 900–1000 м/мин, но также влечет за собой некоторые ограничения, например, низкая пластичность, высокая хрупкость и сложность обработки. Кроме того, следует отметить, что из-за высокой твердости керамика обрабатывается в основном шлифованием алмазным инструментом, что, в свою очередь, является сложным и трудоемким процессом, приводящим к повышению стоимости готового изделия.

Главной особенностью режущей керамики является ее низкая

трещиностойкость. Без пластичной связующей фазы трещины легко распространяются в керамике, что приводит к возможному внезапному разрушению инструмента. Из-за этого существующая режущая керамика не нашла широкого применения в промышленности, так как в условиях прерывистой обработки, повышенных значений сечения среза и обработки с использованием смазочно-охлаждающих жидкостей (СОЖ) инструмент может легко ломаться. Однако, при правильном выборе режущей керамики и ее режимов обработки можно достичь высокой эффективности и производительности при механической обработке, так как она обладает высокой скоростью резания, превышающей возможности твердосплавного инструмента вплоть до 2,5 раз. Основной областью применения режущей керамики является чистовая обработка в жесткой технологической системе [11-13].

В зависимости от состава, режущая керамика разделяется на четыре основных типа: оксидная, смешанная, армированная и нитридная (рисунок 1.2).

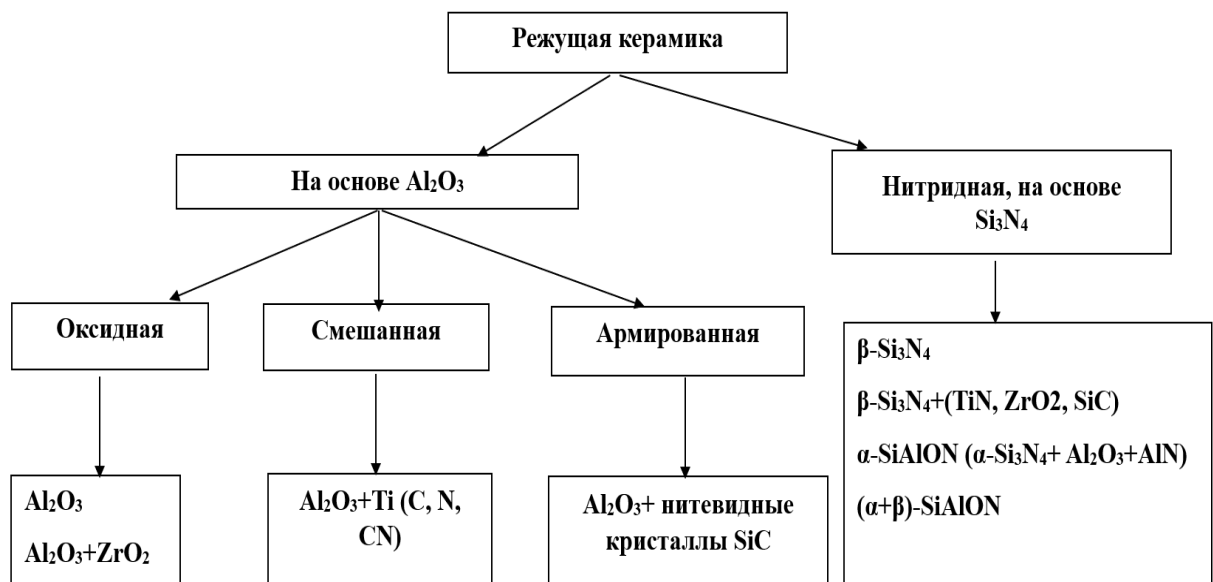


Рисунок 1.2. Виды режущих керамик по составу [14]

Оксидная режущая керамика преимущественно состоит из оксида алюминия (Al_2O_3). Благодаря ее уникальным свойствам (твердости, износостойкости, термостойкости), она широко применяется при точении серых чугунов, низколегированных сталей, заготовок из ферритных ковких чугунов и

незакаленных конструкционных сталей при скоростях резания свыше 250 м/мин без применения СОЖ.

Смешанная режущая керамика – материал, который создается путем комбинирования различных керамических материалов, таких как Al_2O_3 , TiC, TiN, TiCN, и др., обеспечивающие повышение прочности, износостойкости и стабильность режущей кромки даже при обработке на высоких температурах. Смешанная режущая керамика также называют оксиднокарбидной.

Оксиднокарбидная керамика часто применяется для высокоскоростной чистовой и получистовой обработки закаленных сталей с твердостью 30...50 HRC, отбеленных, высокопрочных, и ковких чугунов.

Армированная режущая керамика – это композиционный материал, состоящий из керамической матрицы и упрочняющей фазы из волокон или частиц. Матрица подобных материалов является твердой, термически стабильной и химически инертной, а их высокая прочность и улучшение механических свойств достигаются за счет введения частиц или волокон. Примером состава такого композиционного материала является матрица из Al_2O_3 , армированная нитевидными кристаллами SiC. Указанный материал применяется для чистового, получистового и чернового точения чугунов твердостью более 250 HB, закаленных высоколегированных и быстрорежущих сталей при высоких скоростях резания с большими подачами, а также для их фрезерования.

Нитридная керамика – это вид керамического материала, применяемый для изготовления режущих инструментов, основным компонентом которого является нитрид, чаще всего нитрид кремния (Si_3N_4). Нитридная керамика, благодаря своим уникальным свойствам широко применяется при черновом, получистовом и чистовом точении, а также при фрезеровании сплавов на основе никеля и кобальта и всех видов чугуна с большими подачами и скоростями, где присутствуют высокие температуры и нагрузки.

SiAlON (сиалоны) – режущая керамика SiAlON представляет собой высокотехнологичный композиционный материал, состоящий из твердого раствора нитрида кремния и оксинитрида алюминия. Благодаря такой структуре

сиалоны обладают исключительными характеристиками: высокой твердостью, прочностью, термостойкостью и устойчивостью к различным агрессивным средам. Эти свойства делают сиалоны идеальным материалом для изготовления режущих инструментов, способных эффективно обрабатывать самые твердые материалы при высоких температурах.

Среди перечисленных типов режущей керамики в промышленности большую популярность в качестве режущего материала для обработки закаленных сталей, получила оксидно-карбидная керамика из Al_2O_3-TiC , которая обладает относительно не высокой себестоимостью.

В сиалонах и нитридных керамиках практически или полностью отсутствуют недостатки, присущие в оксидных и оксидно-карбидных керамиках. Благодаря этому материалы обладают более высокой прочностью и трещиностойкостью, что повышает надежность при их использовании [14–25].

Однако, из-за их высокой себестоимости по сравнению с другими режущими керамиками, эти инструментальные материалы предпочтительно и экономически выгодно использовать при обработке более ответственных изделий из различных жаропрочных сплавов, в том числе и на никелевой основе.

Другим перспективным материалом для обработки закаленной шарикоподшипниковой стали ШХ15 является кубический нитрид бора. КНБ входит в группу инструментальных материалов, которая называется «сверхтвердые материалы». Сверхтвердые материалы обладают очень высокой твердостью (свыше 35 ГПа по Виккерсу), которая существенно превышает твердость традиционных материалов, использующихся в областях промышленности. В группу инструментальных материалов также входит алмаз, который обладает высокой износостойкостью и является самым твердым инструментом для обработки резанием других материалов. Однако, из-за его высокой химической активности с железом, особенно при высоких температурах (выше $800^{\circ}C$), нельзя его использовать при обработке сталей или сплавов железа, так как это приведет к деструкции алмаза и изменению его структуры [26-30].

Кубический нитрид бора (CBN) – это сверхтвердый материал, который

получают путем нагрева равных количеств бора и азота при температуре 1700–1800°C и давлении 8–12 ГПа. Этот материал характеризуется хорошей прочностью и термостойкостью, а также высокой твердостью, которая приближается к алмазу. Благодаря своей исключительной твердости при высоких температурах, КНБ является наиболее подходящим для обработки высокотвердых материалов на основе железа при очень высоких скоростях резания [31-32].

Однако, как и в случае сиалонов и нитридных режущих керамик, из-за высокой себестоимости кубического нитрида бора экономичнее использовать его при обработке жаропрочных сталей с низким содержанием железа, серых чугунов, цветных металлов и их сплавов, инструментальных сталей, в том числе быстрорежущих и легированных сталей с твердостью больше 45HRC.

На основе вышесказанного можно делать вывод о том, что предпочтительным материалом для обработки закаленной шарикоподшипниковой стали ШХ15 является оксидно-карбидная керамика на основе Al_2O_3-TiC . Однако, присущие в ней недостатки не позволяют широко применить ее в промышленности в качестве режущей керамики.

Поэтому, задача создания новых керамических композитов для применения в качестве режущей керамики и исследования их эксплуатационных свойств, при обработке труднообрабатываемых материалов, является на сегодняшний день актуальной.

Это подтверждается тем, что на протяжении последних десятилетий непрерывно проводятся многочисленные научно-исследовательские работы, направленные на формулирование новых составов материалов для режущих керамических инструментов, которые обладают повышенными эксплуатационными характеристиками, такими как стойкость и долговечность. Повышение эксплуатационных характеристик режущих керамик можно достичь не только за счет поиска и создания новых составов, а путем применения новых методов спекания керамических материалов, например технологии искрового плазменного спекания, которая является перспективной для консолидации сложных керамических систем с повышенными механическими свойствами.

1.3 Тренды развития современных режущих керамик

В настоящее время, современные разработки в области режущей керамики направлены на создание материалов, сочетающих в себе высокую твердость и износостойкость. Ученые, исследователи и инженеры стремятся оптимизировать эти два ключевых параметра, чтобы повысить эффективность и долговечность режущих инструментов. Главная задача этого подхода состоит в поиске и разработке новых составов керамических композиционных материалов для эффективной обработки. Применение новых керамических композиционных материалов имеет множество преимуществ, таких как улучшенные свойства материала, инновационные возможности их применения, снижение затрат и повышение эффективности их производства, экологические преимущества получения подобных материалов, а также создание и развитие новых технологий и методов производства.

Под улучшенным свойством материала понимают то, что новые керамические композиционные материалы, по сравнению с традиционными, могут обладать уникальными и выше характеристиками. Например, они могут иметь более высокую прочность, лучшую термическую стойкость или большую устойчивость к износу.

Инновационные возможности применения заключается в том, что новые керамические композиционные материалы открывают перспективы для инноваций в различных отраслях промышленности. Они могут быть адаптированы для решения конкретных задач или разработки новых продуктов и технологий.

Снижение затрат и повышение эффективности их производства означает, что новые керамические материалы могут быть разработаны с целью снижения затрат на производство, улучшения производственных процессов или повышения эффективности конечных продуктов.

Термин «экологические преимущества получения» подобных керамических материалов указывает, на то, что некоторые современные керамические

материалы могут быть получены более экологичными способами по сравнению с традиционными материалами. Например, за счет снижения расхода энергии на производство или возможности их более эффективной переработки.

Под развитием новых технологий и методов производства понимают то, что при создании новых керамических композиционных материалов могут применяться современные и малоизвестные технологии, позволяющие создавать керамические материалы с уникальными свойствами, которые ранее были недоступны для подобных материалов.

Таким образом, создание новых керамических композиционных материалов способствует развитию науки и технологий, обеспечивая новые возможности для инноваций и применения в различных областях промышленности и науки. Кроме того, использование данных материалов в качестве режущей керамики может расширить область их применения для обработки труднообрабатываемых материалов.

В настоящей работе была исследована керамическая система SiC-TiB₂-TiC, поскольку именно эта система является перспективной для установления состава нового композиционного материала и изготовления из него режущих инструментов.

Карбид кремния (SiC) - самый известный керамический материал с выдающимися свойствами, такими как низкая плотность и высокая твердость [33], отличная стойкость к коррозии и окислению, высокая прочность (даже при высоких температурах) [34-36], высокая теплопроводность, низкий коэффициент теплового расширения [37-39] и хорошая стойкость к тепловому удару [40]. Однако, несмотря на его хорошие свойства, монокристаллические SiC-материалы демонстрируют относительно низкую трещиностойкость, что в сочетании с известными трудностями механической обработки, возникающими из-за их хрупкости и высокой твердости, является препятствием для их широкого применения в передовых инженерных сферах. Для улучшения механических свойств и повышения износостойкости композитов на основе SiC были использованы различные упрочняющие фазы, такие как TiC [41, 42].

Карбид титана (TiC) – легкий, недорогой, сверхвысокотемпературный керамический материал с высокой твердостью и износостойкостью [43, 44], хорошей тепло- и электропроводностью, высокой температурой плавления и чрезвычайной термической и химической стабильностью [45].

Он также демонстрирует более высокий модуль упругости и коэффициент теплового расширения, чем SiC [46, 47]. Сочетание этих характеристик делает этот материал перспективным упрочняющим компонентом для композитов на основе SiC. Например, введение TiC полностью препятствует росту удлиненных зерен SiC и обеспечивает формирование более разнородной микроструктуры [48], что приводит к увеличению прочности материала [49].

С другой стороны, некоторые исследования показали, что внедрение частицы TiC является эффективным способом повышения трещиностойкости матрицы SiC [50]. Это объясняется большой разницей в коэффициентах теплового расширения между армирующими фазами и матрицей SiC, что вызывает значительные радиальные растягивающие напряжения на границах зерен и круговые касательные сжимающие напряжения в матрице [51,52]. Наличие этих напряжений способствует возникновению огибания и ветвления трещины, а также образованию микротрещин, что приводит к повышению трещиностойкости.

Помимо вышесказанного, для улучшения механических свойств композитов на основе SiC также часто используется частицы из диборида титана [41, 42].

Диборид титана (TiB₂) широко известен своими превосходными физическими, механическими и химическими свойствами, такими как исключительная твердость, износостойкость и коррозионная стойкость [53], а также высокая теплопроводность и электропроводность [54], что делает TiB₂ привлекательным армирующим материалом для режущих инструментов и износостойких деталей на основе SiC-керамики [55].

Кроме того, TiB₂ также используется в качестве фазы в режущих инструментах, в которых он выполняет функции смазки и заживления трещин благодаря его превращению в TiO₂ и B₂O₃ под действием тепла [56].

Таким образом, включение TiB₂ в композиты SiC-TiC может придать

материалу как эффект упрочнения, так и функцию самовосстановления. Более того, ожидается, что добавление TiB_2 в композиты SiC-TiC повысит износостойкость керамического режущего инструмента и, таким образом, расширит его применение для передовых инженерных сфер. По этим показателям можно предположить, что система SiC- TiB_2 -TiC может быть превосходным композитным материалом для применения в качестве новой режущей керамики, которая сочетает в себе все необходимые свойства компонентов, такие как легкость и высокие механические, термические, электрические и трибологические свойства.

Однако, консолидация системы SiC- TiB_2 -TiC традиционными способами спекания (например, горячее прессование или горячее изостатическое прессование) требует более высоких температур или более высоких давлений в течение длительного времени выдержки из-за ковалентных связей, высоких температур плавления и низких коэффициентов самодиффузии компонентов предложенной системы.

Один из современных способов для консолидации подобных трудноспекаемых смесей – искровое плазменное спекание (в английской литературе известное как “Spark Plasma sintering”). Искровое плазменное спекание (ИПС) является инновационным методом спекания порошков, который становится все более популярным для получения плотных композиционных и градиентных материалов с уникальными свойствами. ИПС является модификацией процесса горячего прессования, в которой нагрев материала достигается за счет протекания импульсного электрического тока с большой плотностью непосредственно через графитовую пресс-форму и спекаемый порошковый материал (если он является электропроводящим), что приводит к их быстрому и интенсивному нагреву [57–68]. Преимуществом ИПС является обеспечение высокой скорости нагрева (от 100 до 1000 °C/мин), консолидации и охлаждения материала [69, 70], что в свою очередь обеспечивает короткие технологические циклы спекания, которые способствуют торможению роста зерна компонентов и достижению сбалансированной мелкозернистой структуры в

объеме материала.

Это особенно важно для получения высокопрочных и высокотвердых материалов, которые широко используются в лезвийных инструментах для обеспечения производительности процесса обработки. Кроме того, при консолидации материалов в ИПС применяется одноосное давление, которое способствует пластичному течению нагретого материала для достижения плотности материалов близких к их теоретическим значениям [71-75]. Недостатками ИПС являются необходимость применения специального и дорогого оборудования, а также ограничение по размеру и форме получаемых изделий, которые обычно ограничиваются в виде дисков из нескольких сотен миллиметров [76–78].

Как известно, одним из самых сложных этапов изготовления изделий из спеченной керамики является выполнение технических требований форм и размеров при сохранении структурной целостности материала. Сложность обработки проявляется из-за высокой твердости и хрупкости керамик, а подходящий способ механической обработки, позволяющий решать эту проблему – шлифование. Шлифование – сложный и дорогостоящий метод удаления материала, составляющий около 80% от общей стоимости изготовления керамических изделий. Кроме того, процесс шлифования может браковать изделие из-за образовавшиеся сколов или других повреждений, связанных с быстрым износом алмазного инструмента. В связи с этим, в последние десятилетия бурно исследуются нетрадиционные методы обработки керамических материалов, такие как абразивно-струйная, лазерная и даже проволочная электроэрозионная обработка (ЭЭО) [79-81].

Как описано в работе¹ с моим участием, для осуществления ЭЭО необходимо, чтобы обрабатываемый материал был электропроводящим. А удаление материала при ЭЭО осуществляется за счет его плавления и испарения, которые имеют место в зоне обработки при образовании электрической искры. Зона обработки находится между заготовкой и электродом, погруженными в диэлектрическую среду и находящимися под действием электрического

напряжения. В таких условиях искра между заготовкой и электродом возникает при сокращении до критического расстояния, после того как в окрестностях фронта обработки образуется плазма. При возникновении многочисленных электрических разрядов в одной и той же точке образуются неглубокие кратера с равномерной эрозией, благодаря которой осуществляется быстрая, точная и качественная обработка [82].

1.4. Применение графена в керамических композитах

С 2004 года графен рассматривается как одно из самых замечательных достижений в науке и технике. Аллотропная форма углерода, которая состоит из слоя атомов углерода толщиной в один атом называется графен. В такой структуре, атомы углерода образуют гексагональную двумерную кристаллическую решётку, в которой атомы соединены посредством σ - и π -связей и находятся в sp^2 -гибридизации.

В современном научном мире, графен считается одним из наиболее перспективных наноматериалов благодаря своим уникальным физическим, химическим и механическим свойствам. Кроме того, графен является самым прочным и наилучшим проводящим материалом [83].

В настоящее время графен используется в качестве упрочняющих добавок для улучшения эксплуатационных характеристик, снижения трения и износа и/или повышения твердости и трещиностойкости различных инструментальных материалов [84]. Включение графена в режущую керамику может значительно повысить их прочность, стойкость к износу и общий срок службы инструмента. Графен обладает отличной теплопроводностью, что позволяет эффективно отводить тепло, образующееся при резании. В операциях токарной обработки избыточное тепло может привести к износу инструмента, ухудшению точности обработки и другим проблемам.

Таким образом, использование графена в режущих керамиках помогает поддерживать температуру режущего инструмента в пределах допустимых

значений. Кроме того, низкий коэффициент трения графена способствует уменьшению трения между режущим инструментом и обрабатываемой деталью, что приводит к меньшему износу как самого инструмента, так и поверхности детали. Это может улучшить качество поверхности и точность обработки во время токарных операций.

1.5 Выводы по главе 1

1. Инструменты из режущей керамики или кубического нитрида бора могут быть применены для обработки закаленных сталей, в том числе и для шарикоподшипниковой стали ШХ15. Однако область применения кубического нитрида бора, сиалона и нитридных режущих керамик ограничена ввиду их высокой стоимости. Данные материалы экономически целесообразнее использовать для обработки на высоких скоростях резания и больших подачах всех видов чугуна и сплавов на основе никеля и кобальта, где присутствуют высокие температуры и нагрузки.

2. Оксидно-карбидная керамика является предпочтительным материалом для обработки закаленных сталей. При этом ее применение в условиях прерывистой обработки, повышенных значений сечения среза и обработки с использованием смазочно-охлаждающих жидкостей (СОЖ) ограничено ввиду низкой трещиностойкости. Таким образом, разработка новых керамических композитов для их применения в качестве режущего материала является важной и актуальной задачей.

3. Компоненты SiC, TiC, и TiB₂ являются наиболее перспективными для создания нового класса режущей керамики, так как обеспечивают повышение прочности, износостойкости и способность к самовосстановлению повреждений в поверхностном слое, что, в свою очередь, расширит ее применение в передовых областях обработки. Для дополнительного повышения механических свойств керамики на основе системы SiC-TiB₂-TiC возможно добавление графена в качестве упрочняющей фазы.

4. Для получения композита на основе системы SiC-TiB₂-TiC необходимо использовать современный метод спекания тугоплавких керамических смесей – искровое плазменное спекание, который играет важную роль при улучшении механических свойств полученных материалов.

5. Целью данной работы является создание режущего инструмента из керамики системы SiC-TiB₂-TiC, обладающей повышенной электропроводностью для обеспечения возможности электроэрозионной обработки, повышения его стойкости при механической обработке деталей из закаленных сталей и улучшения качества обрабатываемой поверхности.

ГЛАВА 2. МЕТОДИКИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ И ИССЛЕДОВАНИЯ КЕРАМОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИТОВ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ОБРАЗЦОВ

В данной главе описываются все методы изготовления и исследования керамических композитов, а также экспериментальных образцов для достижения указанной цели.

2.1 Подготовка порошковых керамических композитов

Для получения керамического композита необходимо осуществлять процесс подготовки порошковой композиционной шихты, который обеспечил был однородность распределения компонентов, а также исключал бы появления инородных включений.

Сущность подготовки порошковых композиционных шихт системы SiC-TiB₂-TiC заключается в последовательном проведении следующих этапов: 1) просеивание исходных порошковых керамических компонентов; 2) смешивание исходных порошковых компонентов в спирту; 3) размол исходных порошковых компонентов в шаровой мельнице; 4) сушка полученной шихты, и ее хранение.

Просеивание исходных порошковых компонентов. В данной работе использовались коммерчески доступные порошки SiC ($d_{50} = 0.6$ мкм, 96-99.9% чистоты), TiC ($d_{50} = 0.5$ мкм, >99.5% чистоты) и TiB₂ ($d_{50} = 0.7$ мкм, 99.9% чистоты), производства компании ООО “Плазмотерм”, Москва, в качестве исходных материалов.

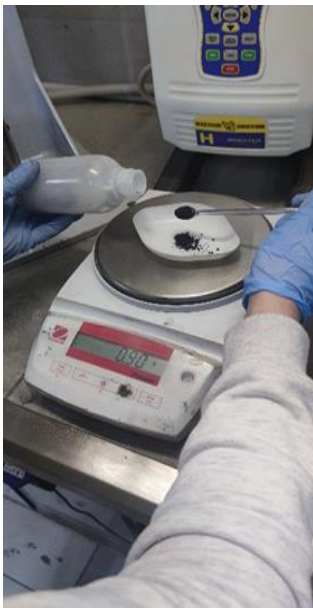
Просеивание осуществлялось на ситовом анализаторе (ВП-30, Вибротехник, Россия) через сито с размерами ячеек 63 мкм (рисунок 2.1).

Смешивание исходных порошковых компонентов в спирту. Необходимое количество просеянных исходных порошков взвешивается (рисунок 2.2а) и засыпается в полиэтиленовый контейнер. При этом композиты получали добавлением TiB₂ и TiC в общем количестве от 20 об.%. до 60 об.%. (глава 3,

таблица. 3.1) с постоянным соотношением TiB_2 к TiC равным 1,67 в каждом случае.



Рисунок 2.1- Просеивание исходных порошков на ситовом анализаторе [85]



а)



б)



в)

Рисунок 2.2 – Процесс смешивания исходных порошков: а) взвешивания порошка; б) засыпание керамических шариков из SiC ; в) добавление жидкой среды

Далее в полиэтиленовый контейнер с порошками засыпаются керамические шарики из SiC диаметром 3 мм, при этом соотношение массы шариков к массе

равно 3:1. Затем в контейнер добавляется необходимое количество жидкой среды (изопропиловый спирт, или спиртовая суспензия оксида графена) в соотношении 2:1 к объему сухого содержимого контейнера. Количество добавляемого оксида графена определялось по таблице (глава 4, таблица 4.1).

Размол порошковых компонентов в шаровой мельнице. Плотная закрытая полиэтиленовая тара со смесью вращалась со скоростью 250 об/мин на шаровой мельнице (ML1, Калуга, Россия) в течение 36 часов для измельчения и перемешивания исходных порошков, рисунок 2.3.



Рисунок 2.3 – Шаровая мельница

Сушка полученной шихты, и ее хранение. После размола полученная суспензия вместе с шариками переливается в выпарительную чашу, рисунок 2.4а. Если на стенках контейнера остается суспензия, то необходимо промыть контейнер с использованием изопропилового спирта и снова вылить содержимое в выпарительную чашу, чтобы избежать потерь материала. Выпарительная чаша с суспензией устанавливается в вакуумный сушильный шкаф (Memmert VO200) для сушки при 80°C в течение 12 часов, рисунок 2.4б. Затем просушенную массу просеивают через сито с размером ячеек 63 мкм, рисунок 2.4в. Просеянные шихты пересыпаются из поддона в полиэтиленовый контейнер, который плотно закрывается для их хранения.



а)



б)



в)

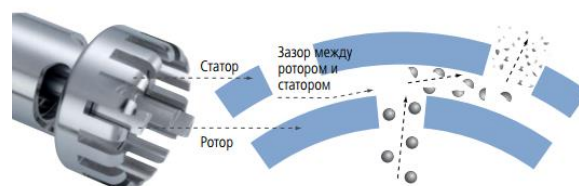
Рисунок 2.4 – Процесс сушки полученной шихты: а) Переливание полученной суспензии в выпарительную чашу; б) сушка в вакуумном сушильном шкафу; в) просеивание просушенной массы.

2.2 Подготовка спиртовой суспензии оксида графена

Суспензия оксида графена готовится с помощью модифицированного метода Хаммера [86,87], который предполагает использование сильной минеральной кислоты (H_2SO_4) и перманганата калия ($KMnO_4$) в качестве окислителя для получения оксида графена.



(а)



(б)

Рисунок 2.5 – Процесс расщепления и окисления агломератов графита: (а) ультразвуковой диспергатор «ИКА Т125 Digital», (б) схема процесса используемого процесса ультразвукового диспергирования

Процесс предусматривает следующее соотношение материалов: 2 г графита или графитоподобного материала, 37,5 мл H_2SO_4 , 12,5 мл NaNO_3 и 6 г KMnO_4 . Навеска графита помещается в кварцевый стакан. Далее в стакан, содержащий графит, переливают 37,5 мл NaNO_3 и периодически перемешивается с помощью магнитной мешалки. Затем при постоянном перемешивании добавляется к смеси 112,5 мл H_2SO_4 , малыми порциями. Далее, осуществляется ультразвуковое диспергирование смеси на диспергаторе «IKA T125 Digital» (рисунок 2.5а), который обеспечивает расщепление агломератов графита на отдельные частицы графена, а также равномерно распределяет материал по объему смеси. В процессе диспергирования был применен режим 15000 об/мин., поскольку большее число оборотов приводит к разбрызгиванию капель.

Так как процесс окисления идет с выделением большого количества тепла, смесь необходимо охладить до 0°C в ледяной бане при постоянном перемешивании на магнитной мешалке (рисунок 2.6а).



(а)



(б)

Рисунок 2.6 – Процесс окисления: (а) перемешивание смеси с KMnO_4 ; (б) реакция окисления

Далее, при непрерывном перемешивании на магнитной мешалке и постоянном охлаждении смеси нужно порционно добавить 18 г KMnO_4 , следя за тем, чтобы температура не поднималась выше 20°C (рисунок 2.6а). Реакция

окисления проводится при 35°C в течение 30 минут, и поэтому необходимо следить, чтобы температура смеси не превышала указанное значение. Таким образом, после перемешивания смеси в течение 30 минут рабочий стакан необходимо извлечь из ледяной бани (рисунок 2.6б), но при этом иметь возможность охладить смесь в случае резкого подъема ее температуры. Окисленную смесь необходимо разбавить дистиллированной водой при непрерывном перемешивании на магнитной мешалке в течение 15 мин. Далее, в смесь добавляется восстановитель в виде 300 мл дистиллированной воды, содержащей 3 % перекиси водорода (H_2O_2). Время перемешивания после добавления жидкости – 5 мин. Далее полученная смесь подвергается центрифугированием и неоднократному промыванию дистиллированной водой для удаления примесей и получения суспензии чистого оксида графена в воде.

Следующий этап процесса – лиофильная сушка полученной дисперсии оксида графена на лиофильной сушке. Для этого необходимо предварительно выпаривать как можно больший объем воды, примерно 50 % от начального объема, из суспензии при постоянном перемешивании и нагреве на магнитной мешалке до 50 °C.

Затем, полученную суспензию резко охлаждают в жидком азоте в течение 5 минут, чтобы обеспечить замораживание всего объема суспензии. Замороженную массу переносят на установку для лиофильной сушки и запускают процесс при температуре – 51 °C и давлении 0,4 мбар. Процесс сушки продолжается до полного удаления воды из замороженной массы.

Последний этап подготовки спиртовой суспензии оксида графена с заданной концентрацией (0,5 мг/мл) заключается в диспергировании полученного сухого оксида графена в изопропиловом спирте. Для этого необходимо 250 мг сухого оксида графена диспергировать ультразвуком в 500 мл изопропилового спирта. Диспергирование проводится в течение 2 часов. Ультразвуковое диспергирование применяется для разбиения агломератов оксида графена на отдельные частички, а также для равномерного распределения материала по всему объему суспензии.

2.3. Искровое плазменное спекание композиционных порошков

Процесс консолидации приготовленных композиционных порошков проводился на установке KCE-FCT-H-HP-D25-SD (FCT Systeme GmbH, Германия) для искрового плазменного спекания, рисунок 2.7.



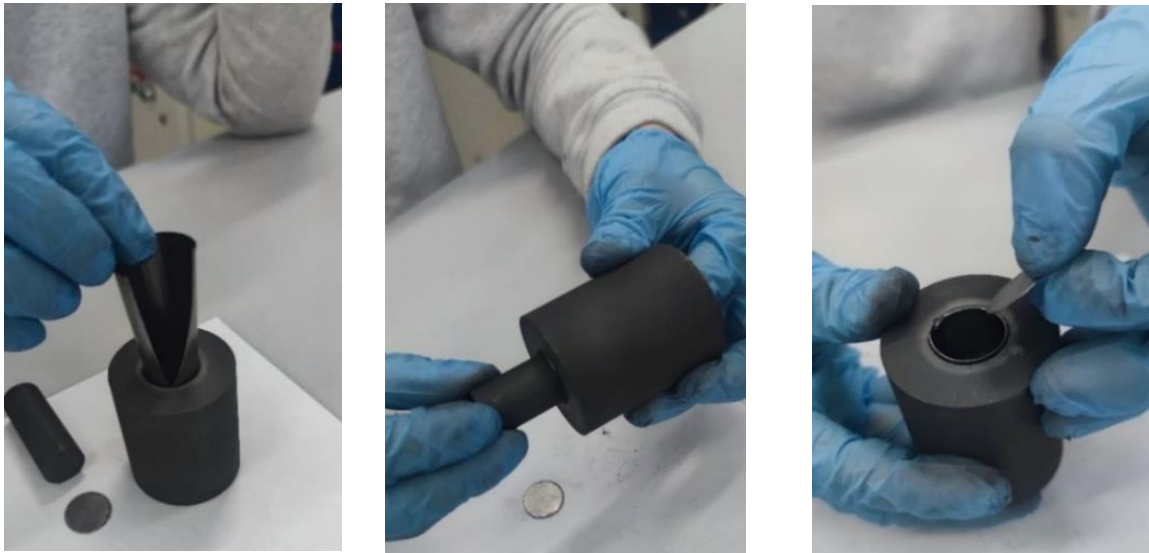
Рисунок 2.7 – Общий вид установки ИПС KCE-FCT-H-HP-D25-SD.

Изотермическая выдержка при максимальной температуре, скорость нагрева, давление и температура спекания были контролируемые параметрами при ИПС. Процесс ИПС включает в себя несколько технологических операций, которые рассматриваются ниже.

Предварительная сборка графитовой пресс-формы. Технологической оснасткой является графитовая матрица со внутренним диаметром 20 мм, нижний и верхний графитовые пуансоны, графитовая бумага, и рубашка из графитового войлока.

Процесс сборки элементов графитовой пресс-формы осуществляется следующим образом:

1) во внутреннюю поверхность рабочей зоны графитовой матрицы устанавливается свернутая в цилиндр прямоугольная графитовая бумага, рисунок 2.8а;



а)

б)

в)

Рисунок 2.8 – Предварительная сборка пресс-формы: установка а) свернутой в цилиндр прямоугольной графитовой бумаги; б) нижнего пуансона; в) диска из графитовой бумаги.

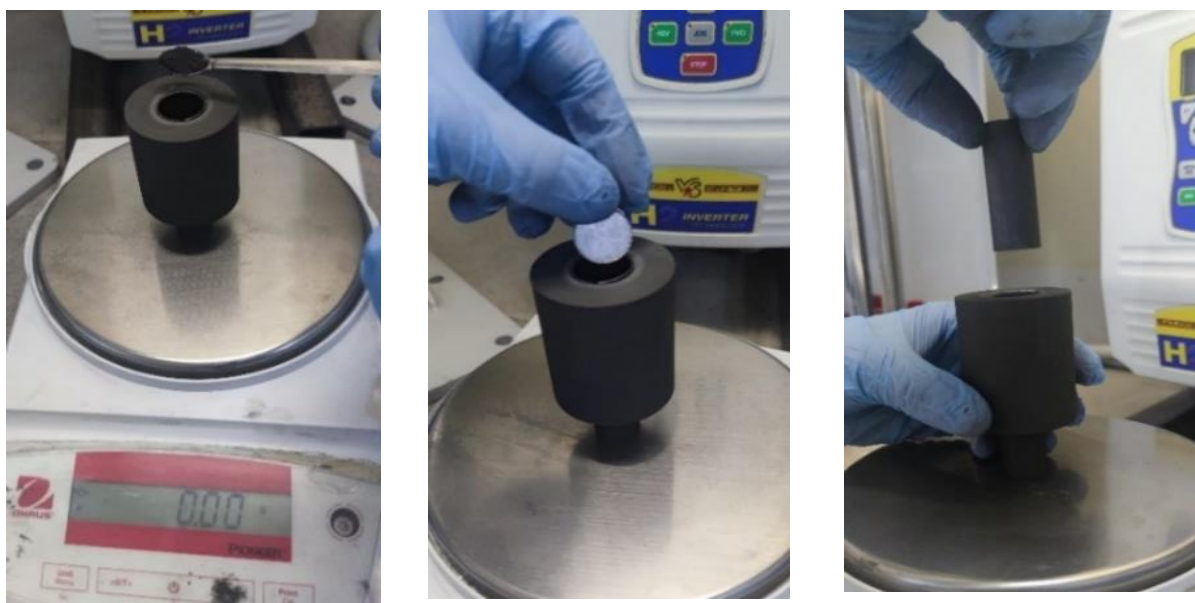
2) внутри графитовой матрицы устанавливается нижний графитовый пуансон таким образом, чтобы его торец без отверстия был обращен к зоне спекания и объем спекаемого материала находился в середине высоты матрицы, рисунок 2.8б;

3) внутри графитовой матрицы устанавливается диск из графитовой бумаги для того, чтобы покрывать торец нижнего пуансона и предотвратить адгезию и прилипание спеченного образца к торцу пуансона, рисунок 2.8в.

Засыпка порошкового керамического композита в пресс-форму. Необходимая масса просеянного сухого порошкового керамического композита насыпается в рабочую зону ранее подготовленной пресс-формы, рисунок 2.9а.

Окончательная сборка графитовой пресс-формы. На керамический

композит, насыпанный в пресс-форму, устанавливается диск из графитовой бумаги, рисунок 2.9б. Затем устанавливается верхний графитовый пуансон так, что его торец без отверстия обращен к зоне спекания, рисунок 2.9в. Затем выставляется положение двух пуансонов таким образом, чтобы объем спекаемого материала находился в середине по высоте матрицы.



а)

б)

в)

Рисунок 2.9 – Окончательная сборка графитовой пресс-формы:

а) насыпка керамического композита; б) установка диска из графитовой бумаги; в) установка верхнего пуансона.

Предварительная подпрессовка порошкового композита. После сборки графитовой пресс-формы необходимо производить предварительную подпрессовку материала (с давлением 5 МПа) на ручном гидравлическом прессе 3851 Manual BenchTOP 12 (Carver, США) с целью обеспечения максимальной плотности после спекания порошков.

Подготовка установки ИПС для его запуска. Подготовка установки ИПС включает в себя несколько этапов:

- 1) включение питания установки и блока охлаждения (чиллера);
- 2) установка собранной графитовой пресс-формы на нижний токоподвод (пуансон прессы) установки с помощью графитового конуса;

3) установка на пресс-форму теплоизоляционной защиты (графитового войлока);

4) установка верхнего графитового конуса на верхний пуансон пресс-формы и подъем собранной конструкции в крайнее верхнее положение нижнего токоподвода;

5) блокировка камеры и написание управляющей программы спекания;

6) запуск процесса ИПС.

Извлечение спеченного изделия. После завершения спекания осуществляется извлечение пресс-формы из камеры установки ИПС, а затем изъятие спеченного образца из нее. Последнее осуществляется с помощью ручного гидравлического пресса для того, чтобы медленно выталкивать графитовые пуансоны из графитовой пресс-формы. Далее графитовая бумага удаляется с поверхности образца с помощью шлифовально-полировальной машины, и проводится визуальный контроль качества спеченного образца с целью выявления сколов или разломов образца.

2.4. Определение физико-механических свойств исходных порошков и спеченных образцов

Важным этапом в процессе исследования новых материалов является определение физико-механических свойств (таких как плотность, структуры, фазовый и химический состав). Далее описываются применяемые в данной работе методы определения свойств.

2.4.1. Плотность исходных порошковых материалов

Для измерения плотности исходных порошковых материалов в данной работе использовался гелиевый пикнометр Micromeritics AccuPyc 1340 (рисунок 2.10). Важные технические характеристики AccuPyc 1340: объем образца 0,01...350 см³, воспроизводимость измерений $\pm 0,02$ %, точность 0,03%.

Перед началом измерения образец материала взвешивается и затем помещается в камеру пикнометра, которая заполняется гелием под давлением. Газ проникает в поры образца, заменяя воздух, и измеряется изменение объема гелия в камере. Плотность образца определяется как соотношение его измеренной массы, на его объем.



Рисунок 2.10 – Пикнометр для определения плотности порошков

Объем образца определяется по уравнению (2.1):

$$V_{\text{обр}} = V_1 - \frac{V_2}{\frac{P_1 - P_a}{P_2 - P_a} - 1}, \quad (2.1)$$

где P_1 – давление газа в измерительной ячейке, P_2 – измеряемое давление.

По результатам измерений также можно определить объем пор и пустот в материале, что позволяет оценить его пористую структуру и связанные с этим характеристики, такие как объемные и поверхностные параметры пор.

2.4.2. Плотность спеченных образцов методом Архимеда

Для измерения плотности спеченных образцов в данной работе был использован метод, который применяет закон Архимеда и регламентируется стандартом ASTM C373-88.



Рисунок 2.11 – Высокоточные аналитические весы A&D GR-300 [88]

В данной работе были использованы высокоточные аналитические весы A&D GR-300 (рисунок 2.11) для определения массы образцов в воздухе и при погружении в воду [88].

2.4.3. Пробоподготовка спеченных образцов

Полировка спеченных образцов для определения твердости и трещиностойкости, а также для исследования структур проводилась на шлифовально-полировальной машине Tegramin-30 (Struers ApS, Баллеруп, Дания), рисунок 2.12. Данная операция потребовала применения алмазных дисков и суспензий содержащих синтетические алмазы с размером зерен от 9 до 1 мкм.



Рисунок 2.12 – Шлифовально-полировальная машина Tegramin-30.

2.4.4 Рентгенофазовый анализ

Рентгенофазовый анализ (РФА) – это метод анализа материалов, основанный на взаимодействии рентгеновского излучения с кристаллической структурой спеченного образца. При воздействии рентгеновского излучения на кристаллический спеченный образец происходит явление дифракции, при котором рентгеновские лучи отражаются под определенными углами. Эти углы зависят от структуры спеченного образца и позволяют идентифицировать его кристаллические фазы и определять их структуру.

Принцип дифракции позволяет анализировать распределение атомов в кристаллической решетке, а также определять параметры решетки, такие как расстояние между плоскостями решетки и углы. Эти данные могут быть использованы для идентификации кристаллических фаз и оценки их содержания в образце. Согласно закону Брэгга – Вульфа, уравнение 2.2, необходимо определить углы отражения θ , рисунок 2.13).

$$2d \sin\theta = n \lambda \quad (n=1,2,3\dots), \quad (2.2)$$

Где θ – угол, под которым наблюдается дифракция; n – порядок дифракции; λ – длина волны рентгеновских лучей; d – расстояние между соседними кристаллографическими плоскостями.

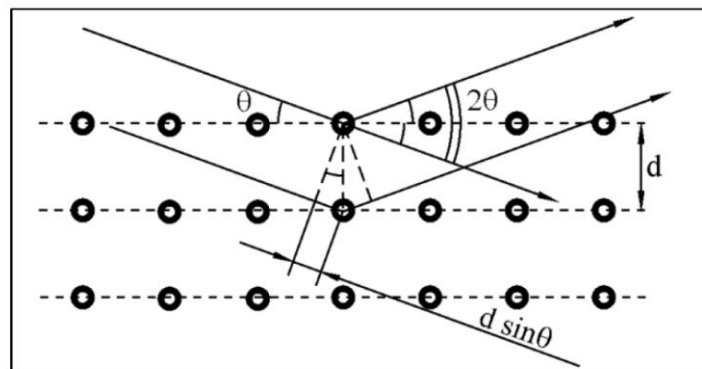


Рисунок 2.13– Дифракция рентгеновских лучей на атомных плоскостях

В данной работе рентгенофазовый анализ исходных порошков и спеченных образцов проводился на дифрактометре Empyrean (PANalytical, Алмело, Нидерланды), Cu-K α спектр, длина волны 1.5405981Å, напряжение 60 кВ, ток

луча 30 мА) с углом диапазона съемки 2θ от 25° до 70° и шагом съемки 0.05°), рисунок 2.14.



Рисунок 2.14 – Дифрактометр Empyrean PANalytical.

2.4.5. Твердость по Виккерсу

Метод индентирования полированных поверхностей спеченных образцов на универсальном микротвердомере Qness Q10A (Qness GmbH, Голлинг, Австрия (рисунок 2.15) служил способом для измерения их Твердости по Виккерсу (H_v).



Рисунок 2.15 – Универсальный микротвердомер Qness Q10A.

Измерения проводились в соответствии с ГОСТ 2999–75 и ISO 6507. Этот метод основан на вдавливании в материал алмазной пирамиды с углом при вершине 136° градусов, рисунок 2.16.

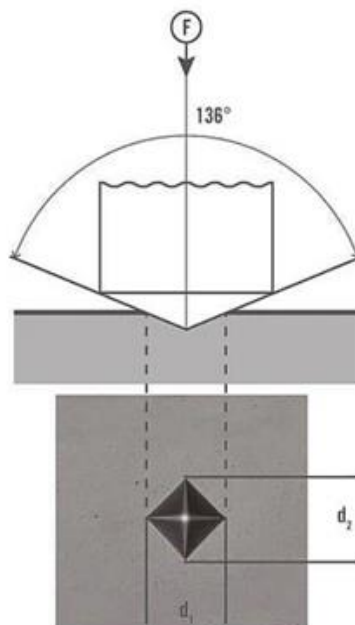


Рисунок 2.16 – Схема измерение твердости по Виккерсу.

При измерении нагрузка была установлена на 98 Н, время выдержки нагрузки – 10 с. На каждом образце делали минимум 10 отпечатков, а затем рассчитывали среднее арифметическое значение твердости по формуле (2.3) [89]:

$$H_V = \frac{1.8544 P}{d^2}, \quad (2.2)$$

где P – установленная нагрузка, d – средняя длина диагонали отпечатка.

2.4.6. Трещиностойкость

В данной работе, трещиностойкость определялась методом индентирования, при использовании прибором, описанный в разделе «2.4.5. Твердость по Виккерсу». Процесс измерения трещиностойкости осуществляется, как и при измерении твердости по Виккерсу, однако после снятия нагрузки измеряется длину трещин 2с на углах отпечатка (рисунок 2.17) [90].

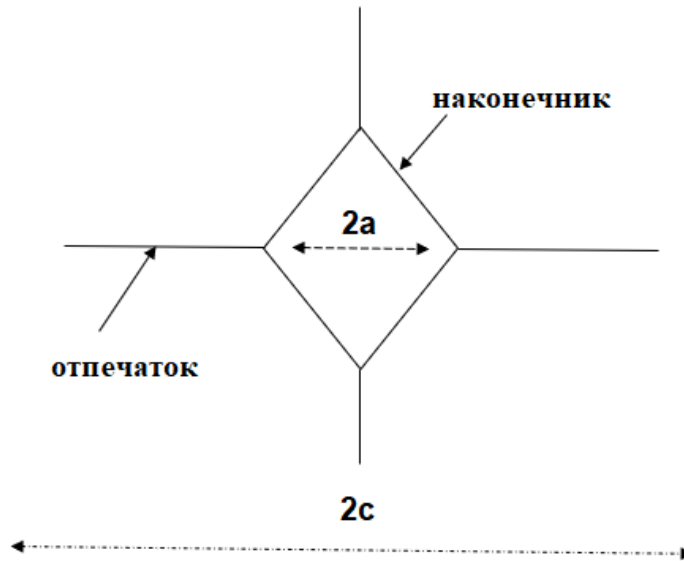


Рисунок 2.17 – Измерение трещиностойкости методом индентирования.

Трещиностойкость K_{1C} рассчитывается по формуле (2.4) [90]:

$$K_{1C} = 0,016(E/H)^{1/2} P/c^{3/2}, \text{ (МПа}\cdot\text{м}^{1/2}) \quad (2.4)$$

где E – модуль Юнга, H – твердость исследуемого материала, P – приложенная нагрузка (кг), c – длина трещины (мкм).

В данной работе, трещиностойкость образцов измеряли с приложенной нагрузкой 98 Н в течение 10 с.

2.4.7. Испытание на трехточечный изгиб

Испытание на трехточечный изгиб использовалось для установления прочности на изгиб спеченных материалов. Испытание проводилось на универсальной испытательной машине ElectroPuls E10000 (Instron, Массачусетс, США) в соответствии со стандартом ASTM C1161-13 [90]. При этом использовали образцы с сечением $1,5 \times 2$ мм, длиной 25...40 мм и расстоянием между опорами 20 мм, при постоянной скорости нагружения 0,2 мм/мин, рисунок 2.18.

Образцы для испытаний на изгиб были изготовлены с помощью проволочной электроэрозионной обработки (раздел 2.5.).

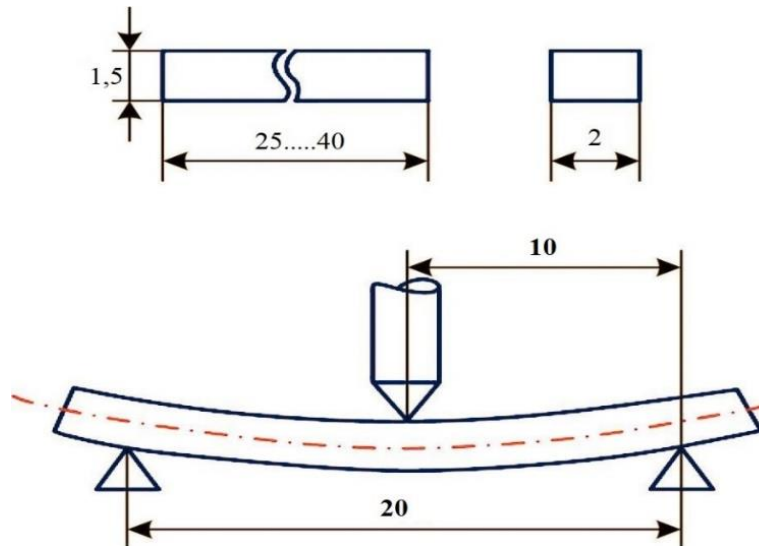


Рисунок 2.18– Схема испытания на трехточечный изгиб [90]

Для каждого состава были протестированы 3 образца и рассчитано среднее арифметическое результатов теста. Прочность σ_f была рассчитана по формуле (2.5):

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bd^2}, \quad (2.5)$$

- где L – расстояние между опорами (мм),
 b – ширина образца (мм),
 d – высота образца (мм) и
 F – приложенная нагрузка (Н).

2.4.8. Сканирующая электронная микроскопия.

В данной работе микроструктура, поверхность излома и трещины, образовавшиеся после проведения индентирования образцов, анализировались с помощью сканирующей электронной микроскопии VEGA 3 LMN (Tescan, Брно, Чехия) в сочетании с энергодисперсионной спектроскопией (ЭДС, Oxford, Великобритания), чтобы определить распределение элементов в материале, рисунок 2.19.

Перед исследованием в сканирующей электронной микроскопии образцы промывали в ультразвуковой ванне в изопропанолe.



Рисунок 2.19 – СЭМ VEGA 3LMN (Tescan, Брно, Чехия).

2.4.9. Спектроскопии комбинационного рассеяния

Одним из наиболее информативных методов анализа углеродных материалов является спектроскопия комбинационного рассеяния (или рамановская спектроскопия). На рисунке 2.20 представлена схема спектрометра комбинационного рассеяния.

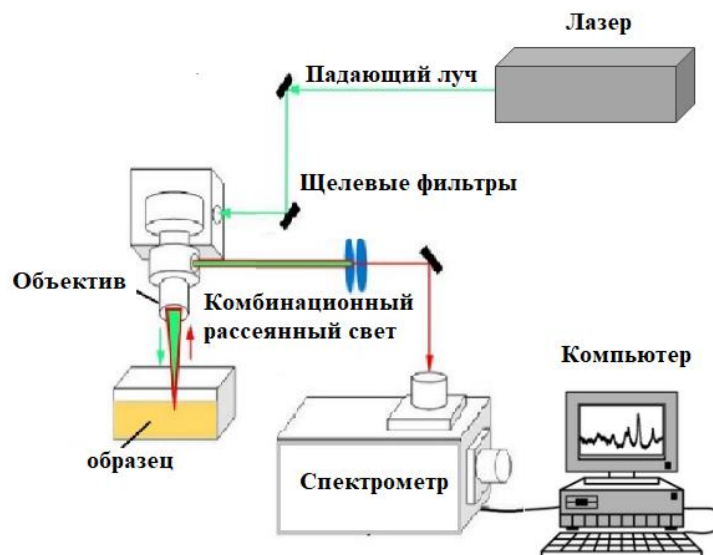


Рисунок 2.20 – Схема спектрометра комбинационного рассеяния

Установка комбинационного рассеяния (микроскоп DXR^{TM2}, Thermo FisherScientific, США) состоит из лазера с длиной волны 532 нм и мощностью 2,0 мВт. Лазерный луч фокусировался через объектив $\times 50$ оптического микроскопа в пятно размером 50 мкм на исследуемой области (из разных пятен с интервалом

200 нм). Время накопления каждого спектра составляло около 10 с.

2.5. Электроэрозионная обработка

Электроэрозионная обработка (ЭЭО) – это бесконтактный процесс обработки, при которой заданная форма изделия достигается с помощью электрических разрядов. В отличие от обычных процессов обработки, при ЭЭО материал удаляется с заготовки в результате серий быстро повторяющихся разрядов тока между электродом и заготовкой, которые находятся под воздействием электрического напряжения и разделены диэлектрической жидкостью.



а)



б)

Рисунок 2.21 – а) Спеченный дисковый образец; б) электроэрозионный станок ARTA 450.

В данной работе диски для режущих пластин были получены из спеченного образца диаметром 40 мм (рисунок 2.21а) путем электроэрозионной обработки на станке Арта 450 (рисунок 2.21б) (Москва, Россия). В качестве инструмента и диэлектрика были взяты техническая латунная проволока (SuperBrass, НПК, Россия) диаметром 0,25 мм и деионизированная вода с проводимостью 0,1 мкСм/см соответственно.

2.6. Выводы по главе 2

В этой главе приводится описание методов изготовления и исследования керамоматричных композитов и экспериментальных образцов на основе системы SiC-TiB₂-TiC.

1. В данном разделе подробно излагается процесс подготовки порошковых керамических композитов системы SiC-TiB₂-TiC. Помимо этого, пошагово представлен и процесс получения спиртовой суспензии оксида графена, который будет использоваться как прекурсор графена в керамическом композите. Кроме того, описывается применяемое оборудование для искрового плазменного спекания и развернуто рассказывается обо всех технологических операциях, необходимых для получения спеченной дисковой заготовки из полученных порошковых смесей.

2. В добавок большая часть этой главы состоит из представления методов и оборудования для анализа микроструктуры, рентгенофазового и химического анализа, спектроскопии комбинационного рассеяния материалов, а также для определения физико-механических свойств (плотности, относительной плотности, предела прочности на изгиб, твердости, и трещиностойкости) спеченных керамических композитов системы SiC-TiB₂-TiC.

Кроме того, описываются методы электроэрозионной и механической обработки полученных спеченных композитов системы SiC-TiB₂-TiC для изготовления сменных многогранных режущих пластин формы SNGN120408 T02020. Далее, подробно описывается методика проведения стойкостных испытаний изготовленных сменных многогранных пластин.

ГЛАВА 3. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ КОМПОЗИТОВ СИСТЕМЫ SiC-TiB₂-TiC

Большая часть результатов, представленных в этой главе, были опубликованы в работе¹.

3.1 Исследование процесса спекания композитов системы SiC-TiB₂-TiC и их физико-механических свойств

Процесс смешивания исходных порошковых компонентов проводился как описано в разделе 2.1 «Подготовка порошковых керамических композитов» настоящей работы. При этом композиты на основе SiC получали добавлением TiB₂ и TiC в общем количестве от 20 об.% до 60 об.%. (Таблица 3.1), с постоянным соотношением TiB₂ к TiC равным 1,67 в каждом случае [91]. Для выбора состава и определения примерного содержания каждого компонента изучались различные работы [92-104].

Таблица 3.1 – Состав керамических композитов [91]

Материал	Содержание каждого компонента			Теоретическая плотность (г/см ³)
	(об. %)			
	SiC	TiB ₂	TiC	
80 SiC	80	12.5	7.5	3.50
60 SiC	60	25.0	15.0	3.79
40 SiC	40	37.5	22.5	4.09

Образцы (диаметром 20 мм и высотой ~ 2,5 мм, а также 40 мм и высотой ~ 5 мм) были получены на установке ИПС как описано в разделе «2.3 Технологические операции при искровом плазменном спекании» настоящей работы. Для получения дисков соответствующего размера взвешивали

¹ Grigoriev, S.N.; Pristinский, Y.; Soe, T.N.; Malakhinsky, A.; Mosyanov, M.; Podrabinnik, P.; Smirnov, A.; Solís Pinargote, N.W. Processing and Characterization of Spark Plasma Sintered SiC-TiB₂-TiC Powders. Materials 2022, 15, 1946. <https://doi.org/10.3390/ma15051946>

определенное количество просеянных порошковых смесей (80SiC, 60SiC, и 40SiC) и загружали в графитовую матрицу.

Спекание осуществлялось при температурах (1800, 1900 и 2000 °С) в вакууме под давлением 80 МПа. Минимальное давление 43 МПа поддерживали до достижения температуры 300 °С, а затем давление и температуру непрерывно повышали до тех пор, пока температура не достигла значения, равного температуре спекания минус 100 градусов. На этих стадиях спекания скорость нагрева составляла 100 °С/мин. После этого последние 100 градусов были достигнуты при скорости нагрева 25 °С/мин. Время выдержки при достижении максимальной температуры составляло 3 минуты.

Перед исследованием свойств спеченных образцов осуществлялась их подготовка, как описано в разделе «2.4.3. Пробоподготовка спеченных образцов».

3.1.1. Исследование фазового состава

Исследование фазового состава проводилось в соответствии с разделом «2.4.4 Рентгенофазовый анализ» настоящей работы.

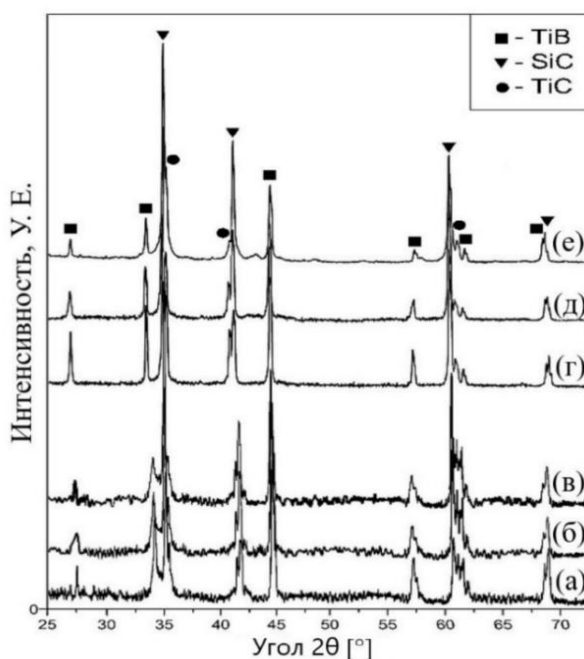


Рисунок 3.1 – Рентгенограмма порошковых смесей и спеченных образцов (T=2000 °С): 40 SiC (а и г), 60 SiC (б и д) и 80 SiC (в и е).

Из рисунка 3.1 видно, рентгенограмма порошковых смесей и композитов, спеченных при температуре 2000°C. В спеченных образцах были обнаружены фазы SiC, TiB₂, TiC, без присутствия каких-либо новых примесей и фаз. Рентгенограммы показаны полученных и спеченных композитов SiC-TiB₂-TiC в этой работе: (а, г) – 40 SiC, (б, д) – 60 SiC и (в, е) – 80 SiC соответственно. Образцы показывают, что во время спекания порошка не произошло ни загрязнения, ни воздействия вторичных реакций. Базой данных, использованной для идентификации фазы, были PDF#29-1129, PDF#35-0741 и PDF#32-1383 для SiC, TiB₂ и TiC соответственно.

3.1.2. Исследование микроструктуры спеченных образцов

На рисунке 3.2 показаны, исследование микроструктуры спеченных образцов.

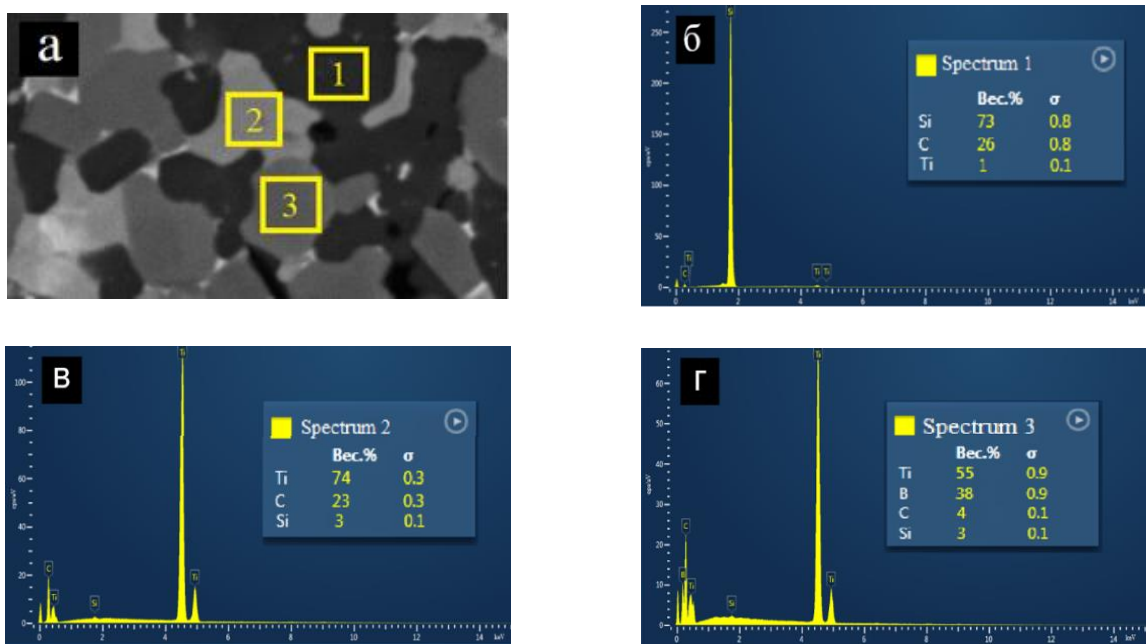


Рисунок 3.2 – Энергодисперсионный анализ композита 60 SiC: а) полированная поверхность образца, б) спектр SiC, в) спектр TiC, г) спектр TiB₂.

При СЭМ-анализе полированных поверхностей спеченных образцов были обнаружены три фазы с разными цветами. Результаты энергодисперсионного

анализа (рисунок 3.2) подтверждают, что темно-серая фаза представляет SiC, серая фаза представляет TiB₂, а светло-серая фаза представляет TiC, что согласуется с результатами, представленными в [105].

На рисунке 3.3а представлено изображение композита 80 SiC. Здесь видно, что SiC образует матрицу композита, а две другие фазы образуют внутри нее глобулярные (шаровидные) зерна со средним размером, который указан в таблице 3.2 [91]. Поверхность композита 60SiC представлена на рисунке 3.3б. Из этого рисунка заметно, что этот материал имеет более однородную микроструктуру и наименьший размер зерен по сравнению с композитами 40SiC и 80SiC. Похоже, что уменьшение объема SiC способствует легкой диффузии частиц TiC и SiC, что объясняет рост зерен этих двух материалов. Эти размеры зерна являются самыми низкими среди трех образцов. Кроме того, в этой структуре не отмечено наличия пор.

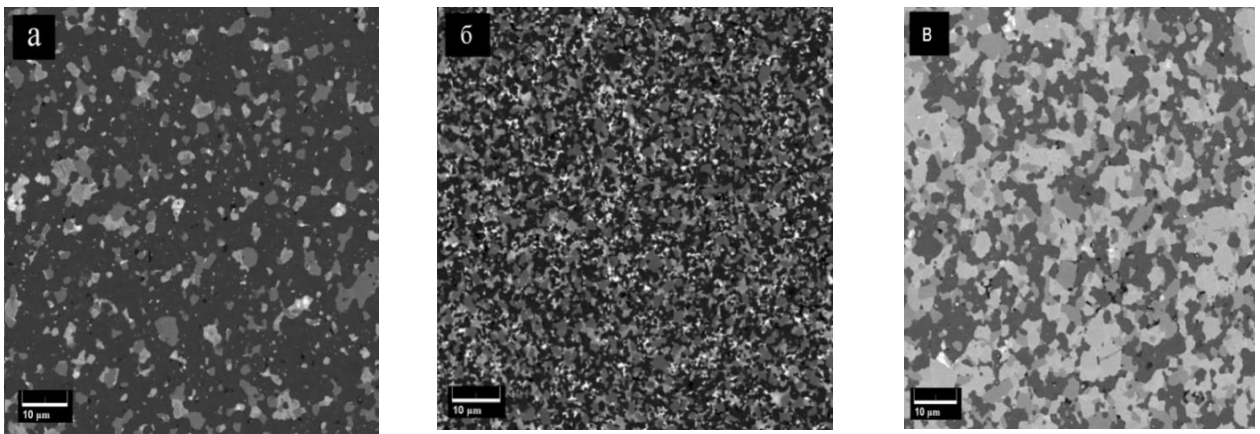


Рисунок 3.3 – Структура спеченных композитов (а) 80 SiC, (б) 60 SiC и (в) 40 SiC, полученных с помощью ИПС.

На рисунке 3.3в показана микроструктура композита 40SiC. Микроструктура данной керамоматричного композита отличается от предыдущих. Здесь заметен большой рост зерен каждого компонента. Средний размер зерна SiC, TiB₂, TiC составляет приблизительно 4,69 мкм, 3,17 мкм и 4,14 мкм соответственно, таблица 3.2. Этот рост зерен связан с количеством компонентов в композите, в котором объем SiC был уменьшен вдвое, а объемы TiB₂ и TiC увеличены в три раза по сравнению с ранее проанализированным

композитом 80SiC. В таблице показаны полученные результаты средний размер зерна в спеченных композитах SiC-TiB₂-TiC.

Таблица 3.2 – Размер зерна исследованных композитах SiC-TiB₂-TiC

Материал	Средний размер зерна, (мкм)		
	SiC	TiB ₂	TiC
80 SiC	3,39	2,41	2,48
60 SiC	2,16	1,62	1,45
40 SiC	4,69	3,17	4,14

3.1.3. Механизмы искрового плазменного спекания системы SiC-TiB₂-TiC

На основании наблюдений, описанных в разделе «3.1.2. Исследование микроструктуры спеченных образцов», можно делать вывод о том, что при консолидации композита 80SiC, в котором матрицей является полупроводниковый материал (SiC), импульсы постоянного тока обходят композиционный материал и протекают, в основном, через графитовые пуансоны и матрицу (рисунок 3.4а), из которых излучается тепло в спекаемый материал за счет Джоулева нагрева, образующейся в графитовых деталях.

Выше сказано хорошо согласуется с рисунком 3.5а, на котором показаны кривые зависимости хода графитового пуансона от времени для изученных композитов. Из этого рисунка видно, что уплотнение композита 80SiC началось позже всех экспериментах (при 1460 с) и закончилось через 382 с, при общей продолжительности спекания 1842 с.

На рисунке 3.5б представлены зависимости относительного хода графитового пуансона от температуры исследуемых композитов, из которых видно, что для композита 80SiC пуансон остается в одном положении между 1050 °С и 1660 °С, а затем начинает плавно двигаться вверх, что указывает на начало спекания.

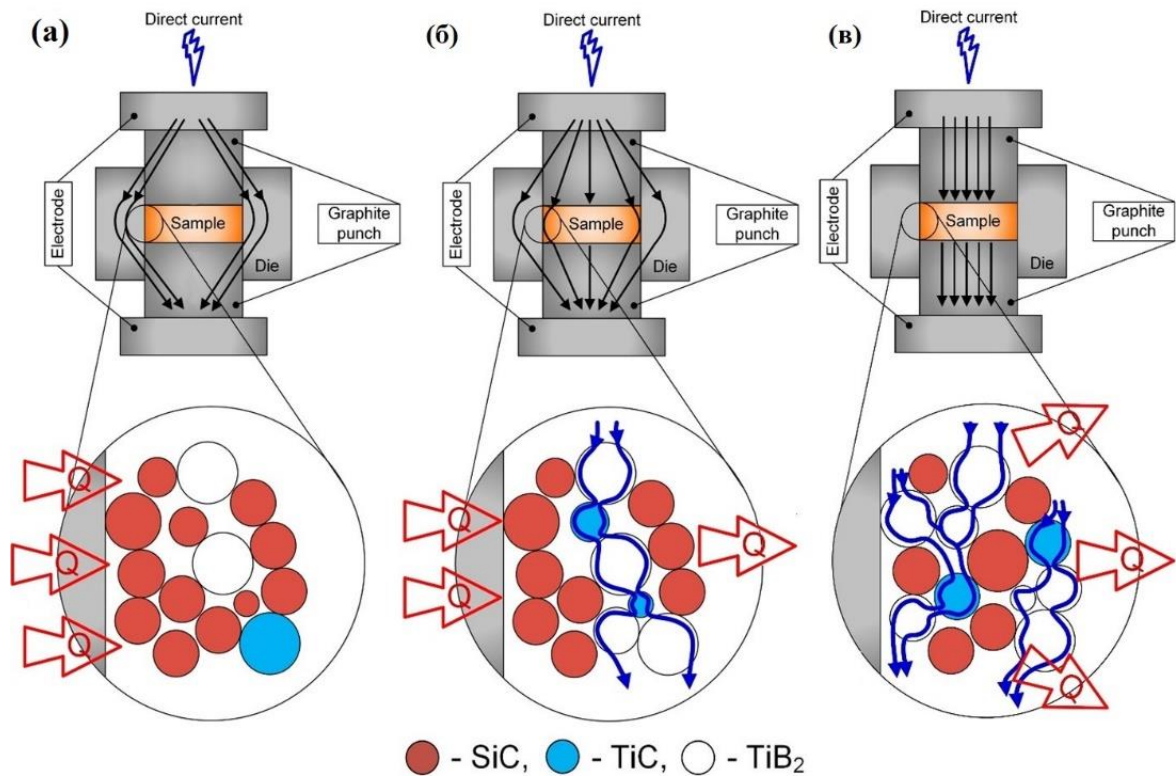


Рисунок 3.4 - Схемы процесса спекания композитов 80SiC (а), 60SiC (б) и 40SiC (в). [91]

При спекании композита 40SiC, матрица которого в основном состоит из проводящих фаз TiB₂ и TiC, импульсы постоянного тока протекают через графитовые пуансоны и порошок минуя графитовую матрицу (рисунок 3.4в). В этом случае тепло генерируется двумя различными механизмами: плазменным и джоулевым нагревом [106,107].

Первый механизм имеет место, когда в зазоре между соседними частицами спекаемого порошка возникает микроискровой разряд, вызывающий локальный и мгновенный нагрев поверхности частиц до нескольких тысяч градусов Цельсия. Так как эти разряды имеют равномерное распределение по объему порошковой смеси, то и генерируемое тепло будет иметь равномерное распределение. С другой стороны, Джоулев нагрев имеет место, когда импульсный постоянный ток проходит через проводящую частицу и протекает от частицы к ее проводящей соседке через точку их взаимного контакта.

На основании вышеизложенных наблюдений, можно предположить, что процесс спекания композита 40SiC должен занимать меньше времени по

сравнению с другими исследуемыми порошковыми смесями. Это предположение подтверждается графиком на рисунке 3.5а, на котором видно, что композит 40SiC достигает температуры более 1650 °С за 1300 с, т. е. на 2,67 мин раньше, чем при спекании композите 80SiC. При уплотнении графитовый пуансон перемещается до его максимального положения за 374 с, что очень близко ко времени, показанному для 80SiC (382 с).

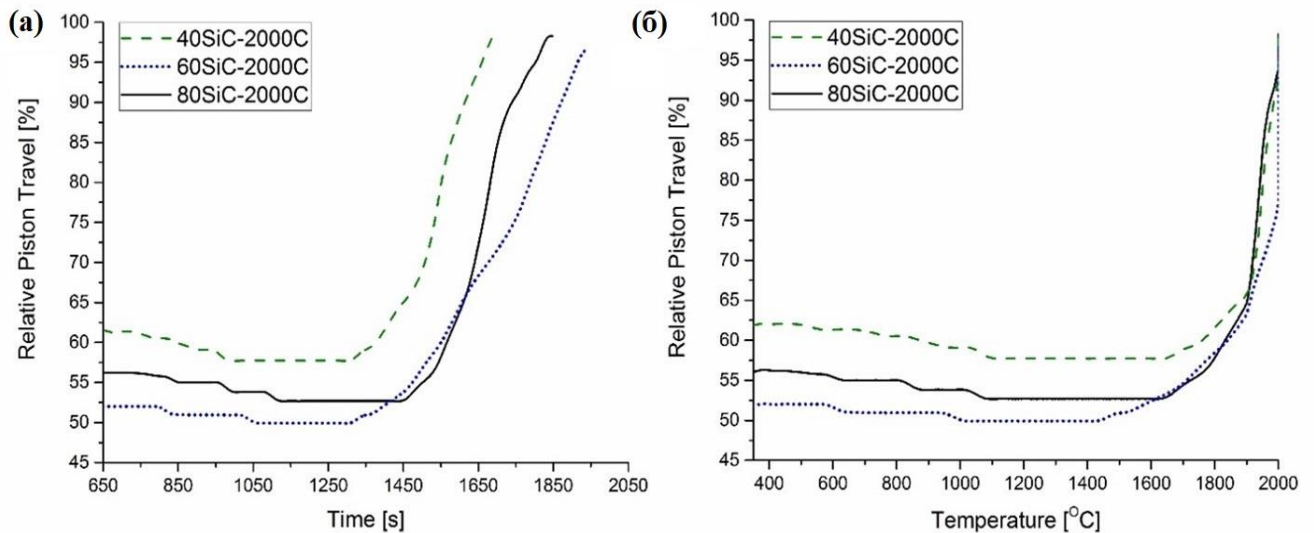


Рисунок 3.5 - Относительный ход графитового пуансона в зависимости от (а) времени и (б) температуры для композитов 80SiC, 60SiC и 40SiC.

Авторы работ [108] установили, что система TiB_2 и TiC термодинамически стабильна до 2427°С, претерпевая квазибинарную эвтектическую реакцию в интервале температур 1627–1727°С. Кроме того, утверждается, что для смесей, отличных от эвтектического состава, эвтектическая жидкость, образующаяся на частицах TiB_2 и TiC , носит переходный характер. Поскольку эвтектическая жидкость системы TiB_2 и TiC имеет очень хорошую смачиваемость как для TiB_2 , так и для TiC , она растекается по поверхности твердых частиц вскоре после своего образования благодаря поверхностному натяжению.

Этот эффект в сочетании с наличием Джоулева тепла, которое увеличивает диффузию атомов/молекул и тем самым усиливает рост зерен, может служить объяснением высокой и средней скорости роста зерен для композитов 40SiC и 80SiC соответственно, рисунок 3.3. Следует отметить, что наличие большого количества

эвтектической жидкости в композиционном материале 40SiC под приложенным давлением приведет к сжатию жидкой фазы в пустотах и уменьшению количества пор.

Процесс спекания композиционного порошка 60SiC можно считать комбинацией двух предложенных ранее схем спекания, так как объемное содержание проводящих и полупроводящих фаз практически одинаковое. Таким образом, можно предположить, что тепло при спекании образуется как в графитовых деталях, так и внутри самого спекаемого материала (рисунок 3.4б).

Из рисунка 3.5а наблюдается, что при спекании композита 60SiC пуансон начинает свое движение вверх в 1328с при температуре 1466°C, через 437с достигает 2000°C и заканчивает свое перемещение в 1943с.

При этом наблюдается торможение процесса спекания, в котором движение пуансона длится 615с, что на 64 % и 61 % больше по сравнению со временем, наблюдаемым для 40SiC и 80SiC соответственно. По-видимому, сочетание джоулева нагрева в матрице и наличия микроискрового разряда между частицами приводит к медленному нагреву спекаемого материала (образец 40SiC за 1328 секунд достигает 1675 °C).

На рисунке 3.5б видно, что кривая смещения пуансона 60SiC совпадает с 80SiC в диапазоне 1650–1900°C, что указывает на то, что спекание происходит с одинаковой скоростью. После 1900°C скорость спекания 60SiC снижается и остается постоянной до достижения 2000°C. Это показывает необычное поведение, которое требует дальнейшего изучения, чтобы определить, какие механизмы спекания происходят в этом материале.

3.1.4. Определение относительной плотности спеченных образцов

Измеренная плотность исходных порошков SiC, TiC и TiB₂ в гелиевом пикнометре (раздел 2.4.1.) составила 3,21 г/см³, 4,93 г/см³ и 4,52 г/см³, соответственно. Далее, теоретические плотности композитов рассчитывались в соответствии с правилом смеси. Затем, их относительная плотность была

рассчитана как соотношение объемной плотности, деленная на теоретическую плотность.

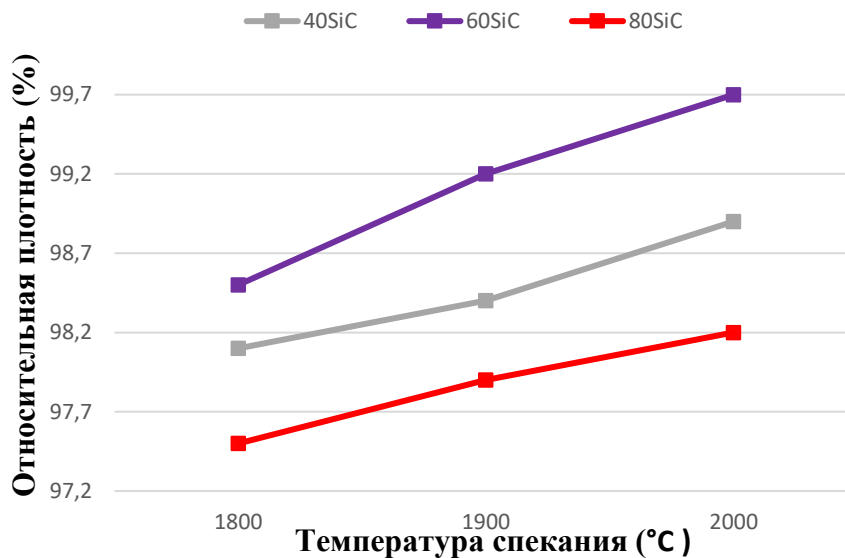


Рисунок 3.6 – Относительные плотности спеченных композитов SiC-TiB₂-TiC

Относительные плотности спеченных композитов SiC-TiB₂-TiC варьируются от 97,5% для композита 80 SiC до 99,7% для 60 SiC, рисунок 3.6.

Для каждого из трех составов относительная плотность указывает на температурную зависимость, в которой плотность увеличивается с ростом температуры, а максимальные значения проявляются в образцах, спеченных при 2000°C. Низкая плотность образцов связана с наличием пор, которые появляются на границе раздела между TiC и SiC вследствие их низкой диффузии (особенно при низких температурах спекания), а также деградации области TiC из-за их большого несоответствия КТР [109,110].

3.1.5. Исследование трещиностойкости спеченных образцов

Трещиностойкость композитов на основе SiC достигла максимального значения 6,71 МПа м^{1/2} для композита 40 SiC и самого низкого значения 6,05 МПа·м^{1/2} для 80 SiC, рисунок 3.7.

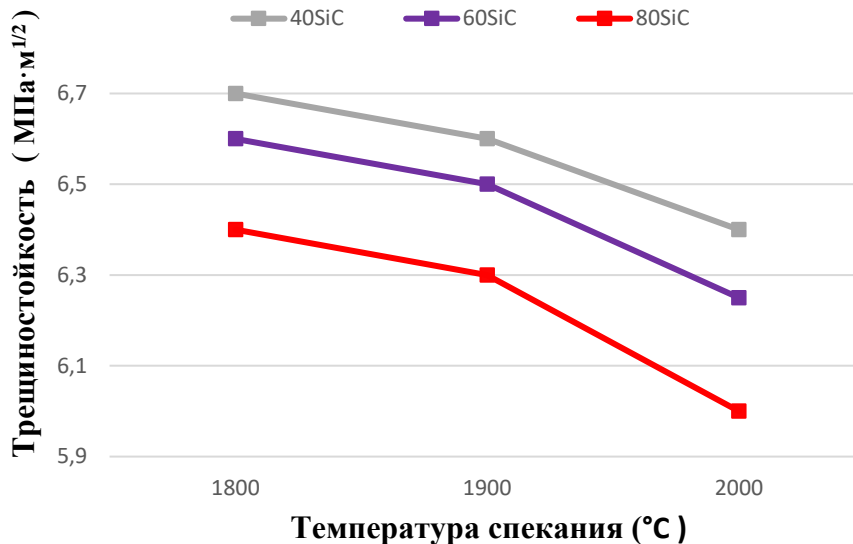


Рисунок 3.7 – Трещиностойкость спеченных композитов SiC-TiB₂-TiC

Из рисунка 3.7 видно, что трещиностойкость спеченных образцов находится на уровне 6–6,7 МПа м^{1/2}. Это может объясняться тем, что в композитах SiC-TiB₂-TiC имеется большое несоответствие коэффициентов термического расширения (КТР) между SiC и двумя остальными компонентами, а это в свою очередь увеличивает трещиностойкость материалов. Однако отсутствие когезии между частицами SiC и TiB₂ является ограничивающим фактором его улучшения [111]. Таким образом, когда дискретные частицы SiC окружены TiB₂ и TiC, первые подвергаются сжатию из-за большого несоответствия КТР, что может вызвать микротрещины в зернах TiC и TiB₂, и, следовательно, повысить трещиностойкость. Более того, сильные межзеренные связи, возникающие между частицами SiC-TiC, также ведут к упрочнению керамики. Это относится к композиту 40 SiC, где количество частиц SiC, окруженных TiC и TiB₂, велико, а само количество крупных зерен SiC мало, см. рис. 3.3в. С другой стороны, когда частицы TiB₂ и TiC окружены SiC, первые два материала имеют тенденцию отсоединяться от матрицы из-за большого несоответствия КТР. Поскольку между фазами SiC-TiB₂ существуют только слабые связи, может происходить декогезия частиц SiC из этого соединения. Однако развитые прочные связи SiC-TiC способствуют их когезии за счет сжатия зерен SiC, что является эффективным механизмом упрочнения материала. Это характерно для образцов 80 SiC, в

которых имеется высокое содержание SiC (рисунок 3.3а). Однако необходимо отметить, что среднее значение трещиностойкости для всех композитов находится в пределах около $6,4 \pm 0,2 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$ вне зависимости от механизмов упрочнения.

На рисунке 3.8 показаны трещины, образованные после индентирования в композите 60 SiC. Спеченные образцы показали смешанный трансзернистый и межзеренный режим разрушения зерен SiC. Повышение значений трещиностойкости объясняется различными механизмами упрочнения: огибание трещины зерен TiB₂ и TiC, разветвление и декогезия на границах раздела зерен.

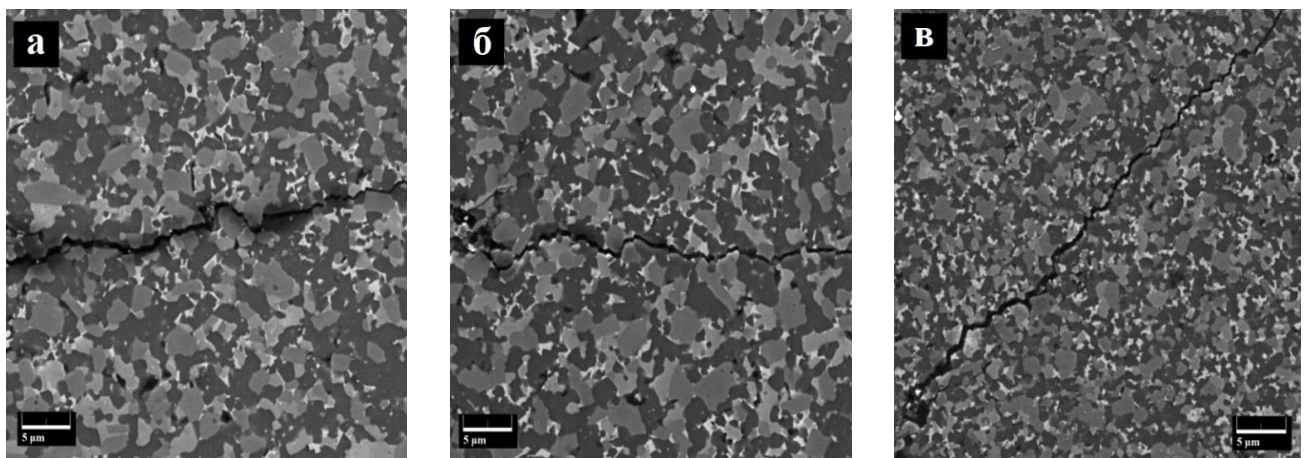


Рисунок 3.8 – Механизмы упрочнения на пути трещины в образце 60 SiC: а) огибание, б) преломление и разветвление, в) преломление и декогезия на границах раздела зерен

На этих рисунках можно наблюдать смешанный режим трансгранулярного и межзеренного разрушения зерен SiC. Когда распространяющаяся трещина сталкивается с частицами SiC, возникает режим трансгранулярного разрушения, и затем трещина может отклоняться в сторону слабых границ зерен SiC-TiB₂ или туда, где присутствует аморфный SiO₂.

Следовательно, может быть рассеяно больше энергии разрушения, что приводит к повышению вязкости разрушения композитного материала. На основании полученных результатов композит с наилучшими механическими свойствами был идентифицирован как 60SiC.

3.1.6. Исследование предела прочности на изгиб спеченных образцов

Как показано на рисунке 3.9, прочность на изгиб для каждой из трех керамоматричных композитов увеличивается при повышении температуры с 1800 °С до 2000 °С в диапазоне от 398 МПа до 588 МПа. Максимальное значение принадлежит композиту 60 SiC.

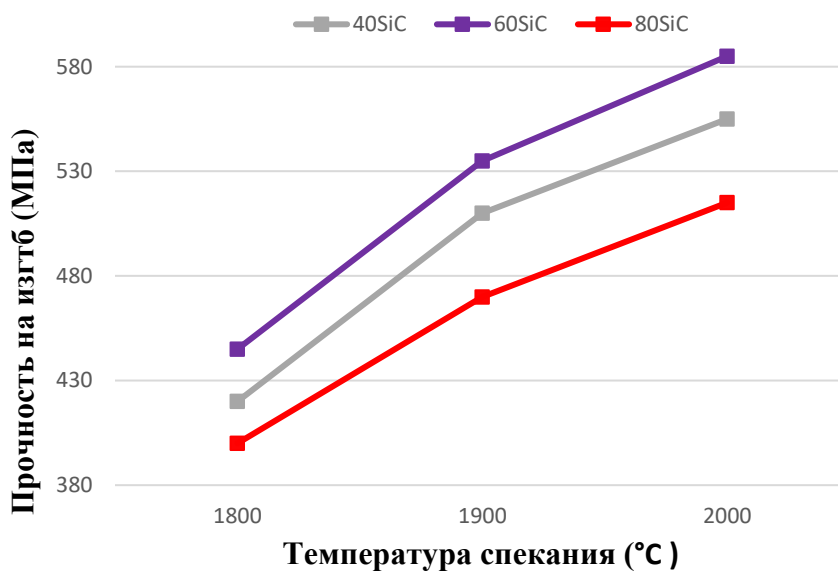


Рисунок 3.9 – Предел прочности спеченных композитов SiC-TiB₂-TiC.

Наличие более однородной структуры и меньшего размера зерна у композита 60 SiC обеспечивает основное количество сильных взаимодействий SiC-TiC и TiB₂-TiC, что способствует высокому значению прочности на изгиб и компенсирует его возможное снижение, поскольку комбинация SiC-TiB₂ обладает низкой прочностью на изгиб из-за отсутствия или слабого взаимодействия между их частицами [110].

3.1.7. Определение твердости по Виккерсу спеченных образцов

Рисунок 3.10 показывает, что твердость композитов зависит от температуры спекания и ее значения варьировались от 17,67 ГПа до 22,95 ГПа. Для всех трех составов твердость увеличивается с повышением температуры, что соответствует

увеличению относительной плотности.

Максимальные значения для каждого из трех составов достигали 20,41, 21,29 и 22,95 ГПа для 80 SiC, 40 SiC и 60 SiC соответственно. Эти композиты были спечены при 2000 °С и имеют следующие относительные плотности 98,2%, 98,9% и 99,7% соответственно.

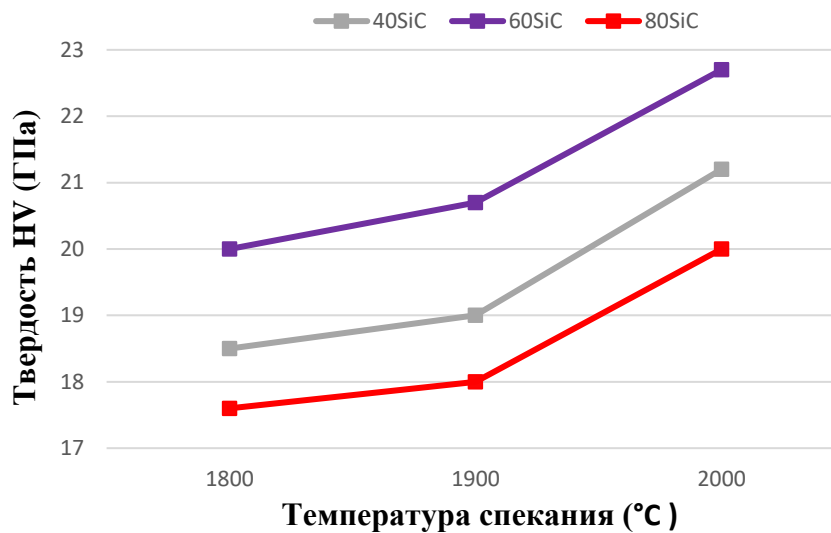


Рисунок 3.10 – Твердость по Виккерсу спеченных композитов SiC-TiB₂-TiC

3.1.8. Исследование электропроводности спеченных образцов

Благодаря включению фаз TiB₂ и TiC в матрицу SiC электропроводность композитов систем SiC-TiB₂-TiC увеличивается, обеспечивая возможность электроэрозионной обработки. Для осуществления ЭЭО, обрабатываемый материал должен обладать значением электропроводности не ниже 3×10^{-3} См/см [112].

Измерение электропроводности проводилось для композитов 40SiC, 60SiC, и 80SiC. Электропроводность определяли с использованием высокоточного измерителя иммитанса (RLC-78105G, Good Will Instrument Co. Ltd., Тайвань) в диапазоне частот от 20 Гц до 5 МГц. Для обеспечения электрического контакта между образцами и электродами прибора на полированные поверхности наносили токопроводящий клей на основе серебра (Kontaktol, Keller AG, Россия) с

электрическим сопротивлением $0,0 \text{ Ом}\cdot\text{мм}^2$. На рисунке 3.11 представлена частотная зависимость электропроводности при комнатной температуре композитов SiC-TiB₂-TiC.

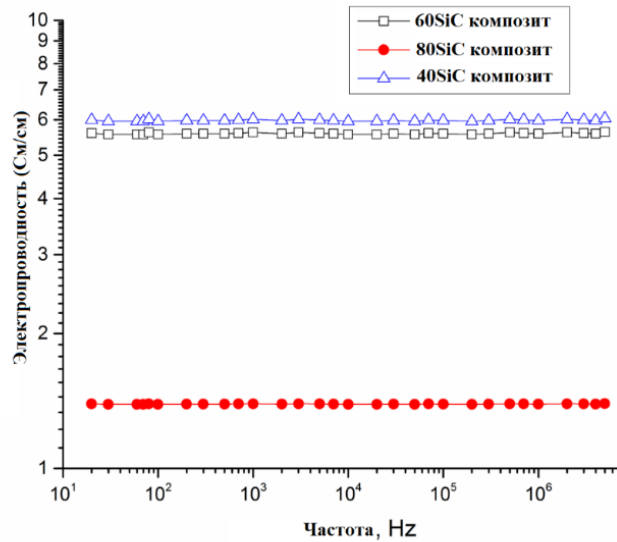


Рисунок 3.11 - Частотная зависимость электропроводности спеченных КОМПОЗИТОВ.

На этом рисунке отмечается, что электропроводность уменьшается с увеличением содержания SiC, который является полупроводниковым материалом с высоким удельным сопротивлением ($10^{12} \text{ мкОм}\cdot\text{см}$). Композит 80 SiC, в котором обнаружено самое высокое содержание карбида кремния (об. %), показывает электропроводность $1,39 \text{ См/см}$ при комнатной температуре. Как видно из рисунка 3.11, это значение остается постоянным во всем диапазоне измеряемых частот (от 20 до $5 \times 10^6 \text{ Гц}$). Далее, с увеличением содержания проводящих фаз до 40 об. % (образец 60 SiC) происходит резкий скачок электропроводности до значения $5,59 \text{ См/см}$, которое остается постоянным во всем диапазоне измеряемых частот. Дальнейшее увеличение проводящих фаз до 60 об. % (образец 40 SiC) приводит к незначительному увеличению электропроводности до $5,98 \text{ См/см}$. Достигнутые результаты показывают, что все 3 композиты обладают достаточной проводимостью для ЭЭО. На рисунке 3.12а показан процесс ЭЭО образца 60 SiC, а на рисунке 3.12б представлен вырезанный образец.

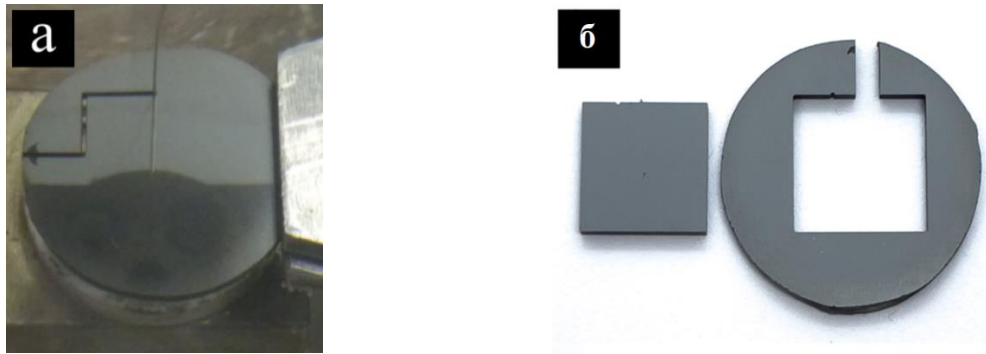


Рисунок 3.12 – Проволочная электроэрозионная обработка образца 60 SiC:
а) спеченного образца, б) вырезанный образец

3.2. Исследование влияния параметров ЭЭО на качество обработанных поверхностей изделий СМРП из керамики SiC-TiB₂-TiC

На основании полученных результатов по определению физико-механических свойств композитов системы SiC-TiB₂-TiC было установлено, что композит 60SiC является лучшим вариантом, среди изученных материалов, для дальнейшего его применения в качестве режущей керамики и для изготовления СМРП.

Для получения изделий из композита 60SiC, изготовленных методом ЭЭО, первоначально необходимо установить рациональные режимы обработки для этого метода. Результаты исследования, представленные в данном разделе, были опубликованы в работе².

Исследование проводилось для установления зависимости толщины белого слоя и шероховатости поверхности изделий для СМРП из спеченного керамического композита 60SiC от параметров проволочной ЭЭО (напряжение разряда, время включения импульса, частота импульсов и скорость перемотки проволоки) [82].

Белый слой – твердый расплавленный материал, который остается на обработанной поверхности в виде модифицированного слоя белого цвета.

² Solís Pinargote, N.W.; Malakhinsky, A.; Soe, T.N.; Pristinский, Y.; Smirnov, A.; Meleshkin, Y.; Apelfeld, A.; Peretyagin, N.; Peretyagin, P.; Grigoriev, S.N. Investigation of the WEDM Parameters' Influence on the Recast Layer Thickness of Spark Plasma Sintered SiC-TiB₂-TiC Ceramic. Coatings 2023, 13, 1728. <https://doi.org/10.3390/coatings13101728>

Свойства и исходная структура основного обрабатываемого материала отличаются от свойств и морфологии поверхности белого слоя, в котором образуются обломки, кратеры, трещины и пустоты. Кроме того, образование белого слоя вызывает ухудшение показателя шероховатости обработанной поверхности, что в свою очередь приводит к ее быстрому разрушению. В этой связи улучшение качества поверхности изделий, обработанных электроэрозионным способом, имеет большое значение для продления их срока эксплуатации. Поэтому необходимо подобрать рациональные параметры ЭЭО для конкретного материала, при которых можно было получить наименьшую толщину и шероховатость белого слоя.

На рисунке 3.13 представлены изображения обработанной после ЭЭО поверхности керамики (рисунок 3.13а), и образованный белый слой (рисунок 3.13в). В данном эксперименте для факторов ЭЭО (напряжение разряда, длительность импульса, частота импульса и скорость перемотки проволоки) были установлены 3 уровня (верхний и нижний уровни определялись путем пробного эксперимента), таблица 3.3. [82]

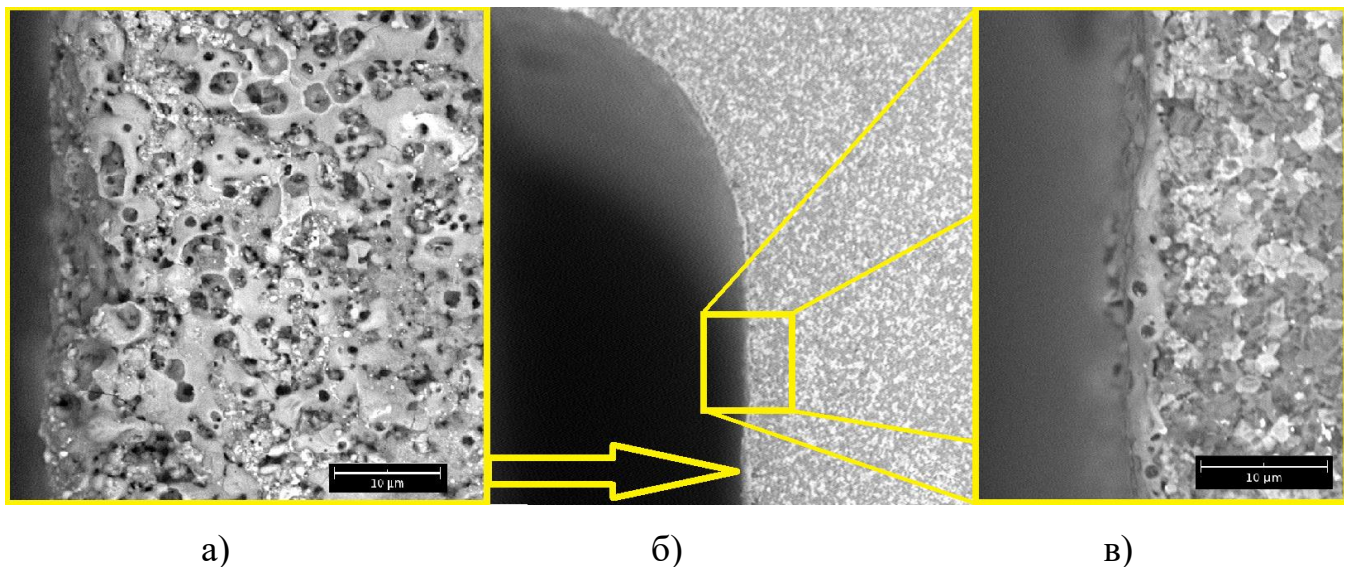


Рисунок 3.13 – а) вид обработанной поверхности после ЭЭО, б) след ЭЭО обработки на электропроводящей керамике; в) прослойка расплава материала (белый слой) после ЭЭО.

Для исследования влияния факторов ЭЭО на толщину белого слоя и

шероховатость обработанной поверхности была выбрана ортогональная матрица Тагути L9 для четырех факторов с тремя уровнями, таблица 3.4.

Таблица 3.3 – Факторы процесса ЭЭО и их уровни

Факторы	Обозначение	Уровни		
		1	2	3
напряжение разряда (В)	U	48	60	72
длительность импульса (мкс)	T _{он}	1	1.5	2
частота импульсов (Гц)	f	10	15	20
скорость перемотки проволоки (м/мин)	q	4	6	8

При каждом опыте керамика обрабатывалась на расстоянии 5 мм с трехкратным повторением. На рисунке 3.14 представлена фотография одного из образцов после проведения электроэрозионной обработки, в которой цифрами указаны каждый из девяти опытов.

Таблица 3.4 – Ортогональная матрица Тагути L9 [82]

№	Факторы				Результаты	
	U, (В)	T _{он} , (мкс)	f, (Гц)	q (м/мин)	h (мкм)	Ra, (мкм)
1	48	1,0	10	4	3,35	0,883
2	48	1,5	15	6	3,61	0,982
3	48	2,0	20	8	5,87	1,181
4	60	1,0	15	8	3,56	0,900
5	60	1,5	20	4	4,77	1,152
6	60	2,0	10	6	6,21	0,935
7	72	1,0	20	6	4,41	0,928
8	72	1,5	10	8	6,16	0,794
9	72	2,0	15	4	6,42	0,973



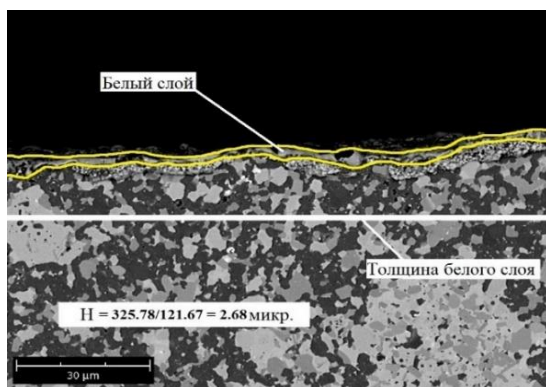
Рисунок 3.14 – Керамический образец после исследования ЭЭО

В таблице 3.4 представлены средние значения измеренных результатов. Толщина белого слоя была рассчитана по формуле:

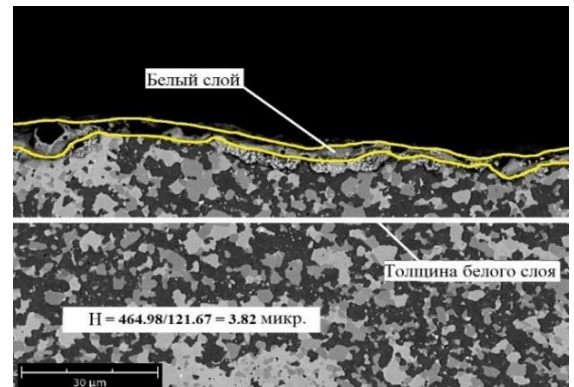
$$H = \frac{S}{L},$$

где H – толщина поверхностного (белого) слоя; S – площадь поверхностного слоя; L – длина поверхностного слоя.

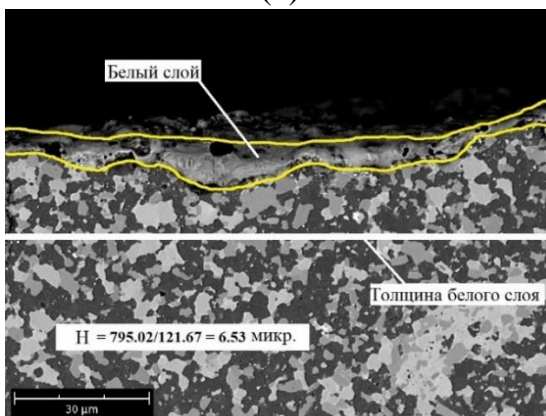
Рисунок 3.15 показывает пример СЭМ изображения, из которых были определены значения толщины белого слоя.



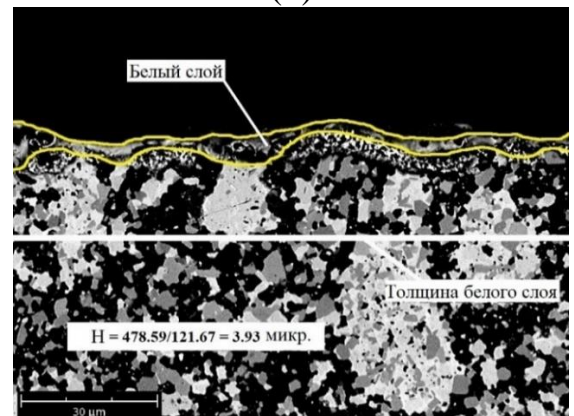
(а)



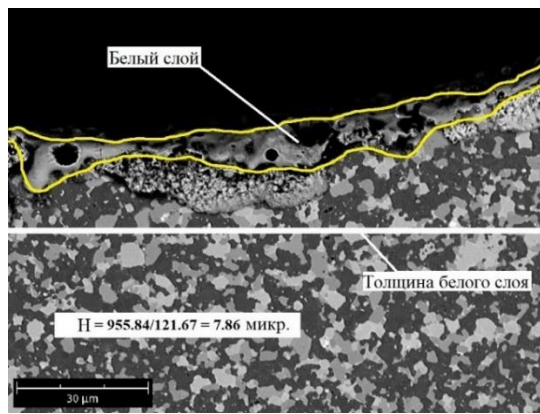
(б)



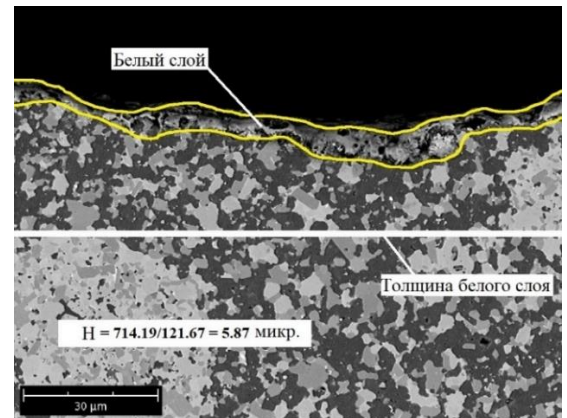
(в)



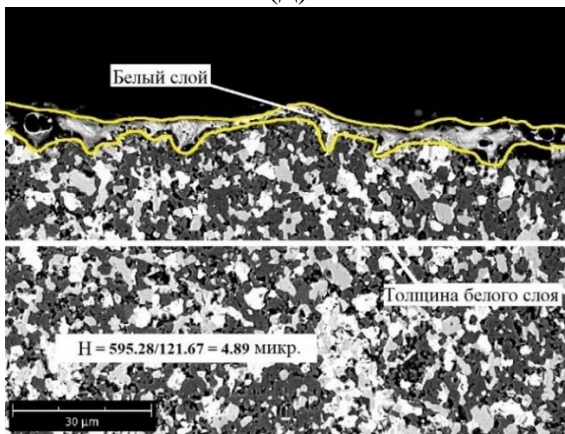
(г)



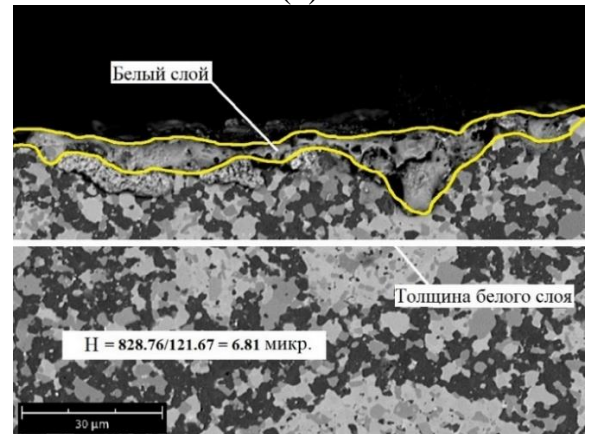
(д)



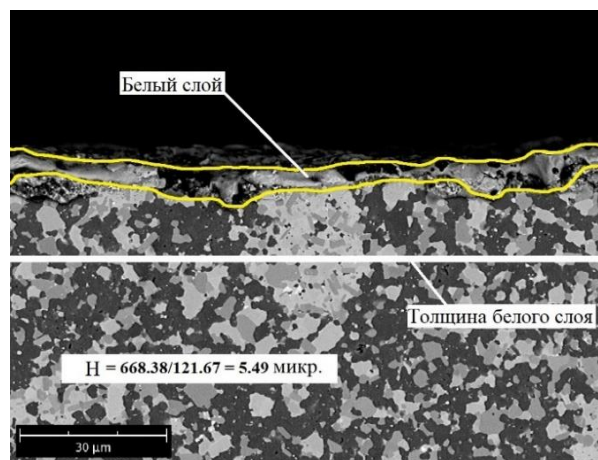
(е)



(ж)



(з)



(и)

Рисунок 3.15 – Толщина белого слоя для эксперимента по таблице 4.4: (а) № 1 – $U = 48$; $T_{on} = 1,0$; $f = 10$; $q = 4$; (б) № 2 – $U = 48$; $T_{on} = 1,5$; $f = 15$; $q = 6$; (в) № 3 – $U = 48$; $T_{on} = 2,0$; $f = 20$; $q = 8$; (г) № 4 – $U = 60$; $T_{on} = 1,0$; $f = 15$; $q = 8$; (д) № 5 – $U = 60$; $T_{on} = 1,5$; $f = 20$; $q = 4$; (е) № 6 – $U = 60$; $T_{on} = 2,0$; $f = 10$; $q = 6$; (ж) № 7 – $U = 72$; $T_{on} = 1,0$; $f = 20$; $q = 6$; (з) № 8 – $U = 72$; $T_{on} = 1,5$; $f = 10$; $q = 8$; (и) № 9 – $U = 72$; $T_{on} = 2,0$; $f = 15$; $q = 4$.

Влияние параметров ЭЭО на белый слой

В таблице 3.5 представлен дисперсионный анализ результатов толщины белого слоя. Наиболее значимым параметром процесса является длительность

импульса T_{on} , на втором месте напряжение U , в то время как частота импульса и скорость перемотки проволоки не оказывают существенного влияния на толщину белого слоя. Вклад параметров процесса T_{on} и U в H составил 67,82% и 22,90% соответственно [82].

Таблица 3.5 – Дисперсионный анализ для толщины белого слоя

Параметр	СС*	сум. квд. *	вклад*	дисп. *	F-значение	P-значение
Регрессия	4	11,6779	92,70%	2,91949	12,70	0,015
U (В)	1	2,8843	22,90%	2,88427	12,54	0,024
T_{on} (мкс)	1	8,5443	67,82%	8,54427	37,15	0,004
f (кГц)	1	0,0726	0,58%	0,07260	0,32	0,604
q (м/мин)	1	0,1768	1,40%	0,17682	0,77	0,430
Ошибка	4	0,9199	7,30%	0,22997	-	-
Всего	8	12,5978	100,00%	-	-	-

*: СС – степени свободы; сум. квд. – сумма квадратов; дисп. – дисперсия.

С помощью программы для обработки экспериментальных данных «Minitab» были определены коэффициенты регрессионного уравнения значимых параметров процесса ЭЭО для прогнозирования толщины белого слоя (с доверительной вероятностью $P = 0,95$):

$$H = -2,32 + 0,0578 \cdot U + 2,393 \cdot T_{on}$$

Коэффициенты детерминации для установленного уравнения – 92,64%.

На рисунке 3.16 показаны графики, которые описывают влияние уровней факторов ЭЭО на средние значения толщины белого слоя. Из этого рисунка видна тенденция к увеличению толщины белого слоя при увеличении напряжения и длительности импульса с 48 до 72 В и с 1 до 2 мкс соответственно [82].

Это увеличение толщины белого слоя происходит при более высокой энергии разряда, которая плавит больше материала при заданных U и T_{on} , что приводит к значительному увеличению локального тепловыделения, ведущего к дальнейшему расплавлению рабочего материала и, следовательно, к большей

толщине белого слоя. Это коррелирует с наибольшей толщиной белого слоя (6,41 мкм), достигнутой при эксперименте № 9 ($U = 72$ В; $T_u = 2,0$ мкс; $f = 15$ кГц и $q = 4$ м/мин).

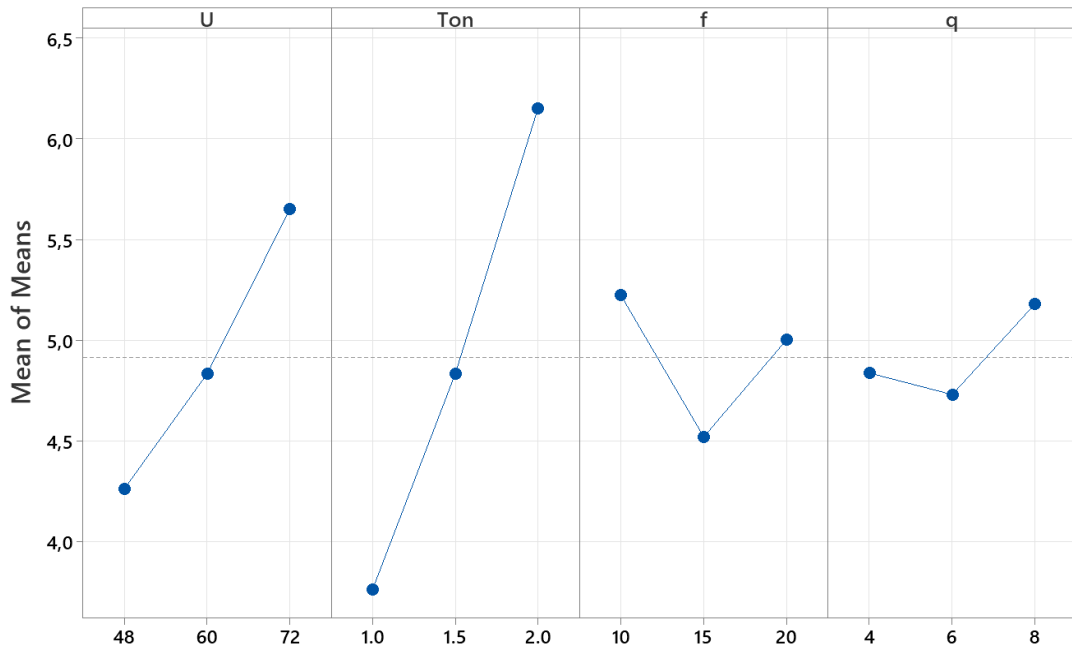


Рисунок 3.16 – Графики влияния факторов на толщину белого слоя

Тенденция к увеличению толщины белого слоя при увеличении напряжения и длительности импульса с 48 до 72 В и с 1 до 2 мкс соответственно [82]. Это увеличение толщины белого слоя происходит при более высокой энергии разряда, которая плавит больше материала при заданных U и T_{on} , что приводит к значительному увеличению локального тепловыделения, ведущего к дальнейшему расплавлению рабочего материала и, следовательно, к большей толщине белого слоя. Это коррелирует с наибольшей толщиной белого слоя (6,41 мкм), достигнутой при эксперименте № 9 ($U = 72$ В; $T_u = 2,0$ мкс; $f = 15$ кГц и $q = 4$ м/мин).

С другой стороны, при увеличении частоты импульса с 10 до 15 кГц наблюдалось уменьшение толщины белого слоя с 5,24 мкм до 4,53 мкм, что можно объяснить эффективным вымыванием шлама при данных значениях частоты импульса.

Однако при увеличении частоты импульса с 15 до 20 кГц наблюдалось увеличение толщины белого слоя до 5,0 мкм [82]. Это может быть связано с тем,

что при более высоких частотах импульса длительность выключения импульса короче и, следовательно, время промывки также короче, что уменьшает искровой зазор. Уменьшение искрового зазора приводит к значительному увеличению интенсивности разряда и плотности ионизации, создавая значительное увеличение локального тепловыделения, что образует более толстый белый слой.

Скорость перемотки проволоки q не оказывает существенного влияния на изменение толщины белого слоя. Увеличение скорости с 4 до 6 м/мин приводит к небольшому снижению толщины белого слоя с 4,85 до 4,74 мкм, а дальнейшее увеличение скорости до 8 м/мин приводит к небольшому увеличению толщины белого слоя до 5,2 мкм. Минимальная толщина белого слоя (3,35 мкм) была получена при $U = 48 \text{ В}$; $T_{on} = 1,0 \text{ мкс}$; $f = 10 \text{ кГц}$ и $q = 4 \text{ м/мин}$, что соответствует эксперименту № 1 [82].

Влияние параметров ЭЭО на шероховатость поверхности

В таблице 3.6 представлен дисперсионный анализ результатов шероховатости поверхности.

Таблица 3.6 – Дисперсионный анализ для толщины шероховатости поверхности

Параметр	СС*	сум. квд. *	вклад*	дисп. *	F-значение	P-значение
Регрессия	4	0,1173	94,52%	0,02933	17,30	0,009
U (В)	1	0,0205	16,52%	0,02053	12,12	0,025
T_{on} (мкс)	1	0,0241	19,42%	0,02407	14,20	0,020
f (кГц)	1	0,0698	56,24%	0,06977	41,16	0,003
q (м/мин)	1	0,0029	2,34%	0,00295	1,74	0,258
Ошибка	4	0,0068	5,48%	0,00169	-	-
Всего	8	0,1241	100,00%	-	-	-

*: СС – степени свободы; сум. квд. – сумма квадратов; дисп. – дисперсия.

Наиболее значимым параметром процесса является частота импульса (f), далее - длительность импульса T_{on} и напряжение U , в то время как скорость перемотки проволоки не оказывают существенного влияния на толщину белого слоя. Вклад параметров электроэрозионной обработки f , T_{on} и U составил 56,24%,

19,42% и 16,52% соответственно.

Коэффициенты регрессионного уравнения значимых параметров процесса ЭЭО для прогнозирования шероховатости (с доверительной вероятностью $P = 0,95$) были определены с помощью программы для обработки экспериментальных данных.

$$Ra = 0,815 - 0,00487 \cdot U + 0,126 \cdot T_{on} + 0,02163 \cdot f$$

Коэффициенты детерминации для установленного уравнения - 94,54%.

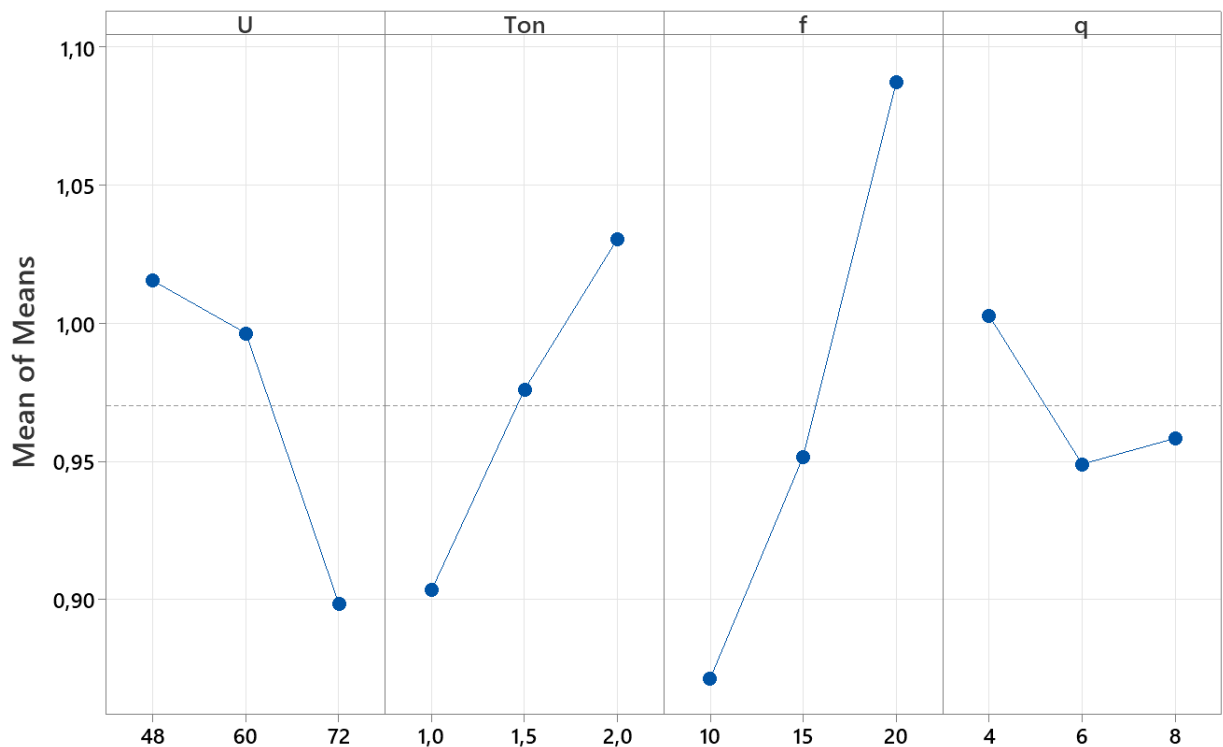


Рисунок 3.17 – Графики влияния факторов на шероховатость поверхности

На рисунке 3.17 показаны графики, которые описывают влияние уровней факторов ЭЭО на средние значения шероховатости. На рисунке 3.17 заметно, что частота импульса (f), длительность импульса T_{on} и напряжение U оказывают наибольшее влияние на шероховатость обработанной поверхности.

Из этого рисунка видно, что при увеличении напряжения разряда с 48 до 72 В шероховатость поверхности уменьшается. Это связано с тем, что при уменьшении U искровой промежуток между поверхностью обрабатываемого материала и электродом также уменьшается, что приводит к значительному увеличению плотности ионизации и интенсивности искры в искровом

промежутке. Этот эффект вызывает значительное увеличение локального тепловыделения, что приводит к дальнейшему плавлению обрабатываемого материала. Кроме того, уменьшенный искровой зазор препятствует эффективной промывке и позволяет удалять из рабочей зоны лишь небольшое количество расплавленного материала, что приводит к заметному увеличению шероховатости поверхности.

С другой стороны, при увеличении T_{on} и частоты импульса шероховатость поверхности тоже увеличивается. Например, при увеличении T_{on} с 1 до 2 происходит увеличение энергии разряда, что влечет за собой образование крупных газовых пузырей, которые при схлопывании образуют на обработанной поверхности крупные кратеры в процессе рекристаллизации.

При низких частотах импульсов процесс вымывания шлама из межэлектродного зазора улучшается, что способствует уменьшению шероховатости обработанной поверхности.

Однако, при высоких частотах шероховатость обработанной поверхности значительно ухудшается, т.к. при уменьшении длительности выключения импульса энергия разряда увеличивается, время промывки и охлаждения в межэлектродном промежутке уменьшаются.

При увеличении скорости перемотки проволоки с 4 до 6 м/мин шероховатость обработанной поверхности уменьшается на 0,05 мкм. При дальнейшем увеличении скорости перемотки проволоки с 6 до 8 м/мин шероховатость обработанной поверхности незначительно увеличивается на 0,01 мкм [82].

Наиболее низкий показатель шероховатости был получен при эксперименте № 8, когда $U = 72$ В; $T_u = 1,5$ мкс; $f = 10$ кГц и $q = 8$ м/мин, а наибольшая шероховатость в эксперименте № 3 ($U = 48$ В; $T_u = 2,0$ мкс; $f = 20$ кГц и $q = 8$ м/мин.).

Поиск рациональных параметров ЭЭО

Достижение минимальной толщины белого слоя и шероховатости по отдельности не является годной методикой для дальнейшей обработки нового

керамического материала. В связи с этим, необходимо найти такое сочетание факторов ЭЭО, которое позволило одновременно достичь минимальную толщину белого слоя и шероховатость обработанной поверхности.

Робастное планирование экспериментов по методу Тагути в сочетании с серым реляционным анализом часто применяется для многоцелевой оптимизации параметров ЭЭО [112].

Этот подход будет использован в этой работе для нахождения рациональных параметров ЭЭО с целью достижения минимальных белого слоя и шероховатости обработанной поверхности.

Для проведения реляционного анализа полученных результатов по белому слою и шероховатости требуется осуществлять ряд расчетов, таких как: нормализация, отклонения, серый реляционный коэффициент и серая реляционная оценка GRG. Подробности расчётов можно увидеть в работе [82], а здесь приводятся только результаты проведенных расчетов, таблица 3.7.

Таблица 3.7. – Результаты расчетов для реляционного анализа [82]

№	Норм.*		Откл.*		СРК*		СРО*	Ранг
	Н	Ra	Н	Ra	Н	Ra		
1	1.0000	0.7700	0.0000	0.2300	1.0000	0.6850	0.8425	1
2	0.9153	0.5142	0.0847	0.4858	0.8552	0.5072	0.6812	3
3	0.1792	0.0000	0.8208	1.0000	0.3785	0.3333	0.3559	9
4	0.9316	0.7261	0.0684	0.2739	0.8797	0.6461	0.7629	2
5	0.5375	0.0749	0.4625	0.9251	0.5195	0.3509	0.4352	7
6	0.0684	0.6305	0.9316	0.3695	0.3493	0.5750	0.4621	6
7	0.6547	0.6537	0.3453	0.3463	0.5915	0.5908	0.5912	5
8	0.0847	1.0000	0.9153	0.0000	0.3533	1.0000	0.6766	4
9	0.0000	0.5375	1.0000	0.4625	0.3333	0.5195	0.4264	8

*: Норм. - нормализация, Откл. - отклонение, СРК - серый реляционный коэффициент, СРО - серая реляционная оценка.

В таблице 3.8 приведены результаты расчетов среднего значения серой

реляционной оценки для каждого фактора относительно их уровней.

На основании данных из таблицы 3.8 строится графики влияния уровней факторов на серую реляционную оценку, рисунок 3.18. В этих графиках пунктирная линия изображает положение общего среднего значения СРО.

Таблица 3.8. – Результаты расчетов для реляционного анализа [82]

Уровень	U	T _{он}	f	q
1	0.6265	0.7322	0.6604	0.5680
2	0.5534	0.5977	0.6235	0.5782
3	0.5647	0.4148	0.4608	0.5985
Разность	0.0731	0.3174	0.1996	0.0304

Общее среднее значение СРО = 0.5816.

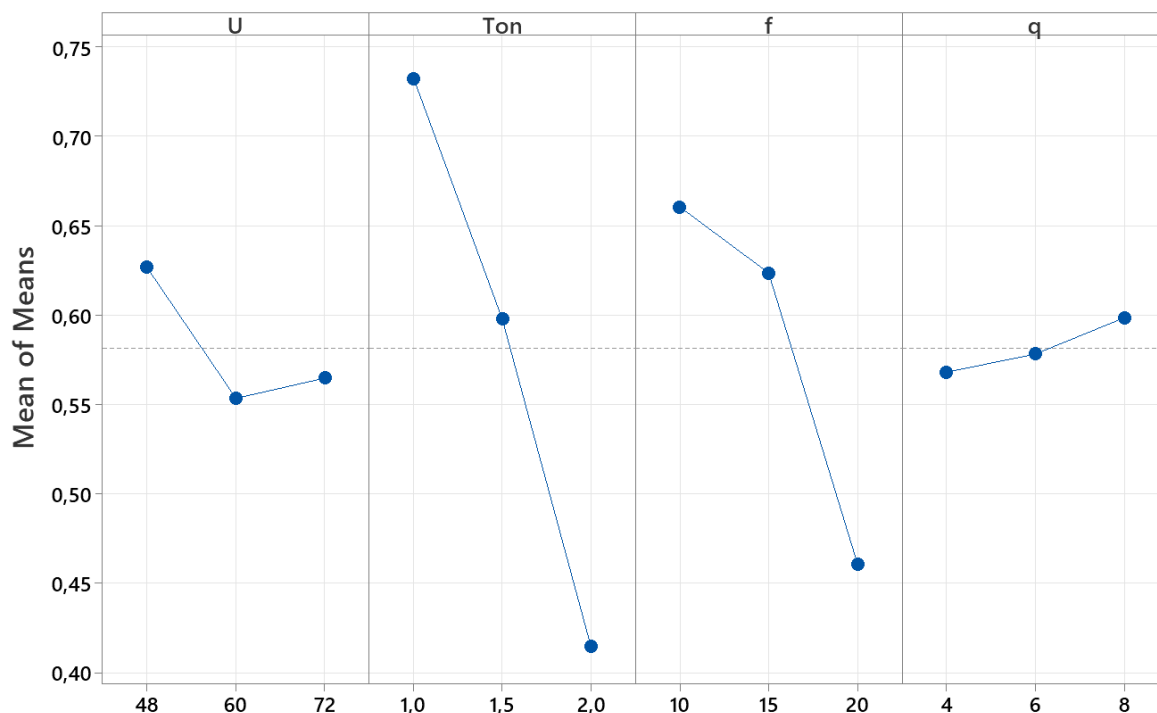
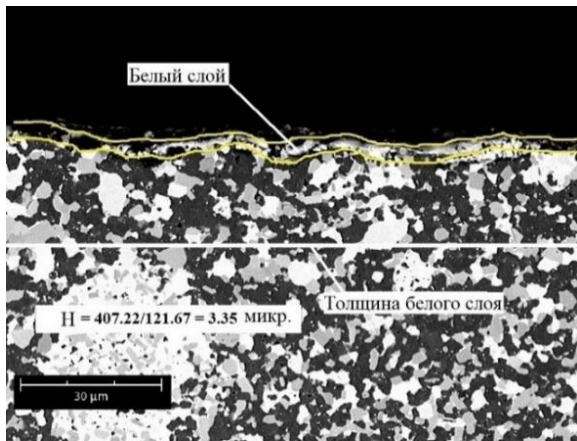


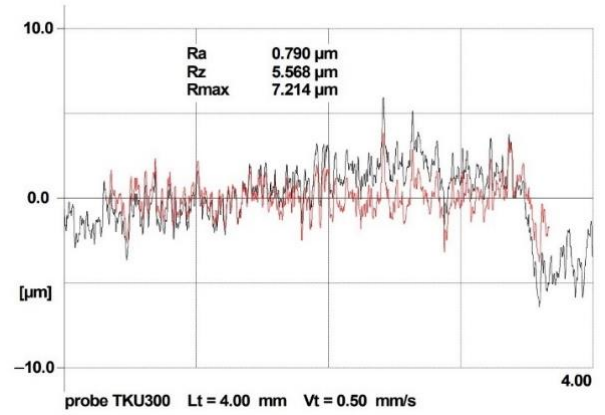
Рисунок 3.18 - Графики влияния уровней факторов на серую реляционную оценку

Проверка рациональных параметров

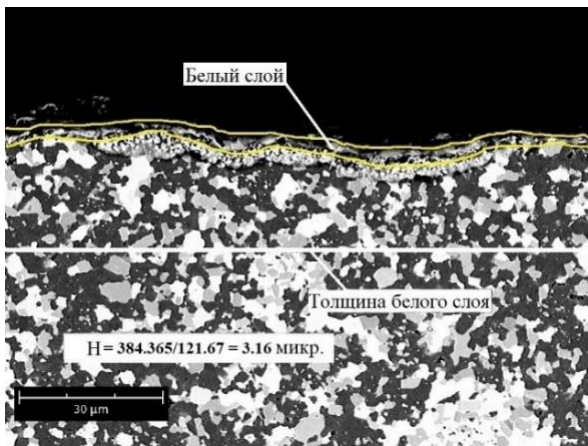
После определения рациональных параметров ЭЭО были проведены эксперименты для подтверждения прогнозируемых результатов. На рисунке 3.19 приводятся толщины белого слоя и шероховатости при рациональном сочетании факторов процесса ЭЭО.



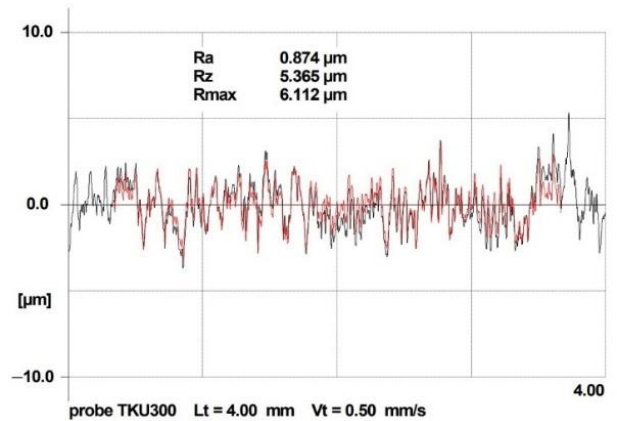
а)



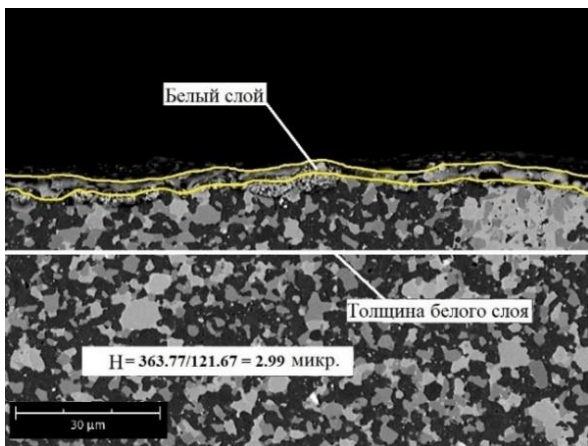
б)



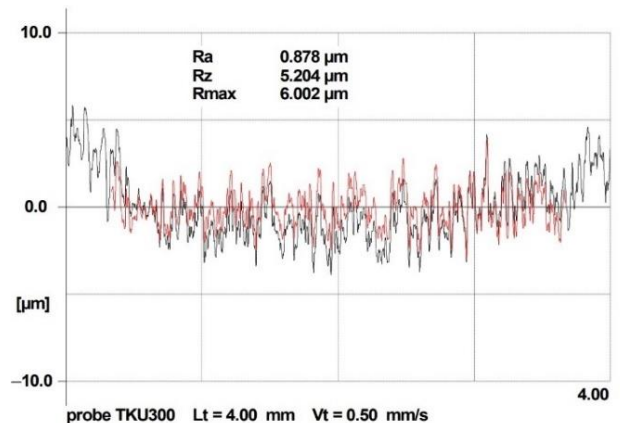
в)



г)



д)



е)

Рисунок 3.19 – Результаты толщины белого слоя и шероховатости при рациональном сочетании факторов процесса ЭЭО

Прогнозируемые значения, а также среднее значение результатов измерения шероховатости поверхности и толщину белого слоя приведены в таблице 3.9 для их сравнения.

Таблица 3.9. – Результаты прогноза и расчетов реляционного анализа [82]

Параметры	Рациональное сочетание факторов процесса ЭЭО	
	Прогноз	Экспериментальное
сочетание	$(U)_1(T_{on})_1(f)_1(q)_3$	$(U)_1(T_{on})_1(f)_1(q)_3$
H	3.31 мкм	3.16 мкм
Ra	0.836 мкм	0.847 мкм
CPO	0.8729	0.8925

Таким образом, рациональные параметры процесса проволочной электроэрозионной обработки керамического композита 60SiC, а именно, $U = 48$ В; $T_{on} = 1,0$ мкс; $f = 10$ кГц; $q = 8$ м/мин, позволяют одновременно добиться уменьшения толщины белого слоя и улучшения показателя шероховатости обработанной поверхности. В связи с этим, ЭЭО материала на основе керамического композита 60SiC будут проводиться на установленных рациональных режимах.

3.3 Выводы по главе 3

Проведенные исследования процесса искрового плазменного спекания композитов системы SiC-TiB₂-TiC позволили сделать следующие основные выводы.

1. Спеченный композит 60SiC-25TiB₂-15TiC об. % (далее – 60SiC) имеет более однородную микроструктуру и наименьший размер зерна из всех исследованных материалов. Рентгенофазовый анализ спеченных образцов подтвердил отсутствие загрязнений и образования новых фаз во время подготовки и спекания порошковых керамических смесей

2. Композит 60SiC показал наилучшие результаты среди исследованных материалов по относительной плотности, твердости по Виккерсу и пределу прочности на изгиб (от 98,5 до 99,7%; от 20,0 до 22,9 ГПа; и от 446 до 588 МПа, соответственно). Однако, трещиностойкость композита 60SiC варьировалась в

интервале 6,2 – 6,6 МПа м^{1/2}, что незначительно уступает лучшему по этому показателю композиту с содержанием 40 об.% SiC (6,4 – 6,7 МПа м^{1/2}). Электропроводность всех исследованных образцов материалов была достаточной для электроэрозионной обработки. На основании полученных результатов для дальнейших исследований был выбран композит 60SiC, отвечающий всем требованиям по физико-механическим свойствам для его применения в качестве режущей керамики.

3 Робастное планирование экспериментов по методу Тагути и серый реляционный анализ позволяют проводить поиск рациональных параметров ЭЭО (напряжение разряда, длительность импульса, частота импульса и скорость перемотки проволоки) для достижения минимального белого слоя и шероховатости обработанной поверхности деталей из композита 60SiC³. Было установлено, что при сочетании параметров напряжения разряда – 48 В, длительности импульса – 1,0 мкс, частоты импульса – 10 кГц и скорости перемотки проволоки – 8 м/мин достигаются минимальная шероховатость – 0.847 мкм и толщина белого слоя – 3.16 мкм. При этом, для прогнозирования шероховатости обработанной поверхности и толщины белого слоя от исследуемых параметров ЭЭО были получены соответствующие регрессионные формулы.

4. На основании наблюдений и полученных результатов была выдвинута гипотеза о процессе спекания системы SiC-TiB₂-TiC в зависимости от содержания в ней проводящих материалов. Были предложены 3 варианта развития процесса консолидации⁴. Во-первых, для композита с содержанием 80 об.% SiC, в котором матрицей является полупроводниковый материал (SiC), а импульсы постоянного тока обходят композиционный материал и протекают, в основном, через графитовые пуансоны и матрицу, из которых излучается тепло в спекаемый

³ Solís Pinargote, N.W.; Malakhinsky, A.; Soe, T.N.; Pristinский, Y.; Smirnov, A.; Meleshkin, Y.; Apelfeld, A.; Peretyagin, N.; Peretyagin, P.; Grigoriev, S.N. Investigation of the WEDM Parameters' Influence on the Recast Layer Thickness of Spark Plasma Sintered SiC-TiB₂-TiC Ceramic. *Coatings* 2023, 13, 1728. <https://doi.org/10.3390/coatings13101728>

⁴ Grigoriev, S.N.; Pristinский, Y.; Soe, T.N.; Malakhinsky, A.; Mosyanov, M.; Podrabinnik, P.; Smirnov, A.; Solís Pinargote, N.W. Processing and Characterization of Spark Plasma Sintered SiC-TiB₂-TiC Powders. *Materials* 2022, 15, 1946. <https://doi.org/10.3390/ma15051946>

материал за счет Джоулева нагрева, образующегося в графитовых деталях. Во-вторых, для композита с содержанием 40 об.% SiC, матрица которого в основном состоит из проводящих фаз TiB_2 и TiC, а импульсы постоянного тока протекают через графитовые пуансоны и порошок, минуя графитовую матрицу. В этом случае тепло генерируется двумя различными механизмами: плазменным и джоулевым нагревом. В третьих, комбинация двух предложенных вариантов спекания для композита 60SiC, в котором объемное содержание проводящих и полупроводящих фаз практически одинаковое. Таким образом, можно предположить, что тепло при спекании образуется как в графитовых деталях, так и внутри самого спекаемого материала.

ГЛАВА 4. ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ МОДИФИЦИРОВАННОГО ГРАФЕНОМ КОМПОЗИТА 60SiC

В главе 3 настоящей работы было установлено, что композит 60SiC системы SiC-TiB₂-TiC обладает подходящие свойства для применения в качестве основы для новой режущей керамики. Однако, дополнительного улучшения свойств указанного композита можно достичь путем введения в нее двумерного материала, обладающего высокими механическими свойствами, например графен. Таким образом композит 60SiC был использован как матрица для определения влияния графена на физико-механические и эксплуатационные характеристики керамического композита.

4.1 Выбор двумерного материала для улучшения свойств композита 60SiC

В данной работе в качестве двумерного материала был выбран графен, так как существует множество исследований по керамическим композитам армированным графеном, в которых доказано, что его присутствие в керамической матрице способствует значительному улучшению свойств композиционного материала, таких как механические, трибологические, электрические, и т.д. [113-120]. За последние годы количество работ по керамическим композитам армированным графеном, значительно выросло [121].

Основной способ получения графена – механическое воздействие. Его суть заключается в многочисленном расщеплении высоко-ориентированного пиролитического графита до получения достаточно тонких слоев углеродного материала. К сожалению, из-за трудности данного способа получения графена, он не нашел широкого применения в промышленности. Более подходящий и простой способ для получения графена в промышленных масштабах – химическое окисление графита с последующими жидкофазной сдвиговой эксфолиацией и восстановлением, который называют оксидом графена. Получение оксида графена является дешевым, легким способом по сравнению с получением графена. Кроме

того, этот способ легко масштабируется. Оксид графена можно восстановить в графен под воздействием температуры выше 1500 °С в вакууме. Этот подход хорошо себе зарекомендовал в керамических композитах, спеченных с помощью ИПС [122].

Анализ научной литературы показал, что содержание графена в керамической системе для улучшения его механических свойств находится в интервале от 0,1 до 0,5 об.%. Таким образом, можно сделать вывод о том, что для проведения исследования по армированию керамоматричных композитов двумерными материалами и их последующего спекания необходимо использовать графен в качестве упрочняющего материала. При этом в керамическую шихту будет вводиться оксид графена в различных содержаниях 0, 0,15, 0,25 и 0,5 об.%. Восстановление оксид графена в графен будет осуществляться при спекании керамических композиционных материалах в установке ИПС с температурой выше 1500 °С.

4.2 Подготовка модифицированных графеном порошковых композитов 60SiC

Сущность данного этапа заключается в подготовке керамической шихты системы 60SiC с добавлением оксида графена. Как было указано в разделе 4.1.1 содержание оксида графена для дальнейших исследований будет следующим: 0, 0,15, 0,25 и 0,5 об.%. сухого оксида графена (GO).

Первоначально, керамический материал 60SiC изготавливался как описано в разделе 2.1 «Подготовка порошковых керамических композитов». Параллельно подготавливалась спиртовая суспензия оксида графена как описано в разделе 2.2 «Подготовка спиртовой суспензии оксида графена».

После подготовки материалов 60SiC и суспензии оксида графена осуществлялась навеска каждого из компонентов в разных полиэтиленовых тарах объемом 250 мл для обеспечения их правильного содержания, в соответствии с данными таблицы 4.1.

Таблица 4.1 – Состав керамоматричных композитов

Материал	Содержание каждого компонента (об. %)				Теоретическая плотность (г/см ³)
	SiC	TiB ₂	TiC	G	
60 SiC	60	25,0	15,0	0	3,79
60 SiC-0,15G	60	25,0	15,0	0,15	3,769
60 SiC-0,25G	60	25,0	15,0	0,25	3,767
60 SiC-0,5G	60	25,0	15,0	0,5	3,763

В качестве мелющих тел использовались шарики из карбида кремния (\varnothing 3 мм) и для каждой из смесей добавлялся необходимый объем спиртовой суспензии оксида графена с целью обеспечения указанного содержания сухого оксида графена.

4.3 Исследование процесса ИПС модифицированных графеном композитов 60SiC и их физико-механических свойств

Процесс компактирования полученных графеносодержащих композитов системы 60SiC, модифицированной графеном (60SiC-G), проводился на установке искрового плазменного спекания, как описано в разделе 2.3 «Технологические операции при искровом плазменном спекании», в интервале температур с 1820°C до 1970°C (с шагом в 50°C), при скорости нагрева 100°C/мин, времени выдержки 5 минут и давлении 80 МПа. После спекания образцов проводилась их пробоподготовка для исследования физико-механических свойств как описано в разделе 2.4 «Определение физико-механических свойств исходных порошков и спеченных образцов».

4.3.1 Исследование относительной плотности композитов 60SiC-G

Теоретические плотности порошковых смесей рассчитывались в соответствии с правилом смеси, при этом использовались измеренные плотности

исходных порошков в гелиевом пикнометре AccuPyc II 1340. Таким образом, плотность для SiC, TiC и TiB₂ составляет 3,21 г/см³, 4,93 г/см³ и 4,52 г/см³ соответственно. Плотность графена составляла 2,2 г/см³. Затем относительная плотность композитов была рассчитана как соотношение объемной плотности и теоретической плотности [122].

Гистограмма изменения относительной плотности в зависимости от температуры и составов композитов показана на рисунке 4.1.

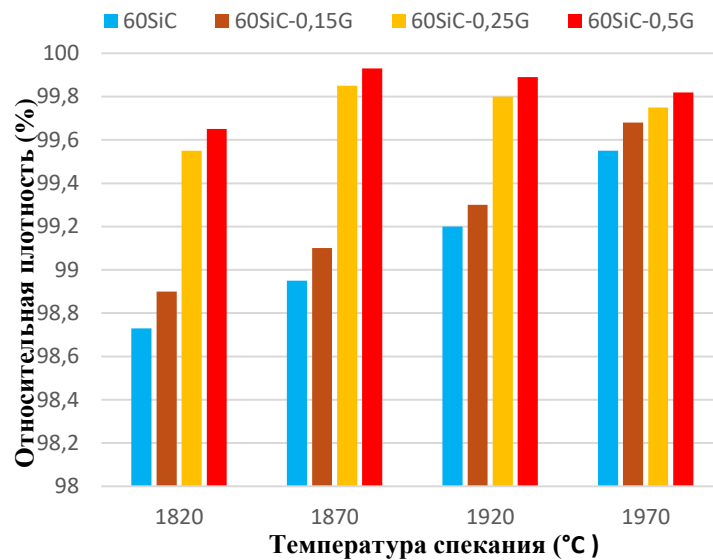


Рисунок 4.1 – Зависимость относительной плотности спеченных образцов от температуры спекания

На рисунке видно, что относительная плотность материалов без графена и с содержанием 0,15 об. % двумерного материала имеют температурную зависимость, в которой плотность увеличивается с ростом температуры с 1820 до 1970°C. Однако, спеченные образцы с содержанием 0,25 и 0,5 об. % графена показывают другое поведение при повышении температуры. У этих образцов при 1820°C относительная плотность находится на уровне 99,5–99,6%.

Далее, при повышении температуры до 1870°C, относительная плотность увеличивается до 99,85–99,93 %, а затем она постепенно снижается до уровня 99,76–99,83% при увеличении температуры спекания до 1970 °C. Это может быть связано с химическим взаимодействием оксидов (B₂O₃, SiO, SiO₂, TiO₂) с

компонентами композита, протекающим с образованием газообразных продуктов, что уменьшает плотность материала, спеченного при температурах выше 1920 °С. При 1870 °С процесс образования газов на образцах с графеном не так активен, и поэтому композита 60SiC-0,25G и 60SiC-0,5G показывает высокие значения плотности [122].

Кроме того, из рисунка 4.1 заметно, что повышение содержание графена от 0,25 об. % способствует лучшей консолидации керамических материалов.

4.3.2 Исследование предела прочности на изгиб композитов 60SiC-G

Гистограмма изменения прочности в зависимости от температуры и составов спеченных образцов показана на рисунке 4.2.

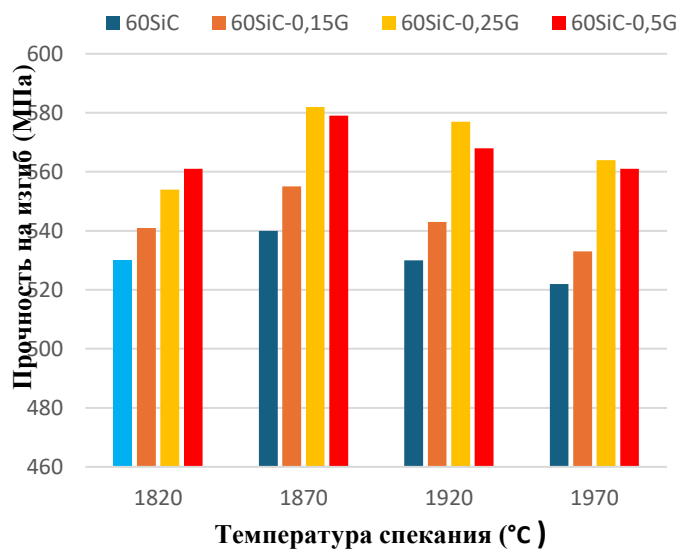


Рисунок 4.2 – Зависимость прочности на изгиб спеченных образцов от температуры спекания

На рисунке, хорошо видно, что значения прочности всех керамоматричных композитов имеют температурную зависимость, в которой прочность увеличивается с ростом температуры до 1870°C, а затем наблюдается ее спад. При этом необходимо отметить, что среди композитов, спеченных при одинаковых температурах, тенденция к изменению прочности разная. Например, при 1820°C, прочность образцов растет при увеличении содержания графена, а для температур

1870°C, 1920°C и 1970°C прочность увеличивается, когда содержание графена не превышает 0,25 об. %, в то время как при содержании 0,5 об. % прочность падает.

Такая тенденция, была отмечена ранее при определении относительной плотности. В случае прочности на изгиб эта тенденция связана с появлением пор и роста зерна компонентов при высоких температурах. Из полученных результатов следует отметить, что композиты 60SiC-0,25G и 60SiC-0,5G, спеченные при температуре 1870°C показали максимальную прочность на изгиб, равную 582,8 и 578,4 МПа, соответственно среди всех исследуемых материалов.

4.3.3. Исследование твердости по Виккерсу композитов 60SiC-G

Гистограмма изменения твердости в зависимости от температуры спекания и составов спеченных образцов показана на рисунке 4.3.

Из представленного рисунка видно, что тенденция изменения твердости повторяет зависимость от плотности и объясняется наличием пор и ростом зерна компонентов при высоких температурах.

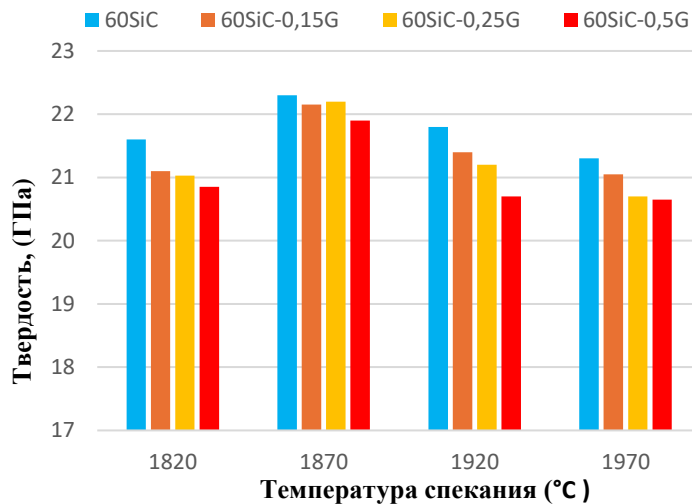


Рисунок 4.3 – Зависимость твердости спеченных образцов от температуры спекания

Твердость всех композитов увеличивается с ростом температуры до 1870°C, а затем она падает. Заметно, что среди композитов при одинаковых температурах спекания твердость падает при увеличении содержания графена.

Например, при температуре спекания 1820 °С максимальная твердость (21,2 ГПа) встречается у образца с содержанием 0,15 об. % графена, а минимальная (20,85 ГПа) у образца, содержащего 0,5 об. % графена. По сравнению с твердостью образца без графена, эти значения ниже на 2 и 3,6 %. Такой тренд наблюдается и при остальных температурах спекания. При этом максимальные значения твердости (22,15 и 22,2 ГПа) показали образцы из композитов 60SiC-0,15G и 60SiC-0,25G, спеченные при температуре 1870 °С [122].

4.3.4. Исследование трещиностойкости композитов 60SiC-G

Гистограмма изменения трещиностойкости в зависимости от температуры спекания и составов спеченных образцов показана на рисунке 4.4.

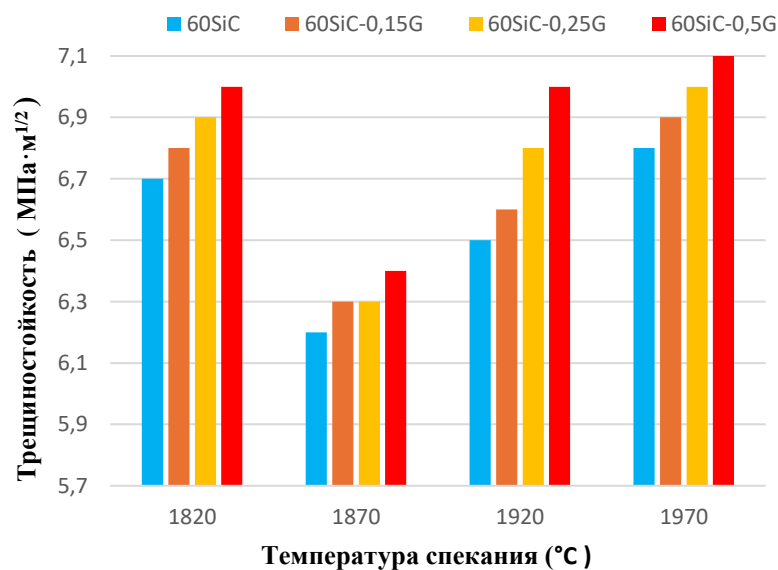


Рисунок. 4.4 – Зависимость трещиностойкости спеченных образцов от температуры спекания

Из полученных результатов следует, что значения трещиностойкости зависят от температуры. Они снижаются, когда температура повышается с 1820 °С до 1870 °С, а затем повышаются при ее возрастании до 1970 °С. Следует обратить внимание, что при одинаковых температурах спекания трещиностойкость повышается с увеличением содержания графена. Например, при температуре спекания 1820 °С максимальная трещиностойкость (7,0

МПа·м^{1/2}) встречается у образца с содержанием 0,5 об. % графена, а минимальная (6,8 МПа·м^{1/2}) у образца, содержащего 0,15 об. % графена [122].

По сравнению со значениями трещиностойкости образцов без графена, эти показатели выше на 4,5 и 1,5%. Такой тренд наблюдается и при остальных температурах спекания. При этом максимальным значением трещиностойкости (7,1 МПа·м^{1/2}) обладает образец 60SiC-0,5G, спеченный при температуре 1970°C.

4.4. Исследование структур и химического состава композитов 60SiC-G

Анализ представленных результатов физико-механических свойств показал, что керамический композит 60SiC-0,25G обладает наилучшими характеристиками среди всех изученных керамик. Поэтому, в дальнейшем при проведении исследований микроструктур и химического состава решено исключить все остальные составы. Таким образом, исследование включает в себя изучение фазового состава образцов керамоматричного композита 60SiC-0,25G, спеченных при температурах 1820°C, 1870°C, 1920°C, и 1970°C.

4.4.1. Исследование фазового состава спеченных композитов 60SiC-G

На рисунке 4.5 показаны рентгенограммы исходных порошков, порошковых смесей и спеченных композитов. В спеченных образцах при 1820 °C, 1870 °C и 1920 °C были обнаружены фазы SiC, TiB₂, TiC с острыми пиками, без присутствия каких-либо новых примесей и фаз. Отсутствие на рентгенограммах порошковых смесей и спеченных материалов пиков, характерных для SiO, SiO₂ и B₂O₃ может быть связано с низкой концентрацией данных оксидов в образцах.

Также это может быть связано с образованием аморфной структуры, что является характерным для SiO, SiO₂ и B₂O₃. С другой стороны, можно предположить, что температуры 1820°C, 1870°C и 1920°C не достаточны для обеспечения бурных высокотемпературных химических реакций в системе 60SiC-0,25G.

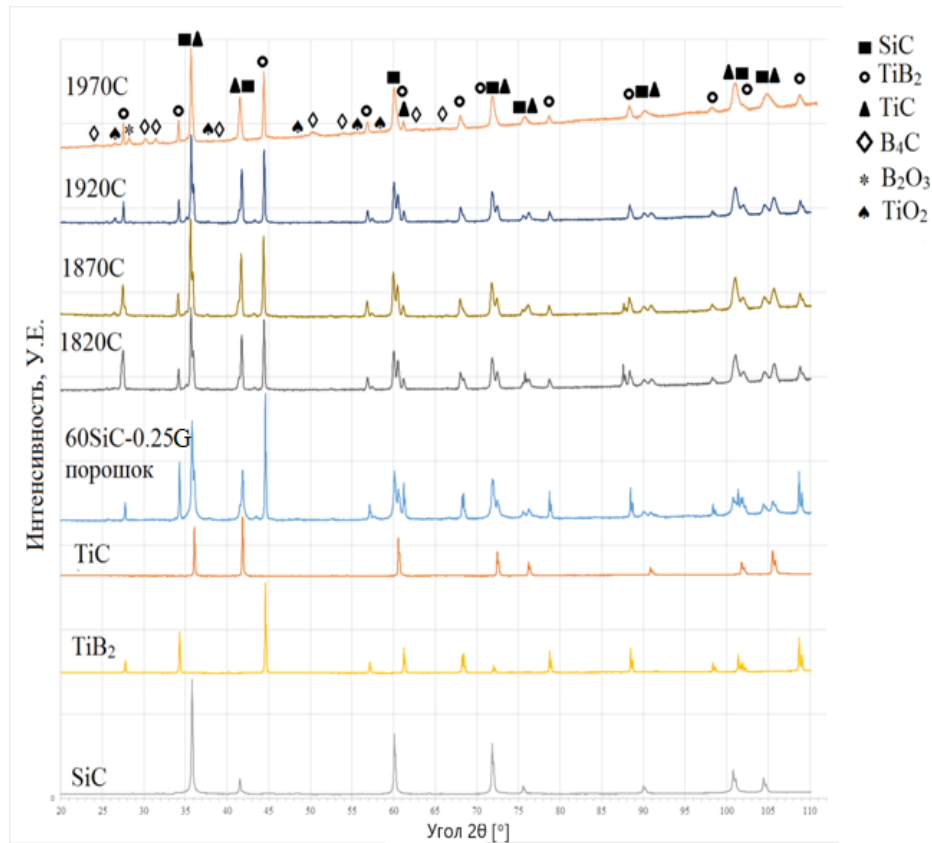


Рисунок 4.5 – Рентгенограммы исходных порошков, порошковой смеси и образцов, спеченных при 1820 °С, 1870 °С, 1920 °С и 1970 °С

В диапазоне температур от 1820 °С до 1870 °С между присущими оксидами и графеном могут протекать различные реакции с образованием, в основном, твердых соединений, таких как TiC, TiB₂, B₄C и SiO₂. Учитывая полученные результаты (плотность, предел прочности и твердости системы 60SiC-0,5G относительно температуры спекания), можно предположить, что начало бурного образования газовых продуктов окисления углерода имеет место при 1920 °С.

4.4.2. Микроструктура спеченных композитов 60SiC-G

На рисунке 4.6 изображены микроструктуры спеченных 60SiC-0,25G образцов при 1820 °С, 1870 °С, 1920 °С и 1970 °С. Вне зависимости от температуры спекания все фазы равномерно распределены по объему. Размер зерен фаз для всех четырех образцов находится в пределах 2 мкм для SiC, 1,45 мкм для TiB₂ и 1,30 мкм для TiC. Можно предположить, что присутствие графена

в композитах притормаживает процесс роста зерна компонентов при исследуемых температурах. Однако, отмечено наличие маленьких пор в образцах, спеченных при 1920 °С и 1970 °С (рисунок 4.6 В и Г), что объясняет легкий спад относительной плотности, предела прочности и твердости исследуемого материала.

Эти поры подтверждают предположение об образовании газов СО при спекании системы 60SiC-0,25G при температурах выше 1920 °С.

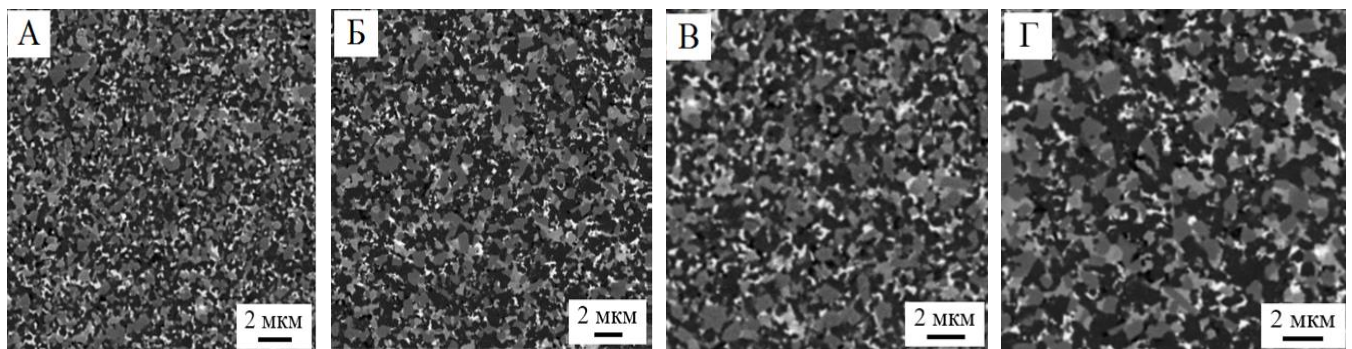


Рисунок 4.6 – Микроструктуры спеченных образцов при температурах (а) 1820 °С; (б) 1870 °С; (в) 1920 °С; (г) 1970 °С. Темно-серая, светло-серая и серая фазы представляют собой SiC, TiB₂ и TiC соответственно

Таблица 4.2 – Средний размер зерна в спеченных композитах SiC-TiB₂-TiC

Температура (°С)	Средний размер зерна (мкм)		
	SiC	TiB ₂	TiC
1820	1,35	0,31	0,25
1870	1,49	0,38	0,29
1920	1,68	0,86	0,58
1970	2,01	1,56	1,32

4.4.3. Спектроскопии комбинационного рассеяния композитов 60SiC-G

Рамановские спектры подготовленных порошковых смесей и спеченных образцов были получены для определения фазового состава. Рисунок 4.7 представляет рамановские спектры для 60SiC-0,25G порошковой смеси до и после спекания. Полученные спектры показывают, что состав порошковой смеси

состоит из карбидов кремния и титана, борида титана и оксидов графена. А в спеченном образце произошло восстановление оксида графена в графен.

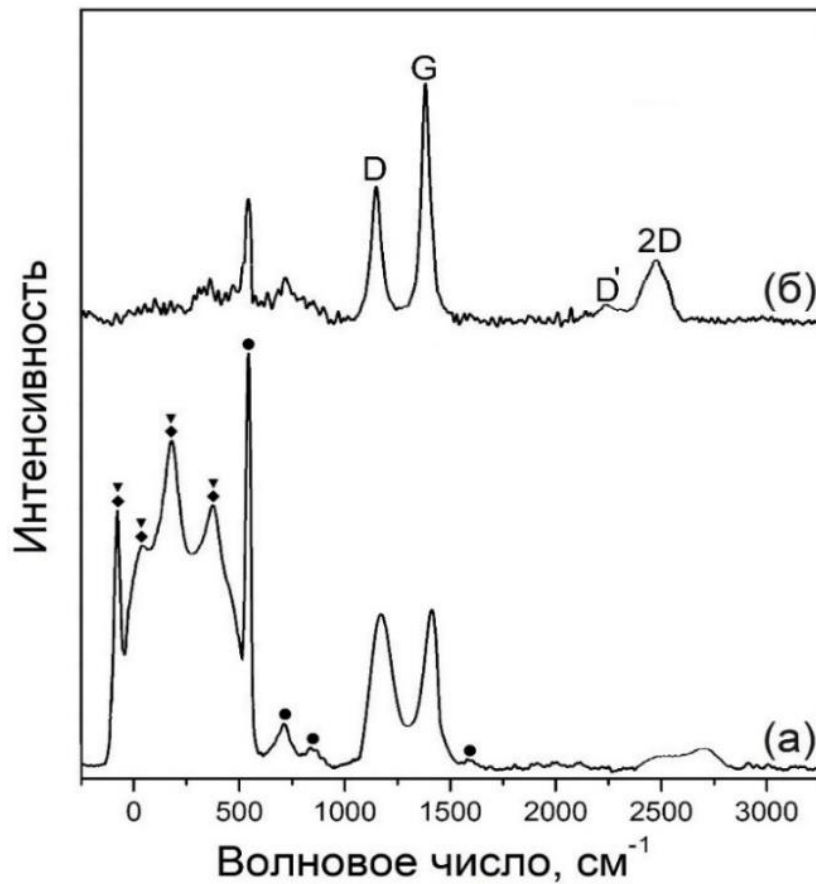


Рисунок 4.7 – Характерная спектральная характеристика 60SiC-0,25G порошковой смеси до (а) и после спекания (б). “▼”, “●” и “◆” обозначают TiB₂, SiC и TiC соответственно.

Широкая спектральная линия первого порядка G и незначительная область второго порядка характерны для sp^1 , sp^2 и sp^3 гибридизированных связей углерод-углерод в графене. Полосы D на ~ 1350 см⁻¹ и D' на 2400 см⁻¹ в порошковой смеси, определяющие деформации и дефекты в кристаллической структуре, подтверждают искажения решетки. Однако для спеченного материала интенсивность пика D, связанного с дефектами структуры оксида графена, уменьшается, а интенсивность полосы G, наблюдаемой в графитовых структурах, увеличивается. Кроме того, появляется четкий двумерный симметричный пик при ~ 2700 см⁻¹. Эти результаты показывают, что происходит термическое восстановление (включая восстановление sp^2 -областей) оксида графена при

искровом плазменном спекании.

4.5. Исследование свойства самозалечивания трещин спеченных композитов 60SiC-0.25G

Присутствие дефектов в материалах, например, трещин, имеет огромное влияние на их свойства. Однако существуют такие материалы, которые под воздействием определенных внешних факторов могут сами восстанавливать возникающие повреждения без какого-либо вмешательства. Такой эффект получил название “самозалечивание” или “самовосстановление”. Эти материалы могут адаптироваться к существующим условиям и запускать самостоятельно процессы восстановления.

Благодаря присутствию TiB_2 и графена в составе композита 60SiC-0.25G наблюдается эффект самозалечивания трещин в этом материале путем сравнения места на поверхности образца, где предварительно имеется дефект в виде трещины, до и после самовосстановления.

Предварительный опыт для наблюдения этого эффекта показал положительный результат. В этом опыте специально создавались трещины на полированной поверхности образца с помощью алмазного индентора, как описано в разделе 2.6.5 настоящей работы. После этого, были сделаны фотографии индентированных 60SiC-0.25G образцов с помощью СЭМ для фиксации места, формы и размеров образовавшихся трещин. Затем, образцы были подвергнуты термообработке в течение 1,5 часа в муфельной печи в воздушной среде, при этом температура нагрева составила $700^{\circ}C$, а скорость нагрева – $10^{\circ}C/мин$. После термообработки образцы остывали естественным путем в муфельной печи, и далее, остывшие образцы были проанализированы на СЭМ.

На рисунке 4.8 а,в представлены трещины, образовавшиеся при индентировании на поверхности керамического материала. До термической обработки поверхность образца относительно гладкая и без следов окисления (рисунок 4.8 а,в). Желтыми линиями обозначен угол отпечатка индентора, а

красными линиями выделены области с трещинами длиной около 20 мкм, выходящими из углов отпечатка. Поверхность образца после термообработки показана на рисунке 4.8 б, г.

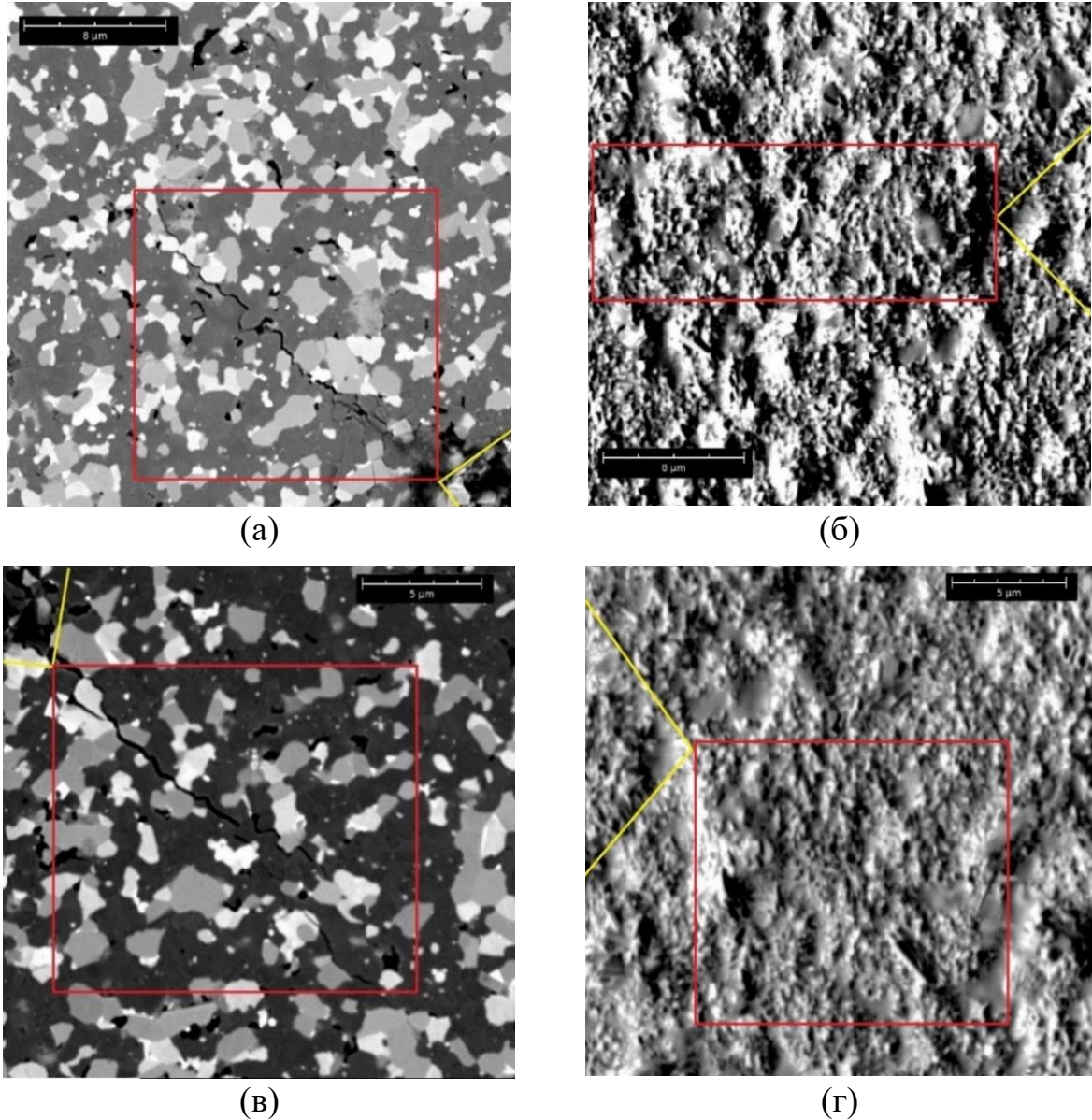


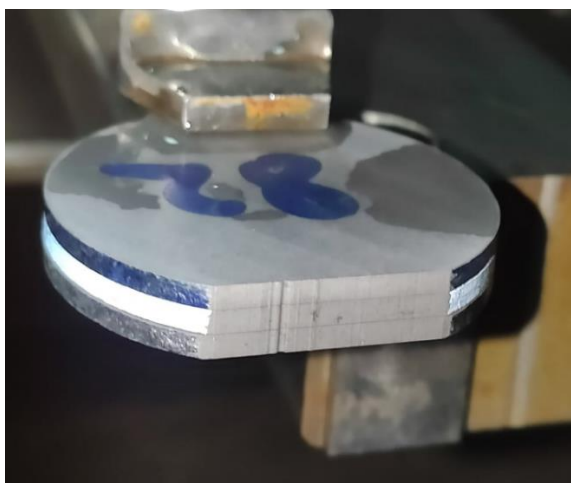
Рисунок 4.8 – Образовавшиеся на поверхности 60SiC-0,25G образца при индентировании трещины до (а, в) и после (б, г) термообработки. Углы отпечатков обозначены желтым, а сами трещины - красным цветом.

На этих рисунках заметно, как вся поверхность образца покрыта продуктом окисления, который является шероховатым, не однородным и не плотным. Кроме того, хорошо заметно, что специально созданные трещины на полированной поверхности образца полностью залечились после термической обработки. При

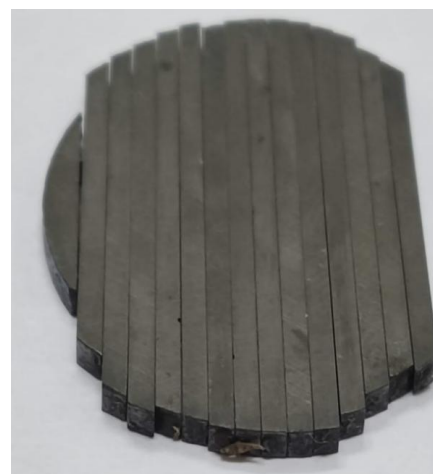
этом, сравнивая рисунки до и после термической обработки, практически не удастся обнаружить следы предварительно созданных трещин.

4.5.1. Влияние самозалечивания трещин на прочность керамики 60SiC-0,25G

Как известно, присутствие трещин в материалах значительно снижает ее прочность. Залечивание трещин в композите 60SiC-0,25G можно определить путем сравнения предела прочности образцов без дефекта и с дефектом до и после термической обработки.



а)



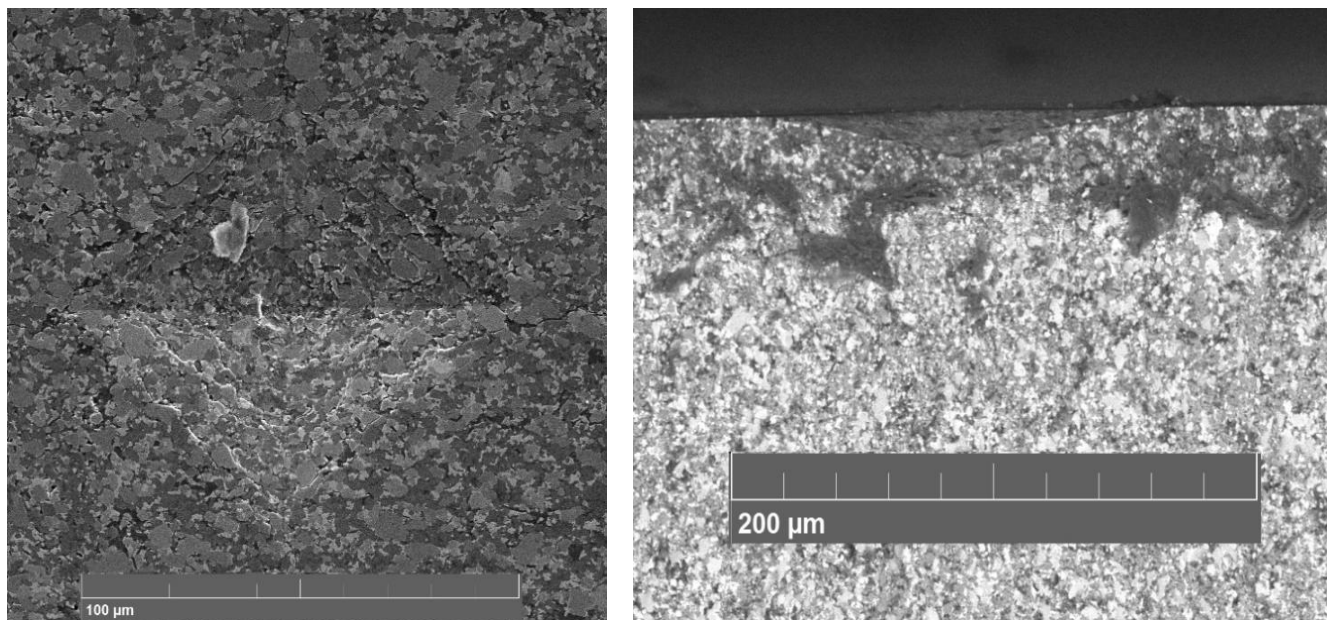
б)

Рисунок 4.9 – Процесс электроэрозионной обработки диска из 60SiC-0,25G

В качестве образцов были использованы стандартные прямоугольные образцы для испытания по схеме трехточечного изгиба (сечением размером 2×2 мм и длиной в интервале от 25 до 40 мм) из исследованной керамики. Прямоугольные образцы были получены ЭЭО спеченного диска диаметром 40 мм, рисунок 4.9. Далее, образцы шлифовались до требуемого размера, и затем, одна из сторон образца (шириной 2 мм и длиной 25...40 мм) была отполирована до зеркального блеска. При этом, все острые кромки были притуплены фаской $0,1 \times 45^\circ$.

После изготовления образцов, на некоторых из них специально наносился дефект в центре полированной поверхности в виде отпечатка с помощью

алмазного индентора, применяемого в тестах по Виккерсу. Отпечатки наносились при трех разных нагрузках 49 Н/15 с, 98 Н/15 с, 294 Н/15 с целью образования трещин различных длин ($2c$), в среднем 150, 300 и 600 мкм, рисунок 4.10.



а)

б)

Рисунок 4.10 – Образованные трещины после индентирования отпечатка на образце: (а) вид сверху, (б) вид сбоку (поверхность излома)

На рисунке 4.10-видны характерные трещины, образовавшиеся после нанесения отпечатка с помощью алмазного индентора при нагрузке 98 Н/15 с, а на рисунке 4.10б представлен вид сбоку этого отпечатка (поверхность излома) после испытания на изгиб. Для определения влияния температуры и время на степень самовосстановления прочности, термообработка образцов с дефектом проводилась на воздухе при 600, 700, 800 и 900 °С в течение 0, 30, 60 и 90 мин.

Кроме того, скорость нагрева составляла 5°С/мин, а охлаждение производилось естественно вместе с печью. Испытания по схеме трехточечного изгиба проводилось на испытательной машине с расстоянием между опор 20 мм и со скоростью перемещения подвижной траверсы 0,2 мм/мин. Среднее значение прочности образца без дефектов и образца с дефектами в виде трещин длиной $2c=300$ мкм, но без термообработки составило 584.63 ± 45.02 МПа и 285.09 ± 2.85 МПа, соответственно. По данным результатам видно, что прочность образца с

дефектами резко снижается, рисунок 4.11.

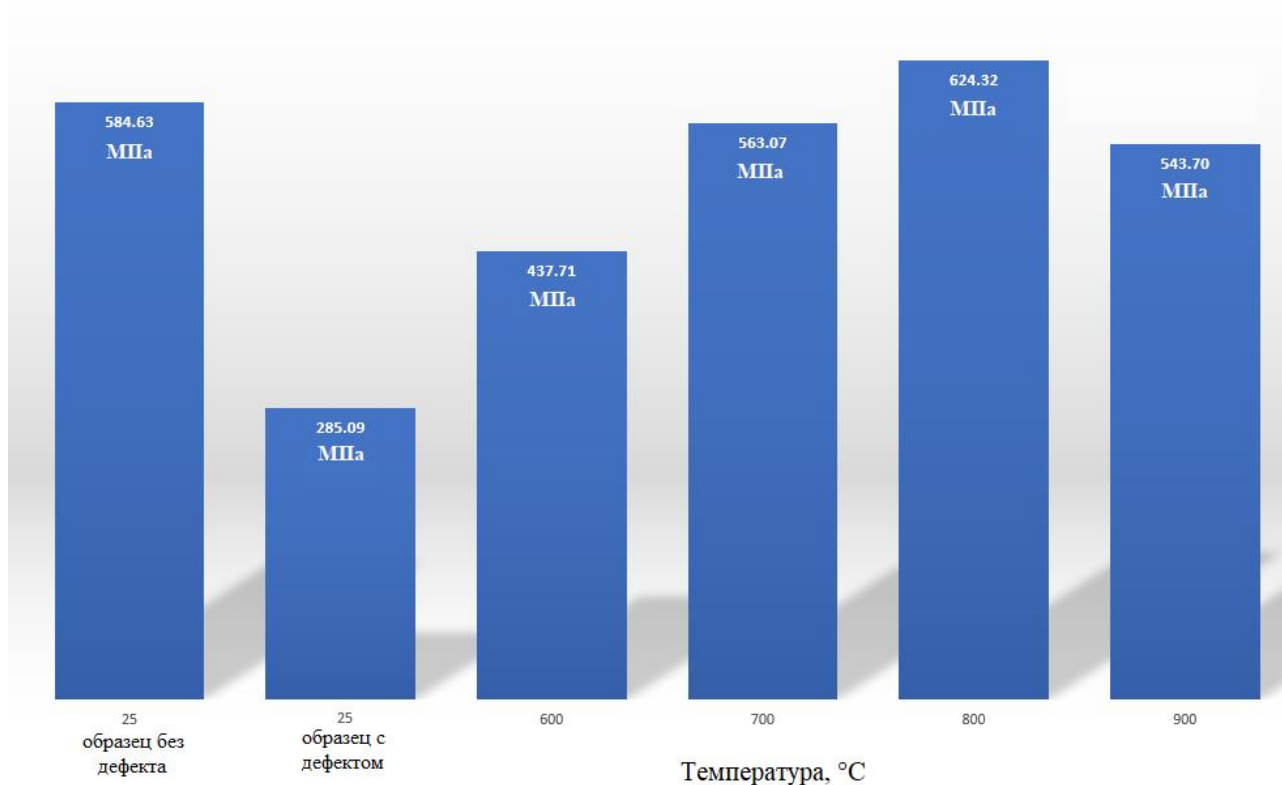


Рисунок 4.11 – Прочность образцов до и после термической обработки на разных температурах в течение 60 мин.

Помимо этих результатов, на рисунке 4.11 также приводятся значения прочности при изгибе образцов с дефектом после термообработки на разных температурах в течение 60 минут. Этот рисунок показывает, что прочность после термообработки восстанавливалась в разной степени в зависимости от температуры. Сначала прочность постепенно увеличивалась с 285.09 МПа ($T = 25$ °C) до 624.32 ± 48.70 МПа ($T = 800$ °C), а затем она уменьшалась до 543.70 ± 52.18 МПа ($T = 900$ °C). Эти результаты показывают, что образцы с трещинами длиной 300 мкм могут залечиваться при 800 °C в течение 60 мин.

Результаты исследования по определению влияния времени выдержки (0, 30, 60 и 90 мин) на залечивание трещин длиной 300 мкм представлены на рисунке 4.12. Этот рисунок показывает, что различное время залечивания при 800 °C оказывает определённое влияние на восстановление прочности образцов.

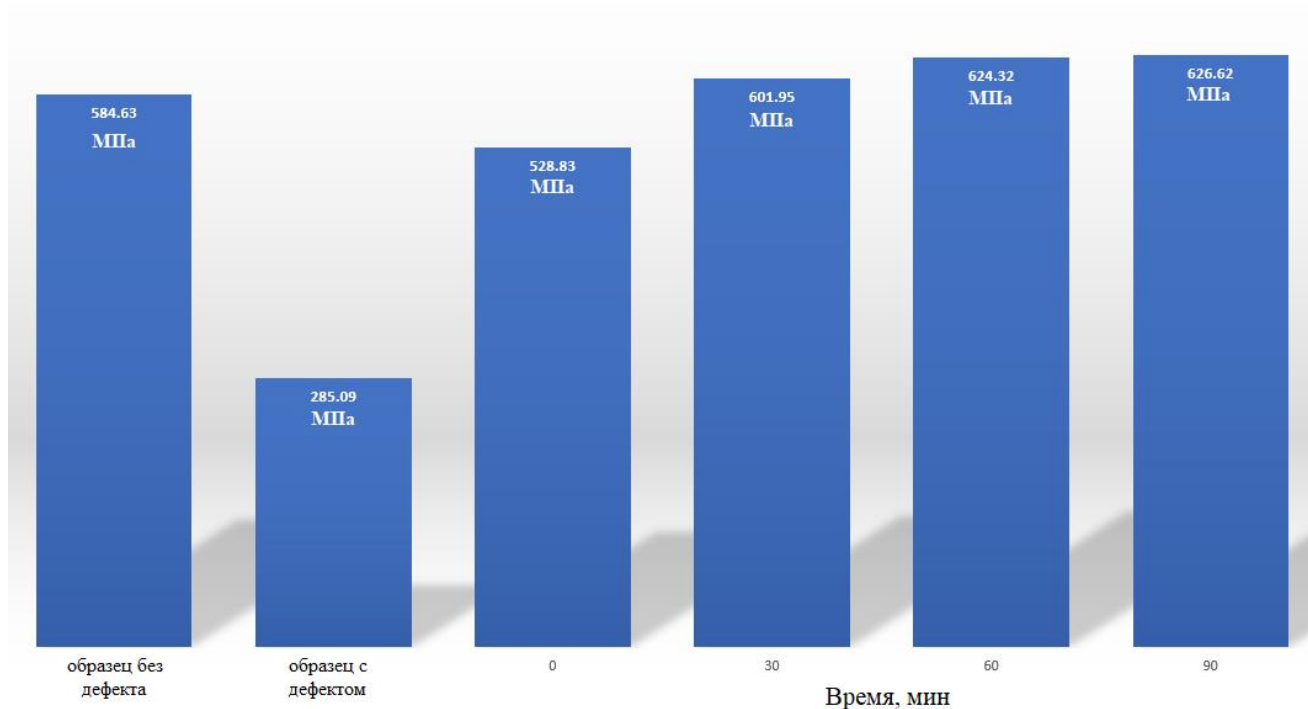


Рисунок 4.12 - Прочность образцов до и после термической обработки на разных временах при 800 °С

Отсутствие выдержки приводит к неполному восстановлению прочности материала (≈ 529 МПа), а при 30 минутах выдержки прочность восстановилась на 102.96% по сравнению с образцом без дефекта (до 602 МПа). При выдержке в 60 минут прочность увеличивалась до 624 МПа, а при 90 минут прочность не сильно увеличивалась и находилась практически на одном уровне (627 МПа). Таким образом, на основании полученных результатов можно было установить, что для полного залечивания трещин длиной 300 мкм на образцах из керамики 60SiC-0,25G достаточна температура 800 °С в течение 60 мин.

После выявления рациональной температуры и ее влияния на степень восстановления прочности относительно времени выдержки необходимо установить влияния воздействия температуры (800 °С) в течение 60 минут на залечивание трещин разных длин. Результаты этого исследования приводятся на рисунке 4.13, в котором заметно, что прочность образцов с трещинами длиной 150 мкм и 300 мкм полностью восстановилась при установленных режимах термической обработки. Однако, трещины длиной ≥ 600 мкм полностью не восстанавливаются.

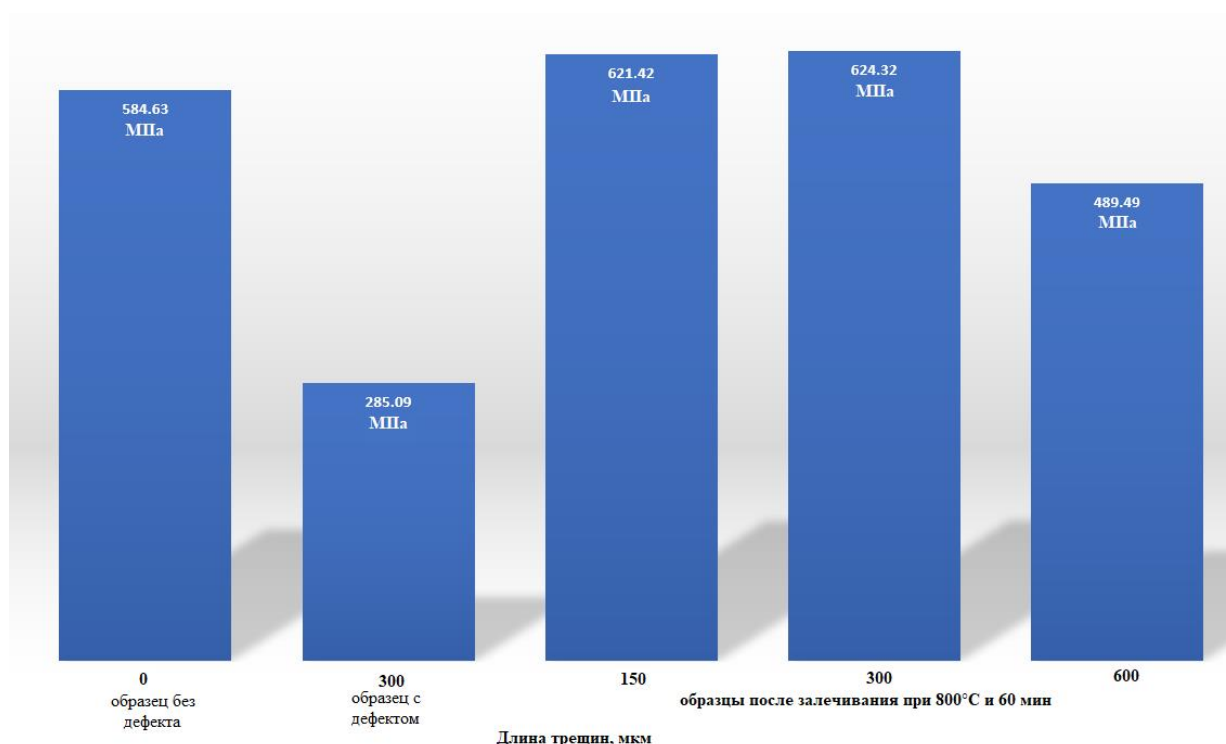


Рисунок 4.13 – Прочность образцов с разной длиной трещин (150, 300 и 600 мкм) до и после термической обработки при 800 °С в течении 60 мин

На основе вышеизложенного можно сделать вывод о том, что полное восстановление прочности при изгибе при наличии трещины длиной <300 мкм в керамике 60SiC-0,25G можно достичь термообработкой при температуре 800 °С и изотермической выдержке 60 мин. Однако, было установлено, что восстановление прочности на 102.96% можно достичь уже при 800 °С без выдержки.

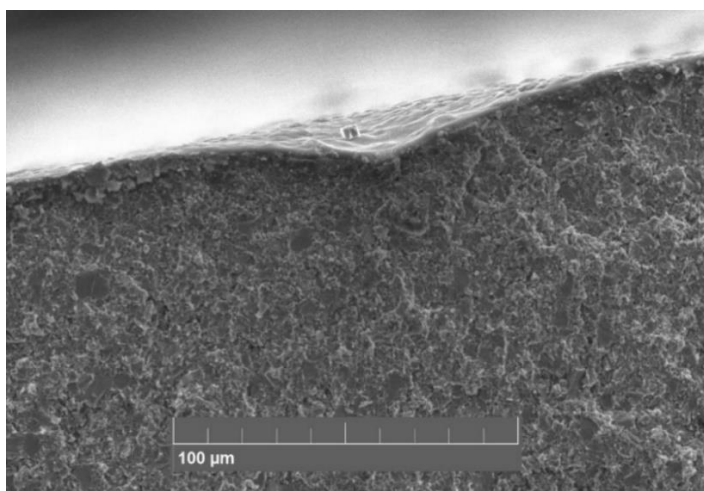


Рисунок 4.14 - Поверхность излома трещин 300 мкм после залечивании при 800°C и 60 мин

На рисунке 4.14 показана поверхность излома образца с трещиной длиной 300 мкм после термообработки при 800°C в течение 60 минут, на которой хорошо заметен окисленный слой. Толщина этого слоя составляет 3,28 мкм, а под ним наблюдается структура, отличимая от структуры материала в объеме. Общая глубина изменения структуры составляет примерно 10 мкм.

4.6 Выводы по главе 4

1. Введение графена, обладающего высокими механическими свойствами, в матрицу выбранного керамического композита 60SiC-25TiB₂-15TiC об.% (далее 60SiC) позволяет дополнительно улучшить его физико-механические свойства. При этом, в качестве прекурсора графена предпочтительно использовать оксид графена, который вводится в керамическую шихту 60SiC в различных содержаниях (0, 0,15, 0,25 и 0,5 об.%).

2. Преимущественными режимами искрового плазменного спекания полученных керамических шихт являются: температура нагрева 1870°C, скорость нагрева 100°C/мин, время выдержки 5 минут и давление 80 МПа.

3. Композит 60SiC с содержанием 0,25 об.% графена (далее 60SiC-0,25G), спеченный при 1870°C, превосходит остальные исследованные материалы по относительной плотности, твердости по Виккерсу и пределу прочности на изгиб (99,85%, 22,2 ГПа и 582,81 МПа, соответственно) при невысоком значении трещиностойкости (6,3 МПа м^{1/2}). Кроме того, при его спекании не возникает образование новых кристаллических фаз, которые могли бы ухудшать его физико-механические свойства, а спектроскопией комбинационного рассеяния было подтверждено полное восстановление оксида графена в графен во время спекания.

4. Композит 60SiC-0,25G обладает способностью восстановления предел прочности на 107% за счет самовосстановления возникающих в поверхностном слое повреждений при температуре 800°C в течение 60 минут на воздухе. При этом, термическая обработка при 800°C и без выдержки позволяет восстановить предел прочности на 103%.

5. По совокупности физико-механических свойств из всех образцов исследованных материалов для изготовления сменных многогранных режущих пластин был выбран композит 60SiC-0,25G, спеченный при 1870 °С.

ГЛАВА 5. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ SiC-TiB₂-TiC-G

На основании полученных результатов в главе 4 по определению физико-механических свойств композита 60SiC-0,25G, спеченного при 1870°C, был сделан вывод о том, что этот материал является лучшим вариантом для дальнейшего изготовления сменных многогранных режущих пластин, так как он обладает наилучшее сочетание свойств, что делает его лучшим выбором среди остальных исследуемых материалов.

5.1. Изготовление сменных многогранных режущих пластин

После исследования физико-механических свойств разработанных новых керамических материалов 60SiC и 60SiC-0,25G необходимо изготовить из них сменных многогранных режущих пластин (СМРП) формы SNGN120408 T02020 (ГОСТ 25003–81). СМРП будут изготовлены из полученных методом ИПС дисковых изделий (рисунок 2.21а).

В данной работе основные технические этапы процесса изготовления СМРП для токарных резцов следующие:

- 1) шлифование опорных поверхностей спеченной дисковых изделий;
- 2) электроэрозионная обработка изделий СМРП;
- 3) периферийная обработка боковых поверхностей, радиусов закругления и фаски СМРП.

Каждый технический этап требует использования определенного оборудования. Ниже приведено описание каждого этапа и технологии производства.

5.1.1 Шлифование опорных поверхностей спеченных дисковых изделий

Изделия для СМРП изготавливаются из спеченных дисков диаметром 40 мм

и высотой 10 мм из керамических композитов на основе 60SiC и 60SiC-0,25G.

После спекания дисковых изделий необходимо удалить дефекты на их плоских поверхностях путем плоского шлифования и одновременно обеспечить размерность высоты диска и плоско-параллельность его торцевых поверхностей.

Обработка торцевых поверхностей осуществляется на плоскошлифовальном станке ОШ-550 исп.31 (рисунок 5.1) до полного удаления на двух торцевых поверхностях кромок и дефектов с использованием алмазных инструментов с крупной зернистостью. При этом спеченный диск должен быть надежно закреплен на рабочем столе шлифовального станка. Чистовая шлифовка проводится с помощью алмазного инструмента с мелкой зернистостью по обоим поверхностям для достижения шероховатости высокого качества и устранения мельчайших дефектов и следов шлифовки.



Рисунок 5.1. Плоскошлифовальный станок модели ОШ-550 исп.31

Контроль качества шлифованных поверхностей дисковых изделий производился с использованием оптического микроскопа и портативного профилографа–профилометра, а контроль размера толщины детали, с помощью цифрового штангенциркуля Mitutoyo.

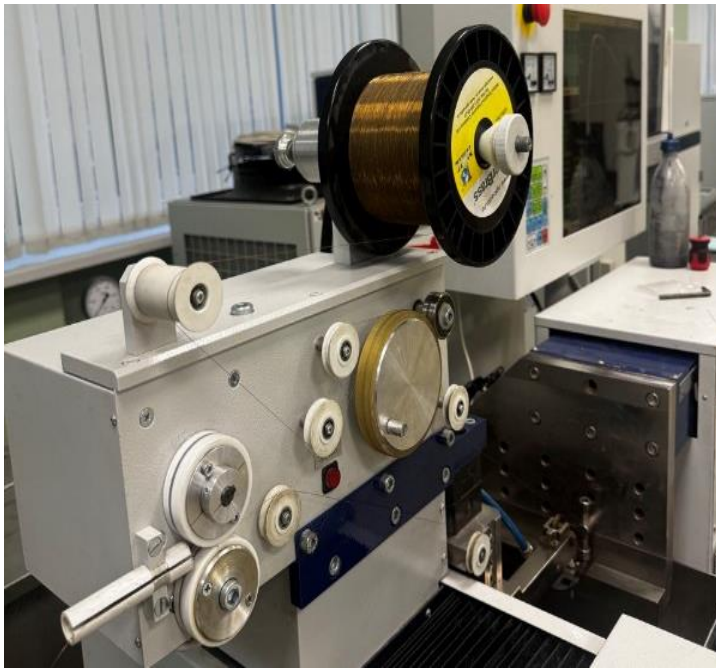
5.1.2. Электроэрозионная обработка изделий СМРП

После процесса плоского шлифования боковых поверхностей дисковых изделий проводится электроэрозионная обработка для получения направляющего отверстия проволоки на электроэрозионной супердрели AgieCharmilles DRILL 20 (+GF+, Швейцария) (рисунок 5.2). Диск закрепляется к столу станка и производится выверка ее положения. Затем станок настраивается на рабочие режимы: $T_{on}=19$ мкс, $T_{off}=70$ мкс, $I=15$ А, $U=8$ В, $D=2$ мм. Далее производится электроэрозионное выжигание отверстия. После этого осуществлялась электроэрозионная обработка контура поверхности СМРП на электроэрозионном станке модели АРТА-123 (рисунок 5.3).



Рисунок 5.2 - Супердрель AgieCharmilles DRILL 20

Спеченный диск устанавливается на станок АРТА-123, контролируется наличие рабочей жидкости (дистиллированной воды) и ее проводимость, а также проводится программирование пути движения электрода инструмента, и устанавливаются значения технологических режимов электроэрозионной обработке (см. раздел 3.2).



(а)



(б)

Рисунок 5.3 – Электроэрозионная обработка изделий режущих пластин: (а) запуск перемотки проволоки, (б) запуск обработки.

Далее устанавливаются координаты центра диска в управляющей программе и запускают процесс электроэрозионной обработки, при котором происходит перемотка проволоки, а деионизированная вода подаётся под давлением 4 бара в зону вырезания, рисунок 5.3. После завершения электроэрозионной вырезки получают квадратные изделия для их дальнейшего шлифования боковых поверхностей, радиусов при вершинах и фаски.

5.1.3. Периферийная обработка изделий СМРП

После того как изделий СМРП формы SNGN120408 T02020 были получены методом электроэрозионной обработки они подвергались периферийной обработке боковых поверхностей, радиусов при вершинах и фасок для достижения требуемых габаритных размеров. На образцах создавались радиусы при вершинах $r = 0,8$ мм, и фаски шириной 0,2 мм под углом $\gamma_{\phi} = -20^{\circ}$, рисунок 5.4.

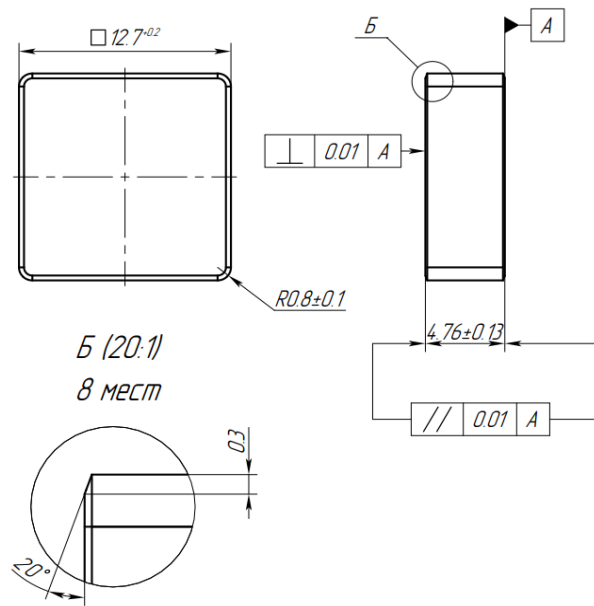
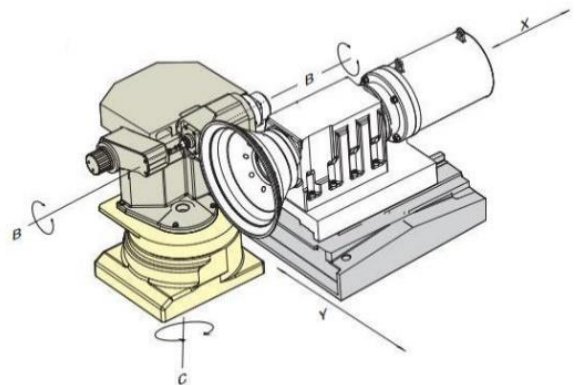


Рисунок 5.4 – Геометрические параметры СМРП SNGN120408 T02020

Обработка осуществлялась на высокоточном четырехкоординатном обрабатывающем станке Agathon COMBI plus швейцарского производства (рисунок 5.5,а) с поворотным столом (рисунок 5.5,б) и системой ЧПУ. Это станок позволяет обработать все фаски и радиусы скругления за один установ. При этом, весь процесс обработки занял меньше минуты, и была достигнута высокая точность по всем требуемым размерам.



а)



б)

Рисунок 5.5 – Обрабатывающий шлифовальный станок Agathon COMBI Швейцария (а), схематическое изображение шлифования фаски (б)

Рисунок 5.6 показывает фотографию изготовленных СМРП формы SNGN120408 из керамических композитов на основе материалов 60SiC и 60SiC-0,25G.



(а) 60SiC



(б) 60SiC-0,25G

Рисунок 5.6 – Изготовленные СМРП из композитов 60SiC и 60SiC-0,25G.

5.2. Зависимость шероховатости обработанной поверхности от режимов резания

После изготовления режущих пластин из композитов 60SiC и 60SiC-0,25G необходимо их исследовать для изучения влияния параметров режимов резания на шероховатость обработанной поверхности при точении заготовки из труднообрабатываемой закалённой стали ШХ15 (HRC58).

5.2.1. Взаимосвязь шероховатости обработанной поверхности от режимов резания по однофакторному эксперименту

Для установления влияния режимов точения закалённой стали ШХ15 инструментом из коммерческой оксидно-карбидной режущей керамики ($Al_2O_3 + TiC$) и разработанными материалами 60SiC и 60SiC-0,25G на качество поверхности проводились однофакторные исследования.

Для определения качества поверхности шероховатости использовался показатель шероховатости R_a (мкм). Точение проводилось с использованием сменных многогранных режущих пластин формы SNGN120408 T02020, закрепленных в державке токарного резца CSBNR2525M12.

Таблица 5.1 - Сочетание режимов резания для однофакторных опытов.

	Опыт №		
	1	2	3
Постоянные факторы	$t = 0,35$ мм; $s = 0,2$ мм/об.	$V = 250$ м/мин; $t = 0,35$ мм.	$V = 250$ м/мин; $s = 0,2$ мм/об.
Переменные факторы	$V_1 = 50$ м/мин	$s_1 = 0,1$ мм/об.	$t_1 = 0,1$ мм
	$V_2 = 100$ м/мин	$s_2 = 0,15$ мм/об.	$t_2 = 0,2$ мм
	$V_3 = 150$ м/мин	$s_3 = 0,20$ мм/об.	$t_3 = 0,3$ мм
	$V_4 = 200$ м/мин	$s_4 = 0,25$ мм/об.	$t_4 = 0,4$ мм
	$V_5 = 250$ м/мин	$s_5 = 0,3$ мм/об.	$t_5 = 0,5$ мм
	-	-	$t_6 = 0,6$ мм

В качестве переменных факторов применялись скорость резания (V), глубина (t) и подача (s), которые варьировались в следующих диапазонах: $V = 50–250$ м/мин; $t = 0,1–0,6$ мм; $s = 0,1–0,3$ мм/об. Опыты были проведены для установки влияния каждого из исследуемых факторов, при этом в каждом опыте один из факторов варьировался в пределах его диапазона, а значения остальных 2-х факторов оставались постоянными. В таблице 5.8 представлены сочетания факторов, используемые в каждом опыте.

В каждом опыте, каждое сочетание режимов резания применялось для обработки одинокого пути резания (11 м) закалённой стали ШХ15 (58 HRC) разными керамическими инструментами. После каждой обработки была измерена шероховатость обработанной поверхности (R_a , мкм). Результаты измерения шероховатости обработанной поверхности в зависимости от скорости резания приведены на рисунке 5.7.

Рисунок 5.7 показывает, что при увеличении скорости резания ($t = 0,35$ мм и $s = 0,2$ мм/об) значения шероховатости R_a (мкм) снижаются для всех трех исследуемых режущих керамик. Таким образом, было установлено, что шероховатость обработанной поверхности закалённой стали ШХ15 снижается при точении с применением режущего инструмента из керамики 60SiC-0,25G, по

сравнению с шероховатостью поверхностей, обработанных керамикой 60SiC или ($\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiC}$).

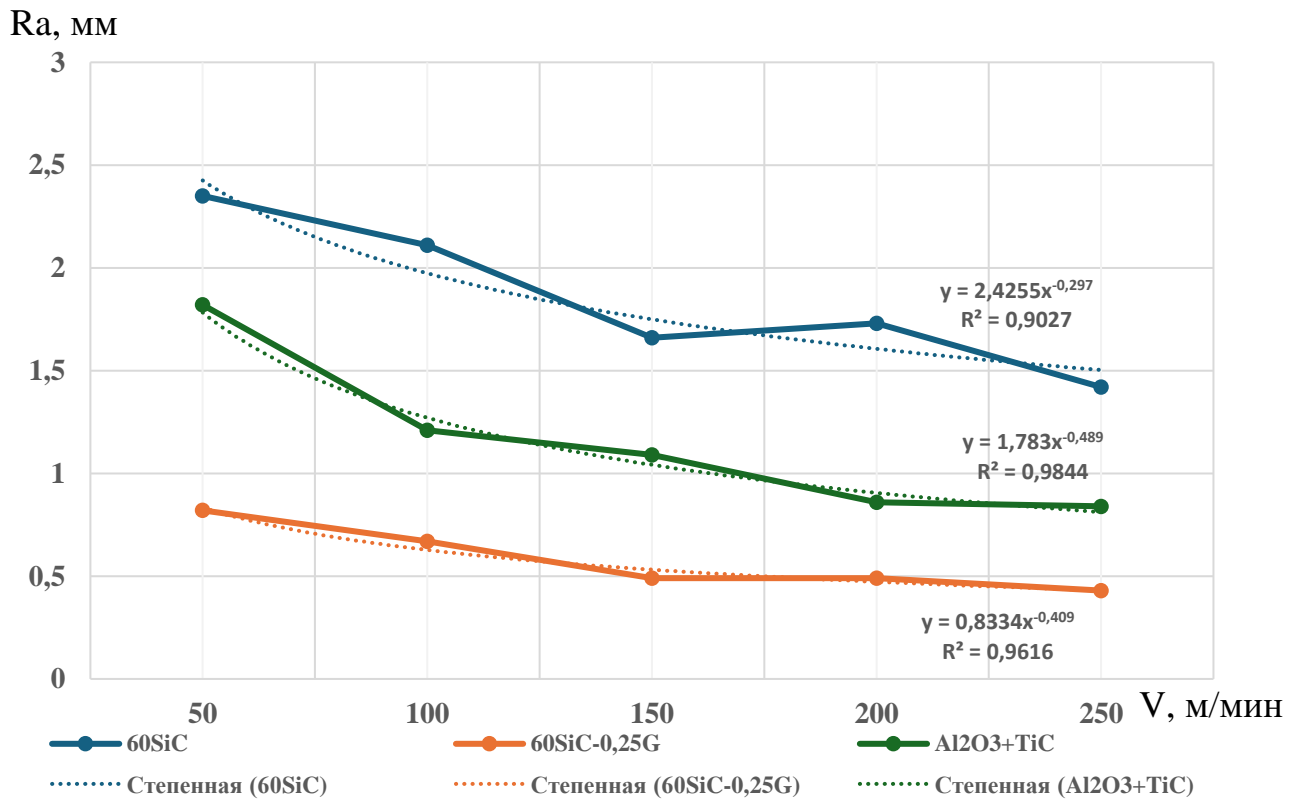


Рисунок 5.7. Зависимость шероховатости от скорости резания

Из полученных данных можно было установить регрессионные уравнения для каждой из кривых зависимости шероховатости обработанной поверхности от скорости резания. Таким образом, взаимосвязи шероховатости обработанной поверхности от скорости резания для каждого из исследуемых материалов при доверительной вероятности $P = 0,95$ представлены в уравнениях 5.1–5.3:

$$Ra(V)_{60SiC} = 2,425 V^{-0,297} \quad (5.1)$$

$$Ra(V)_{\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{TiC}} = 1,783 V^{-0,489} \quad (5.2)$$

$$Ra(V)_{60SiC} = 0,833 V^{-0,409} \quad (5.3)$$

Коэффициент детерминации регрессионных уравнений 5.1, 5.2 и 5.3 были - 0,9027, 0,9844 и 0,9616, соответственно.

Кривые, показывающие связь между шероховатостью обработанной поверхности и подачей приведены на рисунке 5.8.

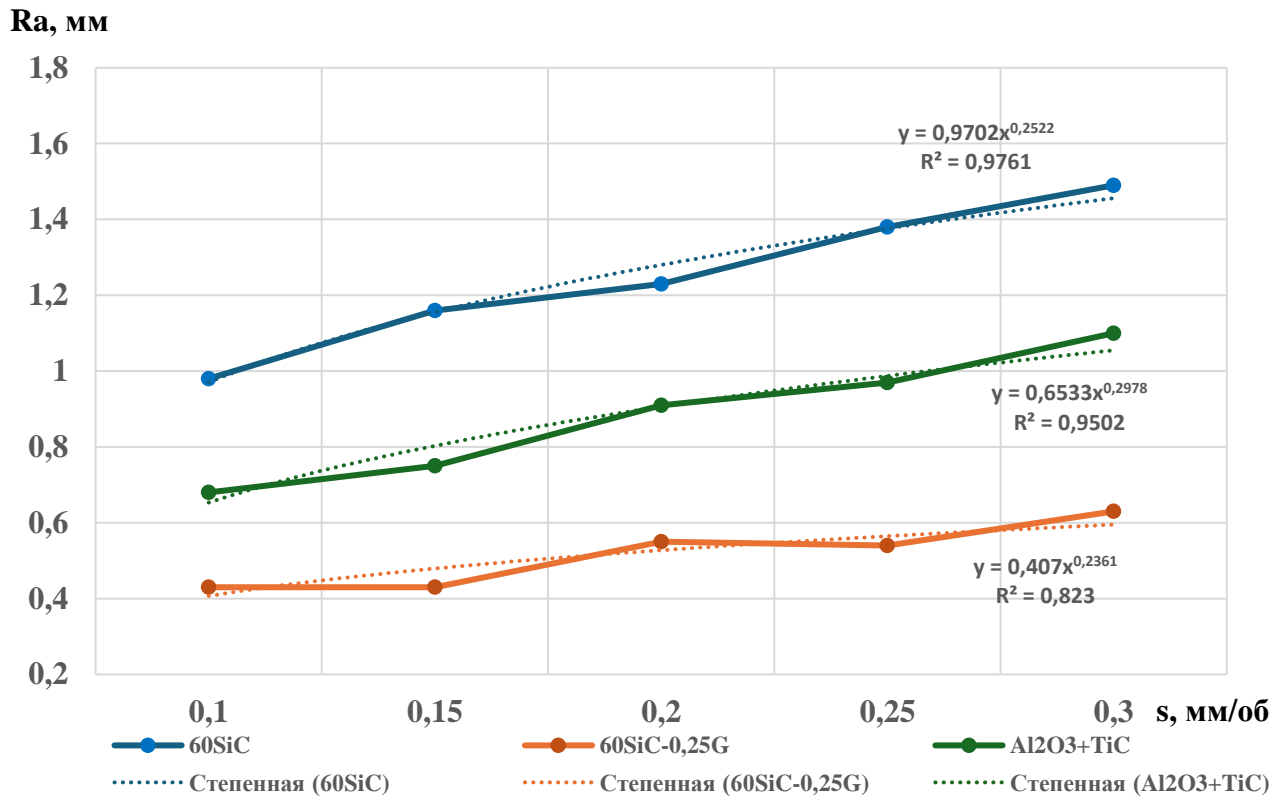


Рисунок 5.8. Зависимость шероховатости от подачи

На этом рисунке заметно, что при постоянной скорости резания $V=250$ м/мин и глубине резания $t=0,35$ мм значения шероховатости увеличиваются с увеличением подачи для всех трех исследованных керамических материалов. Кроме того, отмечается, что меньшие значения шероховатости достигаются при обработке стали ШХ15 с режущим инструментом из керамики 60SiC-0,25G.

Регрессионные уравнения зависимости шероховатости обработанной поверхности от подачи для каждого из исследуемых материалов при доверительной вероятности $P = 0,95$ представлены в уравнениях 5.4–5.6:

$$Ra(s)_{60SiC} = 0,970 s^{0,252} \quad (5.4)$$

$$Ra(s)_{Al_2O_3 + TiC} = 0,653 s^{0,298} \quad (5.5)$$

$$Ra(s)_{60SiC} = 0,407 s^{0,236} \quad (5.6)$$

Коэффициент детерминации регрессионных уравнений 5.4, 5.5, и 5.6 были 0,976, 0,950 и 0,823, соответственно.

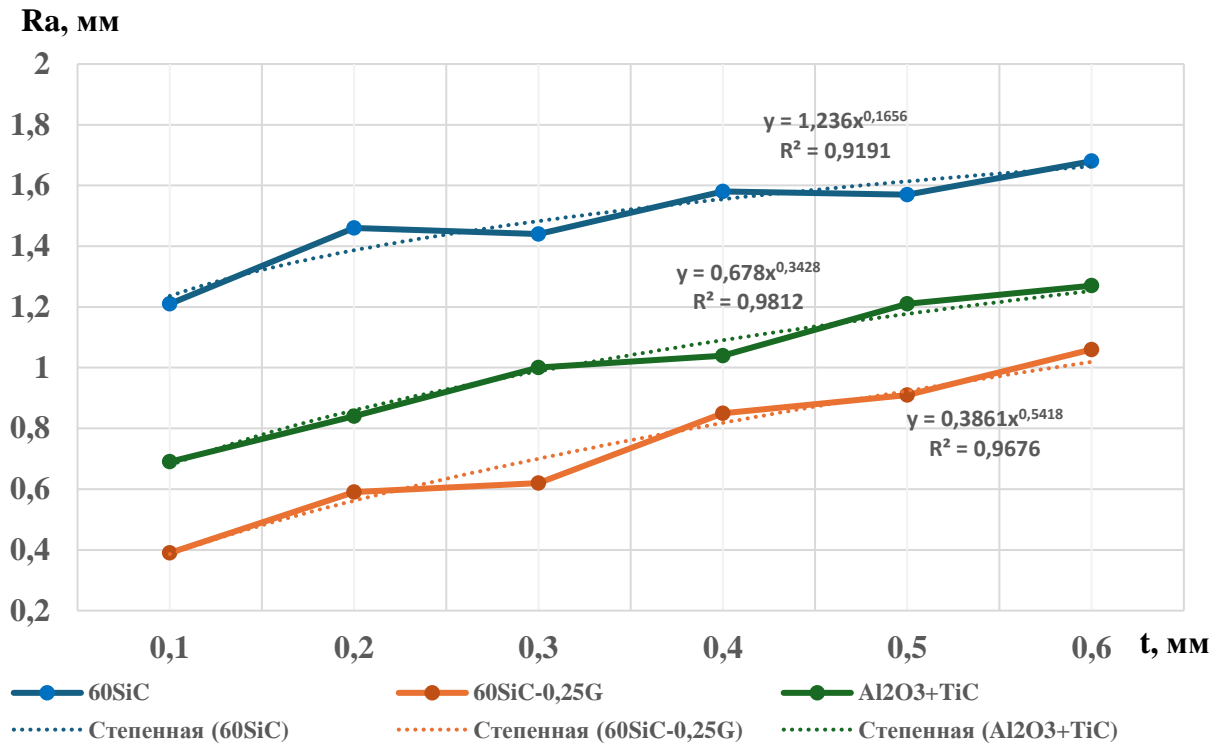


Рисунок 5.9. Зависимость шероховатости от глубины резания

Таким же образом кривые, показывающие связь между шероховатостью обработанной поверхности и глубиной резания представлены на рисунке 5.9, в котором заметно, что при постоянной скорости резания $V=250$ м/мин и подаче $s = 0,2$ мм/об значения шероховатости увеличиваются с увеличением подачи для всех трех исследованных керамических материалов. Кроме того, отмечается, что меньшие значения шероховатости достигаются при обработке стали ШХ15 с режущим инструментом из керамики 60SiC-0,25G.

Из данных рисунка были установлены регрессионные уравнения для каждой из кривых. Таким образом, связи шероховатости обработанной поверхности от глубины резания для каждого из исследуемых материалов, при доверительной вероятности $P = 0,95$ представлены в уравнениях 5.7–5.9:

$$Ra(t)_{60SiC} = 1,236 t^{0,166} \quad (5.7)$$

$$Ra(t)_{Al_2O_3 + TiC} = 0,678 t^{0,343} \quad (5.8)$$

$$Ra(t)_{60SiC-0,25G} = 0,3861 t^{0,542} \quad (5.9)$$

Коэффициент детерминации регрессионных уравнений 5.7, 5.8 и 5.9 были

0,919, 0,981 и 0,968, соответственно.

5.2.2. Взаимосвязь шероховатости обработанной поверхности от режимов резания керамики 60SiC по полному факторному эксперименту

В данном разделе проведено исследование влияния параметров обработки на качество поверхности с использованием метода полного факторного эксперимента (ПФЭ- 2^3) для керамики 60SiC.

Полный факторный эксперимент 2^3 позволяет выявить взаимодействие одновременно трех факторов на исследуемую характеристику при проведении всего 8 опытов [123-126]. В качестве варьированных факторов выступали: скорость резания (V), глубина резания (t) и подача (s).

Для определения качества поверхности использовался показатель шероховатости R_a (мкм). Для каждого из факторов были выбраны два уровня, которые были обозначены как нижний (-) и верхний (+) уровни в плане эксперимента, таблица 5.2. В связи с тем, что все зависимости 5.1–5.9, которые были определены в разделе «5.2.1».

Однофакторный эксперимент для установления взаимосвязи шероховатости обработанной поверхности от режимов резания» имеют степенную зависимость, то в плане эксперимента приводятся логарифмы натуральных значений уровней факторов и шероховатости поверхности для получения логарифмической регрессионной формулы, которая затем будет преобразована в степенную.

Таблица 5.2 - План эксперимента для керамики 60SiC

№	Факторы												Экспериментальные данные		
	факторы			натуральный логарифм факторов			кодированные значения								
	Скорость резания, V (мм/МИН)	Подача, s (мм/об)	Глубина резания, t (мм)	Ln(V)	Ln(s)	Ln(t)	x ₁	x ₂	x ₃	x _{1x₂}	x _{1x₃}	x _{2x₃}	x _{1x₂x₃}	Шероховатость, R _a (мкм)	Ln (R _a)
1	250	0,3	0,6	5,52	-1,20	-0,51	-	-	+	+	-	-	+	1,71	0,54
2	250	0,3	0,1	5,52	-1,20	-2,30	+	-	-	-	-	+	+	1,65	0,50
3	250	0,1	0,6	5,52	-2,30	-0,51	-	+	-	-	+	-	+	1,52	0,42
4	250	0,1	0,1	5,52	-2,30	-2,30	+	+	+	+	+	+	+	0,95	-0,05
5	50	0,3	0,6	3,91	-1,20	-0,51	-	-	-	+	+	+	-	2,62	0,96
6	50	0,3	0,1	3,91	-1,20	-2,30	+	-	+	-	+	-	-	2,27	0,82
7	50	0,1	0,6	3,91	-2,30	-0,51	-	+	+	-	-	+	-	1,97	0,68
8	50	0,1	0,1	3,91	-2,30	-2,30	+	+	-	+	-	-	-	1,79	0,58

С результатами из плана эксперимента можно вывести математическую модель, которая имеет форму полинома первой степени с учётом эффекта взаимодействия факторов, ее общее представление приводится в уравнении 5.10:

$$\ln R_a = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_3 x_3 + b_{12} x_1 x_2 + b_3 x_1 x_3 + b_{23} x_2 x_3 + b_{23} x_1 x_2 x_3, \quad (5.10)$$

где, $\ln R_a = y$ – натуральный логарифм шероховатости поверхности; x_1, x_2, x_3 – независимые переменные значения логарифмов скорости, подачи и глубины резания, соответственно. Независимые переменные рассчитываются по формуле:

$$x_i = \frac{\bar{x}_i - \bar{x}_{i0}}{I_i}, \quad (5.11)$$

где \bar{x}_i – значение фактора:

$$\bar{x}_1 = \ln(v); \bar{x}_2 = \ln(s); \bar{x}_3 = \ln(t); \quad (5.12)$$

\bar{x}_{i0} – среднее значение фактора;

$$\bar{x}_{10} = \frac{\ln(v)_{max} + \ln(v)_{min}}{2} = \frac{5,52 + 3,91}{2} = 4,715$$

$$\bar{x}_{20} = \frac{\ln(s)_{max} + \ln(s)_{min}}{2} = \frac{-1,2 + (-2,30)}{2} = -1,75$$

$$\bar{x}_{30} = \frac{\ln(t)_{max} + \ln(t)_{min}}{2} = \frac{-0,51 + (-2,30)}{2} = -1,405$$

I_j — интервальное варьирование фактора;

$$I_1 = \frac{\ln(v)_{max} - \ln(v)_{min}}{2} = \frac{5,52 - 3,91}{2} = 0,805$$

$$I_2 = \frac{\ln(s)_{max} - \ln(s)_{min}}{2} = \frac{-1,2 - (-2,30)}{2} = 0,55$$

$$I_3 = \frac{\ln(t)_{max} - \ln(t)_{min}}{2} = \frac{-0,51 - (-2,30)}{2} = 0,09$$

Подставляя найденные значения в формулу 5.11, получим:

$$x_1 = \frac{\ln(v) - 4,715}{0,805}$$

$$x_2 = \frac{\ln(s) - (-1,75)}{0,55}$$

$$x_3 = \frac{\ln(t) - (-1,405)}{0,09}$$

На следующем этапе были рассчитаны коэффициенты, определяющие параметры регрессионной модели по формуле:

$$b_i = \frac{\sum_{i=1}^N x_{ij} y_i}{N} \quad (5.13)$$

Рассчитанные коэффициенты регрессионной модели:

$$\begin{aligned} b_0 &= 0,56; & b_1 &= -0,2; & b_2 &= 0,15; & b_3 &= 0,09; \\ b_1 b_2 &= 0,02; & b_1 b_3 &= 0,03; & b_2 b_3 &= -0,05; & b_1 b_2 b_3 &= 0,06. \end{aligned}$$

Для определения значимости каждого коэффициента регрессии

используется формула:

$$|b_i| \geq tp \cdot S(b_i) \quad (5.14)$$

где tp – критерий Стьюдента при выбранной вероятности; $S(b_i)$ - среднее квадратическое отклонение для коэффициентов, которое определяется по формуле:

$$S(b_i) = \sqrt{\frac{\sum_{u=1}^m \sum_{i=1}^n (y_{iu} - \bar{y}_u)^2}{N(m-1)m}} \quad (5.15)$$

Если абсолютное значение того или иного коэффициента уравнения регрессии удовлетворяет неравенству (5.14), то он считается значимым и остаётся в уравнении регрессии (5.10), в противном случае - исключается из уравнения (приравнивается к нулю).

Затем, рассчитанные коэффициенты модели и независимые переменные были подставлены в полиномиальное уравнение (5.10):

$$\begin{aligned} \ln R_a = & 0,56 + (-0,2) \left(\frac{\ln(v)-4,715}{0,805} \right) + (0,15) \left(\frac{\ln(s)-(-1,75)}{0,55} \right) + (0,096) \left(\frac{\ln(t)-(-1,405)}{0,09} \right) + \\ & (0,02) \left(\frac{\ln(v)-4,715}{0,805} \right) \left(\frac{\ln(s)-(-1,75)}{0,55} \right) + (0,03) \left(\frac{\ln(v)-4,715}{0,805} \right) \frac{\ln(t)-(-1,405)}{0,09} + \\ & (-0,05) \left(\frac{\ln(s)-(-1,75)}{0,55} \right) \left(\frac{\ln(t)-(-1,405)}{0,09} \right) + (0,06) \left(\frac{\ln(v)-4,715}{0,805} \right) \left(\frac{\ln(s)-(-1,75)}{0,55} \right) \left(\frac{\ln(t)-(-1,405)}{0,09} \right) \end{aligned}$$

После осуществления необходимых математических операций, а именно – раскрытия скобок и упрощения, полиномиальное уравнение получило следующий вид:

$$\ln R_a = 3,186 \cdot \ln(V^{-0,4777-0,1660 \ln(s)-0,2126 \ln(t)-0,1483 \ln(s) \ln(t)} \cdot S^{0,9138+0,6000 \ln(t)} \cdot t^{0,9339}$$

Полученное уравнение регрессии проверялось на адекватность с помощью дисперсии адекватности $S_{ад}^2$, которая рассчитывается по формуле:

$$S_{ад}^2 = \frac{\sum_{i=0}^n (y_u^p - \bar{y}_u)^2}{N - N^t} \quad (5.15)$$

где \bar{y}_u – среднее значение параметра исследования в u -м опыте; y_u^p –

значение параметра исследования в u -м опыте, вычисленное по установленной модели; N - количество опытов; N^t - количество значимых коэффициентов в уравнении регрессии;

Далее, проверку проводят по критерию Фишера по формуле:

$$F = \frac{S_{ад}^2}{S^2(\bar{y}_u)} \quad (5.16)$$

Рассчитанное значение F (по критерию Фишера) сравнивают с табличным $F_{табл}$, и если $F < F_{табл}$ то регрессионная модель считается адекватной.

После преобразования модели из независимых переменных в соотношение физических величин, была получена следующая регрессионная модель:

$$R_a = 24,19 \cdot V^{-0,4777-0,1660 \ln(s)-0,2126 \ln(t)-0,1483 \ln(s) \ln(t)} \cdot s^{0,9138+0,6000 \ln(t)} \cdot t^{0,9339} \quad (5.17)$$

Анализ результатов ПФЭ был выполнен с помощью программ Minitab и показал, что регрессионная модель (5.17) является адекватной в исследованной области.

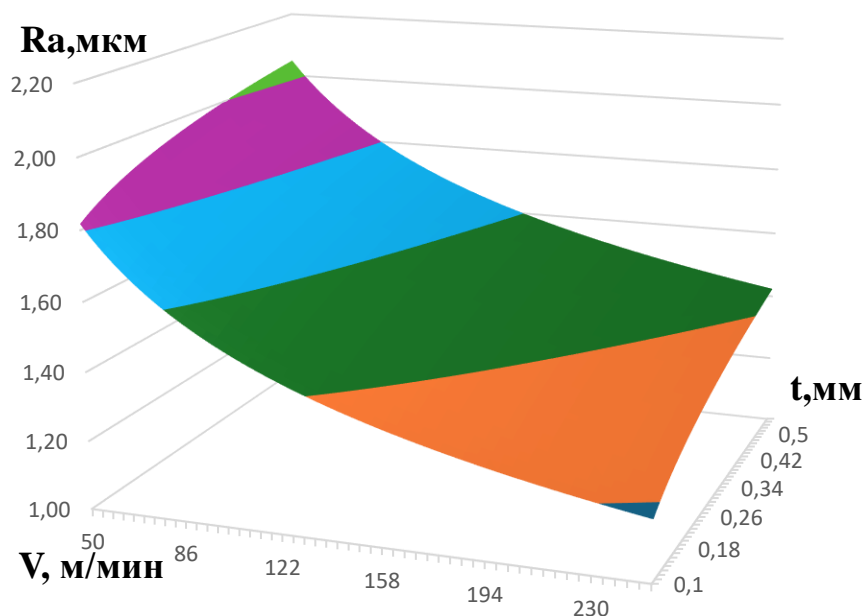


Рисунок 5.10. Поверхность отклика шероховатости обработанной поверхности от скорости резания и глубины резания при постоянной подаче $s = 0,3$ мм/об

Для расчета знамений шероховатости R_a и для построения поверхности

отклика шероховатости от скорости резания, подачи и глубины резания, рисунок 5.10. -5.12. на основании расчетных результатов, полученных по регрессионной модели (5.17), была использована программа Microsoft Excel.

На рисунке 5.10 представлена поверхность отклика шероховатости обработанной поверхности от скорости резания и глубины резания при постоянной подаче $s = 0,3$ мм/об. Из этого рисунка видно, что при совместном увеличении скорости резания и снижении глубины резания приводит к уменьшению шероховатости R_a , а при совместном увеличении глубины резания и снижении скорости приводит к ее повышению R_a . Эти тренды полностью совпадают с ранее наблюдаемым поведением на рисунках 5.7 и 5.9.

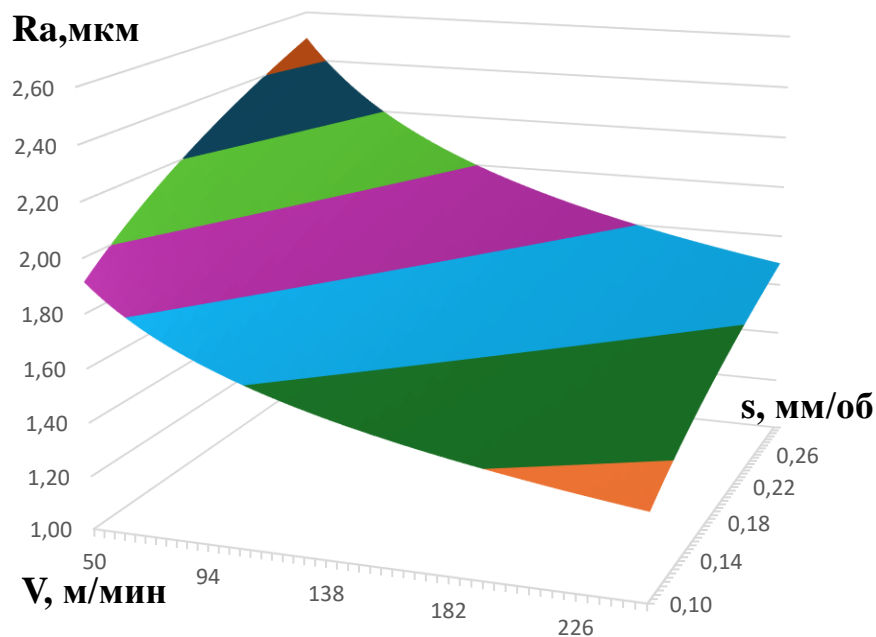


Рисунок 5.11. Зависимость шероховатости обработанной поверхности от скорости резания и подачи при постоянной глубине $t = 0.35$ мм

Кроме того, на рисунке 5.11 представлена взаимосвязи шероховатости обработанной поверхности от скорости резания и подачи при постоянной глубине $t = 0.35$ мм, которая показывает, что увеличение скорости резания ведет к уменьшению шероховатости R_a . Помимо этого, увеличение подачи ведет к повышению шероховатости R_a . Эти результаты полностью соответствуют с ранее наблюдаемыми трендами на рисунках 5.7 и 5.8.

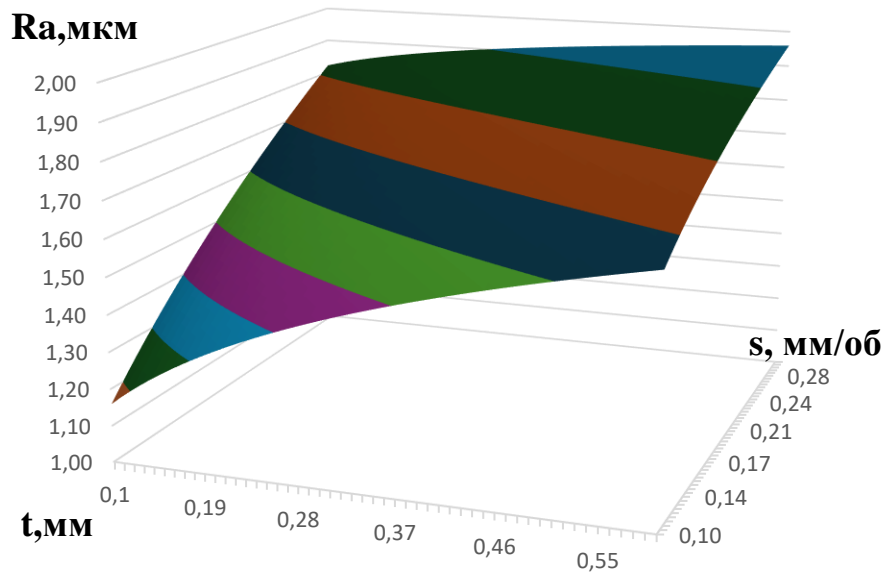


Рисунок 5.12. Зависимость шероховатости обработанной поверхности от глубины резания и подачи при постоянной скорости резания 150 м/мин

Зависимость шероховатости обработанной поверхности от глубины резания и подачи при постоянной скорости резания $V = 150$ м/мин, представленная на рисунке 5.12, показывает, что увеличение глубины резания и подачи ведет к повышению шероховатости R_a . Данные тенденции были ранее наблюдаемы на рисунках 5.8 и 5.9.

5.2.3. Взаимосвязь шероховатости обработанной поверхности от режимов резания керамики 60SiC-0,25G по полному факторному эксперименту

В данном разделе проведено исследование влияния параметров обработки на качество поверхности с использованием метода полного факторного эксперимента (ПФЭ-2³) для керамики 60SiC-0,25G, как описано в разделе «5.2.2. Полный факторный эксперимент для установления взаимосвязи шероховатости обработанной поверхности от режимов резания при использовании режущего инструмента 60SiC» данной работы. В таблице 5.3 представлен план эксперимента для керамики 60SiC-0,25G.

Таблица 5.3 – План эксперимента для керамики 60SiC-0,25G.

№	Факторы												Экспериментальные данные		
	факторы			натуральный логарифм факторов			кодированные значения								
	Скорость резания, V (мм/мин)	Подача, s (мм/об)	Глубина резания, t (мм)	Ln(V)	Ln(s)	Ln(t)	x ₁	x ₂	x ₃	x _{1x2}	x _{1x3}	x _{2x3}	x _{1x2x3}	Шероховатость, R _a (мкм)	Ln(R _a)
1	250	0,3	0,6	5,52	-1,20	-0,51	+	+	+	+	+	+	+	0,43	-0,84
2	250	0,3	0,1	5,52	-1,20	-2,30	+	+	-	+	-	-	-	0,58	-0,54
3	250	0,1	0,6	5,52	-2,30	-0,51	+	-	+	-	+	-	-	0,34	-1,08
4	250	0,1	0,1	5,52	-2,30	-2,30	+	-	-	-	-	+	+	0,39	-0,94
5	50	0,3	0,6	3,91	-1,20	-0,51	-	+	+	-	-	+	-	1,03	0,03
6	50	0,3	0,1	3,91	-1,20	-2,30	-	+	-	-	+	-	+	0,86	-0,15
7	50	0,1	0,6	3,91	-2,30	-0,51	-	-	+	+	-	-	+	0,69	-0,37
8	50	0,1	0,1	3,91	-2,30	-2,30	-	-	-	+	-	+	-	0,41	-0,89

Выводимая математическая модель будет имеет форму полинома первой степени с учётом эффекта взаимодействия факторов, представленной в уравнении 5.10. Независимые переменные значения логарифмов скорости, подачи и глубины резания, будут рассчитываться по формуле 5.11, а значение факторов по формулам 5.12. Среднее значение факторов и интервальное варьирование фактора будут следующие:

$$\bar{x}_{10} = \frac{\ln(v)_{max} + \ln(v)_{min}}{2} = \frac{5,52 + 3,91}{2} = 4,715$$

$$\bar{x}_{20} = \frac{\ln(s)_{max} + \ln(s)_{min}}{2} = \frac{-1,2 + (-2,30)}{2} = -1,75$$

$$\bar{x}_{30} = \frac{\ln(t)_{max} + \ln(t)_{min}}{2} = \frac{-0,51 + (-2,30)}{2} = -1,405$$

$$I_1 = \frac{\ln(v)_{max} - \ln(v)_{min}}{2} = \frac{5,52 - 3,91}{2} = 0,805$$

$$I_2 = \frac{\ln(s)_{max} - \ln(s)_{min}}{2} = \frac{-1,2 - (-2,30)}{2} = 0,55$$

$$I_3 = \frac{\ln(t)_{max} - \ln(t)_{min}}{2} = \frac{-0,51 - (-2,30)}{2} = 0,09$$

Подставляя эти значения в формулу независимых переменных значений (5.11), получим:

$$x_1 = \frac{\ln(v) - 4,715}{0,805}$$

$$x_2 = \frac{\ln(s) - (-1,75)}{0,55}$$

$$x_3 = \frac{\ln(t) - (-1,405)}{0,09}$$

Рассчитанные коэффициенты регрессионной модели по формуле 5.13 следующие:

$$\begin{aligned} b_0 &= 0,6; & b_1 &= -0,25; & b_2 &= 0,22; & b_3 &= 0,03; \\ b_1 b_2 &= -0,06; & b_1 b_3 &= -0,14; & b_2 b_3 &= -0,06; & b_1 b_2 b_3 &= 0,02 \end{aligned}$$

После проверки значимости коэффициентов модели, они совместно с независимыми переменными были подставлены в полиномиальное уравнение (5.10):

$$\begin{aligned} \ln R_a &= -0,6 + (-0,25) \left(\frac{\ln(v) - 4,715}{0,805} \right) + (0,22) \left(\frac{\ln(s) - (-1,75)}{0,55} \right) + (0,03) \left(\frac{\ln(t) - (-1,405)}{0,09} \right) + \\ &(-0,06) \left(\left(\frac{\ln(v) - 4,715}{0,805} \right) \left(\frac{\ln(s) - (-1,75)}{0,55} \right) \right) + (-0,14) \left(\frac{\ln(v) - 4,715}{0,805} \right) \frac{\ln(t) - (-1,405)}{0,09} + \\ &(-0,06) \left(\frac{\ln(s) - (-1,75)}{0,55} \right) \left(\frac{\ln(t) - (-1,405)}{0,09} \right) + (0,02) \left(\frac{\ln(v) - 4,715}{0,805} \right) \left(\frac{\ln(s) - (-1,75)}{0,55} \right) \left(\frac{\ln(t) - (-1,405)}{0,09} \right) \end{aligned}$$

После осуществления необходимых математических операции, а именно раскрытия скобок и упрощения, полиномиальное уравнение получило следующий вид:

$$\begin{aligned} \ln R_a &= 3,145 + \ln (V^{-0,6990 - 0,06139 \ln(s) - 0,09842 \ln(t) + 0,05678 \ln(s) \ln(t)} \\ &\cdot s^{0,5156 - 0,3947 \ln(t)} \cdot t^{0,2782}) \end{aligned} \quad (5.18)$$

После преобразования модели из независимых переменных в соотношение

физических величин, была получена следующая регрессионная модель:

$$R_a = 23,22 \cdot V^{-0,6990-0,06139 \ln(s)-0,09842 \ln(t)+0,05678 \ln(s) \ln(t)} \cdot s^{0,5156-0,3947 \ln(t)} \cdot t^{0,2782} \quad (5.19)$$

Анализ результатов ПФЭ был выполнен с помощью программ Minitab и показал, что регрессионная модель (5.19) является адекватной в исследованной области. Для расчета значений шероховатости R_a и для построения поверхности отклика шероховатости от скорости резания, подачи и глубины резания, рисунок 5.13. -5.15. на основании расчетных результатов, полученных по регрессионной модели (5.19), была использована программа Microsoft Excel.

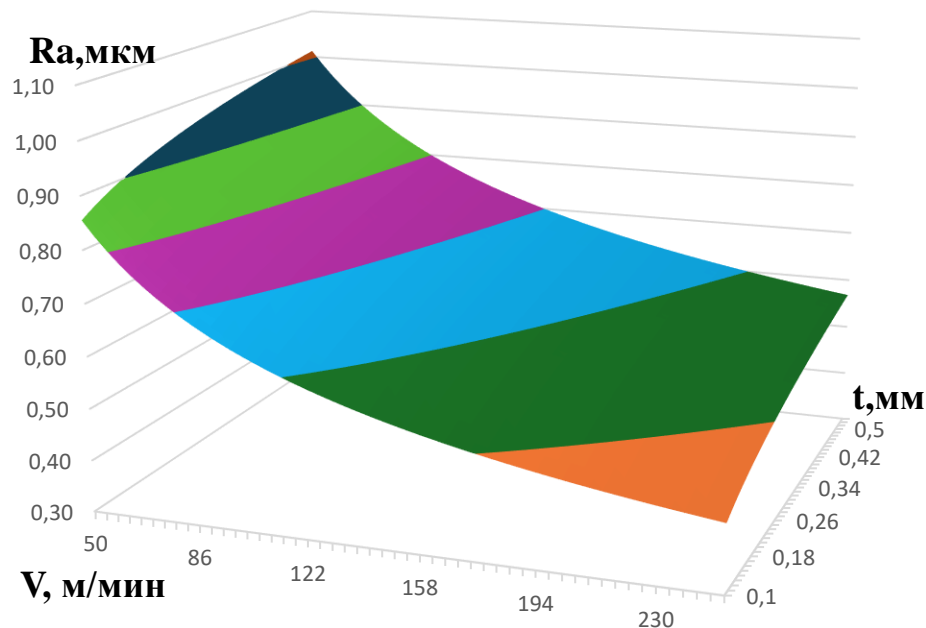


Рисунок 5.13. Поверхность отклика шероховатости обработанной поверхности от скорости резания и глубины резания при постоянной подаче $s = 0,3$ мм/об

На рисунке 5.13 представлена поверхность отклика шероховатости обработанной поверхности от скорости резания и глубины резания при постоянной подаче $s = 0,3$ мм/об. На этом рисунке можно заметить, что увеличение скорости резания ведет к уменьшению шероховатости R_a , а увеличение глубины резания ведет к ее увеличению. Эти тенденции полностью совпадают с ранее наблюдаемым поведением на рисунках 5.7 и 5.9.

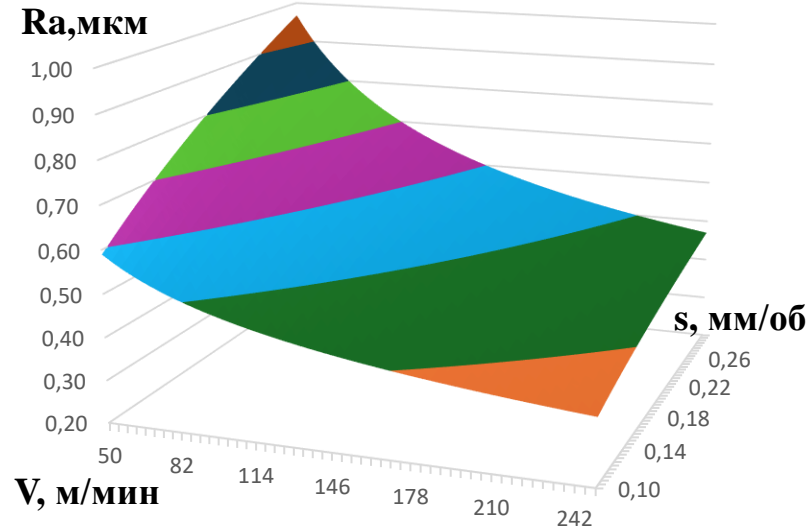


Рисунок 5.14. Зависимости шероховатости обработанной поверхности от скорости резания и подачи при постоянной глубине $t = 0.35$ мм

Кроме того, на рисунке 5.14 представлена взаимосвязи шероховатости обработанной поверхности от скорости резания и подачи при постоянной глубине $t = 0.35$ мм, которая показывает, что увеличение скорости резания ведет к уменьшению шероховатости R_a . Помимо этого, увеличение подачи ведет к повышению шероховатости R_a . Эти результаты полностью соответствуют с ранее наблюдаемым трендами на рисунках 5.7 и 5.8.

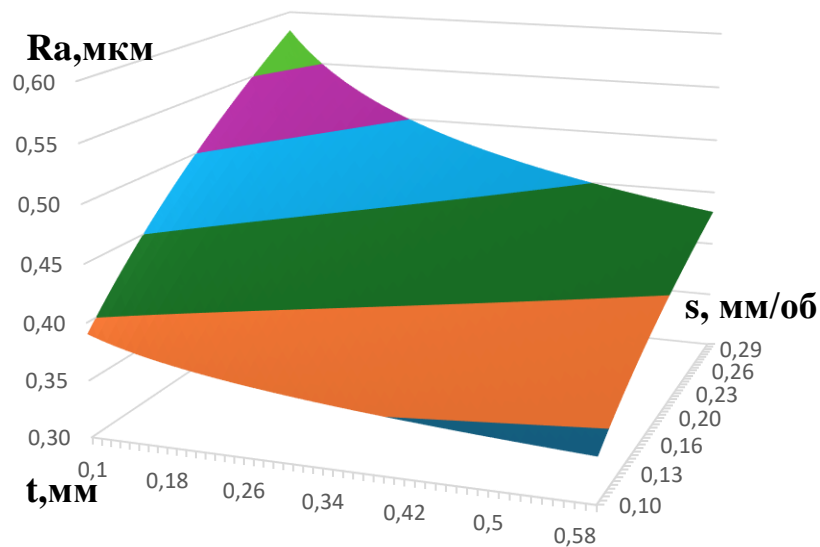


Рисунок 5.15. Зависимости шероховатости обработанной поверхности от глубины резания и подачи при постоянной скорости резания 150 м/мин

Поверхность отклика взаимосвязи шероховатости обработанной поверхности от глубины резания и подачи при постоянной скорости резания $V = 150$ м/мин, представлена на рисунке 5.15 показывает, что увеличение глубины резания подачи ведет к повышению шероховатости R_a . Данные тенденции были ранее наблюдаемыми на рисунках 5.8 и 5.9.

5.3 Зависимость износа режущих пластин из керамики от времени при обработке стали ШХ15

После проведения однофакторных и многофакторных исследований для установления влияния режимов резания на качество поверхности детали из закалённой стали ШХ15 при точении с режущим инструментом из коммерческой режущей керамики ($Al_2O_3 + TiC$) и разработанными материалами 60SiC и 60SiC-0,25G были установлены значения режимов резания для проведения стойкостных испытаний. Таким образом, стойкостные испытания сменных многогранных режущих пластин формы SNGN120408 T02020 из коммерческой режущей керамики ($Al_2O_3 + TiC$) и разработанными материалами 60SiC и 60SiC-0,25G были проведены при скорости резания – 250 м/мин, подаче – 0,10 мм/об и глубине резания – 0,4 мм.

Для закрепления изготовленных СМРП использовалась державка токарного резца CSBNR2525M12 (рисунок 5.16), позволяющая надежно закреплять СМРП формы SNGN120408 T02020 с высокой точностью позиционирования и обеспечивающая следующую геометрию закрепления: передний угол $\gamma = -6^\circ$, главный задний угол $\alpha = 6^\circ$, вспомогательный задний угол $\alpha_1 = 6^\circ$, главный угол в плане $\varphi = 75^\circ$, вспомогательный угол в плане $\varphi = 15^\circ$.

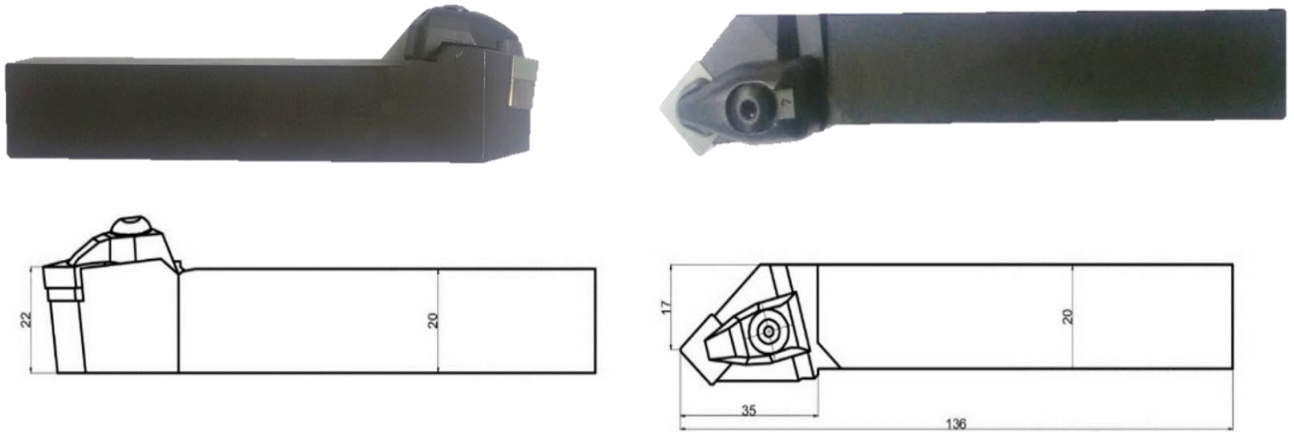


Рисунок 5.16 – Внешний вид и габаритные размеры державки формой CSBNR2525M12.

На рисунке 5.17 представлена геометрия резца, оснащённого СМРП при стойкостных испытаниях.

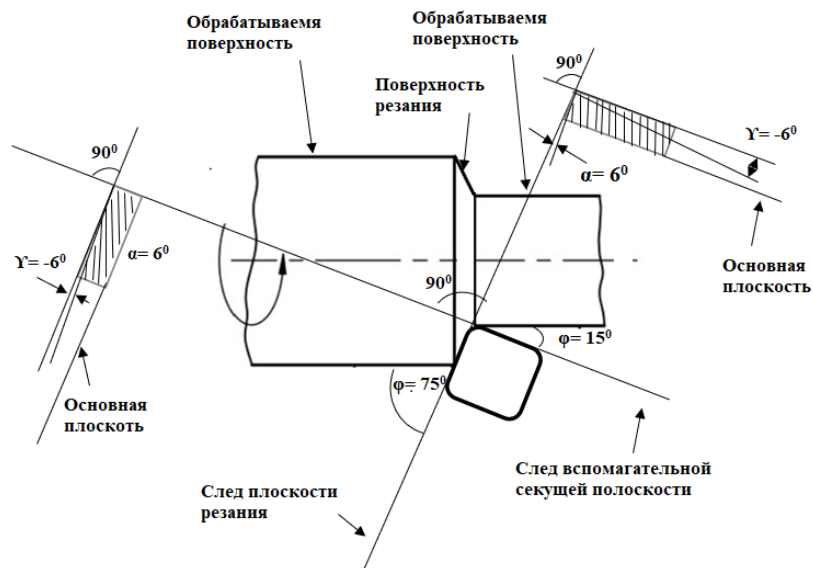


Рисунок 5.17 – Геометрия резца оснащённого СМРП при стойкостных испытаниях

Стойкостные испытания проводились в лаборатории МГТУ "СТАНКИН" с помощью болгарского бесступенчатого токарного станка модели ЗММ СЛИВЕН СУ 500-М RD, (рисунок 5.18) при обработке закалённой стали ШХ15 (HRC58) диаметром 109 мм и длиной 400 мм, и при следующих режимах точения: скорость

резания 250 м/мин, подача – 0,10 мм/об, глубина резания – 0,4 мм. Точение осуществляется без смазочно-охлаждающих жидкостей.



(а) токарный станок



(б) точение стали ШХ15

Рисунок 5.18 – Технологическая база и схема резания

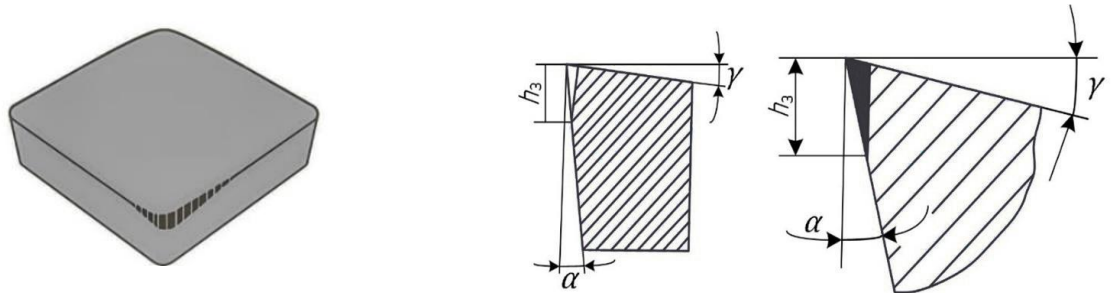
Закаленная сталь ШХ15 относится к группе конструкционных углеродистых низколегированных сталей. Ниже в таблице 5.4 показан химический состав закаленной стали ШХ15.

Таблица. 5.4 Химический состав в % материала стали ШХ15 ГОСТ 801 - 78

С	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Cu	Fe
0,95- 1,05	0,17- 0,37	0,2-0,4	до 0,3	до 0,02	до 0,027	1,3-1,65	до 0,25	~96

Перед проведением стойкостных испытаний проводились однофакторные эксперименты для определения влияния исследованных параметров резания (скорость резания, подача, глубина резания) на шероховатость обработанной поверхности детали. Затем, проводился полный многофакторный эксперимент с целью установления зависимости шероховатости обработанной поверхности от параметров резания в исследованных значениях.

Затем проводились стойкостные испытания, при которых измерялся размер возникающей площадки износа h_3 по задней поверхности керамических СМРП. На рисунке 5.19 представлены схемы износа режущей пластины по задней поверхности.



(а) трехмерное изображение

(б) схема измерения

Рисунок 5.19 – Схема износа режущей пластины по задней поверхности

Контроль износа по задней поверхности (h_3) проводился в конкретных временных интервалах 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, и 35 мин с помощью оптического микроскопа Stereo Discovery V12 Zeiss, и при этом фиксировались значения площадки износа. В данной работе, в качестве критерия отказа керамических СМРП принимался критический размер площадки износа равный 0,4 мм. Таким образом, испытания прекращаются, когда $h_3 \geq 0,4$ мм или при появлении сколов размером более 0,15 мм на рабочих поверхностях режущей пластины. По результатам испытаний строится график семейства кривых «время – износ». В этом графике по оси «Х» откладываются значения времени в минутах, а по оси «У» - значения износа в мм или мкм. Кривые «время – износ» показывают, что процесс изнашивания режущего инструмента не подчиняется строго линейному закону. Результаты проведения стойкостных испытаний приводятся в таблице 5.5.

Таблица 5.5 – Измеренный износ по задней поверхности

№	Время τ , мин	Величина износа по h_z , мкм		
		60SiC	60SiC-0.25G	Al ₂ O ₃ + TiC
1	0	0	0	0
2	5	0.15	0.08	0.09
3	10	0.19	0.11	0.12
4	15	0.26	0.14	0.15
5	20	0.35	0.17	0.2
6	25	0.48	0.21	0.28
7	30		0.28	0.47
8	35		0.46	

На рисунке 5.20 представлен график износа исследованных материалов при точении закаленной стали ШХ15 при следующих режимах резания: $V = 250$ м/мин, $s = 0,1$ мм/об, $t = 0,4$.

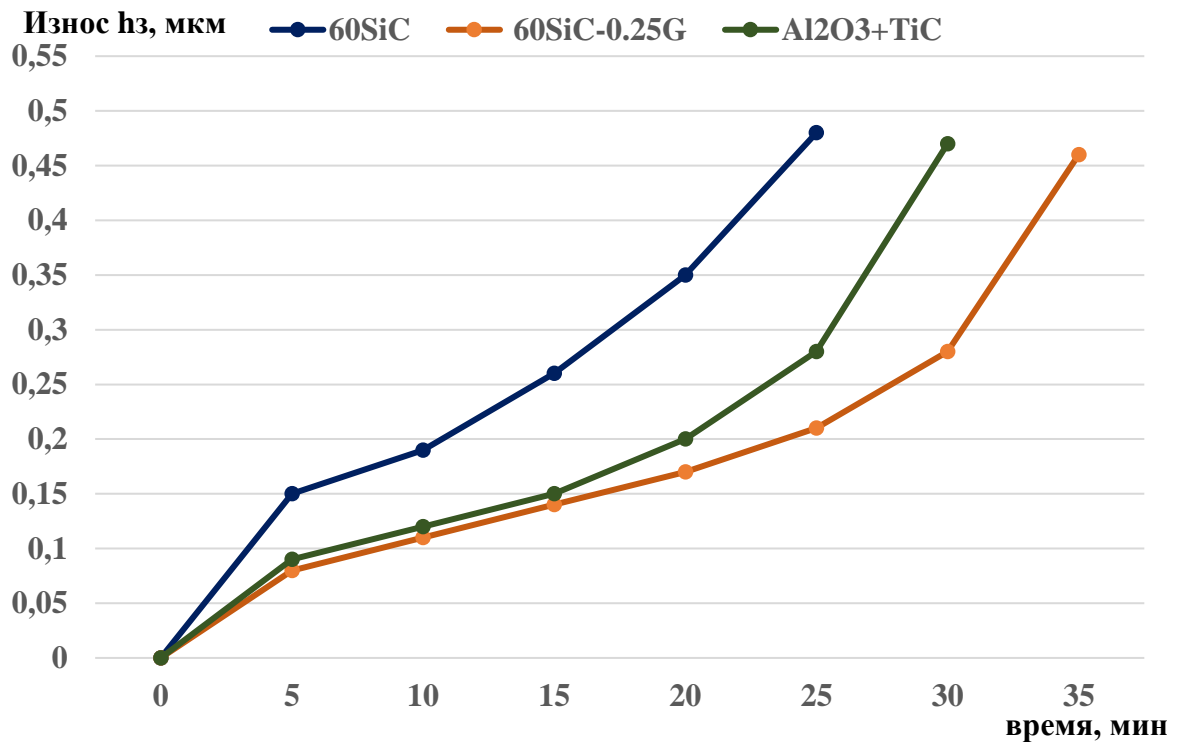


Рисунок 5.20 – Износ по задней поверхности исследованных материалов от времени

Полученные данные при исследовании влияния режимов резания закаленной стали ШХ15 на стойкость инструмента при ее точении коммерческим инструментом из $Al_2O_3 + TiC$ и разработанными материалами 60SiC и 60SiC-0,25G показало, что материал 60SiC-0,25G имеет на 52% и 16% большую стойкость по сравнению с режущими пластинами из 60SiC и режущая керамика $Al_2O_3 + TiC$, соответственно.

Повышение стойкости инструмента из керамики 60SiC-0,25G может быть объяснено присутствием в структуре графена, который имеет отличные трибологические и механические свойства. Кроме того, образование оксида бора и оксида титана из-за окисления TiB_2 при его взаимодействии с воздухом на высоких температурах, может объяснить наблюдаемое повышение стойкости.

5.3.1. Взаимосвязь износа режущих пластин из керамики 60SiC-0,25G по полному факторному эксперименту

В данном разделе проведено исследование влияния параметров обработки на износ по задней поверхности (h_3) режущих пластин с использованием метода полного факторного эксперимента (ПФЭ-2³) для керамики 60SiC-0,25G. В таблице 5.6 представлен план эксперимента для керамики 60SiC-0,25G. Значения износа, были получены после 10 минут на указанных режимах обработки.

Выводимая математическая модель будет имеет форму полинома первой степени с учётом эффекта взаимодействия факторов, представленной в уравнении 5.10. Независимые переменные значения логарифмов скорости, подачи и глубины резания, будут рассчитываться по формуле 5.11, а значение факторов по формулам 5.12. Среднее значение факторов будут следующие:

$$\bar{x}_{10} = \frac{\ln(v)_{max} + \ln(v)_{min}}{2} = \frac{5,52 + 3,91}{2} = 4,715$$

$$\bar{x}_{20} = \frac{\ln(s)_{max} + \ln(s)_{min}}{2} = \frac{-1,2 + (-2,30)}{2} = -1,75$$

$$\bar{x}_{30} = \frac{\ln(t)_{max} + \ln(t)_{min}}{2} = \frac{-0,51 + (-2,30)}{2} = -1,405$$

Таблица 5.6 – План эксперимента для керамики 60SiC-0,25G.

№	Факторы													Экспериментальные данные	
	факторы			натуральный логарифм факторов			кодированные значения								
	Скорость резания, V (мм/мин)	Подача, s (мм/об)	Глубина разания, t (мм)	Ln(V)	Ln(s)	Ln(t)	x ₁	x ₂	x ₃	x _{1x₂}	x _{1x₃}	x _{2x₃}	x _{1x₂x₃}	Износ, h ₃ (мкм)	Ln(h ₃)
1	250	0,3	0,6	5,52	-1,20	-0,51	-	-	+	+	-	-	+	0,364	-1.01
2	250	0,3	0,1	5,52	-1,20	-2,30	+	-	-	-	-	+	+	0,281	-1.27
3	250	0,1	0,6	5,52	-2,30	-0,51	-	+	-	-	+	-	+	0,168	-1,78
4	250	0,1	0,1	5,52	-2,30	-2,30	+	+	+	+	+	+	+	0,105	-2.25
5	50	0,3	0,6	3,91	-1,20	-0,51	-	-	-	+	+	+	-	0.121	-2.11
6	50	0,3	0,1	3,91	-1,20	-2,30	+	-	+	-	+	-	-	0,084	-2.48
7	50	0,1	0,6	3,91	-2,30	-0,51	-	+	+	-	-	+	-	0,069	-2.67
8	50	0,1	0,1	3,91	-2,30	-2,30	+	+	-	+	-	-	-	0,042	-3.17

Среднее значение интервальное варьирование фактора будут следующие:

$$I_1 = \frac{\ln(v)_{max} - \ln(v)_{min}}{2} = \frac{5,52 - 3,91}{2} = 0,805$$

$$I_2 = \frac{\ln(s)_{max} - \ln(s)_{min}}{2} = \frac{-1,2 - (-2,30)}{2} = 0,55$$

$$I_3 = \frac{\ln(t)_{max} - \ln(t)_{min}}{2} = \frac{-0,51 - (-2,30)}{2} = 0,09$$

Подставляя эти значения в формулу независимых переменных значений (5.11), получим:

$$x_1 = \frac{\ln(v) - 4,715}{0,805}$$

$$x_2 = \frac{\ln(s) - (-1,75)}{0,55}$$

$$x_3 = \frac{\ln(t) - (-1,405)}{0,09}$$

Рассчитанные коэффициенты регрессионной модели по формуле 5.13 следующие:

$$b_0 = -2,09; \quad b_1 = -0,11; \quad b_2 = -0,22; \quad b_3 = 0,1;$$

$$b_1b_2 = 0,01; \quad b_1b_3 = 0,06; \quad b_2b_3 = 0,07; \quad b_1b_2b_3 = -0,25$$

После проверки значимости коэффициентов модели, они совместно с независимыми переменными были подставлены в полиномиальное уравнение (5.10):

$$\ln R_a = -2,09 + (-0,11) \left(\frac{\ln(v) - 4,715}{0,805} \right) + (-0,22) \left(\frac{\ln(s) - (-1,75)}{0,55} \right) + (0,1) \left(\frac{\ln(t) - (-1,405)}{0,09} \right)$$

$$+ (0,01) \left(\left(\frac{\ln(v) - 4,715}{0,805} \right) \left(\frac{\ln(s) - (-1,75)}{0,55} \right) \right) + (0,06) \left(\frac{\ln(v) - 4,715}{0,805} \right) \frac{\ln(t) - (-1,405)}{0,09} +$$

$$(0,07) \left(\frac{\ln(s) - (-1,75)}{0,55} \right) \left(\frac{\ln(t) - (-1,405)}{0,09} \right) + (-0,25) \left(\frac{\ln(v) - 4,715}{0,805} \right) \left(\frac{\ln(s) - (-1,75)}{0,55} \right) \left(\frac{\ln(t) - (-1,405)}{0,09} \right)$$

После осуществления необходимых математических операции, а именно раскрытия скобок и упрощения, полиномиальное уравнение получило следующий вид:

$$\ln R_a = -4,525 + \ln (V^{0,7906+0,1057 \ln(s)-0,06845 \ln(t)-0,02524 \ln(s) \ln(t)} \cdot S^{0,06211+0,03265} \cdot t^{0,3951}) \quad (5.20)$$

После преобразования модели из независимых переменных в соотношение физических величин, была получена следующая регрессионная модель:

$$h_3 = 0,01 \cdot V^{0,7906+0,1057 \ln(s)-0,06845 \ln(t)-0,02524 \ln(s) \ln(t)} \cdot S^{0,06211+0,03265 \ln(t)} \cdot t^{0,3951} \quad (5.21)$$

Анализ результатов ПФЭ был выполнен с помощью программ Minitab и показал, что регрессионная модель (5.21) является адекватной в исследованной области. Для расчета прогнозируемых значений износа по задней поверхности (h_3) и для построения поверхности отклика шероховатости от скорости резания,

подачи и глубины резания, рисунок. 5.21.-5.23. на основании расчетных результатов, полученных по регрессионной модели (5.21), была использована программа Microsoft Excel.

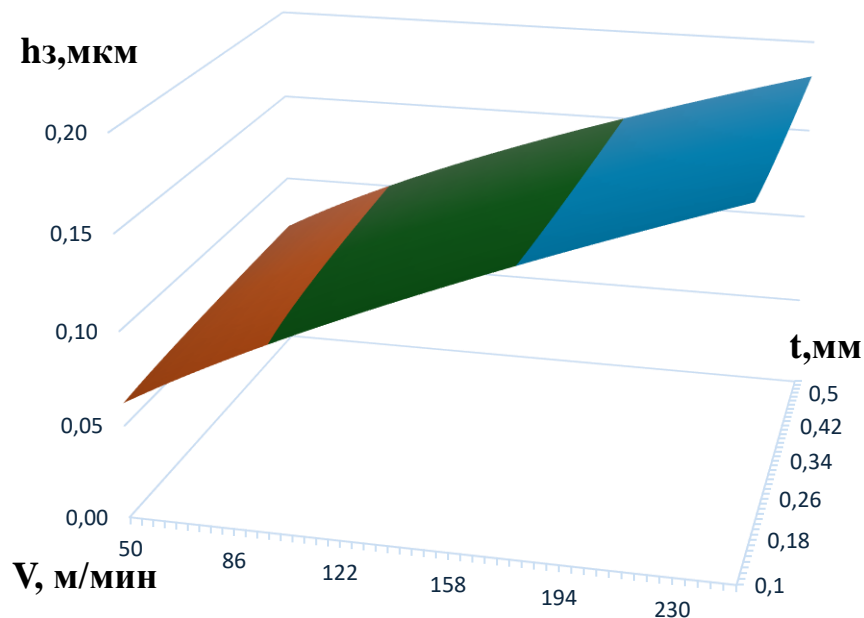


Рисунок 5.21. Поверхность отклика износа режущей пластины от скорости и глубины резания при постоянной подаче $s = 0,1$ мм/об

На рисунке 5.21 представлена поверхность отклика прогнозируемых значений износа режущей пластины из разработанной керамики 60SiC-0,25G от скорости и глубины резания при постоянной подаче $s = 0,1$ мм/об. На этом рисунке можно заметить, что увеличение скорости резания ведет к резкому увеличению величины износа h_3 , а увеличение глубины резания ведет к незначительному его увеличению.

Кроме того, на рисунке 5.22 представлена взаимосвязи прогнозируемых значений износа режущей пластины по задней поверхности от скорости резания и подачи при постоянной глубине $t = 0,4$ мм, которая показывает, что увеличение скорости резания при маленьких подачах ($s = 0,1$ мм/об) приводит к медленному увеличению износа пластины, а при больших подачах ($s = 0,3$ мм/об) ведет к резкому увеличению износа. С другой стороны, увеличение подачи при малых скоростях ($V = 50$ м/мин) приводит к медленному увеличению износа пластины, а

при больших скоростях ($V = 250$ м/мин) ведет к резкому повышению износа.

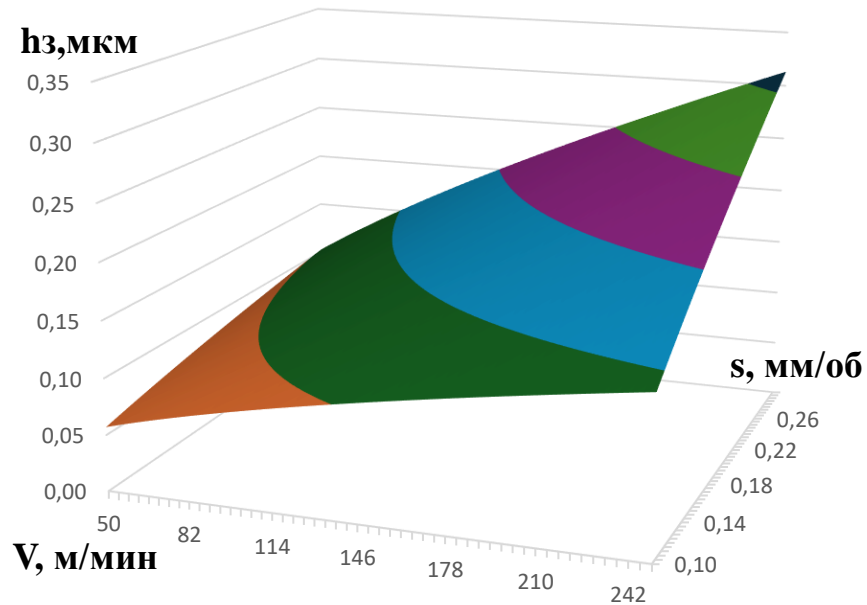


Рисунок 5.22. Зависимости износа режущей пластины от скорости резания и подачи при постоянной глубине $t = 0,4$ мм

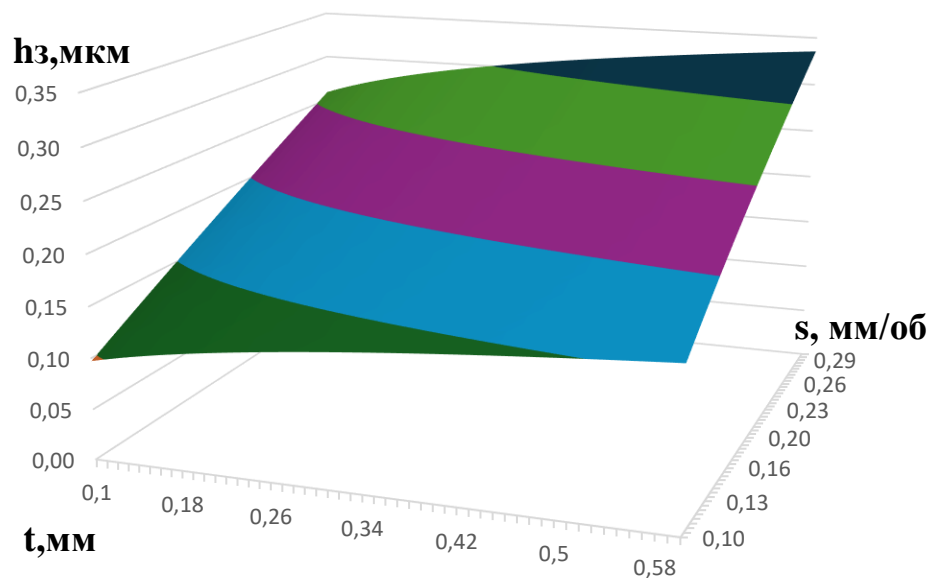


Рисунок 5.23. Зависимости износа режущей пластины от глубины резания и подачи при постоянной скорости резания 250 м/мин

Поверхность отклика взаимосвязи износа режущей пластины от глубины резания и подачи при постоянной скорости резания $V = 250$ м/мин, представлена

на рисунке 5.23 показывает, что увеличение глубины резания подачи ведет к медленному повышению износа, а увеличение подачи при малых и больших скоростях приводит к резкому повышению износа.

5.4. Выводы по главе 5

1. Разработанные керамические материалы 60SiC и 60SiC-0,25G обладают электропроводностью, обеспечивающей возможность электроэрозионной обработки спеченных дисковых изделий для изготовления сменных многогранных режущих пластин, что позволило сократить время изготовления изделий и уменьшить количество дефектов в поверхностном слое.

2. Исследование влияния режимов резания закаленной стали ШХ15 на качество обработанной поверхности при ее точении коммерческим инструментом из $Al_2O_3 + TiC$ и разработанными материалами 60SiC и 60SiC-0,25G показало снижение шероховатости до 70% при обработке режущим материалом из 60SiC-0,25G.

3. Стойкость материала 60SiC-0,25G при точении закаленной стали ШХ15 по результатам испытаний выше, чем у материалов 60SiC и $Al_2O_3 + TiC$ на 52 % и 16 % соответственно.

4. Повышение стойкости инструмента из материала 60SiC-0,25G было достигнуто за счет наличия в матрице восстановленного графена, обладающего низким коэффициентом трения и высокими механическими свойствами, способствующего повышению прочности материала за счет способности к самовосстановлению повреждений, возникающих в поверхностном слое разработанной режущей керамики, а также образованию новых соединений с низким коэффициентом трения (B_2O_3 , TiO_2 , и TiC).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Полученные результаты исследований позволяют сделать следующие выводы:

1. Установлено, что композит с составом 60SiC-25TiB₂-15TiC (об.%) (далее 60SiC), полученный методом искрового плазменного спекания (ИПС) при температуре спекания 1800°C, скорости нагрева 100°C/мин, давлении 80 МПа, и изотермической выдержке 3 мин., обладает необходимыми физико-механическими свойствами (относительной плотностью – 98,5%, прочностью на изгиб – 445 МПа, твердостью – 20 ГПа и трещиностойкостью – 6.6 МПа·м^{1/2}) для его применения в качестве режущей керамики. Кроме того, этот композит характеризуется достаточной электропроводностью для обеспечения электроэрозионной обработки.

2. Впервые предложены схемы консолидации системы SiC-TiB₂-TiC с помощью технологии ИПС в зависимости от ее состава, на основании наблюдения и полученных результатов.

3. Выявлено, что введение 0,25 об.% оксида графена в порошковую шихту системы 60SiC обеспечивает повышение физико-механических свойств спеченных композитов (относительная плотность – 99,85%, прочность на изгиб - 582,81 МПа, и твердость - 22,2 ГПа), при незначительном снижении трещиностойкости до 6,3 МПа м^{1/2}.

4. Рациональными режимами ИПС порошковой системы 60SiC, содержащей 0,25 об.% оксида графена, являются: температура спекания 1870°C, скорость нагрева 100°C/мин, время выдержки 5 минут и давление 80 МПа.

5. Композит 60SiC-0,25G обладает способностью к восстановлению предела прочности на 107% за счет самовосстановления возникающих в поверхностном слое повреждений при температуре 800°C в течение 60 минут на воздухе. При этом, термическая обработка при 800°C и без выдержки позволяет восстановить предел прочности на 103%.

6. Были изготовлены сменные многогранные режущие пластины

методом электроэрозионной обработки (ЭЭО) разработанных электропроводящих композитов 60SiC и 60SiC-0,25G.

7. Рациональными режимами ЭЭО, при которых достигаются толщина белого слоя – 3,16 мкм и шероховатость обработанной поверхности $Ra = 0,874$ мкм, композитов 60SiC и 60SiC-0,25G, являются: напряжение разряда - 48 В; длительность импульса - 1,0 мкс; частота импульсов - 10 кГц; скорость перемотки проволоки - 8 м/мин.

8. Выявлено, что при точении закаленной стали ШХ15 твердостью HRC 58, стойкость инструмента из материала 60SiC-0,25G повышается на 52 и 16% по сравнению с композитом 60SiC и коммерческой режущей керамикой Al_2O_3+TiC , соответственно.

9. Установлено, что повышение стойкости инструмента из 60SiC-0,25G связано с присутствием графена, повышением прочности материала за счет самовосстановления повреждений, возникающих в поверхностном слое, и образования новых соединений с низким коэффициентом трения (B_2O_3 , TiO_2 , и TiC).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Краско А.С. Повышение производительности изготовления ответственных деталей машин посредством применения метода твердого точения/ Баранова Н. С. Сухоруков К. А. Гусев И. В. «Оптические технологии, материалы и системы» («Оптотех - 2022»)
2. Кушнер В. С. Анализ характеристик черновой токарной обработки стальных деталей на основе термомеханического подхода / Безнин А.С., Воробьев А. А.// Вестник КГУ 2005.
3. Grzesik, W. Wear development on wiper Al_2O_3 -TiC mixed ceramic tools in hard machining of high strength steel. Wear, 266 (9-10), 1021–1028. doi:10.1016/j.wear.2009.02.010; 2009.
4. <https://metal.nestormedia.com/index.pl?act=PRODUCT&id=816>
5. Пронин А. И., Исследование динамики параметров обработки на режимах твердого точения / Мыльников В. В., Валько Д.А., Севрюков А.С. // НАУКА и ТЕХНИКА. 2023;22(6):470-476. <https://doi.org/10.21122/2227-1031-2023-22-6-470-476>].
6. Sood R. Turning of Hardened Steels / Guo C., & Malkin S. // Journal of Manufacturing Processes, 2(3), 187–193. doi:10.1016/s1526-6125(00)70120-4, 2000.
7. Shihab S. K. A review of turning of hard steels used in bearing and automotive applications// Khan Z. A., Mohammad A., & Siddiquee A. N. // Production & Manufacturing Research, 2(1), 24–49. doi:10.1080/21693277.2014.881728, 2014/
8. Volosova, M.A. Influence of Surface Layer Condition of Al_2O_3 +TiC Ceramic Inserts on Quality of Deposited Coatings and Reliability during Hardened Steel Milling/ Stebulyanin, M.M.; Gurin, V.D.; Melnik, Y.A // Coatings 2022, 12, 1801. <https://doi.org/10.3390/coatings12121801>.
9. Схиртладзе, А. Г. Режущий инструмент / Кожевников Д. В. Гречишников В. Л., Кирсанов С. В., Кокорев В. И // Издательство: МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2007.
10. Гершон, Хариф. Режущие инструменты, держатели режущего

инструмента и режущие выставки для режущего инструмента / Гершон, Хариф// патент RU 2720466 С2, 2020.

11. Эдман, Й. Способ изготовления режущего инструмента и режущий инструмент / Эдман Й., Зариф Юсефиан Н // RU 2687623 С2, 2019.

12. Гершон, Хариф. Режущий инструмент с охлаждающим механизмом, а также режущий элемент и держатель инструмента для него / Гершон, Хариф// патент RU 2604547 С2, 2016.

13. Григорьев, С.Н. Обработка резанием в автоматизированном производстве / С. Н. Григорьев, А. Р. Маслов // Учебник для ВУЗов, М.: Машиностроение – 2008–330 с.

14. Боровский, Г.В. Справочник инструментальщика / Боровский Г.В., Григорьев С. Н., Маслов А. Р. // Под общей редакцией А. Р. Маслова. М.: Машиностроение – 2007–464 с: ил. 9.

15. Волосова, М.А. Инструмент высокоэффективных технологий / М.А. Волосова, С. Н. Григорьев, А. Р. Маслов // М.: Изд-во «ИТО» – 2011–224 с.

16. Фельдштейн Е.Э., Корниевич М.А. Металлорежущие инструменты: справочник конструктора / Фельдштейн Е.Э., Корниевич М.А. // Мн.: Новое знание, 2009. – 1039 с.

17. Зубков Н. Н. Инструментальные материалы для изготовления лезвийных инструментов / Зубков Н. Н. // Наука и образование: научное издание МГТУ им. Н. Э. Баумана. – 2013. – № 5. – С. 75–98.

18. Smith G./ Cutting Tool Technology: Industrial Handbook - London: Springer-Verlag London Limited, 2008. – 559 p.

19. Григорьев С. Н. / Технологические методы повышения износостойкости контактных площадок режущего инструмента / Григорьев С.Н., Табаков В.П., Волосова М.А. // Старый Оскол: ТНТ, 2011.– 378 с.

20. Гречишников, В.А. Режущий инструмент из современных материалов / В.А. Гречишников, А. Р. Маслов // Справочник. Инженерный журнал с приложением № 5–2011 – 32с.

21. Арзамасов Б.Н. Справочник по конструкционным материалам /

Арзамасов Б.Н., Соловьева Т. В., Герасимов С. А. и др. // Справочник – М.: МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2005. – 640 с.

22. Klocke F./ Manufacturing Processes 1: Cutting – Berlin: Springer-Verlag, 2011. 504 p

23. Davim P. / Machining: Fundamentals and Recent Advances – London: Springer-Verlag London Limited, 2008. – 361 p.

24. Белов, А.Ф. Структура и свойства авиационных материалов / А. Ф. Белов // М.: Металлургия. – 1989 – 460с.

17. Захаров, О.В. Токарные резцы: учеб. пособие / О. В. Захаров, А.Ф. Балаев // Сарат. гос. техн. ун-т., 2008. – 108 с.

18. Горелов, В.А. Разработка методов и средств эффективного выбора режимов резания труднообрабатываемых материалов на основе термосиловых характеристик процессов. Дисс. На соиск. Учен. Степени д–ра техн. наук. М.: МГТУ «Станкин», 2007. – 387 с.

19. Маслов А. Р. / Инструментальные системы машиностроительных производств: М.: Машиностроение, 2006.–336 с.

20. Борисов А. А. / Производство и эксплуатация современного режущего инструмента / Борисов А. А., Боровский Г.В., Вычеров В.А. и др. // М.: Издательство “ИТО”, 2011.– 104 с

21. Гречишников В.А. Справочник конструктораинструментальщика / Под ред. Гречишников В.А. и Кирсанов С. В. // М.: Машиностроение, 2006.–542 с.

22. Григорьев, С.Н. Нанесение износостойких покрытий на режущую керамику / С. Н. Григорьев, М.А. Волосова // ИТО: инструмент, технология, оборудование – 2005–№9 – С. 17–20.

23. Григорьев, С.Н. Перспективы применения инструментов с керамическими режущими пластинами в современной металлообработке / С. Н. Григорьев, В. В. Кузин // Стекло и керамика – 2011–№8 – с. 17–22.

24. Кузин, В.В. Эффективное применение высокоплотной керамики для изготовления режущих и деформирующих инструментов / В. В. Кузин // Новые огнеупоры – 2010 – №12 – С. 13–19.

25. Кузин, В.В. Инструменты с керамическими режущими пластинами / В. В. Кузин // Монография, Москва – 2006 – 160с.
26. Gogotsi, G.A. Fracture Toughness of Ceramics and Ceramic Composites / G. A. Gogotsi // Ceramics International – 2003 – Vol. 29 – pp. 777 – 784.
27. Таратынов О.В. Металлорежущие системы машиностроительных производств / Босинзон М.А., Черпаков Б.И. // М.: МГИУ, 2006. – 488 с.
28. Безъязычный В.Ф. Расчет режимов резания // Учебно-методическое пособие. / Аверьянов И. Н., Кордюков А.В. и др. // М.: Машиностроение, 2010. – 270 с.
29. Davim P. / Machining of Hard Materials – London: Springer-Verlag London Limited, 2011. – 211 p.
30. Новиков Н. В. / Инструменты из сверхтвердых материалов // Под ред. Новиков Н. В. – М: Машиностроение, 2005.–555 с.
31. Украинская ассоциация сталеплавильщиков [Электронный ресурс]. – URL: <http://www.uas.su> (дата обращения 22.12.2013).
32. Булатов О.Н./ Разработка инструментальной режущей керамики на основе кубического нитрида бора/ кандидат наук, 2020.
33. Chen J. Characterization of sintered TiC–SiC composites / Chen J. / Li W., Jiang W // Ceram. Int. no. 35(8), pp. 3125–3129, 2009. Gadow R./ Advanced Ceramics and Applications / Gadow R., Mitic V., De Gruyter // Berlin, Germany, 2021
34. Shaffer P.T.B. / The SiC phase in the system SiC–B₄C–C Mater. Res. Bull. no. 4(3), pp. 213-219, 1969.
35. Lee S.K. Crack-healing behavior and resultant strength properties of silicon carbide ceramic / Lee S.K. Ishida, W., Lee, S.Y., Nam K.W., Ando K // J. Eur. Ceram. Soc. no. 25(5), pp. 569–576, 2005.
36. Li W.J. Preparation of TiC–TiB₂–SiC Ternary Eutectic Composites by Arc-Melting and Their Characterizations / Li W.J. Tu R., Goto T. // Mater. Trans. no. 47(4), pp. 1193–1197, 2006.
37. Borrero-López O. Microstructural design of sliding-wear-resistant liquid-phase-sintered SiC: An overview / Borrero-López O. Ortiz A.L., Guiberteau F., Padture

N.P // J. Eur. Ceram. Soc. no. 27(11), pp. 3351–3357, 2007.

38. Janney M / Mechanical properties and oxidation behavior of a hot pressed SiC-15 vol% TiB₂ composite”, Am. Ceram. Soc. Bull. vol. 66, pp. 322–324, 1987.

39. Chin H.S. A Review on Die Attach Materials for SiC-Based High-Temperature Power Devices / Chin H.S. Cheong, K.Y., Ismail A.B. // Metall. Mater. Trans. no. 41(4), pp. 824–832, 2010.

40. Cho K.S. SiC-TiC and SiC-TiB₂ composites densified by liquid-phase sintering / Cho K.S. Kim Y.W., Choi H.J., Lee J.G. // J. Mater. Sci. no. 31(23), pp. 6223–6228, 1996.

41. Zhu S / Monotonic tension, fatigue and creep behavior of SiC-fiber-reinforced SiC-matrix composites: a review // Compos. Sci. Technol. no. 59(6), pp. 833–851, 1999.

42. Vallauri D. TiC–TiB₂ composites: A review of phase relationships, processing and properties / Vallauri D. Atías Adrián I.C., Chrysanthou A. // J. Eur. Ceram. Soc. no. 28(8), pp. 1697–1713, 2008.

43. Mediukh N.R. First-principles study of thermodynamic and stability properties of TiC-SiC alloys / Mediukh N.R., Ivashchenko V.I., Pogrebnjak D.A., Shevchenko V.I. // Proceedings of 2016 International Conference on Nanomaterials: Application & Properties (NAP), pp.14-19 Sept. 2016; IEEE: New York.

44. Fernández-Torres L.C. The interaction of ammonia with transition metal carbide surfaces / Fernández-Torres L.C., Perry S.S., Didziulis S.V., Frantz P.P. // Surf. Sci. no. 511(1-3), pp. 121–132, 2022.

45. Fattahi M. Triplet carbide composites of TiC, WC, and SiC / Fattahi M., Delbari S.A., Babapoor, A., Namini A.S., Mohammadi M., Asl M.S // Ceram. Int. no. 46(7), pp. 9070-9078, 2020.

46. Antsiferov V.N. Features of Compaction and Phase Formation in the Ti–Si–C System During Plasma-Arc Sintering / Antsiferov V.N., Kachenyuk M.N., Smetkin A.A. // Refract. Ind. Ceram. no. 56(2), pp.168–171, 2015.

47. Pošarac-Marković M. Erosive wear resistance of silicon carbide-cordierite ceramics: Influence of the cordierite content / Pošarac-Marković M., Veljović D.,

Devečerski A., Matović B., Volkov-Husović T. // Mater. Technol. no. 49(3), pp. 365-370, 2015.

48. Li W. Preparation of Directionally Solidified B_4C - TiB_2 - SiC Ternary Eutectic Composites by a Floating Zone Method and Their Properties / Li W., Tu R., Goto T. // Mater. Trans. no. 46(9), pp. 2067–2072, 2005.

49. Wei G.C. Improvements in Mechanical Properties in SiC by the Addition of TiC Particle / Wei G.C., Becher P.F. // J. Amer. Ceram. Soc. no. 67(8), pp. 571–574, 1984.

50. Cho K.S. / Microstructure and Fracture Toughness of In-situ Toughened SiC - TiC Composites. J. Mater. Sci. Lett. no. 17(13), pp. 1081–1084, 1998.

51. Ohya Y. Sintering of in-Situ Synthesized SiC - TiB_2 Composites with Improved Fracture Toughness / Ohya Y., Hoffmann M.J., Petzow G. // J. Amer. Ceram. Soc. no. 75(9), pp. 2479–2483, 1992.

52. Daniel A., / Mechanical Properties of Reaction Sintered SiC - TiC Composite / Daniel A., Susan B., Vladimir D. K., // ceramics International 7 May 2018.

53. Zou B. Mechanical properties and microstructure of TiB_2 - TiC composite ceramic cutting tool material / Zou B., Huang C., Song J., Liu Z., Liu L., Zhao Y // Int. J. Refract. Metal. Hard Mater. vol. 35, pp. 1–9, 2012.

54. Kwon Y.S. Microstructure of Cu - TiB_2 Nanocomposite during Spark Plasma Sintering / Kwon Y.S., Kim J.S., Park J.J., Kim H.T., Dudina D.V. // Mater. Sci. Forum vol. 449-452, pp. 1113–1116, 2004.

55. Zhao G. Microstructure and mechanical properties of hot pressed TiB_2 - SiC composite ceramic tool materials at room and elevated temperatures / Zhao G., Huang C., Liu H., Zou B., Zhu H., Wang J // Mater. Sci. Eng. A vol. 606, pp.108–116, 2004.

56. Fu J. Effect of mechanical alloying and spark plasma sintering on the microstructure and mechanical properties of ODS / Brouwer J.C., Richardson I.M., Hermans M.J.M. // Eurofer. Mater. Des., 2019, 177, 07849.

57. Thet Naing Soe. The influence of DC pulse current pattern on the different materials properties of samples obtained by spark plasma sintering/ Mikhailov Islamutdin.M, Alexander Malakhinsky, Nestor Washington Solís Pinargote // 8th

International Congress on Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE-2022) October 2–8, 2022, Tomsk, Russia

58. Thet Naing Soe. The DC pulse current pattern influences during spark plasma sintering/ Mikhailov I.M, Nestor Washington Solís Pinargote. // 15th International Conference "Gas Discharge Plasmas and Their Applications" GDP 2021 (Ekaterinburg, September 5–10, 2021)

59. Тет Наинг Со. Влияние импульсов постоянного тока на процесс искрового плазменного спекания/ Солис Пинарготе Нестор Вашингтон, Пристинский Ю. О., Тет У. // Материалы научно-практической конференции с международным участием «Перспективные технологии и материалы», г. Севастополь, 14-16 октября 2020 г, Стр. 124-128.

60. Тет Наинг Со. Effect of the DC pulse current pattern on the different materials properties of samples obtained by spark plasma sintering. / Пристинский Ю.О., Солис Пинарготе Н.В. // XXIII Международная научно-практическая конференция «Инновационные научные исследования: теория, методология, практика», г. Пенза ,10 октября 2020 г, Стр. 19–24.

61. Тет Наинг Со. Spark plasma sintering of various materials on their properties. Effect of DC pulse current patterns. / Тет Наинг Со, Тет У. // IV Международная научно-практическая конференция «SCIENCE AND TECHNOLOGY INNOVATIONS», г. Петрозаводск, 22 октября 2020 г, Стр. 29-34

62. Saheb, N. Spark plasma sintering of metals and metal matrix nanocomposites: a review / N. Saheb // Journal of Nanomaterials. – 2012. – V. 2012(8). – P. 1 – 13.

63. Торресильяс Сан Миллан Р. Основы процесса искрового плазменного спекания нанопорошков/ Солис Пинарготе Н.В, Окунькова А.А, Перетягин П.Ю.

64. Demuyncka, Maryse. Densification of alumina by SPS and HP/ Erauwa, Jean-Pierre; van der Biest, Omer; Delannay, Francis; Cambier, Francis. // A comparative study Journal of the European Ceramic Society, 2012 г.- Т. 32.

65. Rathel, J. Temperature Distribution for Conductive and Non-conductive Materials during Field Assisted Sintering (FAST) / J. Rathel, M. Hermann, W. Beckert

// Journal of the European Ceramic Society. – 2009. – V. 29(8). – P. 1419 – 1425.

66. Guillon, O. Field-Assisted Sintering Technology/Spark Plasma Sintering: Mechanisms, and Technology Developments / O. Guillon, J. Gonzalez-Julian, B. Dargatz, T. Kessel, G. Schierning, J. Rathel, M. Hermann // Advanced Engineering Materials. – 2014. – P. 1 – 20.

67. Suarez, M. Challenges and Opportunites for Spark Plasma Sintering: A Key Technology for a New Generation of Materials / M. Suarez, A. Fernandez, J.L. Menendez, R. Torrecillas, H.U. Kessel, J. Hennicke, R. Kircher, T. Kessel // INTECH. – 2013. – V. 13. – P. 319 – 342.

68. Orru R., et al./ Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering. Mater. Sci. and Eng. R- 2009, 63, 127.

69. Kumar, D.B. Review of Spark Plasma Sintering Process/ B.S Babu, K.M Aravind Jerrin, N Joseph, A Jiss. // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering- 2020, 993.

70. Xie et al. Frequency effect on pulse electric current sintering process of pure alumina/ Ohashi, O., Chiba, K., Yamaguchi, N., Song, M.H., Furuya, K., Noda, T. // Materials Science and Engineering 2003, A359, 384-390.

71. Munir, Z.A. The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: A review of the spark plasma sintering method. / Munir, Z.A. Anselmi-Tamburini, U. Ohyanagi M. // Journal of Material Science. – 2006, – V. 41(3). – P. 763 – 777.

72. Kessel H.U. Rapid sintering of novel materials by FAST/SPS—further development to the point of an industrial production process with high-cost efficiency/ Hennicke J., Kirchner R., Kessel T. // FCT Systeme GmbH, Rauenstein, Germany.2010.

73. Weston N.S. Processing metal powders via field assisted sintering technology (FAST): a critical review/ Thomas B., Jackson M. // Mater. Sci. Technol., 2019, 35, 1306.

74. Cramer C.L., et al. / Reaction-bond composite synthesis of SiC-TiB₂ by spark plasma sintering/field-assisted sintering technology (SPS/FAST). Ceram. Soc., 2020, 40, 988.

75. Taki Y. Electrical and thermal properties of off-stoichiometric SiC prepared by spark plasma sintering/ Kitiwan M., Katsui H., Goto T. J.// *Asian Ceram. Soc.* 2018, 6, 95–101.
76. Yushin D.I. Spark plasma sintering of cutting plates/ Smirnov A.V., Solis Pinargote N., Peretyagin P.Y., Kuznetsov V.A., Torrecillas R.// *Russ. Eng. Res.* 2016, 36, 410–413.
77. Gutiérrez-González C.F. Longer-lasting Al₂O₃-SiCw-TiC cutting tools obtained by spark plasma sintering/ Pozhidaev S., Rivera S., Peretyagin P., Solís, W., Díaz L.A., Fernández A., Torrecillas R.// *Int. J. Appl. Ceram. Technol.* 2017, 14, 367–373.
78. Mestral F. Ceramic composites: TiB₂-TiC-SiC/ Thevenot F.// *J. Mater. Sci.* 1991, 26(20), 5547–5560.
79. Clijsters S. B. EDM technology and strategy development for the manufacturing of complex parts in SiSiC/ Liu K., Reynaerts D., Lauwers J.// *Mater. Process. Technol.* 2010, 210, 631–641.
80. Grigoriev S.N. WEDM as a Replacement for Grinding in Machining Ceramic Al₂O₃-TiC/ Nadykto A.B., Volosova M.A., Zelensky A.A., Pivkin P.M.// *Cutting Inserts. Metals* 2021, 11, 882.
81. Grigoriev S.N. Electrical discharge machining of oxide and nitride ceramics: A review/ Hamdy K., Volosova M.A., Okunkova A.A., Fedorov S.V.// *Mater. Des.* 2021, 209, 109965.
82. Pinargote NWS. Investigation of the WEDM Parameters' Influence on the Recast Layer Thickness of Spark Plasma Sintered SiC-TiB₂-TiC Ceramic/ Malakhinsky A., Soe TN., Pristinskiy Y., Smirnov A., Meleshkin Y., Apelfeld A., Peretyagin N., Peretyagin P., Grigoriev SN. // *Coatings*, 2023, 13 (10), 1728. DOI10.3390/coatings13101728.
83. Jeong, H. Thermal stability of graphite oxide / H. Jeong, Y.P. Lee, M.H. Jin, E.S. Kim, J.J. Bae, and Y.H. Lee // *Chemical Physics Letters* – 2009 – Vol. 470(4). – pp. 255–258.
84. Geim, A.K. The rise of graphene. / A.K. Geim, K.S. Novoselov // *Nature*

Materials. – 2007. – V. 6. – P. 183 – 191.

85. Choi, S.M., Nanocomposites—A new material design concept / S.M. Choi and H. Awaji // Science and Technology of Advanced Materials – 2005 – Vol. 6. – pp. 2–10.

86. Таратайко А. В. Синтез оксида графена по модифицированному методу Хаммерса/ Мамонтов Г. В. // Вестник Томского государственного университета. Химия 2023.

87. Панина Л.В. Влияние условий сушки на структурные характеристики пленок оксида графена, полученных из пенографита/ Ефимова О.С., Попова А.Н., Исмагилов// Вестник Кузбасского государственного университета. 2021.

88. Стандарт ASTM B962 – 17 Standard Test Methods for Density of Compacted or Sintering Powder Metallurgy (PM) Products Using Archimedes Principle // Дата публикации 01.01.2017.

89. Стандарт ASTM C1327 – 082008 Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics // Дата публикации 01.01.2015.

90. ASTM C1161 - 18 Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature, 2013, 19.

91. Grigoriev, S.N.; Pristinский, Y.; Soe, T.N.; Malakhinsky, A.; Mosyanov, M.; Podrabinnik, P.; Smirnov, A.; Solís Pinargote, N.W. Processing and Characterization of Spark Plasma Sintered SiC-TiB₂-TiC Powders. Materials 2022, 15, 1946. <https://doi.org/10.3390/ma15051946>.

92. Sergey N. Grigoriev. Granulation of Silicon Nitride Powders by Spray Drying: A Review/ Thet Naing Soe, Alexander Malakhinsky, Islamutdin Makhadilov, Vadim Romanov, Ekaterina Kuznetsova, Anton Smirnov, Pavel Podrabinnik, Roman Khmyrov, Nestor Washington Solís Pinargote, Alexandra Yu. Kurmysheva. // Materials, 18 July 2022, Basel, Switzerland. - № 15 (5). – p. 4999.

93. Sergey N. Grigoriev. Peculiarities of γ - Al₂O₃ crystallization on the surface of h-BN particles / Thet Naing Soe, Elena A. Trusova, Asya M. Afzal, Alexandra Yu. Курмышова, Екатерина Кузнецова, Антон Смирнов, Нестор Вашингтон Солис Пинарготе. // Materials, November 2022 Basel, Switzerland. - № 15 (22). – 8054.

94. Тет Наинг Со, Я. Р. Мелешкин, А. Смирнов, Н.В. Солис Пинарготе. Физико-механические свойства спеченных композитов SiC-TiB₂-TiC методом искрового плазменного спекания. Вестник МГТУ «Станкин». 2024. No 1 (68).
95. Mestral F. Ceramic composites: TiB₂-TiC-SiC/ Thevenot F. // *J. Mater. Sci.* 1991, 26(20), 5547–5560.
96. Li W.-J. Preparation of TiC-TiB₂-SiC Ternary Eutectic Composites by Arc-Melting and Their Characterizations/ Tu R., Goto T. // *Mater. Trans.* 2006, 47(4), 1193–1197.
97. Luzhkova A.P. Carbothermal synthesis of the SiC-TiC-TiB₂ eutectic system, mechanical properties of the SiC-TiC-TiB₂ material based on submicron powders with a nanoscale component/ Boikov S.Yu., Ordanyan S.S., Rummyantsev V.I. // Rusnanotech 2011. IV Nanotechnology International Forum. Moscow. October 26-28, 2011. (orig.: Лужкова, А.П. Бойков, С.Ю., Ордастьян, С.С., Румянцев В.И. Карботермический синтез эвтектической системы SiC-TiC-TiB₂, механические свойства материала SiC-TiC-TiB₂ на основе субмикронных порошков с наноразмерной составляющей).
98. Sun P.Q. Research on Microstructures and Properties of in-situ Synthesis of TiB₂-TiC_{0.8}-SiC Multiphase Ceramics/ Zhu D.G., Jiang X.S., Sun H.L., Xia Z.H. // *Journal of Inorganic Materials* 2013, 28(4), 363-368.
99. Cai X. Q., Microstructural evolution and mechanical properties of TiB₂-TiC-SiC ceramics joint brazed using Ti-Ni composite foils/ Wang D. P., Wang Y., Yang Z. W. // *J. Eur. Ceram. Soc* 2020, 40(9).
100. Danilovich D.P. Ceramic matrix materials in the SiC-TiB₂-(TiC, B₄C, AlN) system. Ph.D. Thesis, St. Petersburg State Institute of Technology, St. Petersburg, Russia, 4 June 2019. (orig.: Данилович Д. П. Керамоматричные материалы в системе SiC-TiB₂-(TiC, B₄C, AlN). Диссертация на соискание ученой степени к.т.н., Санкт-Петербургский государственный технологический институт (технический университет), Санкт-Петербург, Россия, 4 июня 2019 г.)
101. Zhang G.J. Preparation, and microstructure of TiB₂-TiC-SiC platelet-reinforced Ceramics by reactive hot-pressing / Yue X.M., Jin, Z.Z. // *J. Eur. Ceram.*

Soc. 1996, 16, 1145–1148.

102. Zhao G. Microstructure and mechanical properties at room and elevated temperatures of reactively hot pressed TiB₂–TiC–SiC composite ceramic tool materials/ Huang C., He N., Liu H., Zou B. // *Ceram. Int.* 2016, 42(4), 5353–5361.

103. Zhao G., Fabrication and cutting performance of reactively hot-pressed TiB₂-TiC-SiC ternary cutting tool in hard turning of AISI H13 steel/ Huang C., He N., Liu H., Zou B.// *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 2016, 91(1-4), 943–954.

104. Wäsche R. In situ formation of tribologically effective oxide interfaces in SiC-based ceramics during dry oscillating sliding/ Klaffke, D.// *Tribology Letters* 1998, 5(2/3), 173–190.

105. Tu R. Phase Orientation of a TiC-TiB₂-SiC Ternary Eutectic Composite Prepared by An FZ Method/ Li W., Goto T.// *Materials Science Forum* 2007, 534-536, 1057–1060.

106. Song Y. L. TiB₂-TiC-SiC composites prepared through high-gravity field activated SHS/ Pan, C. Z.; Zhang, J.; Zhu, B.// *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 2018, 382, 022048.

107. Wäsche R. Oscillating sliding wear behaviour of SiC, TiC, TiB₂, 59SiC–41TiB₂ and 52SiC–24TiC–24TiB₂ materials up to 750°C in air/ Yarim R., Klaffke D., Hartelt M.// *Tribotest* 2006, 12(2), 99–111.

108. Fattahi M. Influence of TiB₂ content on the properties of TiC–SiCw composites/ Pazhouhanfar Y., Delbari S. A., Shaddel S., Sabahi Namini A., Shahedi Asl, M.// *Ceram. Int.* 2019, 46(6).

109. Taki Y. Electrical and thermal properties of off-stoichiometric SiC prepared by spark plasma sintering/ Kitiwan M., Katsui H., Goto T. J.// *Asian Ceram. Soc.* 2018, 6, 95–101.

110. Yushin D.I. Spark plasma sintering of cutting plates/ Smirnov A.V., Solis Pinargote N., Peretyagin P.Y., Kuznetsov V.A., Torrecillas R.// *Russ. Eng. Res.* 2016, 36, 410–413.

111. Sharma A. Machining of ceramic materials: A state-of-the-art review/

Babbar A., Tian Y., Pathri B.P., Gupta M., Singh R.// *Int. J. Interact. Des. Manuf.* 2022, 1–21.

112. Alhudaib A. Experimental Investigation on Silicon Powder Mixed-EDM of Nimonic-90 Superalloy/ Shandilya P, Rauniyar AK, Bisaria H.// *Metals.*, 2021, 11(11), 1673. DOI: 10.3390/met11111673.

113. Centeno A. Graphene for tough and electroconductive alumina ceramics/ Rocha V.G., Alonso B., Fernández A., Gutierrez-Gonzalez C.F., Torrecillas R., Zurutuza A.// *J. Eur. Ceram. Soc.* 2013, 33(15-16), 3201–3210.

114. Grigoriev S. Effect of graphene addition on the mechanical and electrical properties of Al_2O_3 -SiCw ceramics/ Peretyagin P., Smirnov A., Solis W., Diaz L.A., Fernandez A., Torrecillas R. J.// *Eur. Ceram. Soc.* 2017, 37, 2473–2479.

115. Jeong, H. Thermal stability of graphite oxide / Y.P. Lee, M.H. Jin, E.S. Kim, J.J. Bae, and Y.H. Lee // *Chemical Physics Letters* – 2009 – Vol. 470(4). – pp. 255–258.

116. Geim, A.K. The rise of graphene. / Novoselov K.S. // *Nature Materials.* – 2007. – V. 6. – P. 183 – 191.

117. Smirnov A. Wear Behavior of Graphene-Reinforced Alumina–Silicon Carbide Whisker Nanocomposite/ Peretyagin P., Solís Pinargote N.W., Gershman I., Bartolomé J.F. // *Nanomaterials* – 2019. – Vol. 9. – 151.

118. Nieto A. Graphene reinforced metal and ceramic matrix composites: a review/ Bisht A., Lahiri D., Zhang Ch., Agarwal A. // *Journal International Materials Reviews.* – 2017. – V. 62(5). – P. 241–302.

119. Markandan K. Recent progress in graphene based ceramic composites: a review / Markandan K., Chin J.K., Tan M.T.T.// *Journal of Materials Research.* – 2017. –V. 32(1). – P. 84 – 106.

120. Gómez-Navarro C. Elastic properties of chemically derived single graphene sheets / Burghard M., and Kern K.// *Nano Letters.* – 2008 – Vol. 8(7). – pp. 2045–2049.

121. Huang Y. Controllable fabrication, and multifunctional applications of graphene/ceramic composites/ Wan C.// *Journal of Advanced Ceramics* – 2020. – Vol.

9, No. 3. – P. 271–291.

122. Мелешкин Я.Р. Влияние добавления графена на физико-механические свойства керамического композита системы SiC-TiB₂-TiC / Тет Наинг Со, Смирнов А., Солис Пинарготе Н.В. // Журнал «Упрочняющие технологии и покрытия» – 2025.

123. Sergey N. Grigoriev. The Influence of Surface Texturing of Ceramic and Superhard Cutting Tools on the Machining Process—A Review / Thet Naing Soe, Khaled Hamdy, Yuri Pristinskiy, Alexander Malakhinsky, Islamutdin Makhadilov, Vadim Romanov, Ekaterina Kuznetsova, Pavel Podrabinnik, Alexandra Yu. Kurmysheva, Anton Smirnov, Nestor Washington Solís Pinargote. // Materials, 6 October 2022 Basel, Switzerland. - № 15 (19). – 6945.

124. Тет Наинг Со. Исследование шероховатости обработанной поверхности и стойкости режущего инструмента на основе композитов системы SiC-TiB₂-TiC методом планирования экспериментов / Н.В. Солис Пинарготе// Вестник МГТУ «СТАНКИН». 2025.

125. Сидоров А. П., Павлов Ю. Н. Технология точения: основы и перспективы. – Екатеринбург: УрФУ, 2018.

126. Евдокимов Ю. А., Колесников В. И., Тетерин А. И. Планирование и анализ экспериментов при решении задач трения и износа. – М.: Наука, 1980. 226 с.