

仿生结构复合陶瓷刀具材料力学性能及显微结构

吕志杰¹, 邓莉莉¹, 田清波², 程凯强¹, 赵晓丽¹

(1. 山东建筑大学 机电工程学院, 山东 济南 250101)

(2. 山东建筑大学 材料科学与工程学院, 山东 济南 250101)

摘要: 针对不同烧结条件及 TiC/WC 组分比, 采用热压烧结工艺制备出三层仿生结构复合陶瓷刀具材料。测试了仿生结构复合陶瓷材料力学性能, 并对材料断口形貌和裂纹扩展进行了观察分析。结果表明: 仿生结构复合陶瓷刀具材料抗弯强度达 870 MPa, 维氏硬度达 21.83 GPa, 断裂韧性达 $7.56 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, 比 SG4 均质陶瓷刀具材料性能有所提高。断口形貌显示仿生结构复合陶瓷刀具材料较 SG4 均质刀具材料晶粒细密, 晶粒尺寸呈现多尺度特征。材料断裂模式为穿晶断裂和沿晶断裂混合型。仿生结构复合陶瓷材料表面裂纹扩展呈现偏转和分叉。裂纹穿过材料界面扩展时有明显偏转现象。

关键词: 仿生结构; 复合陶瓷刀具材料; 显微结构; 力学性能

中图分类号: TQ174.75⁺8.2

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2018)12-3848-05

高速切削加工作为先进制造领域一项共性基础技术, 已成为现代机械切削加工的重要发展方向, 其中先进刀具是高速切削加工技术中关键因素之一^[1,2]。虽然高速切削加工和常规切削加工相比, 具有高效率、低成本、表面质量好、减少热变形和切削力等方面的优势, 但对于难加工材料, 如淬硬钢、钛合金和高温合金等, 现有刀具材料的刀具耐用度和切削生产率仍较低, 刀具材料性能及刀具寿命已成为严重制约难加工材料高速切削加工技术发展的关键问题^[3,4]。适应高速切削的刀具材料不仅要有良好的热硬性, 还要能够抵抗在高温、高压、高速等极端条件下的摩擦磨损, 高速切削过程中的非均匀多场耦合与交互特性决定了宏观均质刀具材料的局限性^[5,6]。

贝壳珍珠层通过质量分数不到 1% 的有机质将含量高达 99% 的不同尺寸无机质霏石晶片按特殊的层状结构粘接起来, 其断裂功比纯霏石高出 3000 倍以上^[7]。1990 年 Clegg 等创先制备了 SiC 薄片与石墨片交替层叠结构复合材料, 成功实现了仿贝壳珍珠层的宏观结构, 材料断裂韧性可达 $15 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, 断裂功高达 4625 J/m^2 , 是常规 SiC 陶瓷材料的几十倍^[7]。受此启发, 材料界提出了利用新颖的合成策略和源于自然的仿生原理来设计制备高韧性陶瓷材料的思路^[8-11]。通过“简单组成, 复杂结构”的精细组合, 制备出具有特殊结构而组分并不复杂的复合材料, 以获得材料的高刚度、

高韧性和高可靠性^[12-14]。Sun 等人^[15]通过碳纤维和 Si_3N_4 层交替堆叠, 热压烧结制备碳纤维增强的 Si_3N_4 ($\text{C}_F/\text{Si}_3\text{N}_4$) 仿生层压陶瓷复合材料, 获得了在 C_F 和 Si_3N_4 基体之间结合界面均匀致密的复合材料, 抗弯强度和断裂韧性分别达 374.93 MPa 和 $10.71 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, 与纯 Si_3N_4 陶瓷相比分别提高了 13.20% 和 71.36%。

高速切削刀具由于其特殊的使用环境, 对其硬度(红硬性)、强度、韧性等有较高的要求, 采用仿生结构制备适合高速切削加工的陶瓷刀具, 可获得与天然生物结构材料相似的优异性能, 以提高刀具性能和切削可靠性。Amateau 等^[16]通过研究 $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}+\text{Al}_2\text{O}_3$ 三层结构陶瓷刀具, 发现因基体层与夹层材料之间存在热膨胀特性差异, 使得刀具在基体层产生了残余应力, 有助于提高其耐磨性。Scuor 等^[17]制备了 $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ 三层结构陶瓷刀具, 研究发现: 因氧化铝材料的热膨胀系数比混合体材料小, 在进行热压烧结工艺的冷却过程中, 仿生结构陶瓷刀具的基体层产生了残余压应力。段振兴^[18]利用强界面结合机制, 分析了材料残余应力分布规律, 研究了叠层结构的层数、层厚比对材料性能的影响, 并热压烧结制备了 (W, Ti)C/TiC/ Al_2O_3 组分的叠层复合陶瓷刀具。郑光明等^[19]采用热压烧结工艺制备了 Sialon- Si_3N_4 层状结构陶瓷刀具, 发现刀具材料基体层会形成残余压应力, 对陶瓷刀具的力学性能和切削特性都有较大的影响。

收稿日期: 2017-12-10

基金项目: 国家自然科学基金 (51375281)

作者简介: 吕志杰, 男, 1968 年生, 博士, 副教授, 山东建筑大学机电工程学院, 山东 济南 250101, 电话: 0531-86361369, E-mail: zhijie@sdjzu.edu.cn

本研究根据 TiC/WC 比例, 选用 3 种(W, Ti)C 粉末分别与亚微米、纳米 Al_2O_3 粉末按比例混合, 亚微米 Al_2O_3 粉末与纳米 TiC 粉末按比例混合, 热压烧结合制备三层仿生结构复合陶瓷刀具材料, 研究组分和烧结条件对仿生结构复合陶瓷材料力学性能的影响。与商品化 SG4 刀具(成分: $\text{Al}_2\text{O}_3+(\text{W}, \text{Ti})\text{C}$)对比, 观察分析材料断口形貌和裂纹扩展。

1 实验

实验选用原料及其性能如表 1 所示。

根据 TiC/WC 质量比, 选用 3 种(W, Ti)C 粉末, 如表 2 所示。其他组分如 Fe, Mo, Si, Na, K, Co, S 等未在表中列出, 它们在 3 组(W, Ti)C 粉末中所占的体积比相同, 分别为 $\leq 0.05\%$, $\leq 0.01\%$, $\leq 0.005\%$, $\leq 0.005\%$, $\leq 0.005\%$, $\leq 0.03\%$ 。(W, Ti)C 初始粉末粒径较大, 使用前将(W, Ti)C 粉末装入聚氨酯球磨罐, 加入适量无水乙醇, 利用硬质合金球上球磨机球磨 240 h, 球磨结束后浆料真空干燥, 过 $124\ \mu\text{m}$ 筛后装瓶密封待用。

仿生结构材料基体层组分配比(括号内数字分别表示粉末平均粒径和体积占比): Al_2O_3 (0.5 μm , 42%) + Al_2O_3 (50 nm, 8%) + (W, Ti)C (0.5 μm , 45%) + Y_2O_3 (助烧结剂, 5%), 代号 MM (matrix material)。夹层材料组分配比: Al_2O_3 (0.5 μm , 80%) + TiC (50 nm, 15%) + Y_2O_3 (助烧结剂, 5%), 代号 IM (intermediate material)。

将纳米 TiC 粉末加入去离子水, 添加适量 PEG 分散剂, 调节 pH 值, 机械搅拌并超声分散 30 min, 制成均匀稳定、分散良好的纳米颗粒悬浮液, 然后加入亚微米 Al_2O_3 粉末和助烧结剂, 将混好的浆料装桶混料 12 h, 然后真空干燥, 过 $124\ \mu\text{m}$ 筛, 装瓶密封待用。 Al_2O_3 /(W, Ti)C 复合粉体的制备过程相同。

仿生结构复合陶瓷刀具材料采用对称结构, 向石墨模具中按 MM/IM/MM 顺序装填复合粉料, 层厚比

表 1 实验原料物理性能

Raw powder	Average diameter	Density/ $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	Purity/%
Al_2O_3	0.5 μm	3.97	>99.9
Al_2O_3	50 nm	3.97	>99.9
(W, Ti)C	2~4 μm	9.49	>99
TiC	50 nm	4.938	>99

表 2 (W, Ti)C 粉末组分

Sample	TiC/WC	Ti content, $\omega/\%$	C content, $\omega/\%$	Average diameter/ μm
CK24	30/70	25 \pm 0.5	10.1 \pm 0.2	3 \pm 1
CK32	40/60	32 \pm 0.5	10.9 \pm 0.15	2 \pm 0.5
CK40	50/50	40 \pm 0.5	12.5 \pm 0.15	2.5 \pm 0.5

为 2 (MM:IM=1:2)。装填结束后预压, 然后将模具置于真空烧结炉中热压烧结合成型。烧结实验采用 3 组不同的烧结条件, 如表 3 所示。

若基体层材料组分采用原料 CK24, 在烧结条件(1)下热压成形, 材料用 BM24-1 命名, 依次类推。内圆切片机将烧结的饼状材料切割成 $3.5\ \text{mm}\times 4.5\ \text{mm}\times 30\ \text{mm}$ 样条, 使用工具磨床粗磨和精磨, 再研磨和抛光, 制成 $3\ \text{mm}\times 4\ \text{mm}\times 30\ \text{mm}$ 试样。排水法测量密度, 采用相对密度衡量材料致密性。三点抗弯法测试材料抗弯强度, 压头速率为 0.5 mm/min, 取 5 根试样测试数据平均值。材料的硬度和断裂韧性测试采用压痕法, 维氏硬度计负荷为 196 N, 保持 15 s, 在每一试样上测量 5 个点, 取其平均值。材料断口形貌及裂纹扩展观察采用 JSM-6380LA 型扫描电子显微镜。材料三点弯曲施力方向及维式压痕位置如图 1 所示。

2 结果与讨论

2.1 材料力学性能

根据烧结条件和组分配比, 烧结合制备了 9 组仿生结构复合陶瓷刀具材料, 各组材料的力学性能如表 4 所示。对比 3 组实验结果, 不同组分配比和烧结条件, 材料的力学性能差距明显。BM24 在 3 种烧结条件下致密度都能达到 98%, 抗弯强度达 770~880 MPa, 维氏硬度达 19.8~20.2 GPa, 断裂韧性达 6.66~7.4 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 。BM32 和 BM40 材料随烧结温度的提高, 各项性能也逐渐升高, 其中 BM32-3 抗弯强度达 870 MPa, 维氏硬度达 21.83 GPa, 断裂韧性达 7.56 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, 相比其他

表 3 热压烧结条件

Sintering condition	Sintering temperature/ $^{\circ}\text{C}$	Holding time/min	Pressure/MPa
(1)	1600	18	30
(2)	1650	20	30
(3)	1700	15	30

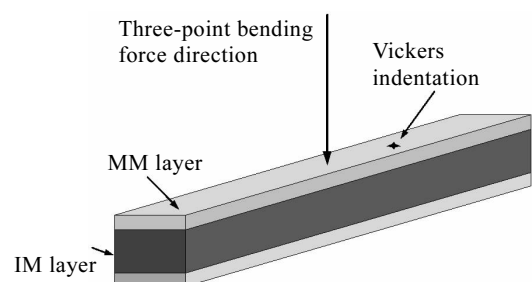


图 1 材料三点弯曲施力方向及维式压痕示意图

Fig.1 Diagram of three-point bending force direction and Vickers indentation

表 4 仿生结构陶瓷刀具材料的力学性能

Table 4 Mechanical properties of biomimetic structure ceramic cutting tool materials

Layered material	Relative density/%	Flexural strength/MPa	Vickers hardness/GPa	Fracture toughness/ $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$
BM24-1	98	770	19.80	6.66
BM32-1	92	630	18.10	6.23
BM40-1	89	590	19.09	5.89
BM24-2	98	790	20.10	7.23
BM32-2	94	730	19.89	6.58
BM40-2	90	650	20.50	6.01
BM24-3	98	880	20.20	7.40
BM32-3	98	870	21.83	7.56
BM40-3	92	770	20.91	6.63

材料, 综合性能较好。添加纳米粉体制备微纳米复合陶瓷材料, 形成晶内/晶间混合型微观结构, 配合裂纹弯曲、偏转、桥联、分叉等可使裂纹在扩展过程中消耗更多的能量, 可明显提高材料的力学性能^[20,21], 但烧结温度和保温时间应控制, 避免晶粒过分长大, 失去强韧化效果。

BM32-3 刀具材料性能较 SG4 均质刀具材料性能 (抗弯强度 850 MPa, 硬度 HRA 94.7~95.3, 断裂韧性 $4.94 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)^[22]有所提高 (实测对比用 SG4 刀片维氏硬度 $\text{HV}_{20}=19.91 \text{ GPa}$)。

2.2 材料断口形貌分析

SG4 刀具材料和 BM32-3 刀具材料基体层断口形貌如图 2 所示。2 种材料断口皆有明显的解理台阶和解理条纹, 晶粒断面光滑; 此外, 断口上有明显的晶粒剥落后形成的凹坑和孔洞。

由图 2a 中扫描电镜标尺可知, SG4 刀具材料晶粒尺寸多数在 $1.5\sim 3 \mu\text{m}$, 晶粒较均匀。由图 2b 可见, BM32-3 刀具材料较 SG4 刀具材料晶粒细密, 晶粒尺寸多数分布在 $0.5\sim 2.5 \mu\text{m}$, 材料微结构呈现明显的多尺度特征。微结构单元的多元化, 增加了不同尺度微结构单元之间的界面, 从理论上讲, 材料跨越的尺度越多, 裂纹扩展的阻力越大^[13]。添加纳米颗粒能有效增加微结构单元的多尺度效应, 抑制基体亚微米晶粒过分长大, 细化晶粒。

图 3 是 BM32-3 刀具复合材料界面处的断口形貌。可见, $\text{Al}_2\text{O}_3/(\text{W}, \text{Ti})\text{C}$ 基体层复合材料和 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$ 夹层复合材料形貌差别明显, $\text{Al}_2\text{O}_3/(\text{W}, \text{Ti})\text{C}$ 基体材料晶粒相对粗大, 断面以穿晶断裂为主, 伴有沿晶断裂; $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$ 夹层材料晶粒细密均匀, 晶粒尺寸多为 $0.5\sim 1 \mu\text{m}$, 断口处不仅呈现有穿晶断裂和沿晶断裂, 并有晶粒拔出留下的大量孔洞, 这些强韧化机理无疑提高了材料的强度和韧性^[23,24]。BM32-3 刀具材料通过高硬度基体材料和高强度、高韧性的夹层材料交替叠

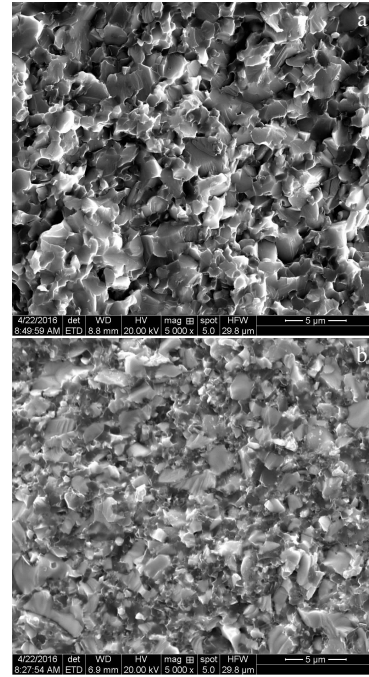


图 2 刀具材料断口形貌

Fig.2 Fracture morphologies of cutting tool materials: (a) SG4 tool material and (b) BM32-3 matrix material

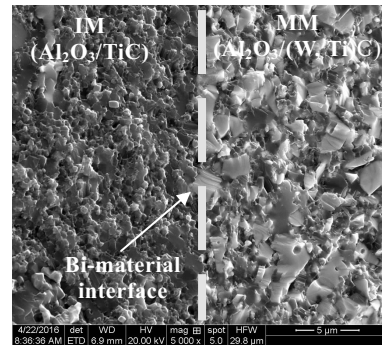


图 3 BM32-3 刀具材料界面处断口形貌

Fig.3 Fracture morphology of BM32-3 bi-material interface

加, 协调各层材料力学性能, 可有效改善仿生结构材料整体的抗损伤能力^[25]。

2.3 裂纹扩展分析

仿生结构陶瓷刀具材料是宏观非均质材料, 各向异性导致不同位置和方向的裂纹扩展特征有所差别。在 BM32-3 材料不同位置生成维式压痕, 可观察压痕裂纹扩展特征, 分析材料裂纹扩展模式, 如图 4 所示。

对 BM32-3 刀具材料基体层表面压痕 (图 4 维式压痕 a) 扫描观察, 其裂纹扩展如图 5 所示。裂纹扩展过程中遇到增强相颗粒钉扎而转向, 裂纹会沿结合力较小的晶界继续扩展, 形成偏转、分叉 (如图 5a 所示)、桥

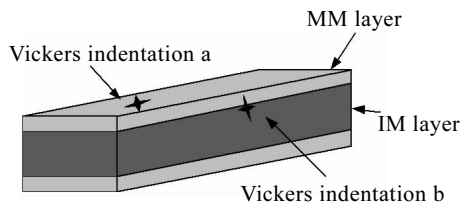


图 4 材料不同表面维式压痕示意图

Fig.4 Vickers indentations at different material surfaces

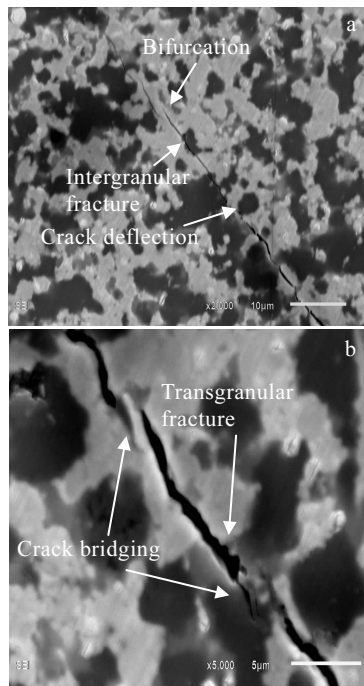


图 5 BM32-3 刀具材料表面裂纹扩展

Fig.5 Crack propagation of BM32-3 material surface: (a) crack propagation and bifurcation and (b) transgranular fracture and crack bridging

联(如图 5b 所示)。裂纹在基体层材料表面扩展时,表现出穿晶断裂和沿晶断裂,这些现象与材料的断口形貌特征相对应(如图 2、图 3 所示)。裂纹偏转、分叉和桥联使得裂纹在基体中扩展距离增加,增加了裂纹扩展阻力,耗散了更多的能量,从而改善材料强度和韧性。

观察 BM32-3 两复合材料界面处裂纹扩展路径(如图 4 中维式压痕 b),可见由于两层间材料组分及性能的差异,裂纹在材料界面两侧扩展时路径偏转曲折,如图 6a 所示。图 6b 是图 6a 中 C 区局部放大,可见裂纹锯齿状偏转明显,在穿过两复合材料界面时沿界面产生偏转(如图 6b 中 D 所示)。对于仿生结构复合材料,通过调整各层材料结构和界面优化,可使材料整体性能得到不同程度的增强^[26],满足不同应用环境。

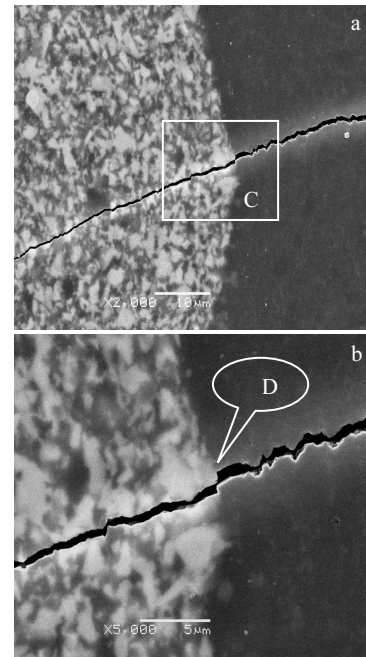


图 6 BM32-3 材料层间界面裂纹扩展

Fig.6 Interlayer crack propagation of BM32-3 material: (a) crack propagation through the bi-material interface and (b) enlarged detail view of region C

3 结 论

1) 通过不同烧结条件和采用不同 TiC/WC 比的 (W, Ti)C 粉料,热压烧结制备了 9 组三层仿生结构复合陶瓷刀具材料,测试了材料的力学性能。其中 BM32-3 材料硬度达 21.83 GPa,抗弯强度达 870 MPa,断裂韧性达 $7.56 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$,相比 SG4 均质刀具材料性能有所改善。

2) 仿生结构复合陶瓷刀具基体层材料较 SG4 均质刀具材料晶粒细密,材料微结构呈现多尺度特征。

3) 由仿生结构复合陶瓷刀具材料界面处的断口形貌可见, $\text{Al}_2\text{O}_3/(\text{W}, \text{Ti})\text{C}$ 基体层复合材料和 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$ 夹层复合材料形貌差别明显, $\text{Al}_2\text{O}_3/(\text{W}, \text{Ti})\text{C}$ 复合材料晶粒相对粗大,断面以穿晶断裂为主; $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$ 夹层复合材料晶粒细密,断裂模式为穿晶断裂和沿晶断裂混合,并有大量晶粒拔出留下的孔洞。

4) 仿生结构复合陶瓷刀具材料基体层表面裂纹扩展时产生偏转、分叉和桥联,裂纹扩展呈现出穿晶断裂和沿晶断裂。由于层间材料组分和性能的差异,裂纹在界面两侧呈现较多的锯齿状扩展,沿界面有偏转现象。

参考文献 References

[1] Deng J X, Lian Y S, Wu Z et al. *Surf Coat Tech*[J], 2013, 222: 135

- [2] Stephenson D A, Agapiou J S. *Metal Cutting Theory and Practice (Third Edition)*[M]. Boca Raton: CRC Press, 2016: 159
- [3] Da Silva R B, Machado Á R, Ezugwu E O *et al.* *J Mater Process Technol*[J], 2013, 213(8): 1459
- [4] Al-Ghamdi K A, Iqbal A. *J Clean Prod*[J], 2015, 108: 192
- [5] Fan Jinghong(范镜泓). *Multiscale Analysis for Deformation and Failure of Materials(材料变形与破坏的多尺度分析)*[M]. Beijing: Science Press, 2008: 1
- [6] Chen Ming(陈明), An Qinglong(安庆龙), Liu Zhiqiang(刘志强). *Fundamentals and Applications of High Speed Cutting(高速切削技术基础与应用)*[M]. Shanghai: Shanghai Science and Technology Press, 2012: 108
- [7] Clegg W J, Kendall K, Alford N M N *et al.* *Nature*[J], 1990, 347: 455
- [8] Sun J Y, Bhushan B. *RSC Adv*[J], 2012, 2: 7617
- [9] Corni I, Harvey T J, Wharton J A *et al.* *Bioinspir Biomim*[J], 2012, 7(3): 031 001
- [10] Wegst U G K, Bai H, Saiz E *et al.* *Nature Mater*[J], 2014, 14: 23
- [11] Morits M, Verho T, Sorvari J *et al.* *Adv Funct Mater*[J], 2017, 27(10): 1 605 378
- [12] Huang Yong(黄勇), Wang Chang'an(汪长安). *Multiphase Composite Ceramics with High Performance(高性能多相复合陶瓷)*[M]. Beijing: Tsinghua University Press, 2008: 354
- [13] Naleway S E, Porter M M, McKittrick J *et al.* *Adv Mater*[J], 2015, 27(37): 5455
- [14] Chen Bin(陈斌), Yin Dagang(尹大刚), Yuan Quan(袁权) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2011, 40(S1): 69
- [15] Sun W C, Zhang P, Tian M M *et al.* *Adv Appl Ceram*[J], 2016, 115(3): 129
- [16] Amateau F M, Stutzman B, Conway J C *et al.* *Ceram Int*[J], 1995, 21(5): 317
- [17] Scuur N, Lucchini E, Maschio S *et al.* *Wear*[J], 2005, 258(9): 1372
- [18] Duan Zhenxing(段振兴). *Thesis for Master(硕士论文)*[D]. Jinan: Shangdong University, 2009
- [19] Zheng Guangming(郑光明), Zhao Jun(赵军), Zhou Yonghui(周咏辉) *et al.* *Journal of the Chinese Ceramic Society(硅酸盐学报)*[J], 2011, 39(5): 783
- [20] Liu Shiyong(刘世英), Li Wenzhen(李文珍), Zhang Qiongyuan(张琼元) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2012, 41(1): 110
- [21] Lu Z J, Ai X, Zhao J. *J Mater Sci Technol*[J], 2005, 21(6): 899
- [22] Ai Xing(艾兴), Deng Jianxin(邓建新), Zhao Jun(赵军). *Machinist Metal Cutting(机械工人: 冷加工)*[J], 2000(9): 4
- [23] Yin Z B, Huang C Z, Zou B *et al.* *Mater Sci Eng A*[J], 2013, 577: 9
- [24] Puchy V, Hvizdos P, Dusza J *et al.* *Ceram Int*[J], 2013, 39: 5821
- [25] Dunlop J W C, Fratzl P. *Annu Rev Mater Res*[J], 2010, 40: 1
- [26] Li Dongyun(李冬云), Qiao Guanjun(乔冠军), Jin Zhihao(金志浩). *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2003, 32(8): 635

Microstructure and Mechanical Properties of Biomimetic Composite Ceramic Tool Materials

Lv Zhijie¹, Deng Lili¹, Tian Qingbo², Cheng Kaiqiang¹, Zhao Xiaoli¹

(1. School of Mechanical and Electrical Engineering, Shandong Jianzhu University, Jinan 250101, China)

(2. School of Material Science & Engineering, Shandong Jianzhu University, Jinan 250101, China)

Abstract: According to different sintering conditions and TiC/WC composition ratio, three-layer biomimetic composite ceramic tool materials were prepared by hot pressing sintering process. The mechanical properties of the biomimetic composite ceramic materials were tested, and the fracture surface morphology and crack propagation were analyzed. The flexural strength, Vickers hardness and fracture toughness are 870 MPa, 21.83 GPa, and 7.56 MPa·m^{1/2}, which are higher than those of SG4 homogeneous ceramic cutting tool material. Section morphologies show that the biomimetic composite ceramic material has finer microstructure than SG4 ceramic cutting tool material, and the grain size shows multi-scale characteristic. Fracture surfaces demonstrate a transgranular/intergranular mode. The crack propagation path of the surface layer shows crack deflection and bifurcation of the crack tip. The crack is also deflected as crack passing through the bimaterial interface.

Key words: biomimetic structure; composite ceramic cutting tool material; microstructure; mechanical properties

Corresponding author: Lv Zhijie, Ph. D., Associate Professor, School of Mechanical and Electrical Engineering, Shandong Jianzhu University, Jinan 250101, P. R. China, Tel: 0086-531-86361369, E-mail: zhijie@sdjzu.edu.cn