**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ**
**НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ**
**«ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ»**

**Кислиця Максим Валерійович**

УДК 666.77

# НАНОКОМПОЗИЦІЙНИЙ МАТЕРІАЛ НА ОСНОВІ $Al_2O_3$ ІНСТРУМЕНТАЛЬНОГО ПРИЗНАЧЕННЯ, ОТРИМАНИЙ МЕТОДОМ ЕЛЕКТРОКОНСОЛІДАЦІЇ

Спеціальність 05.17.11 – технологія тугоплавких неметалічних матеріалів

Автореферат
дисертації на здобуття наукового ступеня
кандидата технічних наук

Харків – 2019

Дисертацією є рукопис.

Роботу виконано на кафедрі якості, стандартизації, сертифікації та технології виготовлення матеріалів Українського державного університету залізничного транспорту Міністерства освіти і науки України.

**Науковий керівник** доктор технічних наук, професор
**Геворкян Едвін Спартакович,**
Український державний університет залізничного транспорту, м. Харків, професор кафедри якість, стандартизація, сертифікація та технології виготовлення матеріалів.

**Офіційні опоненти:** доктор технічних наук, ст. наук. співр.
**Логвінков Сергій Михайлович,**
Харківський національний економічний університет імені Семена Кузнеця,
професор кафедри природоохоронних технологій, екології та безпеки життєдіяльності;

кандидат технічних наук
**Пісчанська Вікторія Вікторівна,**
Національна металургійна академія України, м. Дніпро,
доцент кафедри металургійного палива та вогнетривів.

Захист відбудеться «04» липня 2019 року о $15^{\underline{00}}$ годині на засіданні спеціалізованої вченої ради Д 64.050.03 Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут» за адресою: 61002, Харків, вул. Кирпичова, 2.

З дисертацією можна ознайомитися у бібліотеці Національного технічного університету «Харківський політехнічний інститут» за адресою: 61002, Харків, вул. Кирпичова, 2.

Автореферат розісланий «29» травня 2019 року.

Вчений секретар
спеціалізованої вченої ради Шабанова Г.М

# ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

**Актуальність теми.** На даний час для обробки загартованих сталей та чавунів використовується ріжучий інструмент, виготовлений на основі оксидної та нітридної кераміки, але ряд недоліків цих матеріалів, а саме низька стійкість до ударних навантажень та теплових ударів, залишається невирішеним. Саме тому забезпечення підвищення продуктивності механічної обробки високоміцних сталей і сплавів та поліпшення якості обробки поверхні деталей потребує розробки нового керамічного матеріалу для виготовлення ріжучого інструменту.

Розробка матеріалу для виготовлення ріжучих пластин для високопродуктивної механічної обробки потребує, окрім механічних властивостей (міцність, тріщиностійкість), дослідження теплофізичних властивостей (тепло- та температуропровідність), що зумовлено складними температурними умовами (T > 1000 °C) та інтенсивним окисленням. Оксид алюмінію, окрім високої твердості, відрізняється температурною та хімічною стійкістю, а карбід кремнію є найбільш перспективною добавкою, як з точки зору механічних властивостей (висока абразивність), так і з точки зору теплофізичних (висока теплопровідність, теплостійкість).

Матеріал, здатний працювати у важких умовах (висока температура, вплив великих зусиль, тертя), може застосовуватися і в інших областях: для виготовлення деталей газотурбінних двигунів, термоабразивних сопел, різних ущільнюючих елементів, що значно підвищує доцільність його розробки, а враховуючи існування вітчизняної сировинної бази для виготовлення нанокомпозитів $Al_2O_3$-SiC, розробка власних матеріалів інструментального призначення може стати важливим кроком у розвитку машинобудівної та інших матеріалоємних галузей країни.

У зв’язку з вищеприведеним, розробка нового конкурентоспроможного керамічного нанокомпозиційного матеріалу інструментального призначення є актуальною науково-практичною задачею, яка визначила напрям дисертаційного дослідження.

**Зв’язок роботи з науковими програмами, планами, темами.** Дисертаційну роботу виконано на кафедрі якості, стандартизації, сертифікації та технології виготовлення матеріалів Українського державного університету залізничного транспорту та кафедрі фізики низьких температур Харківського національного університету імені В.Н. Каразіна. Результати, представлені у роботі були отримані при проведенні досліджень в рамках виконання держбюджетних НДР МОН України: «Дослідження і розробка з проблем підвищення обороноздатності і безпеки держави» (ДР №0116U00554);

«Еволюція властивостей матеріалів поліфункціонального призначення під впливом екстремальних зовнішніх чинників» (ДР №0116U000827); «Дослідження процесів у нанокомпозитних і діелектричних матеріалах при їх створенні та під впливом екстремальних факторів» (ДР №0117U004857), в яких здобувач був виконавцем окремих етапів.

**Мета та завдання дослідження.** Метою дисертаційної роботи є отримання нового нанокомпозиційного керамічного матеріалу з високими механічними та фізичними характеристиками для застосування як ріжучого інструменту.

Для досягнення поставленої мети було необхідно вирішити наступні завдання:

- встановити можливість підвищення механічних властивостей керамічного матеріалу на основі $Al_2O_3$ шляхом застосування в якості добавки наноструктурних матеріалів та можливі способи поліпшення теплофізичних властивостей полікристалічного матеріалу;
- визначити вплив дисперсності вихідних складових суміші $Al_2O_3$-SiC на процеси ущільнення при консолідації з прямим пропусканням електричного струму;
- дослідити механічні властивості отриманих матеріалів і визначити оптимальний склад, а також режими консолідації для композитів на основі $Al_2O_3$-SiC;
- дослідити теплові процеси на етапі консолідації і теплофізичні властивості отриманих матеріалів в широкому інтервалі температур;
- виконати порівняльний аналіз за основними для ріжучого матеріалу властивостями між отриманим матеріалом і існуючими аналогами, а також визначити можливі умови застосування отриманого нанокомпозиційного матеріалу.

*Об'єкт дослідження:* процеси електроконсолідації нанопорошкових сумішей на основі мікропорошків з оксиду алюмінію з добавками нанопорошків SiC.

*Предмет досліджень:* закономірності формування структури і властивостей щільних керамічних нанокомпозиційних матеріалів на основі мікро- та нанопорошків оксиду алюмінію та карбіду кремнію.

**Методи дослідження.** Для компактування нанопорошків застосовувався метод електроконсолідації – гаряче пресування з пропусканням електричного струму зі щільністю порядку $10^3$ А/см$^2$. Усадка в процесі компактування визначалась за допомогою лінійного енкодеру. Тиск вимірювався за допомогою тензодатчика, температура вимірювалась вольфрам-ренієвою термопарою на периферії прес-форми з урахуванням поправки. Реєстрація усадки, тиску та

температури виконувалась синхронно та автоматично за допомогою ПК. Відносна щільність зразків визначалася на основі пікнометричних вимірювань та теоретичної щільності для сумішей з різною концентрацією складових. Методи дослідження структури зразків включали в себе електронну мікроскопію на обладнанні LEO1455 VP (ZEISS) та MIRA3 TESCAN. Хімічний склад та розподілення елементів визначали за допомогою енергодисперсійної рентгенівської спектроскопії на спектрометрі INCA Energy-300. Структурні та фазові дослідження зразків проводилися на рентгенівському дифрактометрі ДРОН-4-07 в Cu-Kα випромінюванні. Визначення значень мікротвердості та тріщиностійкості отриманих зразків проводили методом індентування за допомогою автоматичного мікротвердоміра NEXUS 4504. Вимірювання теплопровідності здійснювалося по методу стаціонарного потоку тепла в діапазоні температур – 260 ÷ + 20 ˚С. Температура вимірювалась платиновим термометром опору, різниця температур вздовж зразка вимірювалась напівпровідниковими Si-термометрами.

**Наукова новизна отриманих результатів:**

- вперше досліджено вплив дисперсності частинок порошкових сумішей на процеси ущільнення в ході електроконсолідації і виявлено відхилення від відомих часових залежностей лінійної усадки для сумішей з дисперсністю мікро-нано, що свідчить про руйнування наявних агломератів нанорозмірних частинок при температурі близько 1400 ÷ 1450˚С;

- вперше встановлено, що оптимальним для підвищення механічних властивостей системи $Al_2O_3$ є використання нанорозмірних частинок (50 - 100 нм) як зміцнюючої добавки, що дозволяє зменшити необхідну кількість другої фази і тим самим зменшити величину механічних напружень в матриці композиту, яка виникає у наслідок невідповідності КТР матриці та додаткової фази.

- вперше досліджені теплофізичні властивості матеріалів, призначених для виготовлення ріжучого інструменту, в широкому інтервалі температур, що дозволило оцінити вплив параметрів консолідації на зміни структури і величину коефіцієнта теплопровідності системи $Al_2O_3$-SiC;

- вперше використаний комбінований параметр Віглі для оцінки ріжучого матеріалу по механічним і теплофізичних властивостях, що дозволяє прогнозувати поведінку матеріалу при використанні його як ріжучого інструменту, що з точки зору механічних та теплових процесів є особливо актуальним для керамічних матеріалів з відносно низькою теплостійкістю.

**Практичне значення отриманих результатів** для машинобудівної промисловості полягає підвищенні механічних властивостей кераміки на основі $Al_2O_3$ шляхом використання нанорозмірних добавок; встановлена можливість

покращення експлуатаційних властивостей ріжучого інструменту шляхом підвищення його механічних ($H_V$ = 25.0 ГПа, $K_{IC}$ = 6.5 МПа·м$^{1/2}$) і теплофізичних властивостей (λ = 23.0 Вт/м/К, α = 9.4 м$^2$/с), що особливо важливо для керамоматричного композиту. Розроблений нанокомпозиційний матеріал придатний для використання як ріжучого і конструкційного матеріалу для використання в умовах високих температур та механічних навантажень.

Визначено математичні залежності для попереднього розрахунку значень коефіцієнтів мікротвердості ($H_V$) і тріщиностійкості ($K_{IC}$) композиційних матеріалів, отриманих з суміші мікропорошків $Al_2O_3$ і нанопорошків SiC залежно від температури електроконсолідації і вмісту добавки (SiC), що дозволяє прогнозувати механічні властивості кераміки.

Керамічний матеріал на основі $Al_2O_3$-SiC пройшов випробування при заточуванні термооброблених сталей марки ХВГ та ШХ15 в умовах ТОВ «Керамтех ЛТД» (м. Київ) і ТОВ «ТТ» (м. Харків), які підтвердили збереження зносостійкості при підвищенні швидкості чистової та напівчистової обробки в 2 рази. Отриманий нанокомпозиційний матеріал рекомендовано до застосування на металообробних підприємствах.

Технологічні та теоретичні розробки, які отримані у ході виконання дисертаційної роботи, використовуються при у навчальному процесі при викладанні курсу «Нові матеріали та технології виготовлення і відновлення деталей», а також при виконанні дипломних науково-дослідних робіт на кафедрі якості, стандартизації, сертифікації та технологій виготовлення матеріалів УкрДУЗТ.

**Особистий внесок здобувача.** Усі положення і результати, винесені на захист дисертаційної роботи, отримані здобувачем особисто. Серед них: обґрунтування планів і програм експериментів, їхня реалізація, особиста участь в обробці результатів. Постановка цілей і задач досліджень, аналіз і обговорення отриманих результатів виконувалися здобувачем разом з науковим керівником. На основі критичного аналізу науково-технічної літератури здобувачем систематизовано дані щодо переваг та недоліків різних матеріалів, які застосовуються для виготовлення ріжучого інструменту, можливостей підвищення механічних та теплофізичних властивостей матеріалу. Здобувачем експериментально доведено гіпотезу про підвищення міцністних характеристик шляхом застосування нанорозмірних порошкових матеріалів разом з високоінтенсивними методами консолідації (електроконсолідації) та покращення теплофізичних властивостей композиту шляхом вибору зміцнюючої добавки з високими показниками теплопровідності.

Внесок автора в роботи, опубліковано у співавторстві, полягав у реалізації досліджень, безпосередній участі в аналізі та інтерпретації даних, підготовці публікацій і проведенні дослідно-промислових випробувань.

**Апробація результатів дисертації.** Матеріали дисертаційної роботи доповідалися та обговорювались на всеукраїнських та міжнародних наукових конференціях: «Інженерія поверхні і реновація виробів» (м. Одеса, 2016 р.); «Інформаційно-керуючі системи на залізничному транспорті» (м. Чорноморськ, 2016 р.); «PROGRESS IN MECHANICS AND MATERIALS IN DESIGN» (Portugal, 2017); «Екологобезпечні і ресурсозберігаючі технології та матеріали» (РФ, 2017 р.); «Інженерія поверхні і реновація виробів» (м. Одеса, 2017 р.); Міжнародній конференції вогнетривників і металургів (РФ, 2016 р.); Sustainable industrial processing summit & exhibition (Rio De Janeiro, Brazil, 2018 р.).

**Публікації.** Основний зміст дисертації відображено у 23 наукових публікаціях, з них: 12 статей у наукових фахових виданнях (в т.ч. 6 статей у фахових періодичних виданнях, що індексуються в наукометричній базі *Scopus*, 1 стаття у іноземному періодичному фаховому виданні), 3 патенти України (2 – на винахід, 1 – корисну модель), 8 – у матеріалах конференцій.

**Структура та обсяг дисертації.** Дисертаційна робота складається із анотації двома мовами, вступу, п’яти розділів, висновків, списку використаних джерел, додатків. Загальний обсяг дисертації становить 161 сторінку; з них 42 рисунки по тексту; 24 рисунки на 14 окремих сторінках; 17 таблиць по тексту; 1 таблиця на 1 сторінці; списку використаних джерел з 170 найменувань на 17 сторінках, 3 додатки на 9 сторінках.

## ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У **вступі** обґрунтовано актуальність теми та доцільність дисертаційної роботи, сформульовано її мету і задачі, визначено об’єкт, предмет і методи дослідження, сформульовано основні результати роботи, визначено їх наукову новизну та практичну значущість, зазначено внесок здобувача, наведено відомості про апробацію результатів роботи та публікації за темою дисертації.

У **першому розділі** представлено огляд літературних джерел, які містять відомості про особливості структури та властивостей матеріалів у мікро- та нанодисперсному стані. Розділ містить загальну інформацію про технічні підходи при роботі з нанорозмірними порошковими матеріалами, методи змішування та деагломерації. У розділі представлено огляд інформації по особливостям спікання порошкових керамічних матеріалів та формуванню їх структури.

Проведено огляд ряду інноваційних методів консолідації порошкових керамічних матеріалів та порівняння їх з традиційними методами. Велика кількість досліджень свідчить про те, що на шляху формування дрібної структури лежать процеси рекристалізації, які дають суттєвій вплив при тривалому періоді спікання, що характерно для традиційних методів виготовлення керамічних матеріалів. У розділі показано переваги методу електроконсолідації з прямим пропусканням електричного струму, як для електропровідних, так і для діелектричних матеріалів, а також його доцільність при компактуванні нанопорошків для отримання високощільних матеріалів з тонкою структурою.

Також у розділі викладено огляд основних типів керамічних матеріалів та областей їх застосування. Особлива увага приділяється керамічним матеріалам інструментального призначення. Показано, що $Al_2O_3$ має комплекс властивостей, які дозволяють йому замінити ріжучий інструмент із твердих сплавів при обробці високотвердих металічних сплавів, а композити на його основі мають нерозкритий потенціал для вдосконалення та підвищення експлуатаційних властивостей.

Проведено аналіз досліджень, які розкривають особливості механічної обробки металу ріжучим інструментом та способи підвищення зносостійкості керамічних матеріалів при високошвидкісному різанні. Показано доцільність дослідження теплофізичних властивостей матеріалу, який використовується для чистової та напівчистової обробки високотвердих сплавів.

У **другому розділі** представлена інформація щодо методів та вихідних матеріалів, які використовувались у ході досліджень. Основною сировиною для виготовлення дослідних зразків кераміки були мікропорошки $\alpha$-$Al_2O_3$ та $\beta$-SiC вітчизняного виробництва. Отримання гомогенних сумішей досягалось довготривалим змішування у планетарному млині у середовищі ізопропилового спирту.

Одержання зразків виконувалась методом електроконсолідації с пропусканням високоамперного струму на оригінальній установці, розробленій на кафедрі якості, стандартизації, сертифікації та технології виготовлення матеріалів та захищеної патентом України. В ході виконання роботи було проведено вдосконалення устаткування для електроконсолідації, що дало змогу одночасно реєструвати основні параметри процесу (лінійну усадку, аксіальний тиск, температуру та час). Отримані данні були використані для подальшого аналізу та отримання відомостей про механізми ущільнення у процесі консолідації.

У розділі описано методи дослідження основних фізичних та механічних властивостей отриманих зразків. Дослідження структури зразків проводилось з

використанням електронного мікроскопу LEO1455 VP (ZEISS) та MIRA3 TESCAN. Хімічний склад та розподілення елементів визначали за допомогою енергодисперсійної рентгенівської спектроскопії на спектрометрі INCA Energy-300.

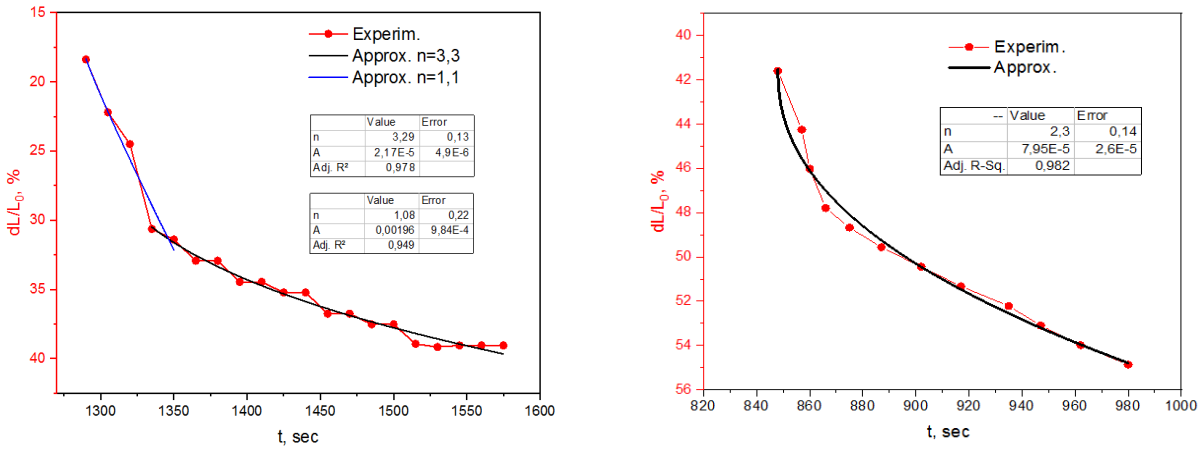
Структурні та фазові дослідження зразків проводилися на рентгенівському дифрактометрі ДРОН-4-07 в Cu-Kα випромінюванні. Визначення значень коефіцієнтів мікротвердості та тріщиностійкості отриманих зразків проводили визначенням діагоналі відбитка индентора. Дослідження теплофізичних властивостей та процесів включали в себе вимірювання коефіцієнта теплопровідності по методу стаціонарного потоку тепла в діапазоні температур – 260 ÷ +20 ˚С та моделювання процесів розподілу температурного поля в об’ємі установки електроконсолідації та зони пресування впродовж усієї тривалості процесу консолідації. Моделювання проводилось на основі системи рівнянь квазістаціонарної електропровідності та нестаціонарної теплопровідності методом скінченних елементів з урахуванням процесів обміну та контактних опорів.

У **третьому розділі** викладено результати досліджень механізмів ущільнення в процесі електроконсолідації з пропусканням високоамперного струму. За основу взята класична модель Френкеля, описуюча процеси спікання сферичних частинок

$$y^n = A \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) t, \qquad (1)$$

де $n$ = 1, 2, 3 або 4, що вказує на переважаючий механізм в'язкої течії, поверхневої дифузії, дифузії через границі зерен і через кристалічну решітку, $A$ – константа, $Q$ – енергія активації, $R$ – універсальна газова стала, $T$ – абсолютна температура і $t$ – час. Адекватність моделі підтверджено при апроксимації отриманих часових залежностей лінійної усадки результати якої мали коефіцієнт детермінації Adj. $R^2 \geq 0.949$ (рис. 1).

За даними, отриманими при апроксимації, встановлено, що при спіканні порошкових сумішей $Al_2O_3$–SiC за температури $T_{спік}$ ~1600÷1700 ºС основними механізмами масопереносу є перегрупування частинок (на початковому етапі) та міжзеренна дифузія (на заключному етапі) (рис. 1, а). При зменшенні температури спікання та часу ізотермічної витримки (до 2 хв.) місце зернограничної дифузії займають процеси поверхневої дифузії, які не можуть забезпечити утворення міцних зв’язків зерен (рис. 1, б).



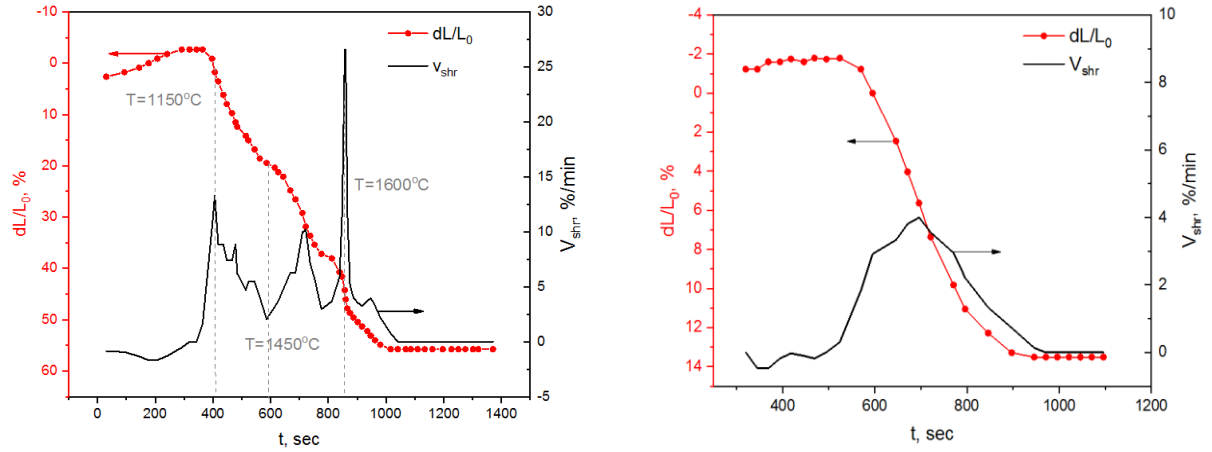

а) б)

Рисунок 1 – Часові залежності лінійної усадки і їх апроксимація композиту на основі $Al_2O_3$ з додаванням 15 мас. % нано-SiC. $T_{спік}$ = 1700 ºС (а) та 1600 (б) ºС

Показано вплив дисперсності вихідних складових порошкової суміші на процес ущільнення при компактуванні та спіканні. При ущільненні сумішей мікропорошку $Al_2O_3$ з додаванням нанопорошку SiC характер часових залежностей лінійної усадки є більш складним та на початковому етапі (компактуванні) має деякі розбіжності с моделлю в момент часу $t$ = 600 с (рис. 2, а), що є наслідком особливих властивостей нанопорошків (схильність до агломерації). Також показано, що застосування добавки у вигляді нанопорошку підвищує максимальну швидкість усадки на 20%/хв. (рис. 2).

В розділі приведено результати досліджень пливу умов консолідації та параметрів вихідної суміші $Al_2O_3$-SiC на фазовий склад, відносну щільність та структуру отриманих композитів. Дослідження структури показують утворення нових фаз ($SiO_2$, $Al_2SiO_5$) при температурі спікання температури $T_{спік}$ ~1700 ÷ 1800 ºС (табл. 1).

Зниження відносної густини спостерігається як при збільшенні концентрації SiC, так і при підвищенні температури спікання. Останній факт є наслідком підвищення газоутворення, яке перешкоджає повноцінному ущільненню компактуємого об’єму. Утворення склофази та будь-яких газів є небажаним, тому підвищення температури спікання вище 1700 ºС для системи $Al_2O_3$-SiC є невиправданим.



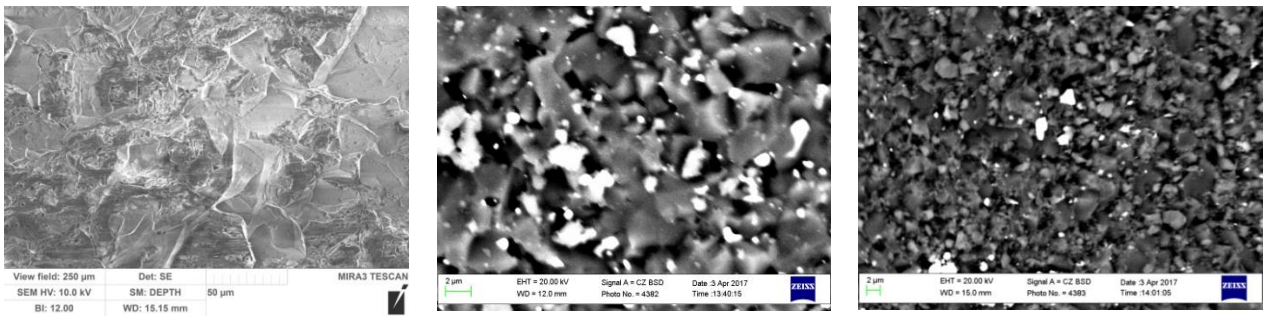

а) б)

Рисунок 2 – Часові залежності лінійної усадки та її швидкості: суміш $Al_2O_3$-SiC з дисперсністю мікро-нано (а) та мікро-мікро (б)

Таблиця 1 – Зміна фазового складу після електроконсолідації

| Назва фази | Ф-ла | $T_{спік}$, °C | | |
|---|---|---|---|---|
| | | 1600 | 1700 | 1800 |
| Муассаніт(3С) | SiC | ● | ● | ● |
| Корунд | $Al_2O_3$ | ● | ● | ● |
| Муассаніт (Н) | SiC | ● | ● | |
| SiC-IV | $Si_7C_7$ | ● | ● | |
| Силліманіт | $Al_2SiO_5$ | | | ● |

Дослідження структури отриманих зразків кераміки на основі оксиду алюмінію показали, що відсутність добавок призводить до швидкого росту зерен (рис. 3, а). Додавання невеликої кількості мікропорошку карбіду кремнію зберігає мікроструктуру композиту при $T_{спік}$ = 1400 °С (рис. 3, б). Застосування добавки у вигляді нанопорошку є більш доцільним, так як це забезпечує більшу дисперсність зміцнюючої добавки і зберігає мікроструктуру композиту при підвищенні температури спікання до 1700 °С (рис. 3, в).



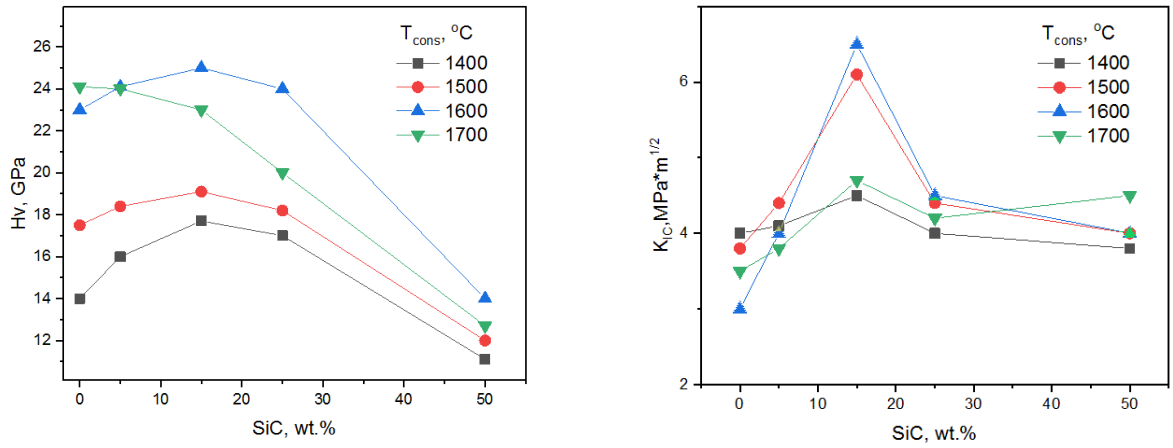
а) б) в)

Рисунок 3 – Мікроструктура зразків кераміки на основі $Al_2O_3$ отриманих методом електроконсолідації протягом 3 хв.: без додавання SiC (а), з 15% мікро-SiC (б), з 15% нано-SiC (в)

Нанопорошки мають підвищену реагуючу здатність через надлишок поверхневої енергії і потребують інтенсивних методів консолідації. Найбільш придатним для цього є електроконсолідація з прямим пропусканням струму, яка дозволяє скоротити час спікання до декількох хвилин. Підвищення часу витримки до 10 хв. показує зниження дисперсності SiC, утворення великих зерен, тому є неоправданим.

У розділі також викладено данні, отриманні при дослідженні механічних властивостей композитів на основі оксиду алюмінію та карбіду кремнію, та описано вплив на них параметрів консолідації та фазового складу вихідних сумішей (рис. 4). Найвищі значення коефіцієнтів мікротвердості $H_V$ та тріщиностійкості $K_{IC}$ мають зразки з вмістом SiC 15 % за масою. Невисокі значення цих коефіцієнтів при недостатній кількості добавки є наслідком крупнозернистої структури.

Перевищення оптимальної концентрації призводить до зростання залишкових механічних напружень, виникаючих у наслідок невідповідності КТР матриці та зміцнюючої фази.




а) б)

Рисунок 4 – Залежність коефіцієнта мікротвердості (а) та тріщиностійкості (б) від вмісту SiC і температури консолідації

Дослідження процесів ущільнення у ході консолідації, аналіз отриманих даних та дослідження механічних властивостей отриманих композитів свідчать про те, що зниження температури спікання до 1400 ºС не може забезпечити повноцінне ущільнення і протікання необхідних дифузійних процесів. Збільшення температури спікання до $T_{\text{спік}} \geq 1700$ ºС призводить до посилення фазоутворень, що негативно позначається на механічних властивостях матеріалу.

**Четвертий розділ** містить результати експериментальних досліджень теплопровідності отриманих композиційних матеріалів. Виконано

апроксимацію отриманих температурних залежностей згідно з дебаївською моделлю фононного спектру, що показало вплив параметрів консолідації на структурні характеристики. Підвищення температури консолідації з 1400 до 1700 ˚С призводить до зменшення дефектності композиту, поліпшенню його консолідованості та зростанню величини теплопровідності (рис. 5).

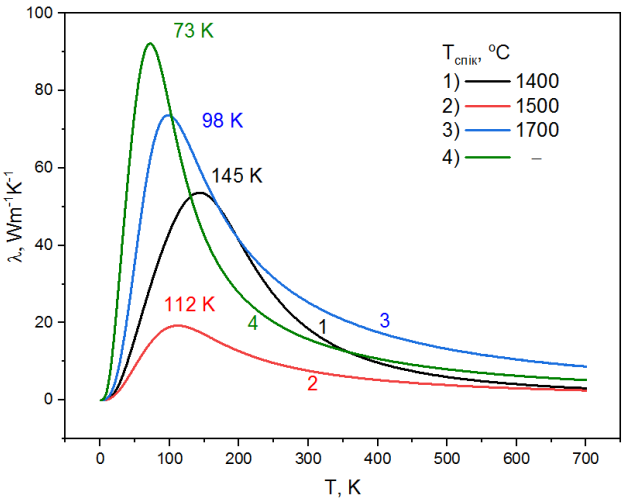



Рисунок 5 – Температурні залежності коефіцієнта теплопровідності композитів із $Al_2O_3$, виготовлених при різних температурах

Завдяки використанню добавки SiC, теплопровідність якого значно вище теплопровідності матриці, вдалося підвищити теплопровідність композиту до значень порядку 25 Вт/м/К, що на рівні з коефіцієнтом теплопровідності сталей.

Адекватність застосованої моделі підтверджується значеннями коефіцієнта детермінації (Adj. $R^2 \geq 0.996$) та кореляцією результатів з результатами досліджень механічних властивостей.

У розділі викладено результат-ти математичного моделювання процесів розподілу температурного поля у об’ємі установки електроконсолідації та зоні пресування. Отримані дані показали, що різниця температур в зоні пресування під час інтенсивного нагрівання не перевищує 12 %, та 2 % – на ізотермічному етапі (рис. 6).

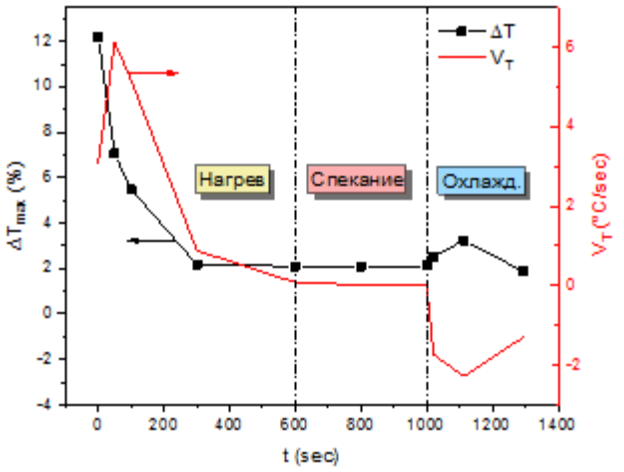



Рисунок 6 – Зміна різниці температур у зоні пресування та швидкості нагріву під час процесу консолідації

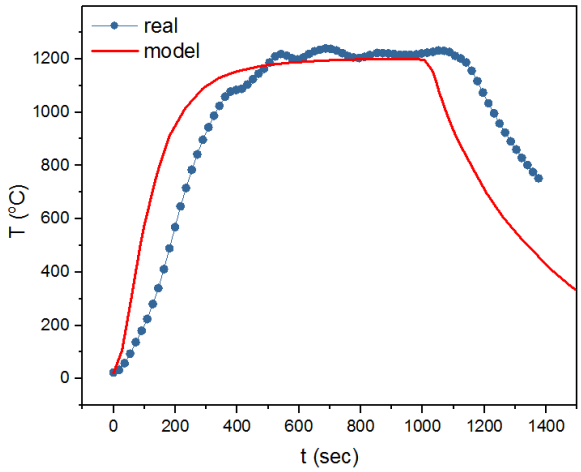



Рисунок 7 – Виміряна та змодельована температура у зоні пресування під час процесу консолідації

Достовірність використаної моделі підтверджується при порівнянні її результатів з експериментальними вимірюваннями, на рис. 7 видно, що характери поведінки температур повністю ідентичні.

Таблиця 2 – Фізико-механічні властивості існуючих ріжучих матеріалів та розробленого композиту

| Назва | Склад | λ, Вт/м/К | $H_V$, ГПа | $\alpha \cdot 10^{-6}$, $м^2/с$ | $B \cdot 10^3$, Н/с |
|---|---|---|---|---|---|
| Р18 | Fe, W, Cr | 22.1 | 7.6 | 6.4 | 48.6 |
| ВОК60 | $Al_2O_3$, TiC | 15.0 | 14.6 | 4.4 | 64.2 |
| НС1 (NTK) | $Al_2O_3$ | 17.0 | 18.0 | 5.7 | 102.6 |
| НС2 (NTK) | $Al_2O_3$, TiC | 21.0 | 21.0 | 6.1 | 128.1 |
| As15-6 | $Al_2O_3$, SiC | 23.0 | 25.0 | 9.4 | 216.2 |

У розділі виконано порівняння отриманого композиційного матеріалу (As15-6) з існуючими аналогами (швидкоріжуча сталь, оксидна та оксидно-карбідна кераміка). Для порівняльної оцінки запропоновано та обґрунтовано введення термомеханічного параметру (*B*), який від обра-жає як механічні (твердість $H_V$), так і теплофізикчні (температуропровідність α) властивості матеріалу.

Отриманий у ході роботи нанокомпозиційний матеріал за термомеханічними властивостями в 4 рази перевершує швидкоріжучі сталі, та в 2 рази – сучасні оксидно-карбідні кераміки зарубіжних виробників.

У **п'ятому розділі** містяться результати випробувань ріжучих властивостей отриманого композиційного матеріалу при точінні валків із термооброблених сталей та чавунів. Порівняння проводилося з оксидною керамікою ВО-13, оксидно-карбідної керамікою (ВОК-60, ВОК-71) і оксидно-нітридною керамікою ОНТ-20 (рис. 8 - 10).

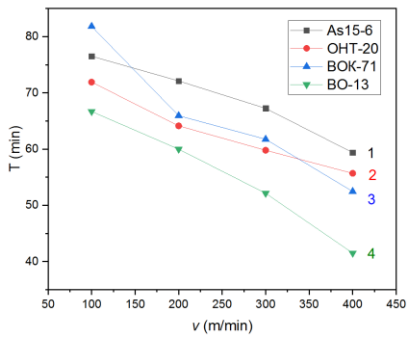



Рисунок 8 – Залежність стійкості різців при точінні сталі 45 від швидкості різання

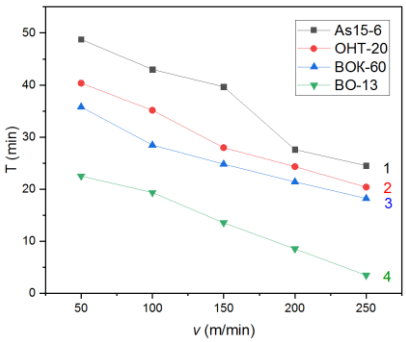



Рисунок 9 – Залежність стійкості різців при точінні сталі ШХ15 від швидкості різання

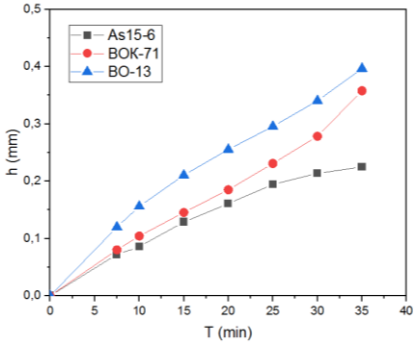



Рисунок 10 – Залежність зносу по задній поверхні від тривалості обробки сталі 45

В результаті проведених випробувань встановлено, що ріжучі пластини з розробленої кераміки можуть ефективно застосовуватися при напівчистовому та чистовому точінні загартованих сталей і дозволяють підвищити продуктивність обробки в порівнянні з пластинами ВОК-60, ВОК-71 в 2 рази.

З використанням математичної обробки експериментальних даних по механічним властивостям отримані емпіричні математичні залежності основних характеристик міцності мікротвердості $H_V$ (2) і коефіцієнта тріщиностійкості $K_{IC}$ (3) :

$$H_V(T,x) = A_0 + \frac{A}{D_T D_x}\ ; \qquad (2)$$

тут

$$D_T = n + \left(\frac{T-T_C}{W_T}\right)^2 - b_T\left(\frac{|T-T_C|+T-T_C}{2W_T}\right)^2;$$

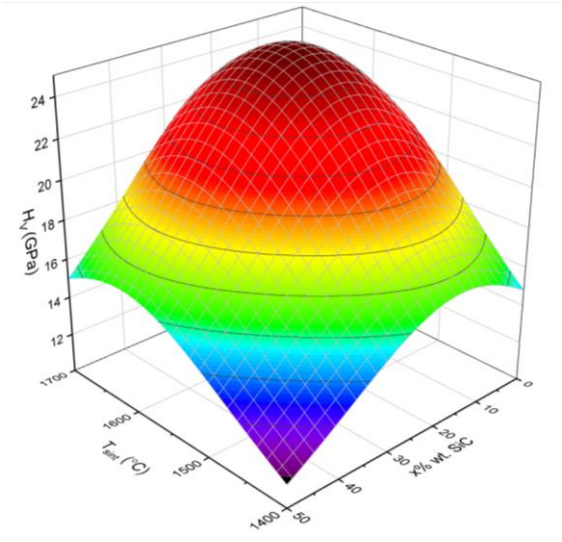
$$D_x = \frac{1}{n} + \left(\frac{x-x_C}{W_x}\right)^2 - b_x\left(\frac{x-x_C-|x-x_C|}{2W_x}\right)^2;$$

$$K_{IC}(T,x) = A_0 + \frac{A}{\left[n+\left(\frac{T-T_C}{W_T}\right)^2\right]\left[\frac{1}{n}+\left(\frac{x-x_C}{W_x}\right)^2\right]}; \qquad (3)$$

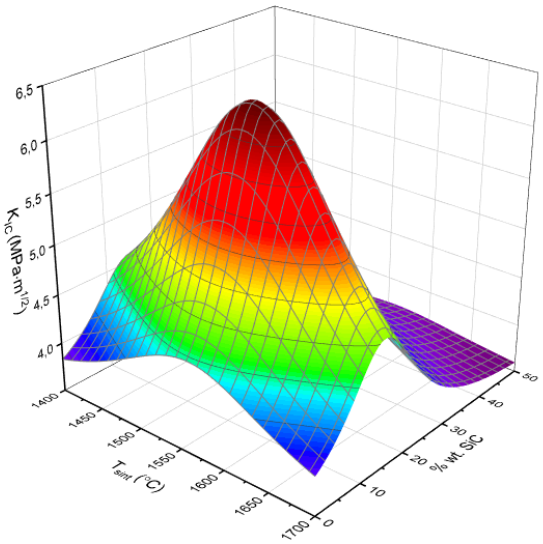
Таблиця 3 – Коефіцієнти для розрахунку $H_V$ і $K_{IC}$

| | $H_V$ | $K_{IC}$ |
|---|---|---|
| $A_0$ | 8.0 | 3.5 |
| A | 16.8 | 3.3 |
| $T_C$, ℃ | 1620 | 1560 |
| $W_T$ | 180 | 120 |
| $x_c$, % | 15.1 | 15.0 |
| $W_x$ | 30.0 | 0.6 |
| $b_T$ | 0.8 | - |
| $b_x$ | 0.5 | - |
| n | 1.3 | 1 |

де $T$ – температура спікання, $x$ – вміст SiC у вихідній суміші у % за масою. Графічне зображення запропонованих моделей представлене на рис. 11.




а)




б)

Рисунок 11 – Залежність $H_V$ (а) та $K_{IC}$ (б) від температури спікання $T_{спік}$ та вмісту SiC в системі $Al_2O_3$–SiC

Подальшого підвищення працездатності і надійності кераміки As15-6 можна досягти за рахунок оптимізації режиму алмазної обробки, полірування (згладжування нерівностей), розпиленням дефектного поверхневого шару, а також демпфуванням інструменту в нормальному напрямку. Останнього можна досягти за рахунок збільшення товщини пластин.

У **додатках** наведено акти експлуатаційних випробувань розробленого нанокомпозиційного матеріалу та список публікацій за темою роботи.

## ВИСНОВКИ

У дисертаційній роботі вирішено науково-практичну задачу з розробки високоміцного теплостійкого композиту для застосувати як ріжучого інструменту в умовами обробки високтвердих сплавів. Шляхом дослідження закономірностей консолідації, структуроутворення в сумішах мікро- та нанопорошків $Al_2O_3$–SiC було визначено оптимальний склад та параметри консолідації композиту з використанням технології електроконсолідації.

У результаті проведених досліджень, зроблені наступні висновки:

1. Встановлено, що підвищення міцності властивостей матеріалу можливо шляхом збереження дрібнозернистості його структури, що досягається використанням в якості зміцнюючої добавки нанорозмірних неметалічних порошків; підвищення теплофізичних властивостей композиту досягається шляхом використання зміцнюючої добавки з підвищеною (в порівнянні з матрицею) теплопровідністю – SiC для композитів на основі $Al_2O_3$.

2. Експериментально встановлено, що при консолідації порошкових сумішей мікро- $Al_2O_3$ і нано-SiC при температурах близько 1600 ÷ 1700˚C основним механізм ущільнення на початковому етапі фази спікання є перегрупування частинок, яка змінюється масопереносом шляхом поверхневої і міжзеренної дифузії. Встановлено, що максимальна швидкість ущільнення сумішей порошків з дисперсністю мікро-нано на 20 %/хв. вище, ніж максимальна швидкість ущільнення сумішей з дисперсністю мікро-мікро.

3. Проведено дослідження механічних властивостей отриманих композитів, а також встановлено вплив складу і умов консолідації на відносну щільність, мікротвердість і тріщиностійкість матеріалу. Встановлено, що композит $Al_2O_3$-SiC досягає максимальних значень мікротвердості ($H_V$ = 25.0 ГПа) і тріщиностійкості ($K_{IC}$ = 6.5 МПа·м$^{1/2}$) при складі 85% (мас.) мікро-$Al_2O_3$ + 15% (мас.) нано-SiC , температурі спікання $T_{спік}$ = 1600 ˚C, часі витримки $t$ = 3 хв. Запропоновано математичні залежності коефіцієнтів мікротвердості $H_V(T, x)$ і тріщиностійкості $K_{IC}(T, x)$ від температури спікання $T$ і відсоткового вмісту добавки SiC- $x$.

4. Досліджено теплофізичні властивості отриманих композитів і процеси теплопереносу в процесі консолідації в широких інтервалах температур. Показаний характер зміни коефіцієнта теплопровідності композитів λ (*T*) при зміні температури спікання. Підвищення температури спікання від 1400 до 1700 ˚С призводить до зменшення дефектності складу $Al_2O_3$-SiC, поліпшенню консолідованості частинок і підвищенню коефіцієнта теплопровідності до 25 Вт/(м·К). Досліджено динаміку розподілу теплових полів в об'ємі установки електроконсолідації. Встановлено, що градієнт температури в зоні пресування не перевищує 2% на ізотермічній стадії спікання.

5. Проведено випробування отриманого композиційного матеріалу при точінні термооброблених сплавів. Встановлено, що отриманий матеріал дозволяє підвищити швидкість чистової і напівчистової обробки у 2 рази в порівнянні з пластинами з оксидної і оксидно-карбідної ріжучої кераміки. Обґрунтовано введення термомеханічного параметра для порівняльної оцінки різних ріжучих матеріалів. Показано, що отриманий нанокомпозиційний матеріал за термомеханічними властивостями в 4 рази перевершує швидкорізальні стали вітчизняного виробництва і в 2 рази – сучасні ріжучі матеріали на основі $Al_2O_3$ зарубіжного виробництва.

## СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

1. Кислица М.В. Метод электроконсолидации (электроспекания) как высокоэффективный метод для компактирования нанопорошков с целью получения композиционных материалов инструментального и конструкционного назначения / Э.С. Геворкян, В.А. Чишкала, М.В. Кислица // Сборник научных трудов Украинского государственного университета железнодорожного транспорта. – 2016 г. – №160. – С.75-80.

*Здобувачем зроблено огляд літературних джерел стосовно проблеми компактування, методів консолідації нанопорошків.*

2. Кислица М.В. Влияние нанодобавок на структуру и свойства карбида кремния при электроконсолидации / [Э.С. Геворкян, В.А. Чишкала, О.М. Мельник, М.В. Кислица] // Вестник НТУ «ХПИ». – 2016 г. – №22(1194). – С. 39-45.

*Здобувачем виготовлено дослідні зразки та взято участь у дослідженні їх структури та властивостей.*

3. Kislitsa M. The problem of effective pressure on consolidation of zirconia nanopowders and its solution with spark-plasma sintering / [E. Gevorkyan, Yu. Gutsalenko, V. Chishkala, O. Melnik, M. Kislitsa] // Fiability & Durability. – №1. – 2016. – P. 10-21.

*Здобувач приймав участь у підготовці вихідних сумішей та виготовляв дослідні зразки на установці електроконсолідації.*

4. Kislitsa M. V. Synthesis by method of electro consolidation of SiC and WC, $ZrO_2$ nanocomposite materials with the high mechanical properties / [E.S. Gevorkyan, G.D. Semchenko, M.V. Kislitsa, V.A. Chishkala, R.V. Vovk] // Вісник ХНУ, серія «Фізика». – 2016. – Вип. 24.– С. 30-35.

*Здобувач брав участь у проведені досліджень механічних властивостей отриманих зразків керамічних матеріалів, аналізі отриманих результатів та формулюванні висновків.*

5. Kislitsa M. Ceramic cutting tools out of nanostructured refractory compounds / [Edwin Gevorkyan, Sergiy Lavrynenko, Miroslaw Ruckic, Zbigniew Siemiatkowskic, Maksim Kislitsa] // International Journal of Refractory Metals & Hard Materials. – 2017. – No 68. – P. 142–144.

*Здобувачем виготовлено зразки ріжучих пластин для проведення випробування їх на міцність.*

6. Кислиця М.В. Вплив електроспікання на структуру і властивості кераміки на основі карбіду кремнію / Е.С. Геворкян, М.В. Кислиця // Збірник наукових праць УкрДУЗТ. – 2017. – вип. 169. – С. 136-137.

*Здобувачем виготовлено дослідні зразки при різних режимах електроконсолідації та взята участь у дослідженні впливу параметрів спікання на властивості матеріалу.*

7. Kislitsa M.V. Investigation of structure and properties of composite material $Al_2O_3$–SiC obtained by electroconsolidation process / R.V. Vovk, N.M. Prokopiv, V.A. Chishkala, M.V. Kislitsa // Functional Material. – 2018. – № 25 (1). – P. 43-47.

*Здобувачем виготовлено дослідні зразки композитів $Al_2O_3$–SiC та проведено дослідження їх теплофізичних характеристик.*

8. Кислица М.В. Электро- и теплопроводность МАХ-фазы $Ti_3AlC_2$ при низких температурах / Г.Я. Хаджай, Р.В. Вовк, Т.А. Прихна, Э.С. Геворкян, М.В. Кислица, А.Л. Соловьев // Физика низких температур. – 2018. – т. 44. – No 5. – С. 589–591.

*Здобувачем проведено дослідження теплофізичних характеристик отриманих композиційних матеріалів.*

9. Kislitsa M. V. Charge and heat transfer of the $Ti_3AlC_2$ MAX phase / [R. V. Vovk, G. Ya. Khadzhai, T. A. Prikhna, E. S. Gevorkyan, M. V. Kislitsa, A. L. Soloviev, I. L. Goulatis, A. Chroneos] // Journal of Materials Science: Materials in Electronics. Published online: 21 May 2018. – P. 1-4.

*Здобувачем проведено дослідження теплофізичних характеристик отриманих композиційних матеріалів.*

10. Kislitsa M.V. Effect of nano addinion on the structure and properties of silicon carbide during electroconsolidation / R.V. Vovk, V.A. Chishkala, N.M. Prokopiv, M.V. Kislitsa, I.M. Chursina // Вісник ХНУ, серія «Фізика». – 2017. – Вип. 27. – С. 49-52.

*Здобувачем проведено аналітичний огляд літератури з метою встановлення найбільш вірогідних механізмів впливу нанодобавок на структуру полікристалічного матеріалу.*

11. Кислица М.В. Теплопроводность нанокомпозитов $Al_2O_3$-SiC, изготовленных методом электроконсолидации / М. В. Кислица, Г. Я. Хаджай, Э. С. Геворкян, Р. В. Вовк // Фізика низьких температур. – 2019. – т. 45. № 4. – С. 484 – 487.

*Здобувач приймав участь у виготовлено дослідних зразків та проведенні досліджень їх теплофізичних характеристик.*

12. Kislitsa M.V. Phase formation in the SiC-$Al_2O_3$-$ZrO_2$ system during hot pressing by the method of electroconsolidation / R. V. Vovk, M.V. Kislitsa, M. Rucki // Functional Materials. – 2019. – № 26 (1). – P. – 78-82.

*Здобувач приймав участь у виготовлено дослідних зразків, аналізі отриманих результатів та формулюванні висновків.*

13. Пат. на корисну модель №121894 Україна, МПК C04B 35/565 (2006.1) Композиційний матеріал з добавкою карбіду кремнію з високими термомеханічними властивостями / Р.В. Вовк, Е.С. Геворкян, Л.А. Тимофеєва, С.В. Панченко, В.О. Чишкала, С.В. Литовченко, М.В. Кислиця; заявник та власник патенту УкрДУЗТ – № u 201704231; заявл. 28.04.2017; опубл. 26.12.2017, Бюл. №24.

*Здобувач взяв безпосередню участь у проведенні експериментів щодо встановлення режимів компактування порошкових сумішей.*

14. Пат. на винахід №117981 Україна, МПК C04B 35/565 (2006.1), C04B 35/58 (2006.01). Композиційний матеріал з добавкою карбіду кремнію з високими термомеханічними властивостями / Р.В. Вовк, Е.С. Геворкян, Л.А. Тимофеєва, С.В. Панченко, В.О. Чишкала, С.В. Литовченко, М.В. Кислиця; заявник та власник патенту УкрДУЗТ – № a 201704197; заявл. 27.04.2017; опубл. 02.08.2018, Бюл. №20

*Здобувач взяв безпосередню участь у проведенні експериментів щодо встановлення режимів компактування порошкових сумішей.*

15. Пат. на винахід №118974 Україна, МПК C04B 35/10 (2006.01), C04B 35/103 (2006.01), C04B 35/106 (2006.01), C04B 35/565 (2006.01) Композиційний керамічний матеріал SiC-$Al_2O_3$-$ZrO_2$ та спосіб його отримання / Е. С. Геворкян, В. О. Чишкала, О. М. Мельник, М. В. Кислиця, С. В. Литовченко, В. П.

Нерубацький; заявник та власник патенту УкрДУЗТ – № а 201607301; заявл. 05.07.2016; Бюл. №7.

*Здобувач взяв безпосередню участь у проведенні експериментів щодо встановлення режимів компактування порошкових сумішей.*

16. Кислица М.В. Создание муллитокорундовых матриц, модифицированных наночастицами β – SiC / Г.Д. Семченко, Э.С. Геворкян, И.Ю. Шутеева, М.В. Кислица, М.А. Панасенко // Междунар. конф. огнеупорщиков и металлургов, 7-8 апреля 2016: тез. докл. – НИТУ «МИСиС». – 2016. – С. 68-69.

*Здобувач провів підготовку матеріалів та обладнання, взяв участь в аналізі отриманих даних та формулюванні висновків.*

17. Кислица М.В. Композиты с тонкой структурой на основе корунда и карбида кремния / Э.С. Геворкян, Д.О. Московских, М.В. Кислица, К.С. Торосян // Новые огнеупоры: тез. докл. Междунар. конф. огнеупорщиков и металлургов – 2016 г. – №3. – С. 10-11.

*Здобувачем виготовлено дослідні зразки, взято участь у аналізі отриманих даних і формулюванні основних висновків.*

18. Кислица М.В. Некоторые особенности получения бимодальных композиционных материалов оксид алюминия – карбид кремния при электроспекания / Э.С. Геворкян, Н.М. Прокопив, В.А. Чишкала, М.В. Кислица // 16-й Международная научно-технической конференция, 30 мая – 03 июня 2016 г.: тез. докл. — Киев: АТМ Украины. – 2016. – С. 18-19.

*Здобувачем виконано електроконсолідацію дослідних зразків кераміки $Al_2O_3$–SiC.*

19. Kislitsa M. Preparation of nanostructured materials by electrical sintering / [Edwin Gevorkyan, Sergiy Lavrynenko, Miroslaw Rucki, Zbigniew Siemiątkowski, Maksim Kislitsa] // 7th International Conference on Mechanics and Materials in Design, 11-15 June 2017. – INEGI/FEUP, 2017. – P. 663-666.

*Здобувачем виготовлено дослідні зразки, взято участь у проведенні рентгенофазових, мікроструктурних досліджень, механічних випробуваннях та аналізі отриманих даних і формулюванні висновків.*

20. Кислица М.В. Перспективы применения композиционного материала $Al_2O_3$–SiC в качестве інструментального / Э.С. Геворкян, М.В. Кислица, С.Н. Лавриненко, М. Руцкий, В.А. Чишкала // XXV міжнародна науково-практична конференція «MicroCAD-2017», 17-19 травня 2017 р.: тез. доп. – Харків: НТУ «ХПІ», 2017. – С. 175.

*Здобувач приймав участь у дослідженні фізико-механічних властивостей та мікроструктури отриманих композиційних матеріалів.*

21. Кислица М.В. Высокоэффективное компактирование нанопорошков электроконсолидацией / М.В. Кислица, Э.С. Геворкян, В.А. Чишкала // 3-я Всероссийская молодежная научная конференция с международным участием «Экологобезопасные и ресурсосберегающие технологии и материалы», 18-20 мая 2017 г.: тез. докл.: БНЦ СО РАН. – 2017. – С. 103-105.

*Здобувачем виготовлено дослідні зразки при різних режимах гарячого пресування та встановлено оптимальні параметри процесу для отримання найкращих механічних властивостей композиту.*

22. Кислица М.В. Формирование структуры и свойств композиционного материала $Al_2O_3$–SiC в процессе электроконсолидации / [М.В. Кислица, Э.С. Геворкян, Н.М. Прокопив, В.А. Чишкала] // 17-я Международная научно-техническая конференция, 29 мая – 02 июня 2017 г.: тез. докл.: – Киев: АТМ Украины. – 2017. – С. 55-56.

*Здобувачем виготовлено дослідні зразки при різних режимах електроконсолідації та взято участь аналізі отриманих результатів.*

23. Кислица М.В. Новый керамический материал на основе микро $Al_2O_3$ и SiC (нано) инструментального назначения / Э.С. Геворкян, М.В. Кислица, Н.М. Прокопив // 18-й Международный научно-технический семинар, 10–16 февраля 2018 г.: тез. докл. – Киев: АТМ Украины. – 2018. – С. 37-39.

*Здобувачем виготовлено дослідні зразки при різних режимах електроконсолідації та взято участь аналізі отриманих результатів.*

## АНОТАЦІЇ

**Кислиця М.В. Нанокомпозиційний матеріал на основі $Al_2O_3$ інструментального призначення, отриманий методом електроконсолідації.** – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.17.11 – технологія тугоплавких неметалічних матеріалів (161 – Хімічні технології та інженерія). Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут», Харків, 2019.

Дисертація присвячена створенню нового високотвердого теплостійкого керамічного композиційного матеріалу з використанням технології електроконсолідації на основі мікродисперсного $Al_2O_3$ і нанодисперсного SiC для виготовлення ріжучих пластин, призначених для обробки загартованих сталей і чавунів. В роботі теоретично обґрунтовано та експериментально підтверджено можливість підвищення механічних властивостей керамічного матеріалу на основі $Al_2O_3$ шляхом введення добавки наноструктурних матеріалів і теплофізичних властивостей отриманого композиту. Було показано позитивний вплив зниження дисперсності добавки на процеси ущільнення,

склад і температуру консолідації, що підставою зниження вартості виробництва. Встановлено можливі способи підвищення теплофізичних властивостей композитів, що безпосередньо визначає їх працездатність в умовах високих температур та механічних навантажень, характерних для токарної обробки твердих металів і сплавів. Визначено технологічні параметри для системи $Al_2O_3$-SiC, що дозволяють отримати матеріал з високими механічними ($H_V$ = 25.0 ГПа, $K_{IC}$ = 6.5 МПа·м$^{1/2}$) і теплофізичними (λ = 23.0 Вт/м/К, α = 9.4 м$^2$/с) характеристиками .

*Ключові слова:* інструментальна кераміка, електроконсолідація, механічні властивості, теплофізичні властивості, усадка, спікання.

**Kislitsa M.V. Nanocomposite material based on $Al_2O_3$ instrumental assignment, obtained by electroconsolidation.** – Qualification scientific work as a manuscript.

Dissertation for the degree of a candidate of technical sciences in specialty 05.17.11 – technology of refractory nonmetallic materials (161 – Chemical technologies and engineering). National Technical University «Kharkiv Polytechnic Institute», Kharkiv, 2019.

The dissertation is devoted to creation of a new high-temperature heat-resistant ceramic composite material using the technology of electroconsolidation on the basis of microdisperse $Al_2O_3$ and nanodisperse SiC for the manufacture of cutting plates designed for treatment of tempered steels and cast iron. In the work the theoretically justified and experimentally confirmed the possibility of increasing the mechanical properties of ceramic material on the basis of $Al_2O_3$ by introducing the addition of nanostructured materials and the thermophysical properties of the resulting composite. The positive influence of reducing the dispersion of the additive on the processes of sealing, the composition and temperature of consolidation, which leading to the reduction of the cost of production, was shown. Possible ways of increasing the thermophysical properties of composites are determined, which directly determines their efficiency in conditions of high temperatures and mechanical loads which is typical for turning of solid metals and alloys. The technological parameters for the $Al_2O_3$-SiC system are determined, which allow to obtain material with high mechanical properties ($H_V$ = 25.0 GPa, $K_{IC}$ = 6.5 MPa·m$^{1/2}$) and thermophysical (λ = 23.0 W/m/K, α = 9.4 m$^2$/s) characteristics.

*Keywords:* instrumental ceramics, electroconsolidation, mechanical properties, thermophysical properties, shrinkage, sintering.