Magdalena Szutkowska¹ Instytut Obróbki Skrawaniem, Zakład Inżynierii Materiałowej, ul. Wrocławska 37a, 30-011 Kraków

Marek Boniecki²

Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, Zakład Unikalnych Metod Pomiarowych, ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa

BADANIA KRZYWYCH R W MATERIAŁACH NARZĘDZIOWYCH - TWORZYWIE TLENKOWYM I KOMPOZYCIE TLENKOWO-WĘGLIKOWO-AZOTKOWYM

Przedstawiono badania zachowania się krzywych R podczas kontrolowanego rozwoju pęknięć tworzywa tlenkowego i kompozytu tlenkowo-węglikowo-azotkowego (Al₂O₃+TiC+TiN). Zbiory punktów, otrzymane podczas pomiaru K_1 w funkcji długości pęknięcia, opisano równaniem prostej. Wielkość współczynnika kierunkowego prostej ma wpływ na zachowanie się krzywych R. Zmierzono parametry rozwoju pęknięć podkrytycznych *n* i log *A*, pracę pękania *WOF*, współczynnik intensywności naprężeń, przy którym rozpoczyna się rozwój pęknięć podkrytycznych $K_{\rm B}$. Pomiary odporności na pękanie przeprowadzono na próbkach w kształcie belek o przekroju prostokątnym, z podwójnie naciętym karbem, poddanych trójpunktowemu statycznemu zginaniu.

INVESTIGATIONS OF R-CURVES IN TOOL CERAMICS-ALUMINA CERAMICS AND OXIDE-CARBIDE-NITRIDE COMPOSITE

In spite of many attractive properties of alumina ceramics the main drawbacks are brittleness, week resistance of thermal shock and subcritical crack extension. This fact can also be expressed in low resistance against crack extension, which is characterized by the fracture toughness. Fracture toughness is the commonly parameter used to measure the resistance to brittle crack propagation, but many tool ceramic materials exhibit R-curve behaviour in which the critical stress intensity factor increases with crack length. The fracture toughness and relations of K_r versus crack length c (R-curve) for alumina ceramics and oxide-carbide-nitride composite with addition of 2% wt. zirconia were tested. Behaviour of the fracture toughness with crack extension was determined by means of the experimental method on the basis of the three-point bending (3PB). These specimens with wide polished side surface and vacuum evaporated thin aluminium layer (about 150 nm thick) were notched. An initial 0.9 mm deep notch was produced by diamond saw (0.20 mm thick) and then the notch tip was sharpened manually a razor blade (0.025 mm thick) up to deep 1.1 mm. The controlled crack growth of specimens with double notch was carried with using Zwick testing machine with speed of 1 µm/min. The loading of the specimens has been broken at the moment of crack propagation. The procedure has been repeated many times up to obtaining definite increase of crack length. Individual stages of crack growth at given load has been observed on the computer screen. When the crack length (including length of double notch) has achieved value 2.5 mm the test has been interrupted. The observation of the controlled crack growth reveals the existence of increasing R-curve in the pure alumina ceramics. Addition of TiC-TiN with 2% wt. zirconia limits the occurrence of R-curve. It suggests disappearing of bridging mechanism responsible for appearance of R-curve. The investigations of subcritical crack growth have indicated two times greater fracture energy and slightly greater resistance to crack initiation for the oxide-carbide-nitride composite.

WPROWADZENIE

Wybór materiału narzędziowego, szczególnie w przy- padkach dokładnej i wysoko wydajnej obróbki, jest kompromisem pomiędzy materiałem o wysokiej i bardzo wysokiej odporności na ścieranie a jego ciągliwością. Do obróbki materiałów trudno obrabialnych, takich jak żeliwo, stal węglowa, stal ulepszana cieplnie, o twardości powyżej 50 HRC, stosuje się ceramiczne materiały narzędziowe, które zajmują ustabilizowaną już pozycję pod względem zakresu zastosowania oraz asortymentu gatunków. Ocenia się, że stanowią one ok. 9% wszystkich stosowanych materiałów narzędziowych. Najbardziej znaną i najstarszą grupę ceramicznych materiałów narzędziowych stanowi tworzywo tlenkowe, tzw. biała ceramika, bazująca na chemicznie i termicznie stabilnym tlenku glinu Al₂O₃, o odmianie krystalograficznej alfa, zwanej korundem. Tworzywo tlenkowe przeznaczone jest głównie do ciągłego toczenia stali węglowej i żeliwa szarego o twardości do 240 HB, w warunkach obróbki wykańczającej i średniodokładnej, z prędkościami skrawania do kilkuset m/min. Charakteryzuje się ona wysoką twardością (do 2000 HV10), wysoką wytrzymałością w temperaturach do 1473 K, odpornością na ścieranie oraz obojętnością

¹ dr inż., ² dr inż.

chemiczną względem obrabianych materiałów w temperaturze występującej na ostrzu. Ceramika mieszana, do której zalicza się kompozyt tlenkowo-węglikowo--azotkowy, dzięki dużej stabilności termodynamicznej, dużej twardości i wytrzymałości na ściskanie dodatków TiC/TiN ma znacznie lepsze właściwości skrawne od tworzywa tlenkowego. Z powodu małej rozszerzalności cieplnej i dobrej przewodności cieplnej wykazuje on znaczną odporność na szoki termiczne. Stosowanie ostrzy z kompozytu tlenkowo-węglikowo-azotkowego w obróbce skrawaniem umożliwia w wielu przypadkach zastąpienie operacji szlifowania i to przy niższych kosztach narzędzia i większej wydajności produkcji. Narzędzia te sa stosowane do obróbki średniodokładnej i wykańczającej stali ulepszanej cieplnie, o podwyższonej twardości, oraz żeliwa modyfikowanego. Przy wielu zaletach spiekanych materiałów ceramicznych na bazie Al₂O₃ (takich jak odporność chemiczna, stabilność w atmosferze obojętnej i utleniającej, a także odporność na ścieranie, dostępność surowców, stosunkowo prosta i tania technologia) znaczna kruchość i zmęczenie cieplne ograniczają ich szersze zastosowanie w przemyśle narzędziowym. Ocena podatności na pękanie i wykruszenia, prowadzona często w warunkach toczenia przerywanego, jest próbą dość pracochłonną i kosztowną. Z tego wzgledu ocena odporności na pekanie nabiera zasadniczego znaczenia. Stosowanie różnych technik wytwarzania kontrolowanego ostrego pęknięcia, przy braku norm ujmujących to zagadnienie, powoduje niezgodność w wartościach odporności na pękanie. Zachowanie się pęknięcia podczas jego wzrostu charakteryzowano za pomocą odporności na pękanie, wyrażonej poprzez krytyczny współczynnik intensywności naprężeń K_{Ic} lub krytyczną szybkość uwalniania energii sprężystej G_{Ic}. Obecnie do pełnej charakterystyki zachowania się rozwoju pęknięcia niezbędna jest obserwacja zależności odporności na pękanie w funkcji przyrostu długości pęknięcia K_r - Δa (krzywa R). Liczne publikacje z ostatnich wskazuja wystepowanie lat na w tworzywie tlenkowym krzywych R [1-4]. Ogólnie wyróżnia się dwa rodzaje krzywych R: płaską krzywą R, gdy K_r przyjmuje wartość stałą, niezależną od długości rozwijającego się pęknięcia charakterystyczną, dla materiałów doskonale kruchych, o liniowo-sprężystej charakterystyce odkształcenia i rosnącą krzywą R, która występuje w niektórych materiałach ceramicznych o dużym ziarnie, umacnianych transformacyjnie i charakteryzujących się anizotropią rozszerzalności termicznej. Dotychczas uważano, że krzywa R jest stałą materiałową, niezależną od geometrii próbki, rozmiaru pęknięcia i rodzaju obciążenia (rozciągania, zginania).

Obecne badania potwierdzają istnienie różnych czynników mających wpływ na wzrost krzywej R. Zjawisko wzrostu odporności na pękanie, w funkcji rozwijającego się pęknięcia, początkowo próbowano wyjaśnić za pomocą teorii powstawania stref mikropęknięć wokół płaszczyzn pęknięcia, a ostatnio bardziej preferowana jest teoria mostków spinających, powstałych za czołem pęknięcia płaszczyzny. Obydwie teorie za punkt wyjścia przyjmują istnienie w wielofazowym polikrystalicznym materiale ceramicznym wewnętrznych naprężeń cieplnych σ_R , zwanych również naprężeniami szczątkowymi, wywołanych różnicą ich współczynników rozszerzalności cieplnej α . Naprężenia wewnętrzne istnieją również w materiałach jednofazowych, takich jak tworzywo tlenkowe, na skutek anizotropii krystalograficznej i towarzyszącej jej różnicy we współczynnikach α dla poszczególnych kierunków krystalograficznych. Naprężenia te w pewnych obszarach są ściskające, a ziarna poddane takim naprężeniom pełnią rolę mostków, zaś sąsiednie ziarna są poddane naprężeniom rozciągającym i pełnią rolę osnowy. Mostki te przeciwstawiają się rozwojowi pęknięcia, zwiększając tym samym odporność materiału na pękanie (rys. rys. 1 i 2) [5].



Rys. 1. Zależność odporności na pękanie od przyrostu długości pęknięcia dla modelu stref mikropęknięć

Fig. 1. Fracture toughness vs. crack extension for the microcrack zones



Rys. 2. Mechanizm wzmacniania mostkowego poprzez wytrzymałe ziarna materiału ceramicznego

Fig. 2. Mechanism of bridging toughening by strengthed grains of ceramic material

Proces kruchego pękania występuje nawet w przypadku braku naprężeń krytycznych w badanej ceramice, co może spowodować rozwój pęknięć podkrytycznych.

Przedmiotem prezentowanej pracy jest wyznaczenie krzywych R podczas kontrolowanego rozwoju pęknięć tlenkowej ceramiki narzędziowej na osnowie tlenku glinu i kompozytu tlenkowo-węglikowo-azotkowego (Al₂O₃+TiC+TiN) oraz określenie parametrów rozwoju pęknięć podkrytycznych *n* i log *A*, pracy pękania *WOF* i współczynnika intensywności naprężeń, przy którym rozpoczyna się rozwój pęknięć podkrytycznych K_{li} .

MATERIAŁY I METODYKA BADAŃ

Badania przeprowadzono na dwóch gatunkach ceramicznych materiałów narzędziowych: tlenkowym materiale ceramicznym na bazie tlenku glinu Al₂O₃ i ceramice mieszanej, tlenkowo-węglikowo-azotkowej o zawartości 30% wag. TiC+TiN i 2% wag. ZrO2. Tworzywo tlenkowe, o zawartości 99,8% wag. i wielkości ziarna poniżej 0,5 um typu A16SG, wyprodukowane przez firmę ALCOA, mieszano z dodatkiem MgO i prasowano w formie stalowej. Płytki o wymiarach 60×70×7 mm prasowano pod ciśnieniem 50 MPa. Następnie płytki doprasowano izostatycznie pod ciśnieniem 250 MPa i spiekano w atmosferze powietrza w piecu firmy Seco-Warwick, wyposażonym w elementy Superkanthal 1900, znajdującym grzewcze sie w Katedrze Ceramiki Specjalnej AGH. Maksymalna temperatura spiekania wynosiła 1923 K przy czasie wytrzymania w tej temperaturze 2 godziny. Uzyskane w ten sposób płytki szlifowano, a następnie cięto na belki o wymiarach 4×1,5×50 mm. Płytki z ceramiki tlenkowo-weglikowo-azotkowej spiekano w piecu próżniowym MOV3 firmy Balzers, stosując próżnię 10⁻⁵ Tr i temperaturę spiekania poniżej 1973 K. Aby ułatwić obserwację przebiegu rozwijającego się pęknięcia, powierzchnię boczną belek o wymiarach 4×1,5 mm polerowano i napylano próżniowo cienka warstwa glinu o grubości ok. 150 nm. W połowie długości próbek nacinano karby za pomocą pił diamentowych o grubości 200 µm na głębokość 0,9 mm i 25 µm na głębokość 0,2 mm. Uzyskane w ten sposób karby charakteryzowały się "ostrym" zakończeniem inicjującym pęknięcie. Badania kontrolowanego rozwoju pęknięć przeprowadzono na próbkach z naciętym podwójnym karbem podczas trójpunktowego statycznego zginania (3PB), przy rozstawie podpór 40 mm, za pomocą maszyny wytrzymałościowej Zwick 1446, przy szybkości odkształcenia 1 µm/min. Obciążanie belek przerywano w chwili "ruszenia" pęknięcia obserwowanego na wykresie obciążenie-odkształcenie jako zakrzywienie krzywej. Postępowanie powtarzano wielokrotnie, rejestrując każdorazowo dla określonego przyrostu długości pęknięcia, odpowiadające mu obciążenie. Poszczególne etapy rozwoju pęknięcia rejestrowano za pomocą układu optycznego z kamera. Stosując odpowiedni program komputerowy, odczytywano z ekranu monitora długość pękniecia i wartość siły odpowiadającej momentowi zatrzymania rozwoju pęknięcia. Gdy długość pęknięcia osiągała wartość ok. 2,5 mm, próbę przerywano. Wartość odporności na pękanie $K_r = f(c)$ wyznaczano, opierając się na wzorze Fetta i Munza [6]

$$K_r = 1.5 \, \frac{PL}{W^2 B} \, Y c^{\frac{1}{2}} \tag{1}$$

gdzie:

$$Y = \frac{\sqrt{\Pi}}{(1-\beta)^2} \left[0,3738\beta + (1-\beta) \sum_{i,j=0}^4 A_{ij} B^i \left(\frac{W}{L}\right)^i \right]$$
(2)

P - obciążenie, *L* - rozstaw podpór, *W* - wysokość próbki, *B* - szerokość próbki, *c* - sumaryczna długość pęknięcia i nacięcia, $\beta = c/W$, A_{ij} - współczynniki podane przez Fetta i Munza.

Wzór (2) został wyprowadzony w [7] przy założeniu, że $L/W \ge 2$. Jest on bardziej uniwersalny, niż stosowany zwykle wzór z normy ASTM 399-90, który jest słuszny dla $L/W \ge 4$. Belki z naciętym karbem poddano również próbom relaksacji, podczas których test prowadzono do całkowitego zniszczenia próbki. Próba polegała na tym, że do próbki przykładano obciążenie głowicą, przesuwającą się ze stałą szybkością 1 µm/min. Od momentu "ruszenia" pęknięcia z wierzchołka karbu przebieg rejestrowanej zależności obciążenie-odkształcenie nie był już liniowy (rys. 3). Test przerywano w momencie, gdy rejestrowana siła spadała do zera. Przy wykorzystaniu zestawu programów Turbo Pascal wyznaczono długość pęknięcia po relaksacji c_k (jako sumę długości nacięcia co i powstałego pęknięcia), pracę pękania WOF, współczynnik intensywności naprężeń, przy którym rozpoczyna się rozwój pęknięć podkrytycznych K_{Ii} i parametry rozwoju pęknięć podkrytycznych w równaniu $v = AK_{I}^{n} n$ i log A. Moduł Younga E = 384,9 i stałą Poissona v = 0,23 wyznaczono metodą ultradźwiękową, przy zastosowaniu aparatu ultradźwiękowego UZP-1 (Inco-Veritas), z przetwornikami do fal podłużnych f = 10 MHz i do fal poprzecznych f = 2 MHz. Na polerowanych powierzchniach próbek, po trawieniu termicznym w temperaturze 1730 K przez dwie godziny, w atmosferze utleniającej dla ceramiki tlenkowej i w próżni dla kompozytu tlenkowo-weglikowo-azotkowego określono wielkość ziarna. Mikrostrukturę badanych materiałów obserwowano za pomocą mikroskopu skaningowego JOEL JX50A.

WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

Parametry rozwoju pęknięć podkrytycznych i uzyskane z pomiarów relaksacji dla ceramiki tlenkowej i kompozytu tlenkowo-węglikowo-azotkowego przedstawiono w tabeli 1. Na podstawie danych uzyskanych z badania rozwoju pęknięć podkrytycznych, prowadzonych na próbkach z karbem, podczas trójpunktowego statycznego zginania aż do złamania, zaobserwowano dla kompozytu tlenkowo-węglikowo-azotkowego dwukrotnie wyższą wartość pracy pękania *WOF*, wyższą odporność na inicjację pęknięcia K_{Ii} oraz odporność na pękanie K_{Ic} , w porównaniu z tworzywem tlenkowym.

TABELA 1. Parametry rozwoju pęknięć podkrytycznych wyznaczonych dla ceramiki tlenkowej i kompozytu tlenkowo-węglikowo-azotkowego

TABLE 1. Crack growth parameters determined for alumina ceramics and oxide-carbide-nitride composite

Nr próbki	$c_0 \ \mathrm{mm}$	c_k mm	WOF J/m ²	<i>K</i> _{I<i>i</i>} MPam ^{1/2}	п	log A	K_{Ic} MPam ^{1/2}
Tworzywo tlenkowe							
1	1,03	1,78	17,0	3,17	12.6	-12.44	3,68
2	1,01	1,75	17,9	3,13	9.3	-10.43	3,62
3	1,03	1,78	18,5	2,90	15.1	-13.83	3,95
Średnia			17.8 ±0.5	3.07 ±0.15	12.3 ±2.9	-12.23 ±1.71	3,75 ±0,18
Kompozyt tlenkowo-węglikowo-azotkowy							
4	1,06	1,15	38,7	3,90			
5	1,05	1,33	28,1	3,67	14,9	-13,28	4,52
6	1,04	1,41	29,9	3,51	11,1	-10,99	4,06
7	1,03	1,20	36,8	3,72			3,82
Średnia			33,4 ±1,9	3,70 ±0,16	13,0 ±2,7	12,14 ±1,62	4,13 ±0,36
gdzie: c_0 - długość nacięcia, pomiary K_{lc} przeprowadzono na osobnej grupie próbek z karbem z szybkością odkształcenia 1 mm/min,							

wartości w tabeli policzono wg wzoru (1)

Wykresy zależności siły obciążającej belkę od odkształcenia, rejestrowane podczas prób relaksacji dla wybranych próbek badanych materiałów narzędziowych, przedstawiono na rysunku 3. Na podstawie prowadzonych badań kontrolowanego rozwoju pęknięć wyznaczano wartości współczynnika intensywności naprężeń Kr od momentu "ruszenia" pęknięcia aż do osiągnięcia długości 2,5 mm. W tym okresie wielokrotnie (średnio 10-krotnie) zatrzymywano propagację pęknięcia i mierzono długość pęknięcia i odpowiadającą jej wartość siły obciążającej układ. Posługując się wzorem (1), wyznaczano wartości K_r dla odpowiadających im długości pęknięcia. Uzyskano w ten sposób krzywe R dla badanych materiałów. Wyznaczone punkty pomiarowe można opisać równaniami prostej typu y = a + b, gdzie: $y = K_r$, zaś x = c (długość pęknięcia). Jako współczynniki kierunkowe prostej przyjmuje się a i b.

Krzywe R dla wybranych z trzech badanych próbek (dla każdego materiału) przedstawiono na rysunku 4.

Etapy rozwoju pęknięcia podczas kontrolowanego przebiegu dla kompozytu tlenkowo-węglikowo-azotko-

wego przedstawiono na rysunku 5. Długość nacięcia $c_0 = 1,034$ mm. Wartości *c* podane na rysunku 5 oznaczają długości pęknięć mierzone od końca nacięcia, a wartości *F* - siły, przy których je zmierzono.



- Rys. 3. Krzywe obciążenia w funkcji odkształcenia dla: a) tworzywa tlenkowego, b) kompozytu tlenkowo-węglikowo-azotkowego
- Fig. 3. Loading versus strain curves for: a) alumina ceramics, b) oxidecarbide-nitride composite





Fig. 4. Plot of K_1 versus crack length c (R curve) for: a) alumina ceramics, b) oxide-carbide-nitride composite

Analiza równań prostej typu y = ax + b badanych materiałów wskazuje na odmienny charakter zachowania się odporności na pękanie ze wzrostem długości pęknięcia dla obu badanych materiałów. Średnia wielkość ziarna tworzywa tlenkowego wynosi 2,1 μm, zaś kompozytu tlenkowo-węglikowo-azotkowego z dodatkiem 2% wag. ZrO₂ wynosi 1,8 μm. Zwraca uwagę fakt występowania dużych pojedynczych zia-



Rys. 5. Obraz kontrolowanego rozwoju pęknięcia w próbce z kompozytu tlenkowo-węglikowo-azotkowego

Fig. 5. View of controlled crack growth in specimen of oxide-carbide-nitride composite

W tworzywie tlenkowym obserwuje się występowanie krzywej R, co oznacza, że ze wzrostem długości propagującego pęknięcia odporność na pękanie wykazuje tendencję rosnącą. Kompozyt tlenkowo-węglikowoazotkowy zachowuje się odmiennie, tzn. że ze wzrostem długości propagującego pęknięcia odporność na pękanie w zasadzie się nie zmienia. Współczynnik kierunkowy prostej dla próbki z tworzywa tlenkowego (rys. 4) wynosi a = 0,572. Obecność dodatków, takich jak wegliki i azotki tytanu wraz z niewielką ilością dwutlenku cyrkonu, prowadzi do znacznego spadku wartości współczynnika kierunkowego prostej a. Spowodowane jest to zanikiem mechanizmu mostkowego odpowiedzialnego za występowanie krzywych R (inny niż w tworzywie tlenkowym jest rozkład naprężeń wewnętrznych oraz brak jest dużych ziaren).

Obserwację struktury badanych materiałów przeprowadzono na próbkach trawionych termicznie, przy zastosowaniu mikroskopu skaningowego JOEL JX50A. Mikrostrukturę próbki przedstawiono na rysunku 6. ren w tworzywie tlenkowym, które mogą pełnić rolę mostków spinających powierzchnie pęknięcia.



Rys. 6. Mikrostruktura próbki z tworzywa tlenkowego trawionego termicznie (SEM)

Fig. 6. Microstructure of the thermal eatching specimens for oxide material (SEM)

WNIOSKI

- Badania kontrolowanego rozwoju pęknięć ujawniły występowanie krzywych R w tworzywie tlenkowym na bazie Al₂O₃. Dla tych materiałów obserwuje się tendencję rosnącą zależności odporności na pękanie od długości propagującego pęknięcia. Zjawisko to związane jest z tzw. mechanizmem mostkowym w badanym materiale.
- W kompozycie tlenkowo-węglikowo-azotkowym obserwuje się efekt płaskiej krzywej R, co można wytłumaczyć obecnością dodatków węglikowo-azotkowych i cyrkonowych, które powodują zanik mechanizmu mostkowego.
- Badania rozwoju pęknięć podkrytycznych wykazały dwukrotnie wyższą energię pęknięcia dla kompozytu tlenkowo-węglikowo-azotkowego i nieco wyższą odporność na inicjację pęknięć oraz odporność na pękanie.

Referat prezentuje wyniki prac wykonanych w ramach projektu badawczego nr 7T08D 029 20 (realizowanego w latach 2001-2003), finansowanego przez Komitet Badań Naukowych.

LITERATURA

 Munz D., Fett T., Ceramics, Mechanical Properties, Failure Behaviour, Materials Selection, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York 1999.

- [2] Sglavo V.M., Trenti E., Boniecki M., Fracture toughness of high-purity alumina at room and elevated temperature, Journal of Materials Science Letters 1999, 18, 1127--1130.
- [3] Bleise D., Steinbrech R.W., Flat R-curve from stable propagation of indentation cracks in coarse-grained alumina, J. Am. Ceramic Soc. 1994, 77, 2, 315-322.
- [4] Szutkowska M., Boniecki M., Application of long-crack fracture toughness test for alumina tool ceramics, 10th Jubilee Intern. Scientific Conference Achievements in Mechanical & Materials Engineering, Poceedings Gliwice-Kraków--Zakopane 2001, 560-562.
- [5] Tomaszewski H., Boniecki M., Węglarz H., Krzywe R w kompozytach Al₂O₃-SiC i (Al₂O₃ +ZrO₂)-SiC Inżynieria Materiałowa 1999, 6, 614-619.
- [6] Fett T., Munz D., Subcritical crack growth of macrocracks in alumina with R-curve behavior, J. Am. Ceram. Soc. 1992, 75, 4, 958-963.
- [7] Fett T., An analysis of the three-point bending bar by use of the weight function method, Eng. Fract. Mech. 1991, 40, 3, 683-686.

Recenzent Marian Klasztorny