

УДК 621.9.047:669:538.8

В. М. Шеменков, А. Л. Шеменкова

**СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ МОДИФИЦИРОВАНИЕ ОКСИДНОЙ
МИНЕРАЛОКЕРАМИКИ ТЛЕЮЩИМ РАЗРЯДОМ**

UDC 621.9.047:669:538.8

V. M. Shemenkov, A. L. Shemenkova

**STRUCTURAL PHASE MODIFICATION OF OXIDE CUTTING CERAMICS
BY GLOW DISCHARGE**

Аннотация

Представлены результаты исследования структуры и фазового состава минералокерамики ЦМ-332 в исходном состоянии и после обработки тлеющим разрядом при различных его энергетических характеристиках. Установлено, что обработка тлеющим разрядом приводит к измельчению фрагментов Al_2O_3 , иницированию радиационно-ускоренной диффузии, которая способствует размытию межфазных границ с формированием двойного оксида $NiAl_2O_4$ и равномерному распределению элементов в поверхностном слое глубиной до 140 мкм, изменению параметров кристаллической решетки, а также напряженного состояния. Указанные изменения позволяют повысить твердость обработанных многогранных пластин на 360...370 HV и износостойкость в 1,30...1,35 раза по отношению к необработанным.

Ключевые слова:

тлеющий разряд, минералокерамика, структура, фаза, модифицирование, рентгеноструктурный анализ, твердость, износостойкость.

Abstract

This paper presents the results of the research into the structure and phase composition of cutting ceramics CM-332 in its initial state and after it was treated by glow discharge with different energy characteristics. It has been found that the glow discharge treatment leads to the grinding of Al_2O_3 fragments; the initiation of radiation-accelerated diffusion, which contributes to the blurring of interphase boundaries with the formation of double oxide $NiAl_2O_4$; the uniform distribution of elements in the surface layer up to 140 microns deep, as well as to the changes in the crystal lattice parameters and the changes in the stress state. These changes make it possible to have a 360...370 HV increase in the hardness of multi-faceted treated plates and a 1.30...1.35-fold increase in their wear resistance, compared to the plates that were not subjected to the glow charge treatment.

Keywords:

glow discharge, cutting ceramics, structure, phase, modification, x-ray structural analysis, hardness, wear resistance.

Введение

Основными параметрами конкурентоспособности продукции машиностроения являются ее надежность и работоспособность. Указанные эксплуатационные характеристики изделий во многом зависят от качества поверхностного слоя, получаемого в больших слу-

чаях на финишных операциях механической обработки, среди которых ведущими являются операции чистовой лезвийной обработки, характеризующиеся высокими скоростями и малыми глубинами резания, что, в свою очередь, приводит к локализации значительных температур и нагрузок на вершине режущего инструмента. Влияние этих факторов



существенно возрастает при повышении твердости обрабатываемых материалов, имеющих высокий предел прочности. Поэтому инструмент для обработки таких материалов должен обладать повышенной твердостью, высокой теплоустойчивостью и хорошим сопротивлением к износу [1, 2].

Минералокерамика как инструментальный материал, обладающий комплексом высоких эксплуатационных свойств, эффективно используется в металлообработке с середины прошлого века. Однако, учитывая последние тенденции в металлообработке, связанные со значительным повышением скоростей резания, особенно на финишных операциях, остро стоит вопрос о повышении износостойкости инструментальных материалов и минералокерамики в частности.

Химические свойства оксидной керамики и специфика ее получения делают практически невозможным применение классических методов повышения износостойкости, что выделяет в качестве перспективного способ модифицирующей обработки поверхностного слоя тлеющим разрядом [3–9].

Целью являлось установление влияния технологических факторов обработки тлеющим разрядом минералокерамики ЦМ-332 на структурно-фазовые превращения и физико-механические свойства поверхностного слоя.

В качестве объекта исследования были выбраны многогранные неперетачиваемые квадратной формы пластины SNUN-120416 из режущей керамики ЦМ-332.

Методика исследования

Применялись электронно-микроскопический, рентгеноструктурный, дюрметрический и другие методы анализа фазового состава, структуры и свойств поверхностных слоев минералокерамики.

Электронно-микроскопический анализ поверхностного слоя образцов

проводился при помощи сканирующего электронного микроскопа Tescan VEGA 2SBA с применением стандартного детектора вторичных электронов. Для выявления структуры керамики использовался метод ионного травления [10].

Рентгеноструктурный анализ осуществлялся на автоматизированном рентгеновском комплексе, на базе дифрактометра ДРОН-3М с применением монохроматизированного Со α -излучения. В качестве кристалла-монохроматора использовали пластину пиролитического графита. Рентгеновская съемка выполнялась при напряжении $U = 30$ кВ, токе $J = 15$ мА в режиме сканирования (по точкам) с шагом $0,1^\circ$, продолжительность набора импульсов в каждой точке составляла 20 с, при этом съемка велась в интервале углов рассеяния $2\theta = 20 \dots 85^\circ$.

Физическое уширение дифракционных линий определялось методом аппроксимации с помощью программного обеспечения HighScore++ (Panalytical, Нидерланды). В качестве эталона использовался образец отожженной стали 10 ГОСТ 1050–88 [10, 11].

Измерение твердости рабочей поверхности многогранных пластин производилось на твердомере Zwick Roell ZHV 1M путем вдавливания алмазного наконечника в форме правильной четырехгранной пирамиды с углом при вершине между противоположными гранями 136° в образец под действием нагрузки 4,903 Н, приложенной в течение 10 с/ и измерения диагоналей отпечатка, оставшегося на поверхности после снятия нагрузки.

Учитывая прикладной аспект выполняемой работы, испытания на износостойкость проводились в условиях непосредственного снятия слоя металла с заготовки на фрезерном станке при фрезеровании брусков ($80 \times 80 \times 400$ мм). Операция фрезерования для оценки износостойкости выбрана на основании того, что при данной обработке на переднюю поверхность инструмен-



та воздействуют знакопеременные силовые нагрузки и температуры. Результаты исследования, проведенного при указанных условиях, позволят распространить их на любые виды лезвийной обработки.

В качестве обрабатываемого материала была выбрана конструкционная сталь 45 ГОСТ 1080–88 (твердость 48...52 HRC).

Результаты исследования и их обсуждение

На основании металлографического анализа минералокерамики ЦМ-332 (рис. 1) следует, что представленные для исследования образцы соответствуют классическому химическому составу, характерному оксидной керамике.

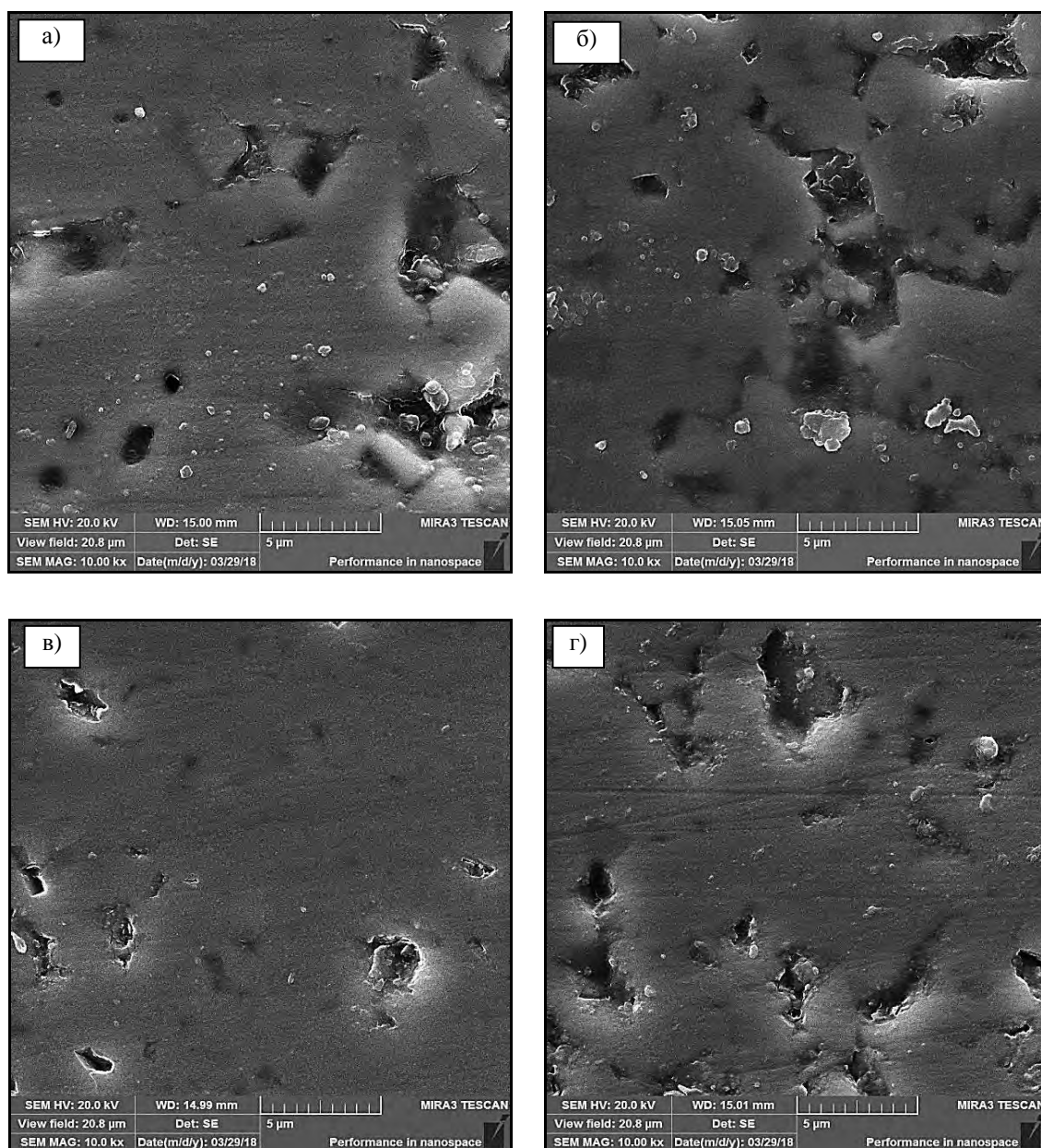


Рис. 1. Структура режущей керамики ЦМ-332: а – в состоянии поставки; б – после обработки в тлеющем разряде с удельной мощностью горения 0,15 кВт/м²; в – после обработки в тлеющем разряде с удельной мощностью горения 0,50 кВт/м²; г – после обработки в тлеющем разряде с удельной мощностью горения 0,90 кВт/м²



На снимках четко видно, что основной минералокерамики является оксид алюминия Al_2O_3 с незначительными включениями металлической связки, роль которой, по всей видимости, выполняет Ni. В процессе спекания, как видно на исходном снимке (см. рис. 1), в структуре керамики образовались фрагменты соединения $NiAl_2O_4$. Они имеют сложную форму с четкими границами со средней площадью $0,05 \text{ мкм}^2$.

Воздействие тлеющим разрядом приводит к измельчению фрагментов и

размытию их границ, что может быть объяснено протеканием в процессе обработке радиационно-иницируемой граничной и объемной диффузии. Эффект наиболее ярко наблюдается при обработке с удельной мощностью горения разряда $0,9 \text{ кВт/м}^2$ (см. рис. 1, г). Механизм приводит к равномерному распределению элементов.

Величина модифицированного слоя определялась на основе разницы фазовых контрастов модифицированных и необработанных участков (рис. 2).

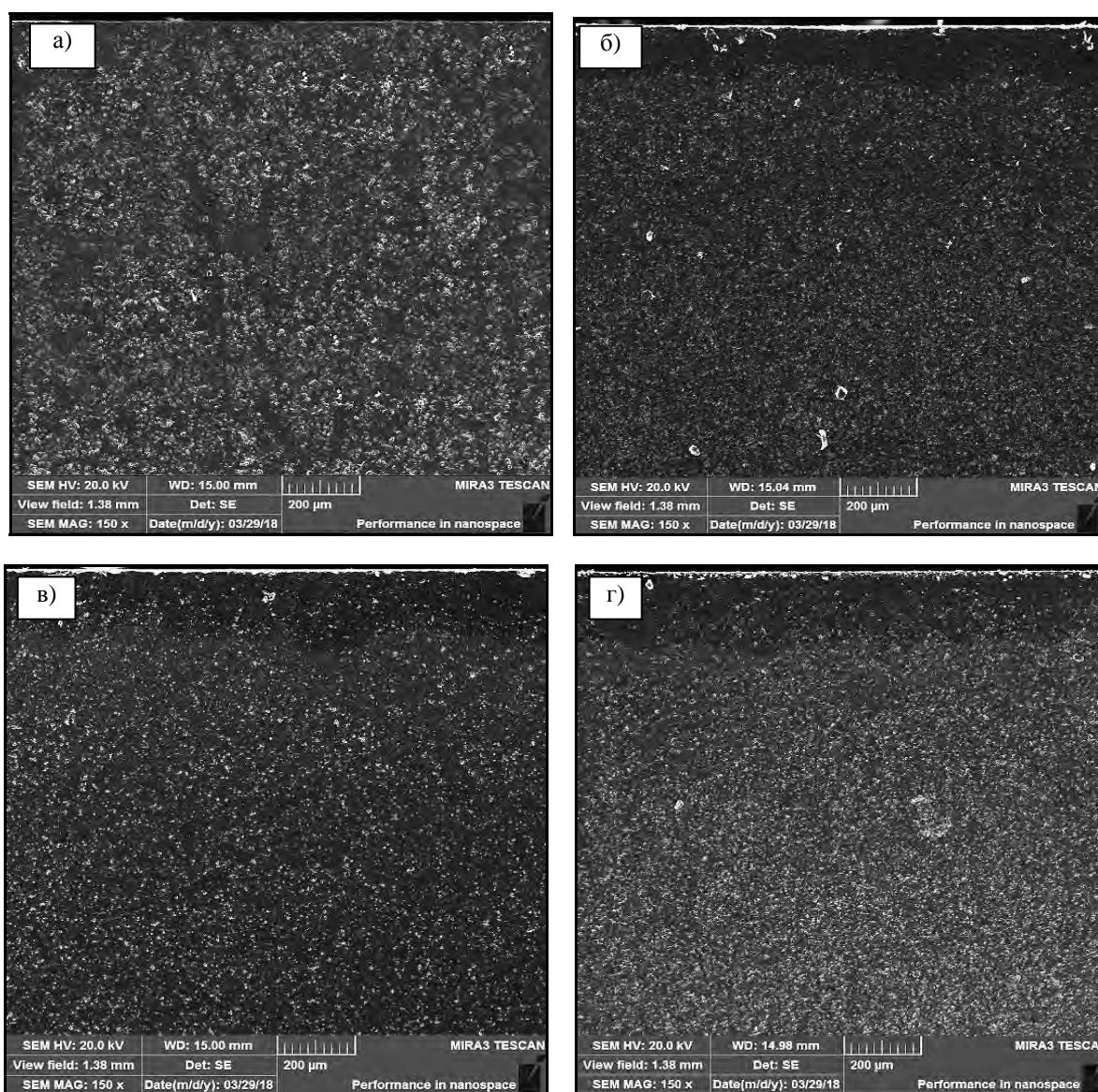


Рис. 2. Структура режущей керамики ЦМ-332 по поверхности разреза пластины: а – в состоянии поставки; б – после обработки в тлеющем разряде с удельной мощностью горения $0,15 \text{ кВт/м}^2$; в – после обработки в тлеющем разряде с удельной мощностью горения $0,50 \text{ кВт/м}^2$; г – после обработки в тлеющем разряде с удельной мощностью горения $0,90 \text{ кВт/м}^2$

Обработка результатов эксперимента позволила математически отразить зависимость глубины модифицированного слоя h_{Δ} , мкм, от удельной мощности горения разряда W , кВт/м², в виде степенной функции

$$h_{\Delta} = 145 \cdot W^{0,2}, \quad (1)$$

где W – удельная мощность горения разряда, кВт/м².

Как видно из рис. 2, глубина модифицированного слоя, полученная при обработке тлеющим разрядом, для одной и той же удельной мощности горения имеет разброс от среднего значения до 12 %, что свидетельствует о нелинейности протекающих процессов при обработке.

Рентгеноструктурный анализ показал, что в состав исходного образца и образцов минералокерамики ЦМ-332, подвергнутых обработке, входят корунды Al_2O_3 (ромбоэдрическая кристаллическая решетка, пространственная группа R-3c, $a = 0,47592$ нм, $c = 1,2992$ нм, карточка PDF № 43-1484) и двойной оксид от связки $NiAl_2O_4$ (кубическая гранцентрированная кристаллическая решетка, пространственная группа Fm-3m, $a = 0,80530$ нм, карточка PDF № 71-965).

Особенностью структуры минералокерамики в состоянии поставки (рис. 3) является наличие текстуры, о чем непосредственно свидетельствует несоответствие распределения интенсивности ди-

фракционных линий эталонному образцу. В частности, в случае эталона максимальная интенсивность характерна для отражения (113), что не соответствует дифрактограмме в исходном состоянии. Обработка тлеющим разрядом с удельной мощностью горения 0,15 кВт/м² приводит к усилению текстуры. Напротив, после обработки тлеющим разрядом с удельной мощностью горения 0,5 кВт/м² текстура не регистрируется и распределение интенсивности между дифракционными линиями практически соответствует эталону. Обработка разрядом с удельной мощностью горения 0,9 кВт/м² уменьшает текстуру исходного образца.

Параметр решетки «а» оксида алюминия почти не зависит от вида обработки композита (табл. 1). В свою очередь, параметр решетки «с» в исходном состоянии значительно больше эталонного значения, что может свидетельствовать о наличии сжимающих напряжений. Физические уширения дифракционных линий 113 и 104 находятся в диапазоне между отношением $\sec\theta_{113}/\sec\theta_{104}$, равным 0,96, и отношением $\text{tg}\theta_{113}/\text{tg}\theta_{104}$, равным 1,27. Указанный факт свидетельствует о том, что уширение дифракционных линий обусловлено как дисперсностью кристаллического строения оксида алюминия, так и высоким содержанием в нем линейных дефектов [4, 5].

Табл. 1. Физическое уширение и параметры решетки корунда

Образец	Физическое уширение $\times 10^{-3}$ рад		β_{113}/β_{104}	Параметры решетки, нм	
	β_{104}	β_{113}		$a (Al_2O_3)$	$c (Al_2O_3)$
Исходный	1,32	1,32	1,00	0,47511	1,30005
$W = 0,15$ кВт/м ²	1,90	2,10	1,11	0,47511	1,29792
$W = 0,50$ кВт/м ²	1,53	1,59	1,04	0,47411	1,29762
$W = 0,90$ кВт/м ²	1,90	1,83	0,96	0,47518	1,29914



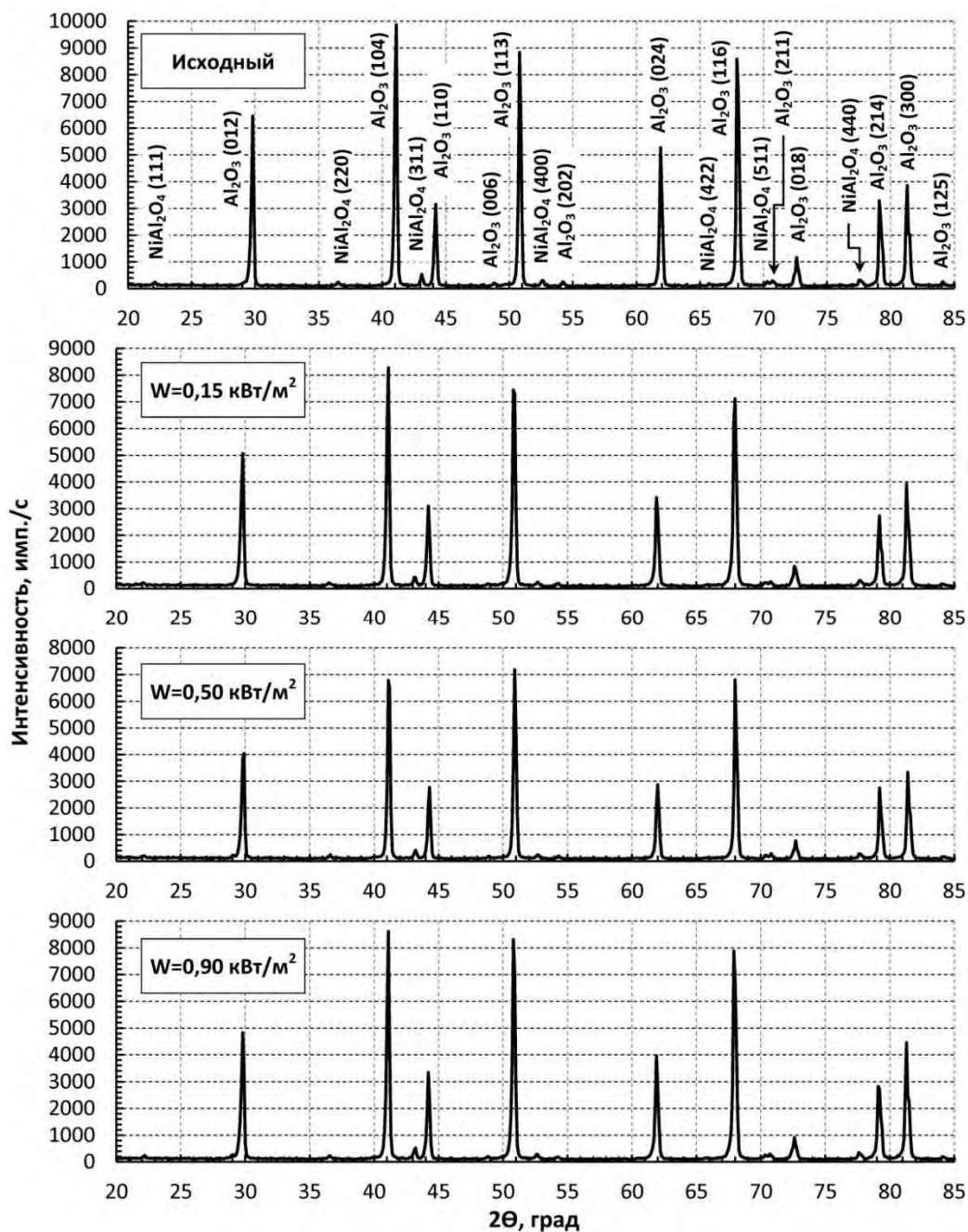


Рис. 3. Фрагменты дифрактограмм исходного образца режущей керамики ЦМ-332 и образцов, подвергнутых обработке с различными удельными мощностями горения тлеющего разряда

В результате обработки тлеющим разрядом регистрируется рост величины физического уширения дифракционных линий. Отношение β_{113}/β_{104} находится между величинами отношений секансов и тангенсов соответствующих углов дифракции и свидетельствует о том, что уширение дифракционных линий, так же как и для необработанного образца ми-

нералокерамики, обусловлено как дисперсностью кристаллического строения поверхностного слоя керамики, так и высоким содержанием в нем линейных дефектов. Тем не менее на основании зарегистрированного роста отношения β_{113}/β_{104} можно сделать вывод, что после обработки тлеющим разрядом с указанными параметрами вклад в уши-

рение дифракционных линий от наличия дефектов кристаллического строения будет выше, чем в исходном состоянии. Величина параметра решетки «с» значительно уменьшается, что свидетельствует о снятии остаточных сжимающих макронапряжений и переходе их в растягивающие.

Особое внимание заслуживает обработка минералокерамики тлеющим разрядом с удельной мощностью горения $0,9 \text{ кВт/м}^2$. Помимо роста величины физического уширения дифракционных линий, как и в предыдущих случаях, регистрируется уменьшение параметра

$$\begin{aligned} H'_{HV_{500}ЦМ332} = & 62,4 + 14,9 \left(\frac{U-2,0}{0,7} \right) + 8,4 \left(\frac{J-0,25}{0,075} \right) + 13,6 \left(\frac{T-30}{10} \right) + \\ & + 12,3 \left(\frac{U-2,0}{0,7} \right) \left(\frac{J-0,2}{0,075} \right) - 16,3 \left(\frac{U-2,0}{0,7} \right) \left(\frac{T-30}{10} \right) - \\ & - 17,3 \left(\frac{J-0,25}{0,075} \right) \left(\frac{T-30}{10} \right) + 48,1 \left(\frac{U-2,0}{0,7} \right)^2 + 24,8 \left(\frac{J-0,25}{0,075} \right)^2 + 40,7 \left(\frac{T-30}{10} \right)^2. \end{aligned} \quad (2)$$

Графическая интерпретация полученной модели, показывающая зависимость приращения твердости образцов из минералокерамики ЦМ-332 от двух технологических факторов обработки тлеющим разрядом при значении третьего, находящегося на основном уровне, отображена на рис. 4.

Анализируя результаты моделирования, можно назвать значения основных характеристик обработки, соответствующие наибольшим приращениям поверхностной твердости минералокерамики ЦМ-332. С учетом наименьшего значения удельной мощности горения разряда принимаем напряжение горения

решетки «с» до значения, близкого к эталонному, что свидетельствует о снятии напряжений.

На основании статистической обработки экспериментальных данных, исследования твердости рабочей поверхности пластин в состоянии поставки и после обработки тлеющим разрядом получена зависимость приращения поверхностной твердости по Виккерсу $H'_{HV_{500}}$ образцов из минералокерамики ЦМ-332 в натуральном выражении, адекватно представляющая эксперимент:

$U = 3,2 \text{ кВ}$, плотность тока $J = 0,25 \text{ А/м}^2$ (удельная мощность горения разряда $W = 0,8 \text{ кВт/м}^2$) при времени обработки $T = 15 \text{ мин}$.

На основании статистической обработки экспериментальных данных исследования изнашивания многогранных пластин в состоянии поставки и после обработки тлеющим разрядом получена зависимость приращения коэффициента износостойкости образцов из минералокерамики ЦМ-332 при фрезеровании закаленной стали 45 в натуральном выражении, адекватно представляющая эксперимент:

$$\begin{aligned} k_{L45 ЦМ332} = & 1,019 + 0,038 \left(\frac{U-2,0}{0,7} \right) + 0,047 \left(\frac{J-0,25}{0,075} \right) - 0,009 \left(\frac{T-30}{10} \right) + \\ & + 0,001 \left(\frac{U-2,0}{0,7} \right) \left(\frac{J-0,25}{0,075} \right) + 0,011 \left(\frac{U-2,0}{0,7} \right) \left(\frac{T-30}{10} \right) - 0,006 \left(\frac{J-0,25}{0,075} \right) \left(\frac{T-30}{10} \right) + \\ & + 0,036 \left(\frac{U-2,0}{0,7} \right)^2 + 0,029 \left(\frac{J-0,25}{0,075} \right)^2 + 0,003 \left(\frac{T-30}{10} \right)^2. \end{aligned} \quad (3)$$



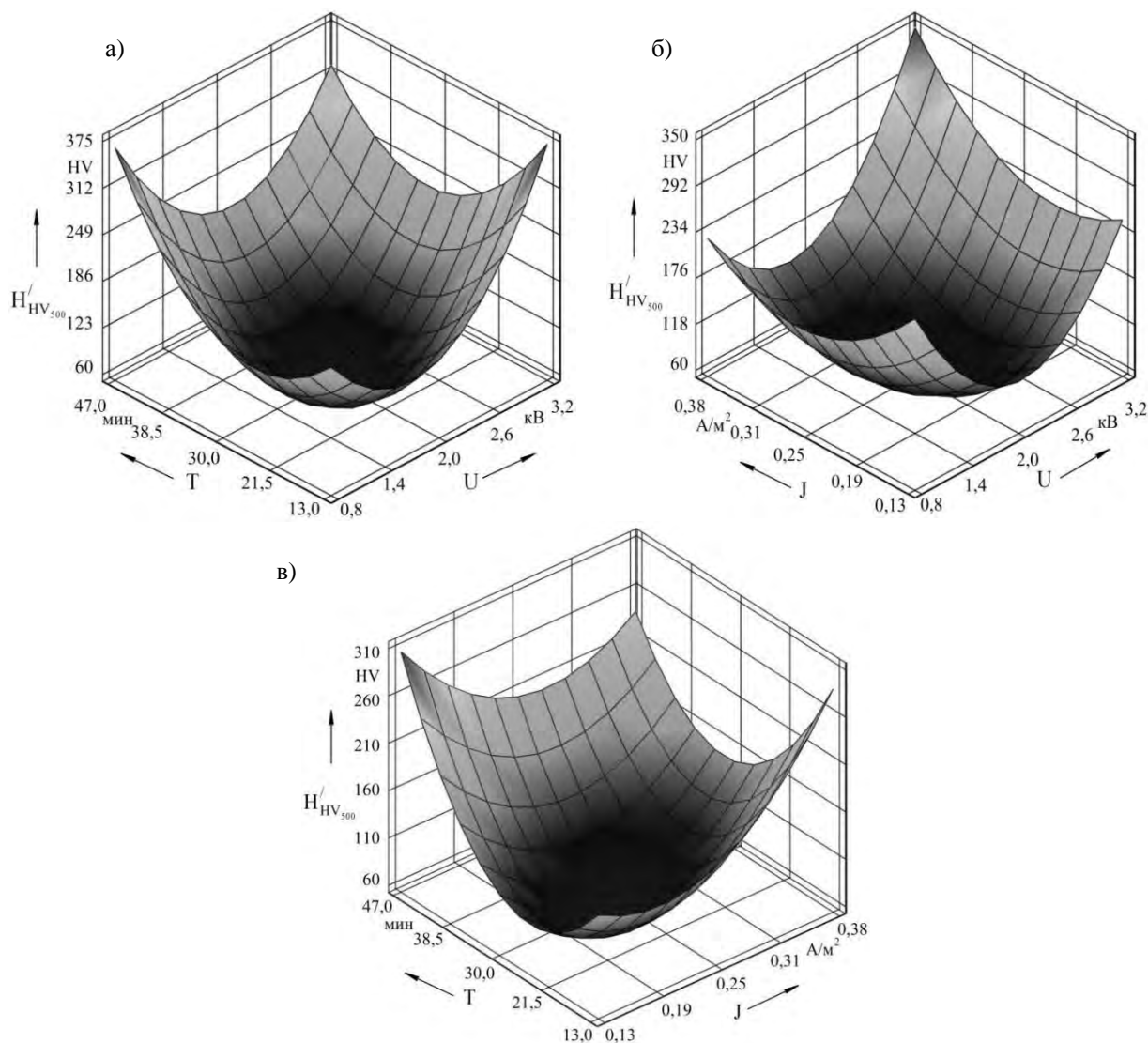


Рис. 4. Влияние напряжения U тлеющего разряда и времени обработки T (а), напряжения U и плотности тока J (б), плотности тока J тлеющего разряда и времени обработки T (в) на приращение микротвердости по Виккерсу поверхности образцов из минералокерамики ЦМ-332

Графическая интерпретация полученной модели отображена на рис. 5.

Анализируя результаты моделирования, можно выделить значения основных характеристик обработки, соответствующие наибольшему приращению коэффициента износостойкости минералокерамики ЦМ-332. С учетом наименьшего значения удельной мощности горения тлеющего разряда принимаем напряжение горения $U = 3,2$ кВ, плотность тока $J = 0,375$ А/м² (удельная мощность горения разряда $W = 1,2$ кВт/м²) при времени обработки $T = 30$ мин.

Заключение

1. Обработка режущей минералокерамики ЦМ-332 тлеющим разрядом с различными энергетическими характеристиками приводит к измельчению фрагментов Al_2O_3 , инициированию радиационно-ускоренной диффузии, которая способствует размытию межфазных границ с формированием двойного оксида $NiAl_2O_4$ и равномерному распределению элементов в поверхностном слое глубиной до 140 мкм, изменению параметров кристаллической решетки, а так-

же напряженного состояния.

2. В результате обработки многогранных пластин тлеющим разрядом в течение 15 мин с напряжением горения $U = 3,2$ кВ, плотностью тока $J = 0,25$ А/м² наблюдается максимальное повышение твердости (360...370 НV) рабочей по-

верхности, а при увеличении времени обработки до 30 мин и плотности тока до 0,375 А/м² появляется возможность добиться максимального повышения износостойкости пластин в 1,30...1,35 раза по отношению к необработанным.

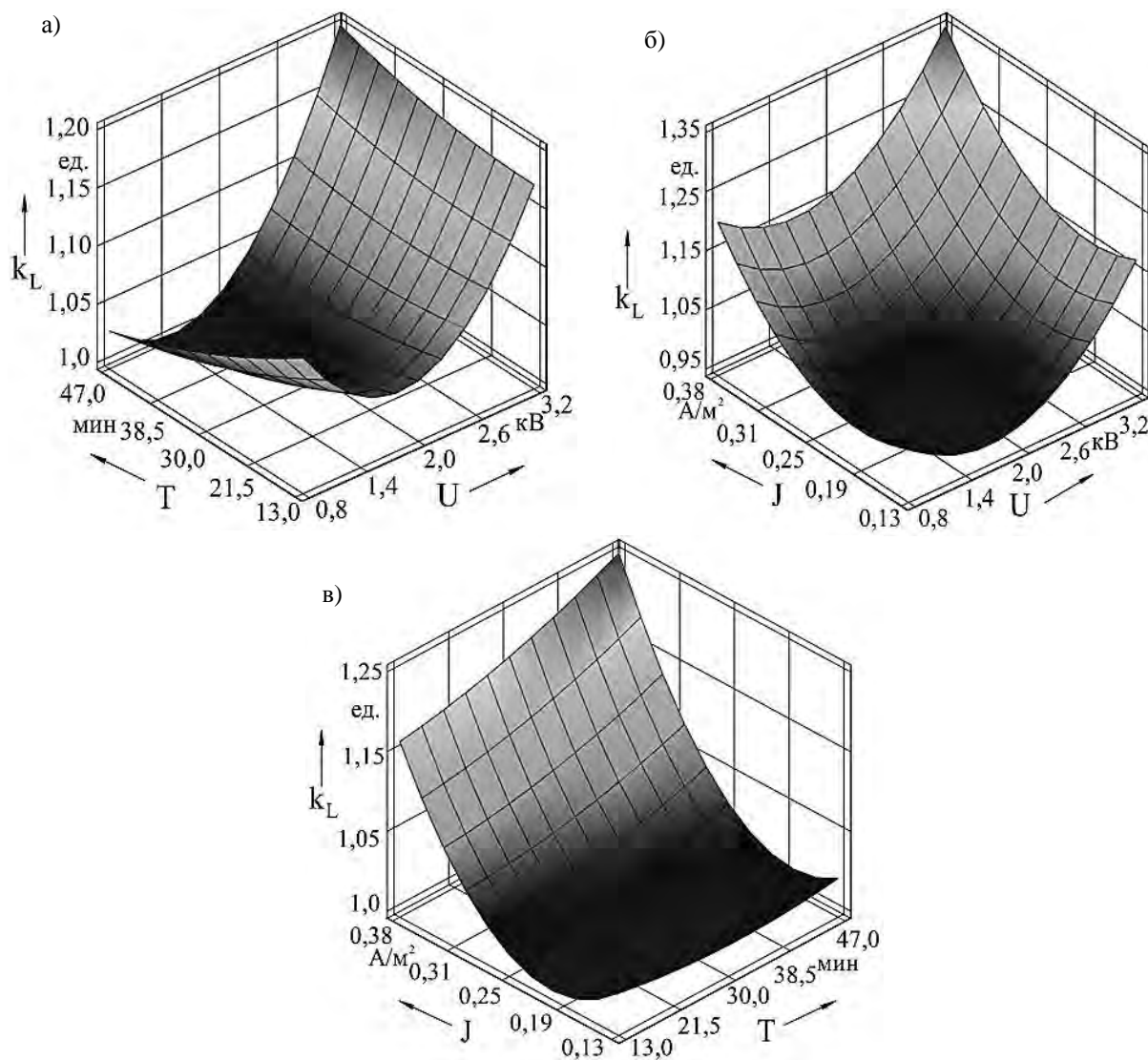


Рис. 5. Влияние напряжения U тлеющего разряда и времени обработки T (а), напряжения U и плотности тока J (б), плотности тока J тлеющего разряда и времени обработки T (в) на приращение коэффициента износостойкости образцов из минералокерамики ЦМ-332

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Структурно-фазовое модифицирование инструментальных материалов тлеющим разрядом : [монография] / В. М. Шеменков [и др.] ; под общ. ред. В. М. Шеменкова. – Могилев : Белорус.-Рос. ун-т, 2017. – 270 с. : ил.

2. **Шеменкова, А. Л.** Влияние тлеющего разряда на структуру и фазовый состав режущей оксидно-карбидной керамики / А. Л. Шеменкова, Ф. Г. Ловшенко, В. М. Шеменков // Вестн. Белорус.-Рос. ун-та. – 2015. – № 3 (48). – С. 79–87.
3. Способ упрочнения изделий из металла или сплава, или сверхтвердого или графитсодержащего материала : пат. № 14716 ВУ, U C 21 D 1/78 / В. М. Шеменков, А. Ф. Короткевич. – Опубл. 10.05.2011.
4. Влияние обработки тлеющим разрядом на структуру, фазовый состав, твердость и износостойкость быстрорежущей стали Р9 / В. М. Шеменков, М. А. Белая, О. В. Обидина, А. Э. Липский // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2017. – № 4. – С. 535–541.
5. **Обидина, О. В.** Влияние плазменной обработки на структуру и свойства быстрорежущих сталей Р6М5 и S90 / О. В. Обидина, В. М. Шеменков, А. Э. Липский // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2016. – № 4. – С. 522–529.
6. Влияние обработки тлеющим разрядом на структуру, фазовый состав и износостойкость сталей, подвергнутых химико-термической обработке / В. М. Шеменков, Ф. Г. Ловшенко, М. А. Белая, А. Л. Шеменкова // Вестн. Белорус.-Рос. ун-та. – 2016. – № 1. – С. 100–113.
7. Влияние плазменной обработки на структуру и свойства твердого сплава ВК10 / О. В. Обидина, В. М. Шеменков, Ф. М. Трухачев, А. В. Маркидонов // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2015. – № 4. – С. 482–487.
8. Повышение эксплуатационных характеристик режущего инструмента обработкой в плазме тлеющего разряда / В. М. Шеменков, О. В. Обидина, А. Л. Шеменкова, М. А. Белая // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2014. – № 4. – С. 540–544.
9. **Шеменков, В. М.** Влияние обработки тлеющим разрядом на структуру, фазовый состав и твердость износостойких защитных покрытий на основе титана / В. М. Шеменков, М. А. Белая, А. Л. Шеменкова // Вестн. Белорус.-Рос. ун-та. – 2017. – № 1. – С. 118–127.
10. **Горелик, С. С.** Рентгенографический и электронно-оптический анализ : учебное пособие для вузов / С. С. Горелик, Ю. А. Скаков, Л. Н. Расторгуев. – 4-е изд., перераб. и доп. – Москва : МИСИС, 2002. – 360 с. : ил.
11. **Лысак, Л. И.** Определение истинной ширины рентгеновских интерференционных линий с применением стандартного образца / Л. И. Лысак // Вопросы физики металлов и металловедения : сб. тр. – Киев, 1955. – № 6. – С. 40–53.

Статья сдана в редакцию 20 декабря 2018 года

Владимир Михайлович Шеменков, канд. техн. наук, доц., Белорусско-Российский университет.
E-mail: VShemenkov@yandex.ru.

Алла Леонидовна Шеменкова, инженер-технолог, ОАО «Могилевлифтмаш».
E-mail: VShemenkov@yandex.ru.

Vladimir Mikhailovich Shemenkov, PhD (Engineering), Associate Prof., Belarusian-Russian University.

E-mail: VShemenkov@yandex.ru.

Alla Leonidovna Shemenkova, manufacturing engineer, JSC «Mogilevliftmash».
E-mail: VShemenkov@yandex.ru.