Ocena wytrzymałości mechanicznej kompozytów ściernych z mikrokrystalicznego tlenku glinu zbrojonych wiskerami z wykorzystaniem analizy statystycznej Weibulla

Assesment of the mechanical strength of microcrystalline aluminium oxde abrasive composites reinforced with whiskers using Weibull statistical analysis

DANIELA HERMAN KAROLINA KMINIKOWSKA *

W pracy przedstawiono wyniki badań wytrzymałości na rozciąganie kształtek ściernych wykonanych z ziarna ściernego SG™ ze spoiwem szklanokrystalicznym, zbrojonych dodatkowo fazą wiskerową. Badane próbki charakteryzowały się różnym udziałem objętościowym wygenerowanych wiskerów. Kompozycje, dla których uzyskano najwyższą wytrzymałość na rozciąganie, zostały poddane dalszym badaniom właściwości mechanicznych z wykorzystaniem analizy statystycznej Weibulla. SŁOWA KLUCZOWE: krystaliczny tlenek glinu, wiskery, spoiwo szklanokrystaliczne

This paper presents the results of tests of the mechanical tensile strength of the ceramic grinding wheels made from SG^{TM} abrasive grains and a glass-ceramic binder containing a whisker phase. The samples are characterised by diversified volume fractions of whiskers generated. Those compositions for which the highest tensile strength was obtained underwent further tests of mechanical properties using the Weibull statistical analysis.

KEYWORDS: microcrystalline aluminium oxide, whiskers, glass-ceramic binder

W ostatnich latach obserwuje się znaczny postęp w obszarze otrzymywania ziaren ściernych z tlenku glinu o strukturach mikro- lub nanokrystalicznych, ponieważ mikrostruktura ma istotny wpływ m.in. na odporność na zużycie. Dlatego też ziarna SG™ mogą stanowić alternatywę dla drogich supertwardych materiałów ściernych [1, 2].

Wykorzystanie potencjału skrawnego ziaren SG™ wiąże się z nieustanną koniecznością udoskonalania właściwości spoiw. Podobnie jak w przypadku ziaren ściernych, dąży się do tego poprzez manipulowanie strukturą ceramicznych mostków wiążących. Coraz częściej projektuje się układy szkłotwórcze, pozwalające na uzyskanie poprzez kontrolowaną krystalizację tworzyw szklanokrystalicznych [3]. Obecność drobnodyspersyjnej fazy krystalicznej stanowi barierę strukturalną dla propagujących pęknięć w matrycy amorficznej, co przekłada się na wzrost odporności na kruche pękanie [4]. Ze względu na unikalne właściwości mechaniczne, zwłaszcza wysoki moduł Younga, coraz częściej przedmiotem badań naukowców są włókna ceramiczne i wiskery, stosowane głównie w różnego rodzaju kompozytach ceramicznych [5, 6]. Stosunkowo niedawno zastosowano tego typu wzmocnienie w ściernicach [7, 8]. Wprowadzenie tej dodatkowej fazy do spoiw szklanokrystalicznych jest szansą na precyzyjne sterowanie właściwościami mechanicznymi całego kompozytu ściernego.

Biorąc pod uwagę aktualne trendy w rozwoju ceramicznych narzędzi ściernych, zaprojektowano i zbadano kompozyty ścierne na bazie ziaren SG™ i spoiwa szklano-krystalicznego, zbrojonego wiskerami glino-borowymi. Badania właściwości mechanicznych przeprowadzono przy wykorzystaniu analizy statystycznej Weibulla, jako podstawowej metody oceny wytrzymałości mechanicznej materiałów kruchych [4, 9].

Część eksperymentalna

Przedmiot badań stanowiły kompozyty ścierne wykonane z ziaren ściernych z mikrokrystalicznego tlenku glinu SG™ nr 80 firmy Norton oraz spoiwa szklanokrystalicznego z układu szkłotwórczego CaO-MgO-ZnO-Al₂O₃-B₂O₃-SiO₂. W celu wygenerowania fazy wiskerowej do mas ściernych dodawano prekursor.

Kompozyty formowano w kształcie dysków o wymiarach Ø15 mm × 10 mm o charakterystyce K7, tj. udział objętościowy ziarna ściernego V_z : 48%, spoiwa V_s : 11,5%, porów V_p : 40,5%. Obróbkę termiczną przeprowadzono w piecu komorowym PK-4 w atmosferze powietrza w temperaturze 1050 °C, przetrzymując 3 h.

Badania wytrzymałości kształtek na rozciąganie metodą DCT przeprowadzono na maszynie wytrzymałościowej – tensometr typ W firmy Monstanto. Szybkość posuwu szczęk wynosiła 1,6 mm/min, rejestracja przebiegu eksperymentu przy pomocy komputera PC w programie PME Assistant 3.0.107. Obserwacji mikrostruktury dokonano na elektronowym mikroskopie skaningowym firmy JEOL produkcji japońskiej, typ JSM-5500LV. Analizę jakościową i ilościową faz krystalicznych wygenerowanych w spoiwie przeprowadzono metodami rentgenowskimi. Badania gęstości oraz porowatości przeprowadzono zgodnie z Normami Polskimi, odpowiednio: PN-85 / H-04184 i PN-79 / H-04185.

Wyniki badań

Badaniom wytrzymałości na rozciąganie poddano 10 serii kształtek ściernych o różnej zawartości dodanego prekursora (0÷45% do 100% $V_{\rm s}$). Wyniki badań przedstawiono na rys. 1. Próbki zawierające 0÷10% prekursora charakteryzowały się zbliżoną wytrzymałością na rozcią-

DOI: 10.17814/mechanik.2016.10.446

^{*} Dr hab. inż. Daniela Herman (daniela.herman@tu.koszalin.pl) – Politechnika Koszalińska; mgr inż. Karolina Kminikowska (inacarol.dn@gmail.com)

ganie – ulegały zniszczeniu pod wpływem działania siły około 4 kN. Wzrost wytrzymałości zanotowano dla próbek zawierających minimum 15% prekursora. Najwyższą wytrzymałość stwierdzono dla próbek zawierających 35% prekursora (5,678 kN). Dalsze zwiększanie zawartości prekursora powodowało tendencję spadkową.



Rys. 1. Wyniki badań wytrzymałości kształtek ściernych o zróżnicowanej zawartości prekursora

Na podstawie uzyskanych wyników wytypowano skład zawierający 35% prekursora, na bazie którego wykonano 70 kształtek ściernych przeznaczonych do badań w ujęciu analizy statystycznej. Zgodnie z metodyką Weibulla prawdopodobieństwo przetrwania próbki *P* o objętości *V* znajdującej się pod wpływem jednoosiowych naprężeń rozciągających *o* określa się wzorem:

$$P(V) = \exp\left[-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right]$$

gdzie: σ₀ – naprężenie skalujące, m – moduł Weibulla.

Wyniki badań przedstawiono w postaci graficznej na rys. 2. Współczynnik kierunkowy prostej na rys. 2b stanowi wartość modułu Weibulla, będącego parametrem opisującym rozrzut wartości wytrzymałości danego materiału. Dla uzyskanych wyników wartość modułu $m \approx 12$. Jest to przeciętna wartość dla porowatych materiałów ceramicznych [10].



Rys. 2. Wyniki badań wytrzymałości w ujęciu statystycznym: a) zależność prawdopodobieństwa przetrwania próbek P(V) od zadanego obciążenia σ , *b*) wyniki logarytmowania równania Weibulla

Badanie gęstości i porowatości przeprowadzono dla próbek zawierających 0% oraz 30% prekursora. Wyniki (tabl. l) wykazały, że próbki wzmocnione fazą wiskerową charakteryzują się mniejszą gęstością i jednocześnie większą porowatością w porównaniu do próbek niezbrojonych wiskerami. Dzięki obecności wiskerów kształtki ścierne poza podwyższeniem wytrzymałości mechanicznej na rozciąganie mają także bardziej otwartą strukturę, co jest ważnym aspektem w procesie obróbki ściernej.

Analiza rentgenowska potwierdziła obecność dwóch rodzajów faz krystalicznych zbrojących mostki wiążące. Wyniki (tablica II) wykazały, iż wiskery glino-borowe powstają kosztem fazy gahnitowej.

Obserwacjom mikroskopowym poddano przełomy próbek o zawartości 0% oraz 35% prekursora. W celu ujawnienia struktury mostków wiążących próbki trawiono w 10% roztworze HF. W próbce bez dodatku prekursora stwierdzono bardzo jednorodną mikrostrukturę kryształów gahnitu (rys. 3*a*). W próbce z dodatkiem 35% prekursora faza gahnitowa także jest jednorodna, a wygenerowane wiskery są zorientowane statystycznie, chociaż widoczne są też liczne "upakowania" wiskerów (rys. 3*b*).

TABLICA I. Wyniki badań gęstości i porowatości

Udział prekursora, %	0	30
Gęstość, g/cm ³	3,64	3,58
Porowatość całkowita, g/cm3	41,25	41,41

TABLICA II. Wyniki analizy rentgenowskiej

	-		
Udział prekursora, %	15	35	45
Zawartość gahnitu ZnAl ₂ O ₄ , %wag	6,34±0,08	2,78±0,07	2,03±0,06
Zawartość wiskerów Al ₁₈ B ₄ O ₃₃ , %wag	0,71±0,15	5,34±0,19	6,03±0,18



Rys. 3. Widoki mikrostruktury próbek: *a*) bez udziału prekursora, *b*) z udziałem 35% prekursora; pow. 1000×

Podsumowanie

Opracowana technologia doskonale wpisuje się w światowy trend nowych kompozytów wzmacnianych wiskerami. Ponadto w jednym ciągłym procesie technologicznym, w trakcie obróbki cieplnej, w spoiwie generowana jest krystaliczna faza drobnodyspersyjna oraz wiskerowa i jednocześnie następuje spieczenie kompozytu. Zbrojenie mostków wiążących wiskerami nie tylko skutkuje podwyższeniem wytrzymałości kształtek ściernych, ale sugeruje też możliwość projektowania ściernic o bardziej otwartej strukturze.

LITERATURA

- Mayer J., Engelhorn R., Bot R., Weirich T., Herwartz C., Klocke F. "Wear characteristics of second-phase-reinforced sol-gel corundum abrasives". Acta Mater. Vol. 54, No. 13 (2006): pp. 3605+3615.
- Li Z., Li Z., Zhang A., Zhu Y. "Synthesis and two-step sintering behavior of sol-gel derived nanocrystalline corundum abrasives". *J Eur Ceram Soc.* Vol. 29, No. 8 (2009): pp.1337÷1345.
- Wiesner V., Bansal N. "Crystallization kinetics of calcium-magnesium aluminosilicate (CMAS) glass". *Surf Coat Tech*. Vol. 259, Part C (2014): pp. 608+615.
- Olszyna A.R. "Twardość a kruchość tworzyw ceramicznych". Warszawa: Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, 2004.
- Peng S., Jinwen H., Wenwei W., Xuehang W. "Preparation of aluminium borate whiskers by the molten salt synthesis method". *Ceram Int.* Vol. 39, No 6 (2013): pp. 7263÷7267.
- Abdullah M., Ahmad J., Mehemood M. "Influence of Al₂O₃ whisker concentration on flexural strength of Al₂O_{3(w)}-ZrO₂ (TZ-3Y) composite". *Ceram Int.* Vol. 38, No 8 (2012): pp. 6517÷6523.
- Herman D., Bobryk E., Walkowiak W. "Efekt wzmocnienia kompozytów ściernych z tlenku glinu wiskerami Al₄B₂O₉". *Materiały Ceramiczne*. R. 67, nr 1 (2015): s. 37÷42.
- Zhao B., Li Z., Zhu Y. "Effect of polycrystalline mullite fibers on the properties of vitried bond and vitrified CBN composites". *Ceram Int.* Vol. 39, No 3 (2013): pp. 2863÷2868.
- Danzer R., Supancic P., Pascual J., Lube T. "Fracture statictics of ceramics – Weibull statistics and deviations from Weibull statistics". *Eng Fract Mech.* Vol. 74, No 18 (2007): pp. 2919÷2932.
- Liu J., Li Y., Li Y., Sang S., Li S. "Effects of pore structure on thermal conductivity and strength of alumina porous ceramics using carbon black as pore-forming agent". *Ceram Int.* Vol. 42, No 7 (2016): pp. 8221÷8228.