



## Badania odporności na zużycie ścierne potencjalnych materiałów narzędziowych

### Wear behaviour of prospective tool materials

PIOTR WYŻGA  
JOLANTA LASZKIEWICZ-ŁUKASIK  
LUCYNA JAWORSKA\*

DOI: 10.17814/mechanik.2016.2.12

W artykule przedstawiono wyniki wysokotemperaturowych badań odporności na zużycie ścierne przeprowadzonych metodą *ball-on-disc*. Kompozyty o składzie 70% masowych TiN i 30% masowych TiB<sub>2</sub> otrzymano metodą spiekania iskrą elektryczną SPS (*spark plasma sintering*). Proces spiekania nanoproszków prowadzono w temperaturze 2100 °C, a mikroproszków – w temperaturze 1600 °C. W obu przypadkach czas spiekania wynosił 5 min. Zmierzono wybrane właściwości fizyczne i mechaniczne. Średni współczynnik tarcia w temperaturze 700 °C kompozytu TiN–TiB<sub>2</sub> uzyskanego z nanoproszków wyniósł 0,52, a kompozytu wytworzonego z mikroproszków – 0,74. Badania składu fazowego powierzchni po testach tribologicznych potwierdziły występowanie w tych kompozytach nie tylko TiN i TiB<sub>2</sub>, lecz także faz hBN i TiO<sub>2</sub>.  
**SŁOWA KLUCZOWE:** azotek tytanu, dwuborek tytanu, test tribologiczny, kompozyt ceramiczny

*This paper presents results of the high temperature tribological research work using ball-on-disc method. The 70wt% TiN and 30wt% TiB<sub>2</sub> composite samples were obtained by spark plasma sintering (SPS) method from nano- and micropowders. Sintering parameters were 2100 °C and 1600 °C respectively for nano- and micropowders, sintering duration was 5 minutes. Selected physical and mechanical properties were measured. Average friction coefficient values of the TiN/TiB<sub>2</sub> composite material were 0.52 and 0.74 for the nanopowders and for the micropowders samples respectively. XRD surface phase tests performed after tribological tests revealed not only TiN and TiB<sub>2</sub> content, but also hBN and TiO<sub>2</sub> phases in samples obtained from both nano- and micropowders. **KEYWORDS:** titanium nitride, titanium diboride, tribological test, ceramic composite*

Materiały ceramiczne o osnowie z azotków i borków metali przejściowych odznaczają się unikatowym połączeniem takich właściwości, jak wysoka temperatura topnienia i twardość przy zachowaniu odporności na działanie odczynników chemicznych. Temperatura topnienia tych materiałów jest bliska 3000 °C lub wyższa, co sprawia, że należą one do grupy ceramiki wysokotopliwej UHTC (*ultra-high temperature ceramics*) [1, 2]. Charakterystyczne właściwości borków i azotków metali przejściowych determinują ich potencjalne zastosowania: na części maszyn i urządzeń, komponenty ochrony termicznej, krawędzie natarcia w samolotach, a także narzędzia skrawające. W przypadku zastosowania tych

materiałów na elementy maszyn istotne jest określenie ich odporności na zużycie ścierne w temperaturze pokojowej oraz podwyższonej, a także ustalenie zmian składu fazowego warstwy wierzchniej na skutek nagrzewania oraz tarcia.

Warunki badań współczynnika tarcia są zbliżone do temperatury i obciążeń występujących na ostrzach narzędzi skrawających podczas ich pracy [1, 3]. W trakcie procesu skrawania zarówno na ostrzu narzędzia skrawającego, jak i w materiale obrabianym zachodzą zmiany składu fazowego. Powstają fazy tlenkowe, które z jednej strony powodują zmniejszenie wytrzymałości i trwałości ostrza, a z drugiej – wykazują korzystne działanie: w podwyższonej temperaturze tworzą warstwy poślizgowe, co pozwala na ograniczenie zastosowania cieczy chłodzących i smarujących podczas skrawania.

Odpowiednio przygotowane stanowisko badawcze umożliwia rejestrowanie – w czasie obróbki skrawaniem – rozkładu i gradientu temperatury zarówno w materiale narzędzia, jak i obrabianego przedmiotu, a także w miejscu styku ostrza skrawającego i skrawanego elementu. Instytut Zaawansowanych Technologii Wytwarzania dysponuje takim stanowiskiem wyposażonym w kamerę termowizyjną i – dodatkowo – w kamerę szybkoobrotową, która zapewnia dokładną rejestrację procesu skrawania, w tym kolejnych etapów powstawania i łamania wióra. Obserwacje poziomu i zmian temperatury oraz wpływu geometrii ostrza m.in. na trwałość narzędzia pozwalają na dokładną analizę procesów skrawania oraz dobór odpowiednich materiałów, narzędzi i parametrów obróbki.

Do pełnej charakterystyki materiału przeznaczonego na ostrza skrawające niezbędne jest przeprowadzenie badań stabilności składu fazowego w wysokiej temperaturze oraz badań zużycia ściernego w temperaturze podwyższonej.

Potencjalnym materiałem narzędziowym, który poddano badaniom, był kompozyt złożony z azotku tytanu i dwuborku tytanu (TiN–TiB<sub>2</sub>) wytworzony metodą spiekania SPS/FAST (*spark plasma sintering/field assisted sintering technology*) z nano- i mikroproszków. Obecnie tą metodą można otrzymać – w zależności od wielkości komory – spieki o średnicy do 60 mm. Zасыpywany materiał nie wymaga wcześniejszego formowania. Proces spiekania jest realizowany na drodze wyładowań elektrycznych zachodzących pomiędzy cząstkami spiekanej proszku w grzejnikach grafitowych. Ze względu na swe właściwości materiał ten może znaleźć zastosowanie w produkcji części silników odrzutowych, płyt pancernych czy tygli wysokotemperaturowych. Bardzo dobra przewodność elektryczna kompozytów borkowo-azotkowych sprawia, że sprawdzą się one w wymagających systemach elektronicznych.

\* Dr inż. Piotr Wyżga (piotr.wyzga@ios.krakow.pl), mgr inż. Jolanta Laszkiewicz-Łukasik (jolanta.laszkiwicz@ios.krakow.pl), prof. dr hab. inż. Lucyna Jaworska (lucyna.jaworska@ios.krakow.pl) – Centrum Inżynierii Materiałowej i Techniki Spiekania, Instytut Zaawansowanych Technologii Wytwarzania

## Materiał i metodyka badań

Materiał do badań stanowiły spieki ceramiczne wytworzone z mieszanki: 70% masowych proszków azotku tytanu TiN oraz 30% masowych dwuborku tytanu TiB<sub>2</sub>, wytworzonych z nano- i mikroproszków (tabl. I).

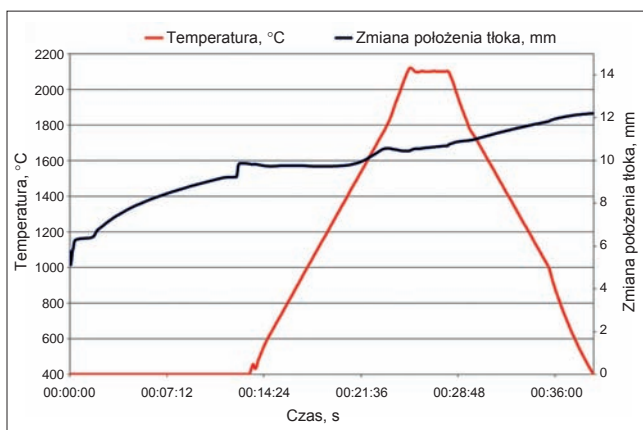
Mieszankę umieszczono w matrycy grafitowej do spiekania metodą SPS/FAST (rys. 1a). Nagrzewanie w trakcie procesów spiekania SPS odbywa się wskutek przepływu impulsów prądu elektrycznego przez elementy grafitowe i mieszaninę proszków. Stwierdzono, że dzięki zastosowaniu metody SPS/FAST możliwe jest obniżenie temperatury i skrócenie czasu spiekania w stosunku do konwencjonalnych metod konsolidacji materiałów proszkowych – tym samym ograniczony zostaje rozrost ziarna [5].

**TABLICA I. Charakterystyka proszków, z których wykonano mieszanki na spieki ceramiczne**

Proszek		Dostawca	Wielkość cząstek	Metoda wytwarzania
mikroproszki	TiN	H.C. Starck, Niemcy	grade C 0,8÷1,2 μm	azotowanie
	TiB <sub>2</sub>		grade F 2,5÷3,5 μm	karbo-termiczna
nanoproshki	70% mas. TiN – 30% mas. TiB <sub>2</sub>	Neomat, Łotwa	32 nm	plazmowa



Rys. 1. Elementy grafitowe – grzejniki (a), komora pieca (b), piec do spiekania SPS (c)



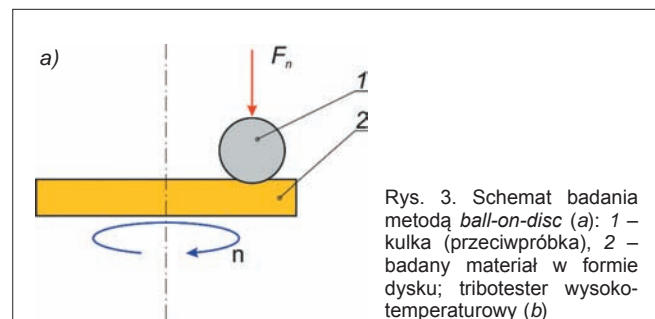
Rys. 2. Krzywa spiekania SPS nanometrycznej mieszanki 70% mas. TiN – 30% mas. TiB<sub>2</sub>

Proces spiekania SPS kompozytu TiN–TiB<sub>2</sub> prowadzono przez 5 min (rys. 2) w temperaturze: 2100 °C – w przypadku nanoproszków, 1600 °C – w przypadku mikroproszków. Ciśnienie prasowania wynosiło 35 MPa, a proces przebiegał w atmosferze azotu.

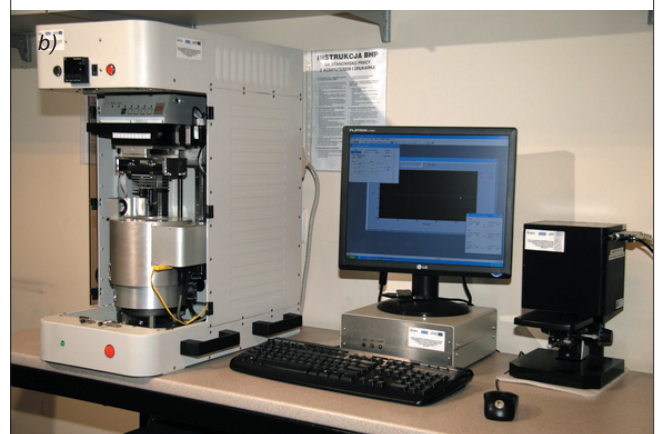
Wytworzone spieki ceramiczne przebadano pod kątem właściwości fizycznych, mechanicznych i tribologicznych. Gęstość pozorną  $\rho_p$  mierzono metodą nasycania w próżni, zgodnie z normą PN-EN 632-2. Twardość wyznaczono sposobem Vickersa przy obciążeniu 9,81 N (HV1) z zastosowaniem uniwersalnego twardościomierza FLC-50VX firmy Future Tech. Corp. Wykonano również pomiar modułu Younga (ultradźwiękową metodą pomiaru prędkości przechodzenia fali poprzecznej i podłużnej) za pomocą defektoskopu Panametrics Epoch III.

Badania odporności na zużycie ścierne przeprowadzono metodą *ball-on-disc*. Jej schemat oraz uniwersalny tester do badań tribologicznych UMT-2MT firmy CETR (USA) przedstawiono na rys. 3. W tej metodzie nieruchoma kulka jest dociskana z określoną siłą do obracającej się tarczy. W wyniku tego procesu na tarczy powstaje wytarcie – jego pomiar pozwala na określenie odporności materiału na zużycie ścierne. Profilometrem mierzy się pole powierzchni przekroju wytarcia, a następnie oblicza objętość materiału usuniętego w trakcie procesu. Kulka również ulega wytarci, zatem metoda *ball-on-disc* pozwala na wyznaczenie odporności na zużycie ścierne obu współpracujących elementów [3]. Dzięki wyposażeniu tribotesterów w piecyk wysokotemperaturowy próby ścieralności można prowadzić w szerokim zakresie temperatury – od pokojowej do 800 °C. Metoda ta charakteryzuje się również zakresem prędkości obrotowej dysku od 0,1 do 4000 obr/min, a ponadto precyzyjnym obciążeniem i pozycjonowaniem próbki względem przeciwpróbki, co jest realizowane za pomocą serwomechanizmu. Urządzenie pozwala na programowanie przebiegów czasowych obciążenia, przemieszczenia i nagrzewania – za pomocą zaprojektowanych skryptów. Tribotester umożliwia pomiar oporności elektrycznej pary tarczej.

Badania współczynnika tarcia wykonano metodą *ball-on-disc* w warunkach tarcia suchego. Zastosowano kulki z tlenku glinu Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> o średnicy 3,175 mm. Obciążenie w każdej



Rys. 3. Schemat badania metodą *ball-on-disc* (a): 1 – kulka (przeciwpróbka), 2 – badany materiał w formie dysku; tribotester wysokotemperaturowy (b)



próbie wynosiło 5 N, promień tarcia  $r = 4$  mm, prędkość linowa tarcia – 0,1 m/s, a droga tarcia – 200 m. Badania prowadzono w temperaturze 700 °C. Podczas testów mierzono siłę normalną  $F_n$  i siłę styczną  $F_t$ . Współczynnik tarcia wyznaczono ze wzoru:

$$\mu = \frac{F_t}{F_n}$$

Analizę mikrostruktury metodą SEM (*scanning electron microscopy*) oraz składu chemicznego metodą EDS (*energy dispersive spectrometry*) materiałów po badaniach tribologicznych przeprowadzono z użyciem mikroskopu JSM 6460LV firmy JEOL, wyposażonego w spektrometr rentgenowski EDS firmy Oxford Instruments.

## Wyniki badań

Analizy składu fazowego materiałów wykazały obecność faz TiN i TiB<sub>2</sub> po procesach spiekania materiałów z mikroproszków (rys. 4). Gęstość pozorna tych spieków wyniosła 4,96 g/cm<sup>3</sup>, twardość Vickersa – 15,1 +0,1 GPa, a moduł Younga był równy 445 GPa.

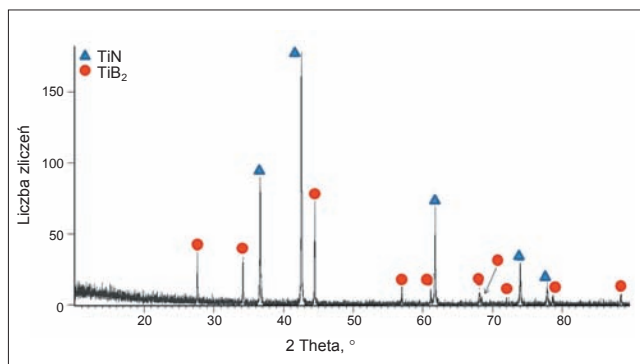
Spiek z nanoproszków miał następujące właściwości: gęstość 4,45 g/cm<sup>3</sup>, moduł Younga 350 GPa, twardość Vickersa 22,5 +0,4 GPa. Analiza rentgenowska tego spieku oprócz faz TiN i TiB<sub>2</sub> wykazała również obecność śladowych ilości heksagonalnego azotku boru hBN i tlenku tytanu Ti<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (rys. 5).

Średni współczynnik tarcia  $\mu_{sr}$  spieku TiN–TiB<sub>2</sub> wytworzonego z mikroproszków (rys. 6 – kolor czerwony) badany w temperaturze 700 °C był niestabilny i zmienił się w czasie w granicach 0,55–0,9. Dopiero na końcowym etapie próby ustabilizował się i miał wartość ok. 0,7. W przypadku spieku otrzymanego z nanoproszków współczynnik  $\mu_{sr}$  był dużo niższy. Przez 75% czasu testu był stabilny i zachowywał wartość na poziomie 0,45, na końcowym etapie powoli wzrastał, aż osiągnął wartość 0,65 (rys. 6 – kolor niebieski). W konsekwencji średni współczynnik tarcia dla spieków z nano- i mikroproszków wyniósł odpowiednio 0,52 i 0,74 (tabl. II).

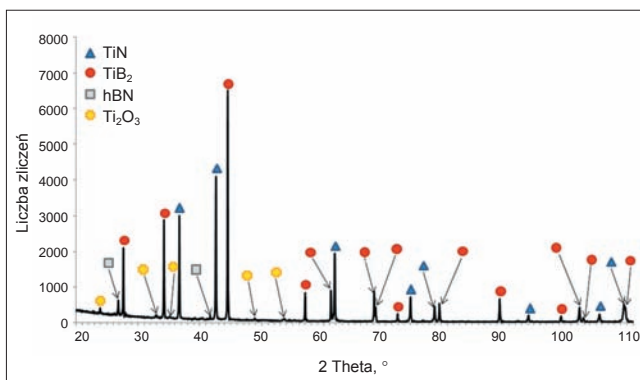
Powierzchnie próbek po przeprowadzeniu badań tribologicznych poddano analizie mikroskopowej w celu określenia charakteru zużycia. Mikrostruktury próbek po badaniach tribologicznych przedstawiono na rys. 7.

**TABLICA II. Wartości średniego współczynnika tarcia spieków o składzie 70% mas. TiN i 30% mas. TiB<sub>2</sub>, otrzymanych z nano- i mikroproszków, rejestrowane podczas badań odporności na zużycie ścierne metodą *ball-on-disc* w temperaturze 700 °C**

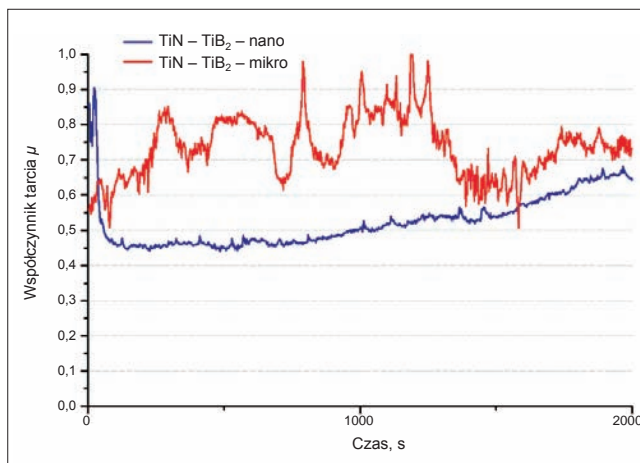
Średni współczynnik tarcia $\mu_{sr}$	
Spiek z nanoproszków	Spiek z mikroproszków
0,52	0,74



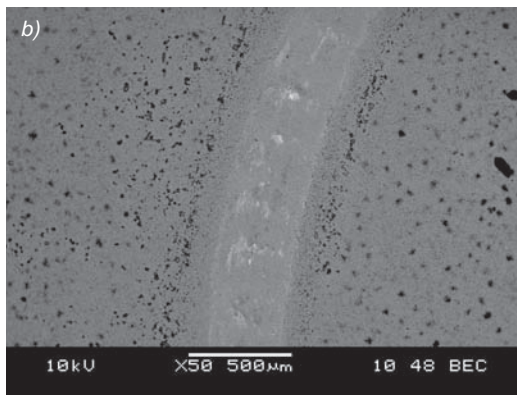
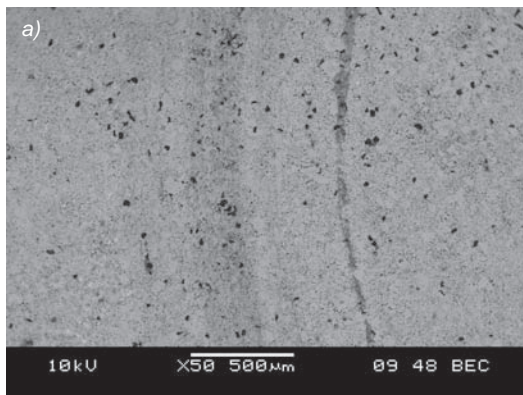
Rys. 4. Dyfraktogram próbki wytworzonej metodą spiekania SPS z mieszanki proszków mikrometrycznych: 70% mas. TiN – 30% mas. TiB<sub>2</sub>



Rys. 5. Dyfraktogram próbki otrzymanej metodą spiekania SPS z kompozytowej mieszanki proszków nanometrycznych: 70% mas. TiN – 30% mas. TiB<sub>2</sub>



Rys. 6. Przebieg współczynników tarcia dla kompozytów o składzie 70% mas. TiN – 30% mas. TiB<sub>2</sub>, wytworzonych z nano- i mikroproszków

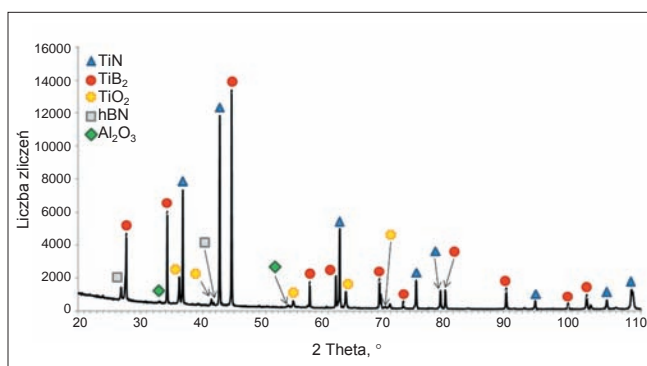


Rys. 7. Mikrostruktury kompozytów po badaniach tribologicznych w temperaturze 700 °C: a) próbka kompozytu otrzymanego z nanoproszków, b) próbka kompozytu otrzymanego z mikroproszków

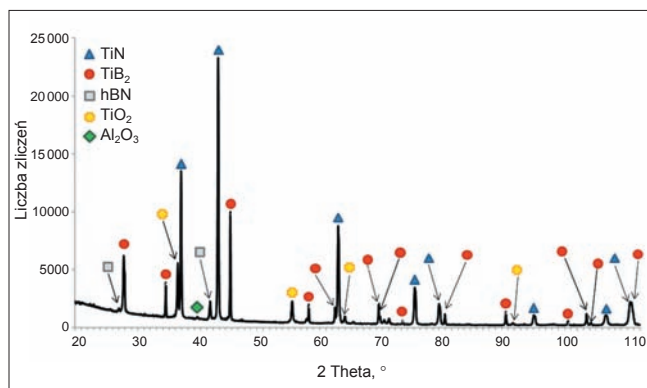
Analiza zdjęć mikrostruktury wykazała mniejszy ubytek materiału na skutek tarcia w próbce wytworzonej z nanoprošków – w tym przypadku ślad wytarcia jest bardzo słabo widoczny (rys. 7a). Głębokość profilu w materiale otrzymanym z mikroprošków jest dużo większa, a ponadto po testach ścieralności stwierdzono obecność materiału na krawędziach profilu, co oznacza, że materiał ten o wiele łatwiej ulegał wytarci niż materiał z nanoprošków.

Badanie rentgenowskie spieku z nanoprošków, wykonane po tribotestach przeprowadzonych w temperaturze 700 °C, wykazało dodatkowo obecność tlenku aluminium  $Al_2O_3$  (pochodzącego z materiału przeciwpróbki) oraz tlenku tytanu  $TiO_2$  (rys. 8).

Analiza składu fazowego po wysokotemperaturowych badaniach tribologicznych materiałów otrzymanych z mikroprošków wykazała obecność śladowych ilości heksagonalnego azotku boru hBN, tlenku tytanu  $TiO_2$  oraz tlenku aluminium  $Al_2O_3$  pochodzącego z materiału przeciwpróbki (rys. 9).



Rys. 8. Dyfraktogram próbki wytworzonej metodą spiekania SPS z mieszanki prošków nanometrycznych (70% mas. TiN – 30% mas.  $TiB_2$ ) po badaniach tribologicznych w temperaturze 700 °C



Rys. 9. Dyfraktogram próbki otrzymanej metodą spiekania SPS z mieszanki prošków mikrometrycznych (70% mas. TiN – 30% mas.  $TiB_2$ ) po badaniach tribologicznych w temperaturze 700 °C

## Wnioski

Kompozyty ceramiczne o składzie 70% masowych TiN i 30% masowych  $TiB_2$  wytworzone metodą spiekania SPS z nano- i mikroprošków charakteryzowały się odpowiednio:

- gęstością pozorną – 4,45 i 4,96 g/cm<sup>3</sup>,
- modułem Younga – 350 i 445 GPa,
- twardością Vickersa – 22,5 i 15,1 GPa.

W celu wyznaczenia odporności na ścieranie spieki poddano badaniom tribologicznym metodą *ball-on-disc* w temperaturze 700 °C. Przeciwióbkę w parze trącej stanowiła kulka z tlenku aluminium  $Al_2O_3$ . Dla spieku otrzymanego z nanoprošków średni współczynnik tarcia wyniósł 0,52, a dla spieku z mikroprošków – 0,74. Zastosowanie nanometrycznych prošków kompozytowych ma więc korzystny wpływ na odporność na zużycie ścierne. Analiza mikrostruktury potwierdziła mniejszy stopień zużycia próbek, które wykonano z nanoprošków – w tym przypadku ślad wytarcia jest dużo mniej widoczny niż w przypadku próbek kompozytu z mikroprošków.

Różnica wartości współczynnika tarcia w kompozytach o identycznym składzie, otrzymanych z nano- i mikroprošków, wynika z różnego składu fazowego materiału po spiekaniu. W materiale z nanometrycznych prošków w trakcie konsolidacji powstały dodatkowe fazy, np. heksagonalny azotek boru hBN i tlenek tytanu  $Ti_2O_3$ , który dodatkowo na skutek temperatury i tarcia przekształcił się w tlenek  $TiO_2$ . Przebieg współczynnika tarcia materiałów z prošków mikrometrycznych był nieregularny, ale na końcowym etapie się ustabilizował, a jego wartość spadła do 0,72. Jest to efekt powstania na powierzchni materiału heksagonalnego azotku boru i warstwy tlenkowej, poprawiających smarowanie. Badania tribologiczne prowadzone w podwyższonej temperaturze dają obraz właściwości skrawnych materiału narzędziowego. Wyniki tych badań mogą być jednymi z podstawowych kryteriów oceny materiałów z tej grupy.

**Praca została wykonana jako część projektu badawczego UDA – POIG.01.03.01-12-024/08 finansowanego z Europejskiego Funduszu Regionalnego w ramach Programu Innowacyjna Gospodarka.**

## LITERATURA

1. Laszkiewicz-Łukasik J., Jaworska L., Putyra P., Cygan S., Cyborń J. „Badania właściwości tribologicznych ceramiki borkowej w temperaturach do 800 °C”. *Mechanik*. Nr 2 (2015): s. 213÷222.
2. Stolarz S. „Wysokotopliwe związki i fazy”. Katowice: Wyd. Śląsk, 1974.
3. Klimczyk P. „Badania tribologiczne ceramiki narzędziowej metodą Ball-on-Disc”. *Mechanik*. R. 85, nr 11: s. 953÷956.
4. Grabis J., Šteins I., Rašmane D. “Preparation and Spark Plasma Sintering of Nanoparticles in Ti-B-N System”. *Euro PM2012 – Hard-metals: Cermets & Ceramics*. (2012): s. 95÷99.
5. Wyżga P. „Wpływ warunków procesu spiekania na wybrane właściwości kompozytu TiN-TiB<sub>2</sub>”. Praca doktorska. 2015. ■