Шероховатость керамики на основе ZrO₂

Д. т. н. В. В. Кузин (🖾), к. т. н. С. Ю. Фёдоров, д. т. н. С. Н. Григорьев

ФГБОУ ВО «Московский государственный технологический университет «Станкин», Москва, Россия

УДК 666.3:546.831-31]:[621.923.4:621.921.34

ВЗАИМОСВЯЗЬ РЕЖИМОВ АЛМАЗНОГО ШЛИФОВАНИЯ С СОСТОЯНИЕМ ПОВЕРХНОСТИ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ

Приведены результаты исследования влияния режимов плоского шлифования алмазными кругами на состояние поверхности тетрагонального поликристаллического диоксида циркония, частично стабилизированного оксидом иттрия (Y–TZP). Установлена взаимосвязь глубины шлифования, продольной и поперечной подач с шероховатостью, волнистостью, морфологией обработанной поверхности и структурой поверхностного слоя керамики на основе диоксида циркония.

Ключевые слова: шлифование, Y–TZP-керамика, шероховатость, волнистость, морфология поверхностного слоя керамики.

введение

Керамика на основе тетрагонального поли-кристаллического диоксида циркония, частично стабилизированного оксидом иттрия, является перспективным материалом для широкого применения [1, 2]. Уникальный комплекс свойств этой керамики позволяет удовлетворять достаточно жесткие требования, предъявляемые к высокоточным деталям в медицине, машиностроении, металлургии, энергетике, нефтегазовой и химической отраслях [3]. Необходимость выполнения этих требований вызывает определенные трудности при их изготовлении из-за отсутствия научно обоснованных рекомендаций по нормированию параметров качества и назначению рациональных режимов алмазного шлифования [4]. Это связано с недостаточной изученностью влияния режимов алмазного шлифования Y-TZP на точность деталей, изменение состояния их поверхностного слоя, а также действие механизмов мартенситного тетрагонально-моноклинного превращения и трансформационного упрочнения под действием технологических нагрузок [5]. По данным [6-8], при интенсификации режимов шлифования увеличиваются шероховатость и волнистость поверхности циркониевой керамики, а также толщина дефектного слоя и степень его дефектности. Механизм изменения поверхностного слоя керамики на основе диоксида циркония с ухудшением прочностных характеристик

> ⊠ B. B. Кузин E-mail: kyzena@post.ru

при шлифовании проанализирован в статье [9]. Разнородность результатов этих исследований затрудняет их практическое использование при решении задачи технологического обеспечения эксплуатационных характеристик высокоточных деталей из Y-TZP.

В настоящей работе поставлена цель — изучить влияние режимов алмазного шлифования на шероховатость, волнистость, морфологию поверхности и структуру поверхностного слоя Y-TZP-керамики для разработки рекомендаций, обеспечивающих эффективную технологическую подготовку производства высокоточных деталей. Настоящая статья является продолжением работ [10, 11].

МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Основные положения экспериментальной методики приведены в статье [10]. В настоящей работе исследовали образцы керамики из тетрагонального поликристаллического диоксида циркония, частично стабилизированного оксидом иттрия, высокоплотную структуру которой формируют зерна тетрагональной фазы размерами 0,5-1 мкм (рис. 1). Образцы Y-TZP-керамики имели предел прочности при изгибе оизг 950 МПа, трещиностойкость K_{1c} 9,0 МПа·м^{1/2}, плотность р 6,0 г/см³ и твердость 12 ГПа. Керамические образцы шлифовали при следующих режимах: продольная подача $S_{\text{пр}} = 5 \div 15$ м/мин, поперечная подача $S_{\text{поп}} =$ = 0,5 \div 1,5 мм/ход, глубина шлифования $t = 0,01 \div$ ÷ 0,05 мм. Скорость круга во всех экспериментах оставалась постоянной, $v_{\rm kp} = 30$ м/с.

Состояние обработанной поверхности оценивали параметрами шероховатости *Ra* и волнистости *Wa*, а также ее морфологией. Шерохо-



Рис.1. Структура Ү-ТZР-керамики

ватость измеряли в продольном и поперечном направлении, волнистость оценивали в продольном направлении с использованием прибора «Hommel TesterT8000». Морфологию обработанной поверхности и состояние поверхностного слоя изучали на сканирующем электронном микроскопе VEGA3 LMN. Для количественной оценки рельефа использовали средние значения ширины L_1 и глубины H_1 впадин, ширины L_2 и высоты H_2 выступов. Анализ структуры поверхностного слоя керамики проводили после скалывания фрагмента образца, которое производили методом индентирования с использованием алмазной пирамиды.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Общий вид поверхности высокоплотной и мелкозернистой Y-TZP-керамики после шлифования показан на рис. 2, а. Видно, что обработанная поверхность, покрытая пластически деформированным слоем, сформирована семейством впадин и выступов, образующихся в результате контакта единичных алмазных зерен на поверхности круга с керамикой. На поверхности керамики присутствуют многочисленные продольные 1 и поперечные 2 трещины, «чешуйчатые» наплывы 3, продольные риски 4 и углубления 5. На шлифованной поверхности Y-TZP-керамики не обнаружены поры и области локального разрушения.

Распределение пластически деформированного слоя на поверхности шлифованной керамики имеет следующую специфику: во впадинах этот слой распределен равномерно, а на выступах слой имеет более развитую морфологию за счет образовавшихся продольных рисок и «чешуйчатых» наплывов. Исходя из формы этих «чешуйчатых» наплывов, можно предположить, что природа их образования связана с перемещением керамики, перешедшей в пластическивязкое состояние под действием экстремально



Рис. 2. Морфология поверхности и структура поверхностного слоя Y-TZP-керамики после шлифования

высоких локальных температур, в ограниченное пространство между соседними алмазными зернами на поверхности круга, одновременно контактирующими с обрабатываемой поверхностью керамики. Часть объема пластически-вязкой керамики, не вместившаяся в этом ограниченном объеме, «выплескивается» за его пределы с образованием разнонаправленных «чешуек» после охлаждения.

Дополнительную развитость рельефу шлифованной поверхности придают углубления, образовавшиеся при скалывании локальных фрагментов керамики на выступах. Появление этих сколов связано с образованием продольных и поперечных трещин, растущих в поверхностном слое во внутренний объем керамики и часто замыкающихся на магистральной трещине, образовавшейся на границе модифицированный слой – исходная керамика. В этом случае образуются углубления наибольших размеров.

Сравнительный анализ показал, что структура поверхностного слоя на образцах Y-TZPкерамики существенно отличается от структуры аналогичного слоя, образующегося на оксидной, оксидно-карбидной и нитридной керамике при шлифовании из-за различий в свойствах и структуре этих керамических материалов [12-17]. Прежде всего, поверхностный слой на шлифованной циркониевой керамике состоит из двух слоев, имеющих разную структуру (см. рис. 2, *a*). Первый — пластически деформированный слой толщиной *t*₁ от 0,5 до 1,5 мкм, второй — модифицированный слой толщиной *t*₂ от 2 до 6 мкм. Между этими слоями имеется плавный переход. В пластически деформированном слое зерна имеют вытянутую форму, ориентированную к обработанной поверхности, а структуру модифицированного слоя образуют зерна, размер которых меньше размера зерен в исходной керамике. С интенсификацией режимов шлифования *t*₁ и *t*₂ увеличиваются.

Между модифицированным слоем и исходной керамикой имеется хорошо заметная магистральная трещина с весьма нестабильной траекторией роста. Именно по этой траектории происходит скол поверхностного слоя керамики при индентировании. Образование трещины между исходной Y-TZP-керамикой и модифицированным слоем можно связать с крайне высоким уровнем напряжений, формирующихся в приповерхностном слое керамики под действием силовых и тепловых нагрузок, генерируемых в зоне контакта алмазного круга с заготовкой. Очевидно, что образование столь дефектного слоя на рабочих поверхностях деталей из Y-TZP-керамики будет отрицательным образом влиять на их эксплуатационные характеристики.

Влияние режима шлифования на *Ra* обработанной поверхности заготовок Y-TZP-керамики показано на рис. 3. Видно, что параметры режима шлифования существенно влияют на *Ra*; интенсификация режима шлифования приводит к увеличению *Ra* обработанных поверхностей как в продольном, так и в поперечном направлении. При увеличении $S_{\text{пр}}$ в диапазоне от 5 до 15 м/мин (S_{поп} = 1 мм/ход, t = 0,04 мм) Ra шлифованной поверхности образцов Y-TZP-керамики возрастает от 0,09 до 0,14 и от 0,44 до 0,53 мкм в продольном и поперечном направлении соответственно (см. рис. 3, *а*). Увеличение S_{пол} в диапазоне 0,5-1,5 мм/ход (S_{пр} = 10 м/мин, t = 0,04 мм) приводит к возрастанию Ra соответственно от 0,12 до 0,20 и от 0,49 до 0,57 мкм (см. рис. 3, б). При увеличении t в диапазоне 0,01-0,05 мм ($S_{mp} = 10$ м/мин, $S_{\text{поп}} = 1 \text{ мм/ход}) Ra$ возрастает соответственно от 0,1 до 0,15 и от 0,42 до 0,54 мкм (см. рис. 3, в). Все полученные зависимости с высокой точностью аппроксимируются прямыми линиями. Установлено, что интенсификация режима шлифования также приводит к увеличению Wa обработанной поверхности образцов Y-TZP-керамики (рис. 4). При увеличении S_{пр} в диапазоне 5–15 м/мин (S_{поп} = = 1 мм/ход, t = 0,04 мм) Wa возрастает от 2,8 до 6,9 мкм (см. рис. 4, *a*). С увеличением S_{пол} в диапазоне 0,5-1,5 мм/ход (S_{пр} = 10 м/мин, t = 0,04 мм) Wa возрастает от 4,2 до 9,8 мкм (см. рис. 4, б). Увеличение t в диапазоне 0,01-0,05 мм ($S_{\rm np}$ = = 10 м/мин, S_{поп} = 1 мм/ход) приводит к росту Wa от 2,2 до 7,2 мкм (см. рис. 4, в).

Анализ результатов экспериментальных исследований показал существенное влияние параметров режима алмазного шлифования на морфологию шлифованной поверхности (рис. 5). В наибольшей степени это влияние сказывается на числе и размерах впадин, выступов, продольных и поперечных трещин на шлифованной поверхности Y-TZP-керамики. Установлено, что S_{пр} значительно влияет на морфоло-



Рис. 3. Влияние S_{пр} (a), S_{поп} (б) и t (в) на Ra шлифованной поверхности керамических образцов в продольном (1) и поперечном (2) направлении



Рис. 4. Влияние S_{пр} (a), S_{пол} (б) и t (в) на Wa шлифованной поверхности керамических образцов

НАУЧНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ И РАЗРАБОТКИ



Рис. 5. Влияние S_{пр} (a), S_{поп} (б) и t (в) на морфологию шлифованной поверхности керамических образцов. ×2000

гию шлифованной поверхности керамических образцов (см. рис. 5, *a*). После шлифования Y– TZP-керамики при $S_{np} = 5$ м/мин ($S_{non} = 1$ мм/ход, t = 0,04 мм) t_1 не превышает 0,5 мкм, a t_2 1,5 мкм. На поверхности имеются впадины шириной L_1 до 3 мкм и выступы шириной L_2 до 4 мкм. Глубина впадин H_1 и высота выступов H_2 имеют минимальные значения, что придает поверхности весьма сглаженный рельеф. На поверхности выступов имеются отдельные «чешуйчатые» наплывы размером до 3 мкм, продольные риски шириной 2 мкм, углубления размером 4 мкм и единичные поперечные трещины длиной до 3 мкм.

После шлифования при $S_{\rm np} = 10$ м/мин ($S_{\rm non} = 1$ мм/ход, t = 0,04 мм) t_1 увеличивается до 0,8 мкм, t_2 до 2 мкм. Средняя ширина впадин L_1 и выступов L_2 повышается до 7 мкм по сравнению

с предыдущим режимом шлифования. Глубина впадин Н₁ практически не изменяется, а высота выступов H_2 незначительно увеличивается. Повышаются также размер «чешуйчатых» наплывов до 6 мкм, ширина продольных рисок до 4 мкм и размеры углублений до 7 мкм. Наряду с поперечными трещинами длиной до 4 мкм зафиксировано присутствие продольных трещин длиной до 2 мкм. После шлифования с наибольшей продольной подачей при режиме $S_{\rm np}$ = 15 м/мин ($S_{\text{поп}} = 1$ мм/ход, t = 0,04 мм) развитость рельефа шлифованной поверхности образцов У-TZP-керамики заметно увеличивается. Толщина t₁ увеличивается до 1,2 мкм, t₂ до 3 мкм. Ширина впадин L₁ и выступов L₂ повышается до 10 и 12 мкм соответственно. Увеличиваются также размеры углублений до 12 мкм с одновременным ростом «чешуйчатых» наплывов до 8 мкм, а также длина поперечных трещин до 7 мкм и продольных до 5 мкм.

Влияние S_{пол} на морфологию шлифованной поверхности керамических образцов показано на рис. 5, б. При шлифовании образцов Y-TZPкерамики при режиме $S_{\text{поп}} = 0,5$ мм/ход ($S_{\text{пр}} =$ = 10 м/мин, *t* = 0,04 мм) *t*₁ не превышает 0,7 мкм, t₂ 3 мкм. На поверхности образуются впадины и выступы шириной L₁ и L₂ до 6 мкм. Малые значения H_1 и H_2 придают поверхности сглаженный рельеф. На поверхности выступов имеются отдельные «чешуйчатые» наплывы и углубления размером до 3 мкм, продольные риски шириной до 2 мкм и поперечные трещины длиной 5 мкм. При шлифовании образцов Y-TZP-керамики с $S_{\text{поп}} = 1$ мм/ход ($S_{\text{пр}} = 10$ м/мин, t = 0,04 мм) t_1 увеличивается до 1 мкм, t₂ до 5 мкм. Ширина впадин и выступов практически не изменяется, однако увеличивается глубина впадин Н₁, из-за чего формируется более выраженный рельеф по сравнению с предыдущим режимом шлифования. Размеры и число «чешуйчатых» наплывов, углублений, продольных рисок и поперечных трещин не изменяются, но на поверхности появляются продольные трещины длиной до 3 мкм. Увеличение поперечной подачи до $S_{\text{поп}} = 1,5$ мм/ход ($S_{\text{пр}} = 10$ м/мин, t = 0.04 мм) приводит к образованию наиболее рельефной морфологии на поверхности Y-TZP-керамики. Толщина t₁ увеличивается до 1,5 мкм, а t_2 до 6 мкм. Ширина впадин и выступов L₁ и L₂ повышается до 8 и 10 мкм соответственно с одновременным увеличением глубины H_1 и высоты H_2 по сравнению с предыдущим режимом шлифования. Число «чешуйчатых» наплывов и углублений не изменяется, однако их размеры увеличиваются до 6 и 8 мкм соответственно. Растет также число продольных рисок, а длина поперечных и продольных трещин возрастает до 7 и 5 мкм соответственно.

Влияние t на морфологию шлифованной поверхности керамических образцов показано на рис. 5, в. Установлено, что при шлифовании образца Y-TZP-керамики при t = 0.01 мм ($S_{\text{пр}} = 10$ м/мин, S_{пол} = 1 мм/ход) образуется пластически деформированный слой толщиной t₁ до 0,4 мкм и модифицированный слой толщиной t_2 до 2,5 мкм. На обработанной поверхности имеются впадины и выступы шириной L₁ и L₂ до 8 мкм. Сглаженный характер рельефа определяется минимальным значением глубины H_1 впадин и высоты H_2 выступов. На поверхности выступов имеются единичные «чешуйчатые» наплывы и углубления размерами до 2 и 4 мкм соответственно, множественные продольные риски шириной 2 мкм. На поверхности впадин имеется небольшое количество поперечных трещин длиной 5 мкм. При увеличении t до 0,03 мм ($S_{\rm mp}$ = = 10 м/мин, $S_{\text{поп}}$ = 1 мм/ход) t_1 увеличивается до 0,9 мкм, t2 до 4 мкм. Развитость рельефа шлифованной поверхности повышается по сравнению с предыдущим режимом за счет увеличения L_1 и L_2 до 8 мкм с одновременным увеличением H_1 и H_2 . Число и размеры «чешуйчатых» наплывов и углублений не изменяются, а число продольных рисок значительно увеличивается. Наряду с ростом числа поперечных трещин образуются продольные трещины длиной до 3 мкм.

После шлифования с наибольшей глубиной t = 0,05 мм ($S_{np} = 10$ м/мин, $S_{non} = 1$ мм/ход) t_1 увеличивается до 1,3 мкм, t_2 до 5 мкм. Морфология поверхности керамических образцов приобретает более выраженный рельеф за счет увеличения числа широких (до L_1 12 мкм) и глубоких впадин. Наиболее значительно увеличивается число «чешуйчатых» наплывов размером до 6 мкм, а размеры углублений возрастают до 12 мкм. На этом режиме отдельные углубления на выступах объединяются в цепочки, которые вытягиваются в продольном направлении. Число продольных и поперечных трещин также увеличивается.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате экспериментальных исследований установлено, что увеличение S_{пр} от 5 до 15 м/мин, S_{пол} от 0,5 до 1,5 мм/ход и t от 0,01 до 0,05 мм при плоском алмазном шлифовании Y-TZPкерамики приводит к возрастанию Ra в 1,5-1,6 раза в продольном направлении и 1,2-1,3 раза в поперечном направлении; Wa возрастает в 2,5, 2,3 и 3,3 раза соответственно. Изменение продольной и поперечной подачи, а также глубины при шлифовании образцов Y-TZP-керамики существенно влияет на морфологию обработанной поверхности и структуру поверхностного слоя, что связано с изменением уровня силовых и тепловых нагрузок, генерируемых в зоне контакта алмазного круга с заготовкой, под действием которых происходит формирование поверхности керамики.

Морфология обработанной поверхности характеризуется совокупностью впадин и выступов, причем на поверхности выступов образуются «чешуйчатые» наплывы, углубления и продольные риски. Параметры режима шлифования существенно влияют на размеры и число этих элементов морфологии поверхности Y-TZPкерамики: при интенсификации режима шлифования увеличиваются ширина и глубина впадин и выступов, а также число и длина продольных и поперечных трещин, размеры «чешуйчатых» наплывов и углублений.

После шлифования на образцах Y-TZPкерамики образуется поверхностный слой, структура которого состоит из пластически деформированного слоя толщиной до 1,5 мкм и модифицированного слоя толщиной до 6 мкм, причем интенсификация режима шлифования приводит к увеличению их толщин. На границе модифицированного слоя и исходной керамики образуются трещины, на которых «замыкаются» продольные и поперечные трещины, что приводит к скалыванию локальных фрагментов керамики на поверхностных выступах с образованием углублений наибольших размеров. При шлифовании при интенсивных режимах эти углубления образуют цепочки, располагаемые вдоль шлифования.

* *

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда в рамках соглашения 14-29-00297 от 6 августа 2014 года.

Библиографический список

1. **Ramesh**, **S.** Sintering behaviour and properties of graphene oxide-doped Y-TZP ceramics / S. Ramesh, M. Mohaymen Khan, H. C. Alexander Chee [et al.] // Ceramics International. — 2016. — Vol. 42, № 15. — P. 1762–1765.

2. *Gui, J.* Phase transformation and slow crack growth study of Y-TZP dental ceramic /*J. Gui, Zh. Xie* // Materials Science and Engineering: A. — 2016. — Vol. 676. — P. 531–535.

3. *Pereira, G. K. R.* Mechanical behavior of a Y-TZP ceramic for monolithic restorations: effect of grinding and low-temperature aging / *G. K. R. Pereira, T. Silvestri, R. Camargo* [et al.] // Materials Science and Engineering: C. - 2016. - Vol. 63. - P. 70-77.

4. *Holthausa grosse, M.* Micromachining of ceramic surfaces: hydroxyapatite and zirconia / *M. Holthausa grosse, S. Twardy, J. Stolle* [et al.] // Journal of Materials Processing Technology. — 2012. — Vol. 212. — P. 614–624.

5. *Kuzin, V.* Surface modification of zirconia (Y-TZP) ceramics induced by pulsed laser machining / *V. Kuzin, S. Grigoriev, M. Fedorov* [et al.] // Applied Mechanics and Materials. — 2015. — Vols. 752/753. — P. 481–484.

6. *Anand, P. S. P.* Grinding behavior of yttrium partially stabilized zirconia using diamond grinding wheel / *P. S. P. Anand, N. Arunachalam, L. Vijayaraghavan //* Advanced Materials Research. — 2016. — Vol. 1136. — P. 15–20.

7. *Pereira, G. K. R.* Effect of grinding with diamond-disc and -bur on the mechanical behavior of a Y-TZP ceramic */ G. K. R. Pereira, M. Amaral, R. Simoneti* [et al.] *//* Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials. — 2014. — Vol. 37. — P. 133–140.

8. *Canneto, J.-J.* Grinding damage assessment on four high-strength ceramics / *J.-J. Canneto, M. Cattani-Lorente, S. Durual* [et al.] // Dental Materials. — 2016. — Vol. 32, № 2. — P. 171–182.

9. **Ban, S.** Surface properties of dental zirconia after clinical grinding and polishing / *S. Ban, T. Sakakibara, K.*

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКАЯ ИНФОРМАЦИЯ



41st INTERNATIONAL CONFERENCE AND EXPOSITION ON
ADVANCED CERAMICS AND COMPOSITES
January 22 – 27, 2017
Hilton Daytona Beach Resort and Ocean Center | Daytona Beach, Florida, USA
Ceramics.org/icacc2017

10. **Кузин, В. В.** Взаимосвязь режимов алмазного шлифования с состоянием поверхности Al₂O₃-керамики / *В. В. Кузин, С. Ю. Фёдоров* // Новые огнеупоры. — 2016. — № 7. — С. 65-70.

Yoshihara [et al.] // Key Engineering Materials. — 2013.

11. **Кузин, В. В.** Взаимосвязь режимов алмазного шлифования с состоянием поверхности Al₂O₃-TiC-керамики / В. В. Кузин, С. Ю. Фёдоров // Новые огнеупоры. — 2016. — № 9. — С. 63-68.

12. *Kuzin, V.* A model of forming the surface layer of ceramic parts based on silicon nitride in the grinding process / *V. Kuzin //* Key Engineering Materials. — 2012. — Vol. 496. Precision Machining. — P. 127–131.

13. **Кузин, В. В.** Повышение эксплуатационной стабильности режущих инструментов из нитридной керамики за счет оптимизации условий их заточки / *В. В. Кузин* // Вестник машиностроения. — 2003. — № 12. — С. 41-45.

Kuzin, V. V. Increasing the operational stability of nitride-ceramic cutters by optimizing their grinding conditions / *V. V. Kuzin* // Russian Engineering Research. — 2003. — Vol. 23, № 12. — P. 32–36.

14. *Kuzin, V.* Designing of details taking into account degradation of structural ceramics at exploitation / *V. Kuzin, S. Grigoriev, M. Volosova, M. Fedorov //* Applied Mechanics and Materials. — 2015. — Vols. 752/753. — P. 268–271.

15. **Кузин, В. В.** Технология механической обработки деталей из высокоогнеупорной керамики на основе нитрида кремния / *В. В. Кузин* // Новые огнеупоры. — 2006. — № 8. — С. 19-24.

Kuzin, V. V. Technology for machining highrefractory ceramic parts based on silicon nitride / *V. V. Kuzin* // Refractories and Industrial Ceramics. — 2006. — Vol. 47, № 4. — P. 204–208.

16. *Kuzin, V.* Surface defects formation in grinding of silicon nitride ceramics / *V. Kuzin, S. Grigoriev, S. Fedorov, M. Fedorov //* Applied Mechanics and Materials. – 2015. – Vols. 752/753. – P. 402–406.

17. **Кузин, В. В**. Технологические особенности алмазного шлифования деталей из нитридной керамики / *В. В. Кузин* // Вестник машиностроения. — 2004. — № 1. — С. 37-41.

Kuzin, V. V. Technological aspects of diamond grinding of the nitride ceramics / *V. V. Kuzin* // Russian Engineering Research. — 2004. — Vol. 24, № 1. — P. 23–28.

Получено 16.10.16 © В. В. Кузин, С. Ю. Фёдоров, С. Н. Григорьев, 2016 г.