RZECZPOSPOLITA POLSKA

Urząd Patentowy Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY** (19) **PL** (11) **225714**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **407009**

(22) Data zgłoszenia: **30.01.2014**

(51) Int.Cl.
B23B 27/14 (2006.01)
C04B 35/584 (2006.01)

(54) **Sposób wytwarzania ostrzy narzędzi skrawających z kompozytów o osnowie z azotku krzemu**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
03.08.2015 BUP 16/15

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
31.05.2017 WUP 05/17

(73) Uprawniony z patentu:
AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE, Kraków, PL

(72) Twórca(y) wynalazku:
LUDOSŁAW STOBIERSKI, Kraków, PL
PAWEŁ RUTKOWSKI, Gołuchowice, PL
GABRIELA GÓRNY, Kraków, PL

PL 225714 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania ostrzy narzędzi skrawających z kompozytów o osnowie z azotku krzemu, przeznaczonych do obróbki skrawaniem z wysokimi szybkościami skrawania.

Materiały narzędziowe, przeznaczone na ostrza narzędzi do obróbki z wysokimi prędkościami skrawania powinny charakteryzować się odpornością na zużywanie, twardością większą od twardości materiału obrabianego, wysoką wartością współczynnika odporności na kruche pękanie i odpornością na obciążenie dynamiczne. Surowcami wyjściowymi do wytwarzania ceramicznych materiałów narzędziowych są najczęściej jednofazowy tlenek aluminium, azotek krzemu oraz ich kompozyty z azotkami, czy też węglikami metali przejściowych. W szczególności tworzywa wykonane z azotku krzemu charakteryzują się wyjątkowo wysoką odpornością na zużycie ścierne, dobrą odpornością na korozję chemiczną oraz szok termiczny i zwykle są stosowane w przemyśle jako narzędzia skrawające, elementy silników, łopatki turbin, elementy urządzeń do formowania metalu i in. Prowadzone są również liczne prace dotyczące wytwarzania tworzyw kompozytowych o osnowie azotku krzemu, zawierających wtrącenia takich faz jak węglik krzemu, węglik tytanu, tlenoazotek tytanu, azotek tytanu lub dwuborek tytanu, których wprowadzenie poprawia twardość, odporność na kruche pękanie i wytrzymałość kompozytów.

W szczególności, interesującym materiałem do wytwarzania ostrzy narzędzi skrawających są kompozyty o osnowie z azotku krzemu zawierające ziarna rozproszonej fazy ceramicznej w postaci azotku tytanu (Si_3N_4-TiN). Znany jest z publikacji Lian Gao i in. pt.: „Preparation and properties of TiN-Si_3N_4 composites", Journal of the European Ceramic Society, 24 (2004), 381–386, sposób wytwarzania kompozytów o osnowie z azotku krzemu zawierających rozproszone ziarna azotku tytanu. Polega on na przygotowaniu mieszaniny zwierającej składniki osnowy i fazy wzmacniającej oraz aktywatory spiekania, w postaci mieszaniny Al_2O_3 i Y_2O_3. Składniki homogenizuje się na mokro przez 24 godziny w młynku obrotowym, mielnikami wytworzonymi z azotku krzemu, a następnie spieka pod ciśnieniem metodą prasowania na gorąco w warunkach przepływu gazu obojętnego, w temperaturze 1550–1800°C. Uzyskane kompozyty wykazują średnią wartość wytrzymałości na zginanie około 1000 MPa i odporność na kruche pękanie poniżej 6 $MP \cdot am^{1/2}$.

Z opisu patentowego PL184535 B1 znany jest sposób wytwarzania materiału na narzędzia skrawające z kompozycji węglikoazotku tytanu i azotku krzemu. Polega on na tym, że przygotowuje się początkową mieszaninę proszkową zawierającą 10 do 60% objętościowych TiC_xN_{x-1} ($0.3 < x < 0.5$), 0.5 do 10% objętościowych przynajmniej jednego tlenku wybranego z grupy zawierającej CeO_2, Y_2O_3, Yb_2O_3 i Dy_2O_3, oraz dopełnia się azotkiem krzemu. Początkową mieszankę proszkową spieka się w połączeniu z prasowaniem, w atmosferze zawierającej gaz obojętny, przy temperaturze 1500°C do 1900°C, korzystnie przez prasowanie na gorąco (HP) przy temperaturze 1850°C do 1900°C. Korzystnym jest także, gdy początkową mieszankę proszkową spieka się przez izostatyczne prasowanie na gorąco (HIP) przy temperaturze 1500°C do 1700°C, poprzedzane wstępnym spiekaniem przy temperaturze 1550°C do 2000°C. Ponadto izostatyczne prasowanie na gorąco wykonuje się w gazie obojętnym pod naciskiem wynoszącym przynajmniej od 90 do 200 MPa. Wytworzone materiały wykazywały średnią wartość wytrzymałości na zginanie około 1000 MPa i odporność na kruche pękanie poniżej 7 $MPa \cdot m^{1/2}$.

W znanych rozwiązaniach istnieje problem z jednorodnym rozprowadzeniem fazy wzmacniającej w osnowie, której zaglomerowane cząstki mogą działać jak wady materiału poprzez tworzenie wewnętrznych naprężeń rozciągających i osłabiać właściwości mechaniczne kompozytów, prowadząc w efekcie do szybkiego zużycia wytworzonych ostrzy.

Celem wynalazku jest wytworzenie ostrzy narzędzi skrawających z kompozytów o osnowie z azotku krzemu, o lepszych właściwościach mechanicznych, w szczególności dużej wytrzymałości na zginanie i jednocześnie zwiększonej odporności na kruche pękanie, które charakteryzują się odpornością na zużycie i są przystosowane do obróbki skrawaniem z wysokimi szybkościami skrawania.

Sposób wytwarzania ostrzy narzędzi skrawających z kompozytów o osnowie z azotku krzemu, z ziarnami zdyspergowanej fazy ceramicznej zawierającej azotek tytanu, do których dodaje się aktywatory spiekania zawierające trójtlenek itru, polega na homogenizacji składników mielnikami z azotku krzemu w środowisku alkoholu izopropylowego, prasowaniu ich na gorąco pod ciśnieniem 20–30 MPa w przepływie gazu obojętnego, w temperaturze 1700–1850°C przez 0,5–2,0 godzin, a w końcowym etapie obróbce mechanicznej, szlifowaniu i polerowaniu.

Istota rozwiązania polega na tym, że najpierw azotek tytanu poddaje się wstępnej obróbce polegającej na mieleniu go w młynie obrotowo-wibracyjnym przez 10–15 godzin w środowisku alkoholu izopropylowego, przy stosunku masowym mielników do azotku tytanu od 4:1 do 5:1 i wypełnieniu komory roboczej młyna 70–80% objętościowych. Następnie zestawia się mieszaninę składników zawierającą: azotek krzemu w ilości 75,0–90,0% objętościowych, fazę ceramiczną składającą się z 4,5 –20,0% objętościowych azotku tytanu i 0,5–5,0% objętościowych heksagonalnego azotku boru oraz aktywatory spiekania w ilości 6,0–7,0% objętościowych w postaci trójtlenku itru i azotku glinu zmieszanych ze sobą w stosunku masowym od 1,5:1 do 2:1. Składniki mieszaniny homogenizuje się w młynie obrotowo-wibracyjnym przez 4–6 godzin, przy stosunku masowym mielników do składników mieszaniny 4:1–5:1 i wypełnieniu komory roboczej młyna 70–80% objętościowych, po czym odparowuje się alkohol i granuluje składniki przez sito o wielkości oczek poniżej 0,5 mm, a w końcowym etapie poddaje znanym zabiegom.

Korzystnie drobiny azotku krzemu pochodzące ze ścierania powierzchni mielników w trakcie obróbki wstępnej, są wykorzystywane jako składnik osnowy kompozytu.

Sposób według wynalazku prowadzi do powstania z kompozytów o osnowie z azotku krzemu ostrzy narzędzi skrawających, ulepszonych pod względem odporności na zużycie, o wytrzymałości na zginanie nie mniejszej niż 890,0 MPa i odporności na kruche pękanie nie mniejszej niż 9,5 $MPa \cdot m^{1/2}$. Zapewnia to wytworzonym ostrzom wysoką odporność na wyszczerbienie, nawet w warunkach skrawania z dużymi szybkościami.

Obróbka wstępna azotku tytanu przyczynia się do rozbicia jego aglomeratów i redukcji uziarnienia z około 7 μm do około 1 μm, co istotnie wpływa na poprawę właściwości mechanicznych końcowego produktu.

Natomiast ze względu na to, że powierzchnia używanych mielników z azotku krzemu w trakcie procesu jest ścierana, powstające drobiny domiału w ilości do 0,5% objętościowych są wykorzystywane jako składnik osnowy kompozytu w trakcie zestawiania mieszaniny składników, przez co oszczędza się kosztowny surowiec.

Ograniczenie kosztów umożliwia także zastosowanie młyna obrotowo-wibracyjnego, który wpływa na intensyfikację procesu homogenizacji i skraca go około dziesięciokrotnie w porównaniu do typowej homogenizacji w młynie obrotowym.

Niższe koszty procesu skrawania uzyskuje się także dzięki wykorzystaniu w kompozycie heksagonalnego azotku boru, który stanowi fazę samosmarującą. Obróbka mechaniczna prowadzona jest na sucho bez konieczności utylizacji zużytych cieczy chłodzących, które stanowią zagrożenie dla środowiska naturalnego, co stanowi kolejną zaletę.

Wypełnienie komory roboczej młyna w ilości 70–80% objętościowych i użycie dużej ilości mielników w stosunku do mielonych składników wpływa na jednorodne rozprowadzenie fazy azotku tytanu i heksagonalnego azotku boru w osnowie kompozytu. Tylko w takich warunkach możliwe jest roztarcie bardzo twardych aglomeratów azotku boru, co ma wpływ na zwiększenie wytrzymałości kompozytu na zginanie o około 20%, a ponadto pozwala uzyskać bardzo gładkie powierzchnie obrabianych materiałów.

Pełne zrozumienie wynalazku umożliwi poznanie opisu przykładowego procesu technologicznego, określonego w przykładach wykonania, dla których na rysunku przedstawiono rozkład wielkości ziaren proszku azotku tytanu przed (fig. 1) i po (fig. 2) obróbce wstępnej.

P r z y k ł a d 1

Ostrze narzędzia skrawającego wytworzono z następujących składników:

81,5% objętościowych osnowy z azotku krzemu Si_3N_4 firmy H.C. STARCK (nr katalogowy AB 168322) o wielkości cząstek 0,5–0,8 μm;

12,0% objętościowych fazy ceramicznej, w tym:

- 10,0% objętościowych azotku tytanu TiN, firmy H.C. STARCK (nr katalogowy AB 143723) o wielkości cząstek 6,0–7,0 μm;
- 2,0% objętościowych heksagonalnego azotku boru h-BN, firmy Atlantic Equipement Engineers (nr katalogowy BO-501) o wielkości cząstek 0,3–0,7 μm;

6,5% objętościowych aktywatorów spiekania, w tym:

- 4,0% objętościowych trójtlenku itru Y_2O_3, firmy H.C. STARCK (nr katalogowy AB 134554) o wielkości cząstek 0,5–0,8 μm;
- 2,5% objętościowych azotku glinu AIN – firmy H.C. STARCK (nr katalogowy AB 146836) o wielkości cząstek 0,8–1,8 μm;

co odpowiada stosunkowi masowemu Y_2O_3 do AIN 1,6:1.

Azotek tytanu o wielkości cząstek 6,0–7,0 μm poddano wstępnej obróbce polegającej na mieleniu go w wysokoenergetycznym młynie obrotowo-wibracyjnym przez 15 godzin w środowisku alkoholu izopropylowego, mielnikami z azotku krzemu o średnicy około 5 mm, które uprzednio zważono. Stosunek mielników do azotku tytanu wynosił 5:1, a wypełnienie komory roboczej 80% objętościowych. W wyniku obróbki uzyskano proszek o średniej wielkości cząstek około 1 μm. Następnie ponownie zważono mielniki, a różnica masy przed i po obróbce wyniosła 0,5% objętościowych.

Składniki zmieszano we wskazanych powyżej ilościach, za wyjątkiem azotku krzemu, który odważono w pomniejszonej ilości 81,0% objętościowych, gdyż pozostałe 0,5% objętościowych stanowiły drobiny azotku krzemu powstałe przy ścieraniu powierzchni mielników w trakcie obróbki wstępnej.

Składniki homogenizowano w wysokoenergetycznym młynie obrotowo-wibracyjnym przez 5,5 godziny przy stosunku masowym mielników do składników mieszaniny 5:1 i wypełnieniu komory roboczej młyna 80% objętościowych, po czym poddano procesowi odparowania alkoholu oraz granulacji przez sito o wielkości oczek poniżej 0,5 mm. Zhomogenizowaną mieszankę prasowano na gorąco pod ciśnieniem 25 MPa w przepływie azotu, w temperaturze 1750°C przez 1 godzinę, a w końcowym etapie poddano obróbce mechanicznej, szlifowaniu i polerowaniu.

Wytworzone ostrze charakteryzowało się następującymi właściwościami mechanicznymi:
– wytrzymałość na zginanie – 901,0 MPa,
– krytyczny współczynnik odporności na kruche pękanie –10,0 MPa·$m^{1/2}$.

P r z y k ł a d 2

Ostrze narzędzia skrawającego wytworzono z się następujących składników:

82,5% objętościowych osnowy z azotku krzemu Si_3N_4 firmy H.C. STARCK (nr katalogowy AB 168322) o wielkości cząstek 0,5–0,8 μm;

11,0% objętościowych fazy ceramicznej, w tym:

- 10,0% objętościowych azotku tytanu TiN, firmy H.C. STARCK (nr katalogowy AB 143723) o wielkości cząstek 6,0–7,0 μm;
- 1,0% objętościowy heksagonalnego azotku boru h-BN, firmy Atlantic Equipement Engineers (nr katalogowy BO-501) o wielkości cząstek 0,3–0,7 μm;

6,5% objętościowych aktywatorów spiekania, w tym:

- 4,0% objętościowych trójtlenku itru Y_2O_3, firmy H.C. STARCK (nr katalogowy AB 134554) o wielkości cząstek 0,5–0,8 μm;
- 2,5% objętościowych azotku glinu AlN – firmy H.C. STARCK (nr katalogowy AB 146836) o wielkości cząstek 0,8–1,8 μm;

co odpowiada stosunkowi masowemu Y_2O_3 do AlN 1,6:1.

Dalej postępowano jak w przykładzie 1.

Wytworzone ostrze charakteryzowało się następującymi właściwościami mechanicznymi:
– wytrzymałość na zginanie – 896,0 MPa,
– -krytyczny współczynnik odporności na kruche pękanie – 9,6 MPa $m^{1/2}$.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania ostrzy narzędzi skrawających z kompozytów o osnowie z azotku krzemu, z ziarnami zdyspergowanej fazy ceramicznej zawierającej azotek tytanu, do których dodaje się aktywatory spiekania zawierające trójtlenek itru, polegający na homogenizacji składników mielnikami z azotku krzemu w środowisku alkoholu izopropylowego, prasowaniu ich na gorąco pod ciśnieniem 20–30 MPa w przepływie gazu obojętnego, w temperaturze 1700–1850°C przez 0,5–2,0 godzin, a w końcowym etapie obróbce mechanicznej, szlifowaniu i polerowaniu, **znamienny tym**, że najpierw azotek tytanu poddaje się wstępnej obróbce polegającej na mieleniu go w młynie obrotowo-wibracyjnym przez 10–15 godzin w środowisku alkoholu izopropylowego, przy stosunku masowym mielników do azotku tytanu od 4:1 do 5:1 i wypełnieniu komory roboczej młyna 70–80% objętościowych, po czym zestawia się mieszaninę składników zawierającą: azotek krzemu w ilości 75,0–90,0% objętościowych, fazę ceramiczną składającą się z 4,5–20,0% objętościowych azotku tytanu i 0,5–5,0% objętościowych heksagonalnego azotku boru oraz aktywatory spiekania w ilości 6,0–7,0% objętościowych w postaci trójtlenku itru i azotku glinu zmieszanych ze sobą w stosunku masowym od 1,5:1 do 2,0:1, a następnie składniki mieszaniny homogenizuje się w młynie obrotowo-wibracyjnym przez 4–6 godzin, przy stosunku masowym mielników do składników mieszaniny 4:1–5:1 i wypełnieniu komory roboczej

młyna 70–80% objętościowych, po czym odparowuje się alkohol i granuluje składniki przez sito o wielkości oczek poniżej 0,5 mm, a w końcowym etapie poddaje znanym zabiegom.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że drobiny azotku krzemu pochodzące ze ścierania powierzchni mielników w trakcie obróbki wstępnej, są wykorzystywane jako składnik osnowy kompozytu.

Rysunki

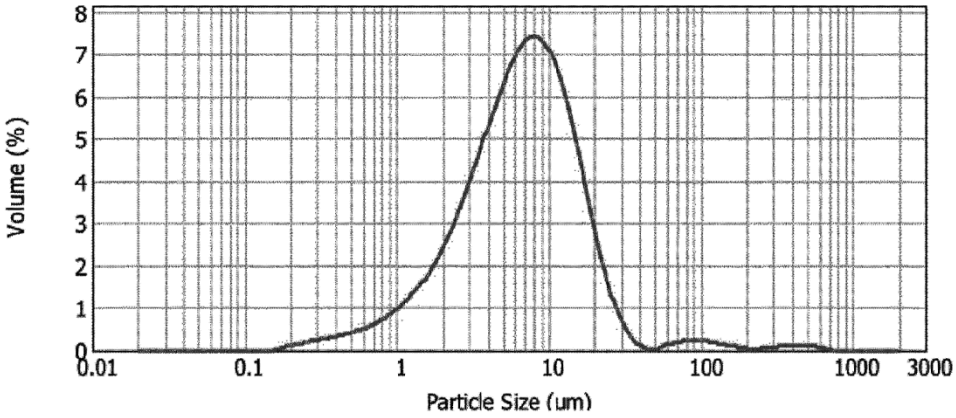

Fig. 1

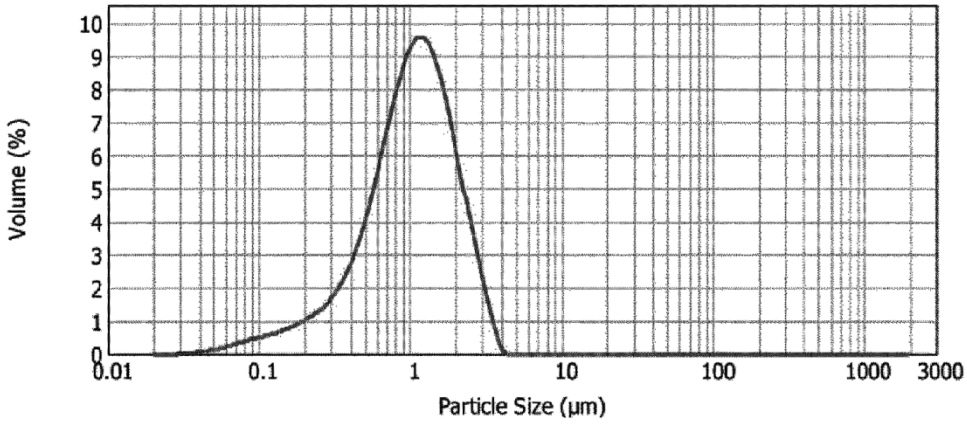

Fig. 2

Departament Wydawnictw UPRP
Cena 2,46 zł (w tym 23% VAT)