



Obróbka elektroerozyjna kompozytów na osnowie z azotku krzemu i węgla krzemu

Electrodischarge machining of silicon nitride composites and silicon carbide composites

ANDRZEJ NOWAKOWSKI
PIOTR PUTYRA
TADEUSZ KRZYWDA *

DOI: <https://doi.org/10.17814/mechanik.2019.2.19>

W artykule przedstawiono wyniki badań właściwości fizycznych i mechanicznych ceramiki na osnowie z Si_3N_4 oraz SiC z dodatkami faz węglkowych, azotkowych i borkowych o dobrej przewodności elektrycznej. Określono gęstość, moduł Younga, twardość HV1 oraz przewodność elektryczną poszczególnych materiałów. Ceramiczne materiały kompozytowe z udziałem faz przewodzących zostały wytworzone z zastosowaniem urządzenia do spiekania metodą SPS (*spark plasma sintering*). Materiały odznaczają się dobrą przewodnością elektryczną kształtowano w procesie obróbki elektroerozyjnej EDM (*electro discharge machining*).

SŁOWA KLUCZOWE: materiały ceramiczne, spiekanie SPS, obróbka elektroerozyjna

*The paper presents the results of physical and mechanical properties of the and Si_3N_4 and SiC matrix ceramics with additives of good electrical conductivity carbides, nitrides and borides phases. The density, Young's modulus, hardness HV1 and electrical conductivity of each material were investigated. Ceramic composite materials with the participation of the conductive phases have been produced using SPS (*spark plasma sintering*) method. Materials characterized by good electrical conductivity were shaped using EDM (*electro discharge machining*) method.*

KEYWORDS: ceramics materials, SPS sintering, electro discharge machining

Materiały ceramiczne odznaczają się wieloma korzystnymi właściwościami mechanicznymi (wysoką twardością i wytrzymałością w szerokim zakresie temperatury, odpornością na działanie środowiska utleniającego oraz korozyjnego – również w wysokiej temperaturze, a także odpornością na szoki cieplne). Elementy ceramiczne są wytwarzane metodą prasowania jednoosiowego, dogęszczania oraz spiekania. Formowanie części ceramicznych mających bardziej skomplikowane kształty można wykonać z zastosowaniem obróbki elektroerozyjnej, jeżeli obrabiany materiał odznacza się odpowiednią przewodnością elektryczną. Wprowadzenie do osnowy naturalnych przewodników – TiN, TiC, Ti(C,N) lub TiB_2 – poprawia przewodność ceramiki wielofazowej i pozwala na wyko-

nanie z niej bardzo skomplikowanych geometrycznie elementów z wykorzystaniem obróbki elektroerozyjnej.

W artykule zaprezentowano możliwości elektroerozyjnego kształtowania kompozytów ceramicznych na osnowie z azotku krzemu oraz węgla krzemu. Stabilne, długotrwałe drażnienie tych kompozytów było możliwe w warunkach ujemnej polaryzacji elektrody roboczej i współczynnika wypełnienia impulsów wynoszącego 0,5. W przypadku kompozytu o osnowie z Si_3N_4 z dodatkiem TiB_2 o dużej rezystancji konieczne było wprowadzenie zmian konstrukcyjnych w generatorze impulsów prądu roboczego i regulatorze grubości szczeliny międzyelektrodowej oraz podniesienie napięcia zasilającego obwód roboczy generatora do 480 V. Drażnienie kompozytów na osnowie z azotku krzemu oraz węgla krzemu o niskiej rezystancji, z dodatkami TiC, TiN oraz TiB_2 , odbywało się natomiast przy napięciu obwodu zapłonowego rzędu 200 V oraz nastawach parametrów odpowiadających obróbce średniodkładnej i wykończeniowej. Badania wykonano na doświadczalnej drążarce elektroerozyjnej EDEF-40 z generatorem UZSDF-40, zaprojektowanej i wykonanej w Instytucie Zaawansowanych Technologii Wytwarzania (IZTW).

Materiały

Wytworzono kompozyty ceramiczne o osnowie z Si_3N_4 i SiC , z dodatkami faz o dobrej przewodności elektrycznej w postaci TiB_2 , TiC oraz TiN. Przygotowano mieszanki proszków o następujących składach (zawartość proszków w mieszkach wyrażona jest w % objętościowych):

- Si_3N_4 + 30% TiB_2 + 3,4% ZrO_2 + 1,9% MgO + 1,7% Al_2O_3 ,
- Si_3N_4 + 50% TiN + 5% Al_2O_3 + 3% Y_2O_3 ,
- Si_3N_4 + 50% TiC + 5% Al_2O_3 + 3% Y_2O_3 ,
- SiC + 30% TiB_2 .

Do kompozytów na osnowie z azotku krzemu zastosowano także dodatki w postaci faz tlenkowych (Al_2O_3 , MgO i ZrO_2), które miały na celu poprawę spiekalności. Poszczególne mieszanki przygotowano w wysokoenergetycznym młynku planetarnym Pulverisette 6, przy czym wielkość cząstek proszków wsadowych nie przekraczała 3 μm . Mieszanki na osnowie z Si_3N_4 oraz SiC z dodatkami ceramicznych faz przewodzących również mielono w młynku Pulverisette 6, z zastosowaniem misy i kulek wykonanych z Si_3N_4 oraz z dodatkiem izopropanolu. Prędkość obrotowa

* Dr inż. Andrzej Nowakowski (andrzej.nowakowski@ios.krakow.pl), dr inż. Piotr Putyra (piotr.putyra@ios.krakow.pl), inż. Tadeusz Krzywda (tadeusz.krzywda@ios.krakow.pl) – Instytut Zaawansowanych Technologii Wytwarzania

młynka wynosiła 200 obr/min, a czas mielenia wynosił 60 min. Po suszeniu mieszanki granulowano z użyciem sita o wielkości oczka równej 0,9 mm.

Materiały przeznaczone do spiekania z zastosowaniem urządzenia SPS poddano prasowaniu wstępemu w matrycy grafitowej pod ciśnieniem 30 MPa. Zastosowane parametry spiekania poszczególnych materiałów przedstawiono w tabl. I.

TABLICA I. Parametry procesu spiekania materiałów z użyciem urządzenia FCT-HP D 5

Skład	Siła, kN	Temperatura, °C	Czas, min	Atmosfera ochronna
Si ₃ N ₄ + TiB ₂	100	1550	10	azot
Si ₃ N ₄ + TiC	100	1550	10	argon
Si ₃ N ₄ + TiN	100	1550	10	argon
SiC + TiB ₂	25	1800÷2000	5	argon

Gęstość pozorną ρ_p mierzono metodą hydrostatyczną. Twardość wyznaczono metodą Vickersa przy obciążeniu 980,7 mN, z zastosowaniem cyfrowego miernika twardości FM-7 firmy Future Tech. Corp. Powierzchnię do tych badań przygotowano z użyciem przecinarko-szlifierki ACUTOM firmy Struers. Mierzono również moduł Younga spieczonych próbek ultradźwiękową metodą pomiaru prędkości przechodzenia fali poprzecznej i podłużnej – wykorzystano do tego detektor Panametrics Epoch III. Analizę mikrostrukturalną materiałów przeprowadzono metodą skaningowej mikroskopii elektronowej, za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego SEM (*scanning electron microscope*) JSM-6460LV firmy JEOL. Przeanalizowano także skład chemiczny w mikroobszarach z wykorzystaniem spektrometrów rentgenowskich EDS INCA X-act Energy 350 oraz WDS INCA Wave firmy Oxford Instruments. Właściwości fizyczne oraz mechaniczne (gęstość, moduł Younga, twardość HV1, przewodność elektryczną) poszczególnych materiałów po spiekaniu zestawiono w tabl. II.

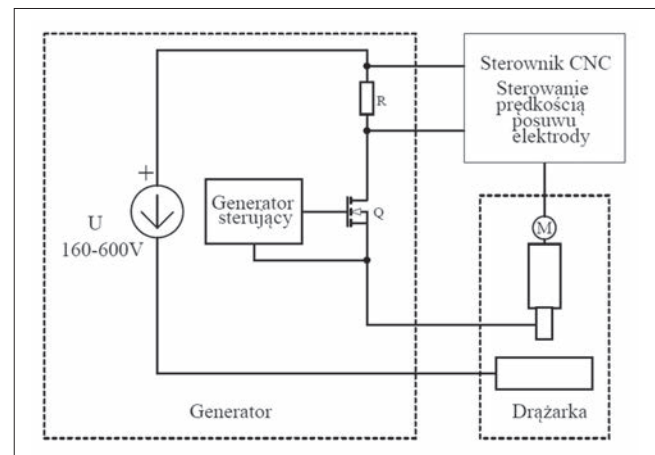
TABLICA II. Właściwości fizyczne i mechaniczne materiałów Si₃N₄ po spiekaniu SPS

Skład	Gęstość, g/cm ³	Moduł Younga, GPa	Twardość HV1	Rezystancja, Ω
Si ₃ N ₄ + TiB ₂	3,51	318	1918	500
Si ₃ N ₄ + TiC	3,22÷3,38	–	–	0,1
Si ₃ N ₄ + TiN	3,96÷4,02	290	1032	0,1
SiC + TiB ₂	3,16÷3,51	321÷419	1590÷2350	0,3

Drażenie kompozytu o dużej rezystancji

Próba obróbki kompozytu Si₃N₄ + TiB₂ na drążarce w normalnym układzie pracy generatora zakończyła się niepowodzeniem, ponieważ z powodu dużej rezystywności tego materiału, wynoszącej ok. 500 Ω, natężenie prądu roboczego było za małe. Również regulator grubości szczeliny międzyelektrodowej, pracujący na zasadzie stabilizacji średniego napięcia międzyelektrodowego, nie działał poprawnie, gdyż w obwodzie prądu roboczego powstawał niekorzystny napięciowy dzielnik rezystancyjny, w którym udział napięcia międzyelektrodowego podlegającego stabilizacji wynosił tylko kilka procent. Na potrzeby drażenia tego kompozytu przekonstruowano obwód prądu roboczego generatora oraz zmieniono algorytm stabi-

lizacji grubości szczeliny międzyelektrodowej. W wyniku tych zmian możliwa była praca generatora przy napięciu zasilającym obwód prądu roboczego, nastawianym w zakresie od 160 V do 600 V. Do sterowania posuwem elektrody roboczej zastosowano regulator, który zamiast średniego napięcia międzyelektrodowego stabilizował średnią wartość natężenia prądu roboczego. Schemat blokowy drążarki podczas drażenia wysokorezystancyjnego kompozytu przedstawiono na rys. 1.

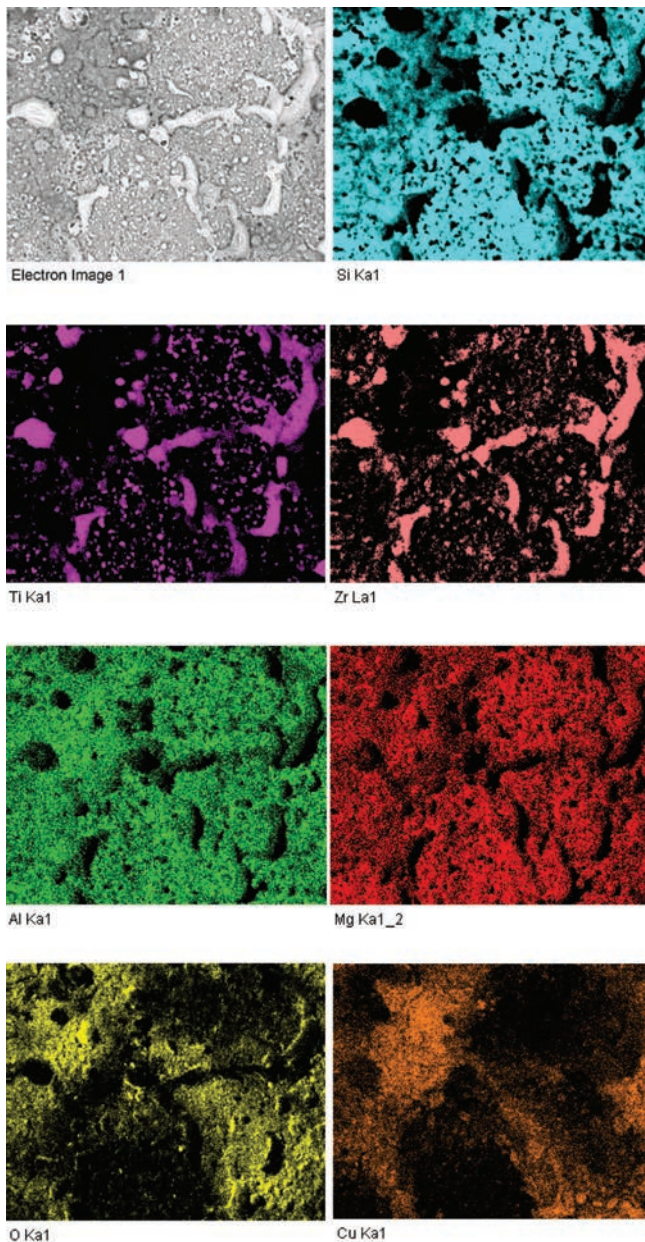


Rys. 1. Schemat blokowy obwodów sterowania drążarką do drażenia wysokorezystancyjnego kompozytu Si₃N₄ + TiB₂

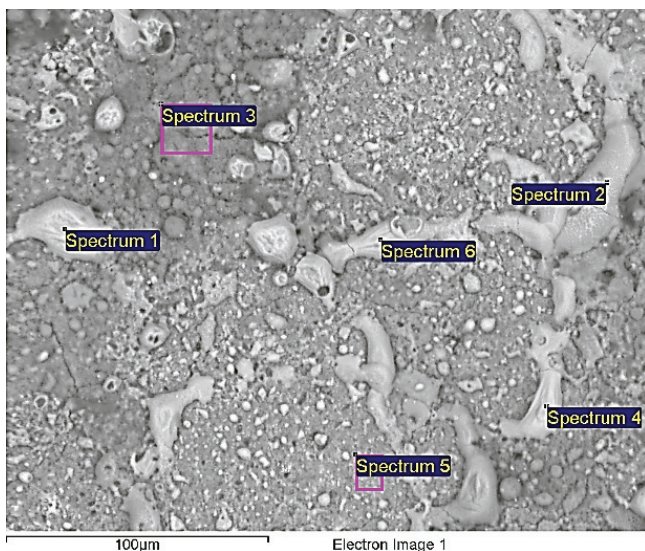
Długotrwale stabilne drażenie uzyskano przy napięciu zasilającym obwód roboczy wynoszącym 480 V. Dalsze zwiększanie tego napięcia prowadziło do wyładowań łukowych. Z kolei przy niższym napięciu wyładowania zniknęły z powodu powstawania mostków półprzewodzących. Amplituda prądu roboczego osiągnęła ok. 1,5 A, a wartość średnia natężenia prądu – 0,3 A. Uzyskana wydajność obróbki, rzędu 0,8 mg/min, była znacznie mniejsza niż w przypadku drażenia podobnych materiałów o małej rezystancji. Względne zużycie elektrody roboczej wynosiło ok. 20%.

Powierzchnię materiału Si₃N₄ + TiB₂ po drażeniu elektroerozyjnym poddano analizie mikrostruktury oraz analizie składu chemicznego z zastosowaniem skaningowej mikroskopii elektronowej. Zbadano rozkład pierwastków na powierzchni (rys. 2) oraz skład chemiczny w mikroobszarach (rys. 3, tabl. III).

W wyniku drażenia elektroerozyjnego materiału Si₃N₄ + TiB₂ doszło do zmiany składu fazowego na obrabianej powierzchni. Analiza mikrostruktury i składu chemicznego ujawniła występowanie faz na granicach ziaren bogatych w tytan oraz cyrkon. Należy dodać, że w procesie przygotowania mieszanki zastosowano m.in. proszki ZrO₂ i TiB₂. W wyniku obróbki elektroerozyjnej następują redukcja fazy tlenkowej oraz rozkład fazy borkowej. Prawdopodobnie tworzy się wówczas faza B₂O₃ o temperaturze topnienia ok. 450°C i parowania ok. 1860°C. Z wykresu fazowego Ti-Zr (rys. 4) wynika, że pierwiastki te charakteryzują się nieograniczoną rozpuszczalnością i mogą tworzyć roztwór o niskiej temperaturze topnienia (ok. 1500°C), niższej od temperatury topnienia czystych pierwiastków. Roztwór Ti-Zr wydzielony na granicach ziaren jest wyraźnie widoczny na rys. 2 i 3 (Spectrum 1, 2, 4 i 6). Rozkład fazy borkowej oraz redukcja tlenu cyrkonu mogą być wynikiem wyładowań łukowych i generowania wysokiej temperatury. Tworzenie roztworu Ti-Zr o niskiej temperaturze topnienia może z kolei być powodem powstawania mostków półprzewodzących i zaniku wyładowań.



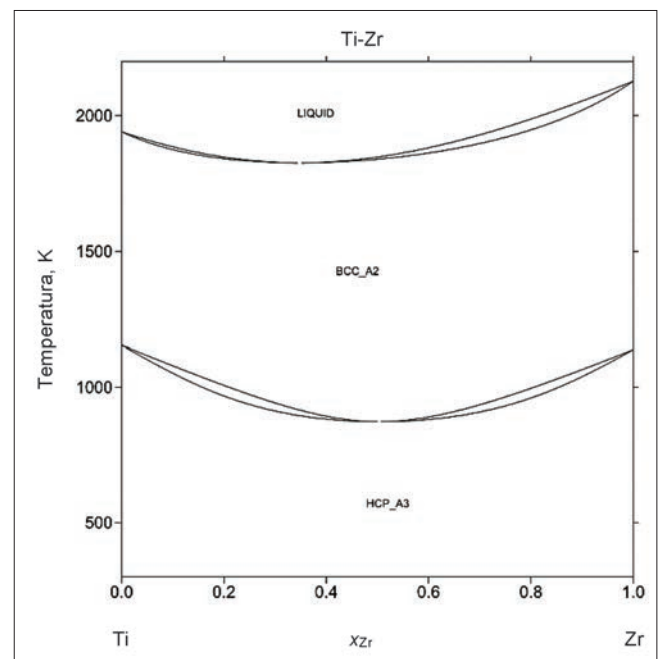
Rys. 2. Rozkład pierwiastków na powierzchni materiału $\text{Si}_3\text{N}_4 + \text{TiB}_2$ po drążeniu elektroerozyjnym



Rys. 3. Mikrostruktura na powierzchni materiału $\text{Si}_3\text{N}_4 + \text{TiB}_2$ po drążeniu elektroerozyjnym oraz analiza składu chemicznego w mikroobszarach

TABLICA III. Wyniki analizy składu chemicznego w mikroobszarach na powierzchni materiału $\text{Si}_3\text{N}_4 + \text{TiB}_2$ po drążeniu elektroerozyjnym

Spectrum	C	N	O	Mg	Al	Si	Ti	Cu	Zr
Spectrum 1	29,6				0,2	25,1	36,5	0,8	7,8
Spectrum 2	21,7				0,2	37,2	31,9	0,9	8,1
Spectrum 3	41,1		14,0	0,5	1,0	30,8	5,9	5,5	1,3
Spectrum 4	21,9					24,8	41,8	0,7	10,7
Spectrum 5	9,9	23,4	3,1	0,6	0,8	48,7	10,8	0,3	2,4
Spectrum 6	28,1					29,8	32,8	1,5	7,8



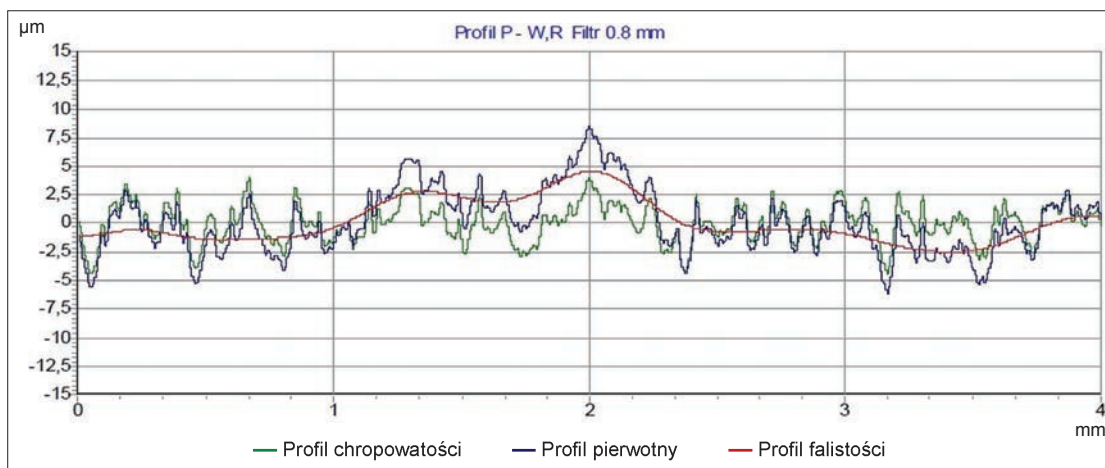
Rys. 4. Wykres fazowy układu dwuskładnikowego Ti-Zr

Drążenie kompozytów o niskiej rezystancji

Przeprowadzono próby drążenia elektroerozyjnego pięciu kompozytów na osnowie z azotku krzemu i węgla krzemu – $\text{Si}_3\text{N}_4 + \text{TiN}$, $\text{Si}_3\text{N}_4 + \text{TiC}$, $\text{SiC} + \text{TiB}_2$ – o rezystancji wynoszącej od $0,5 \Omega$ do 3Ω . Podczas ich obróbki nie napotkano większych trudności technicznych.

Drążenie odbywało się przy ujemnej polaryzacji elektrody roboczej oraz współczynnika wypełnienia impulsów wynoszącym 0,5. W większości przypadków korzystne było podwyższenie napięcia obwodu zapiłowego do wartości 200 V. Drążenie wykonywano z nastawami parametrów odpowiadającymi obróbce średniokładnej i wykończeniowej.

Obróbka wykończeniowa wymaga nastawienia małej energii impulsów, co można uzyskać przy małej amplitudzie prądu roboczego i dłuższym czasie impulsów lub przy większej amplitudzie prądu roboczego i krótkim czasie impulsów. Badania potwierdziły, że w zakresie obróbki wykończeniowej lepiej jest nastawić większą amplitudę prądu roboczego (7 A) i krótkie impulsy (10 μs i 6 μs). Co prawda w obu wariantach nastaw uzyskano podobną chropowatość powierzchni obrabianej (R_a poniżej 1,8), jednak w pierwszym przypadku wydajność drążenia była znacznie większa. Przykładowy profil chropowatości pokazano na rys. 5.



Rys. 5. Profil chropowości kompozytu $\text{Si}_3\text{N}_4 + \text{TiN}$, $Ra = 1,2$ (nastawy generatora: $I_t = 7 \text{ A}$, $T_r = 6 \mu\text{s}$, $T_o = 6 \mu\text{s}$)

Wnioski

- Drażenie supertwardych kompozytów ceramicznych na osnowie z azotku krzemu, charakteryzujących się dużą rezystancją, jest możliwe po zmianach konstrukcyjnych w generatorze impulsów prądu roboczego, jednak wtedy wydajność obróbki jest bardzo mała.
- Istotnym parametrem jest wartość napięcia zapłonowego generatora. W większości przypadków proces drażenia przebiegał najlepiej przy napięciu zapłonowym ok. 200 V.
- Obróbkę wykończeniową kompozytów na osnowie z azotku krzemu należy prowadzić z takim natężeniem impulsów prądu roboczego jak podczas obróbki średnioprecyzyjnej i z nastawą czasu impulsów od kilku do kilkunastu mikrosekund.
- Wyładowania podczas obróbki elektroerozyjnej mogą prowadzić do zmiany składu fazowego materiału o osnowie z Si_3N_4 z dodatkiem fazy przewodzącej TiB_2 .

Następują rozkład fazy borkowej i redukcja tlenku cyrkonu oraz tworzenie się niskotopliwego roztworu tytanu i cyrkonu. Powstanie fazy ciekłej może prowadzić do mostkowania i zaniku wyładowań, dlatego zachodzi potrzeba oscylacji elektrody.

Materiał do badań wytworzono w ramach projektu SINTERCER (project No. 316232, Development of a SINTERing CEntRe and know-how exchange for non-equilibrium sintering methods of advanced ceramic composite materials, REGPOT-2012-2013-1 EU FP7 Research Potential).

Badania elektroerozyjnego kształtowania wykonano w ramach działalności statutowej Instytutu Zaawansowanych Technologii Wytwarzania. ■