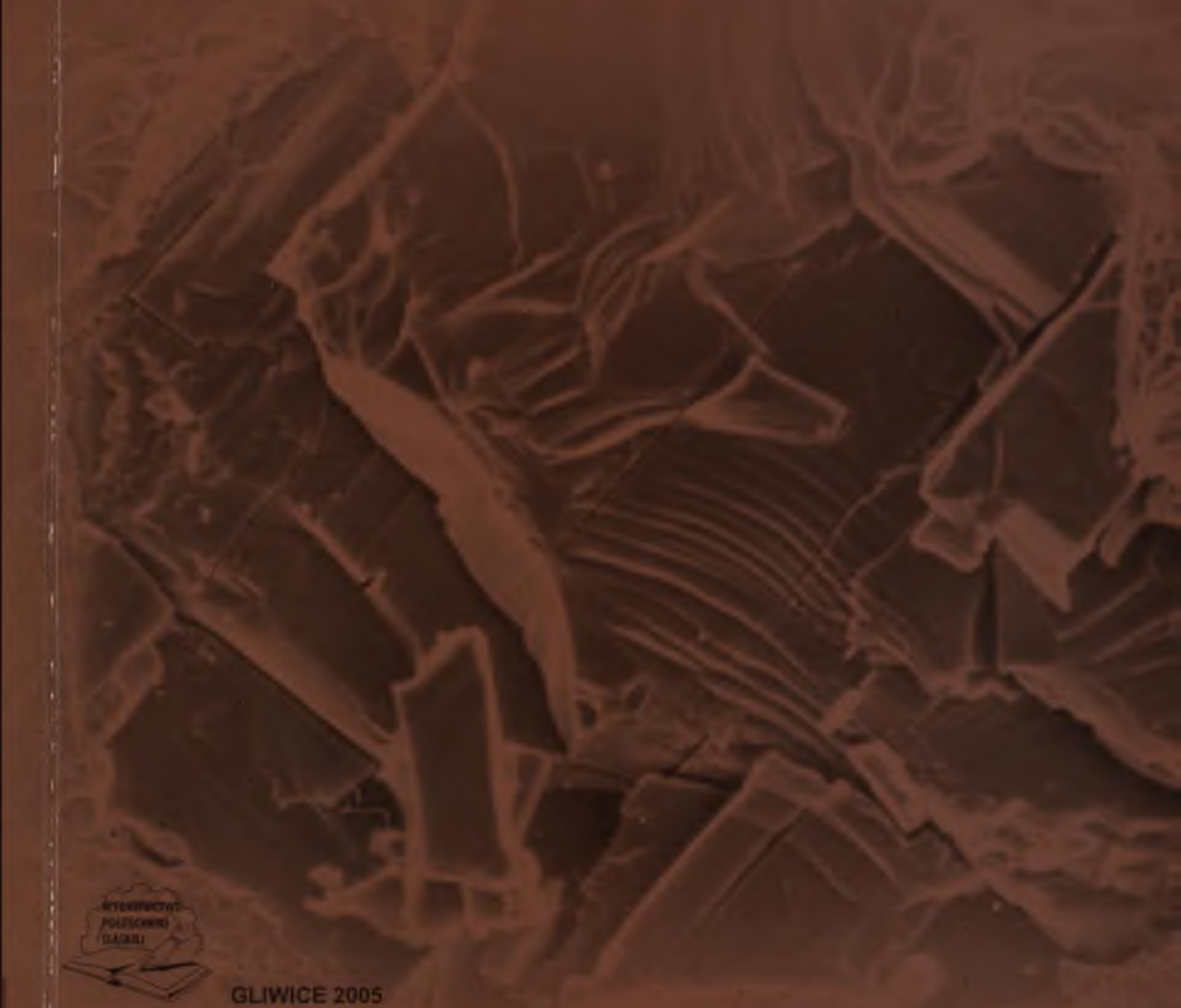
Zeszty Naukowe Politechniki Śląskiej

P.3353/05

Janusz RICHTER

Strukturalne czynniki mikrościerania i dekohezji stopów narzędziowych o zróżnicowanej fazie dyspersyjnej



GLIWICE 2005

POLITECHNIKA ŚLĄSKA
ZESZYTY NAUKOWE
Nr 1674

BIBLIOTEKA GŁÓWNA
P. 3353/05

Janusz RICHTER

STRUKTURALNE CZYNNIKI MIKROŚCIERANIA I DEKOHEZJI STOPÓW NARZĘDZIOWYCH O ZRÓŻNICOWANEJ FAZIE DYSPERSYJNEJ

GLIWICE 2005

Opiniodawcy

Prof. dr hab. inż. Jerzy NOWACKI

Prof. dr hab. inż. Jerzy PACYNA

Kolegium redakcyjne

REDAKTOR NACZELNY - Prof. dr hab. inż. Andrzej BUCHACZ

REDAKTOR DZIAŁU - Prof. dr hab. inż. Stanisław SERKOWSKI

SEKRETARZ REDAKCJI - Mgr Elżbieta LEŚKO

Redakcja

Mgr Roma ŁOŚ

Redakcja techniczna

Alicja NOWACKA

PL ISSN 0324 – 802X

© Copyright by
Janusz RICHTER
Gliwice 2005

SPIS TREŚCI

1. Wprowadzenie 5

1.1. Mechanizmy i czynniki zużycia stopów narzędziowych 6

1.2. Rozwój i charakterystyka modelu mikrostruktury stopów narzędziowych na przykładzie stali szybkotnących 10

2. Założenia, teza i zakres pracy 19

3. Metodyka i wyniki badań 22

3.1. Materiał do badań 22

3.2. Charakterystyka fazy węglikowej tytanowo-niobowych stopów narzędziowych 26

3.3. Rola fazy węglikowej w mikromechanizmach dekohezji 35

3.4. Ocena udziału powierzchniowego fazy węglikowej 41

3.5. Analiza zjawisk w procesie mikrościerania 48

3.6. Ocena powłok metodą scratch 63

3.7. Ocena powłok metodą Palmqvista 70

3.8. Analiza wpływu podłoża na skład powłok 79

3.9. Ocena właściwości skrawnych 86

4. Podsumowanie 95

Literatura 101

Streszczenia 106

CONTENTS

1. Introduction 5

1.1. Mechanisms and factors of tool alloys wear 6

1.2. Develpoment and characteristics of microstructural model of tool alloys on high-speed steels example 10

2. Assumptions, thesis and scope of the work 19

3. Investigations methodology and results 22

3.1. Material 22

3.2. Characteristics of carbide phase in titanium-niobium tool alloys 26

3.3. Role of the carbide phase in decohesion micromechanisms 35

3.4. Assessment of the carbide phase area fraction 41

3.5. Analysis of phenomena during micro-abrasion 48

3.6. Scratch testing of the coatings 63

3.7. Assessment of the coatings using Palmqvist's method 70

3.8. Influence of the substrate upon composition of the coatings 79

3.9. Tool life evaluation 86

4. Recapitulation 95

References 101

Abstract 106

1. Wprowadzenie

Jednym z zadań nauki o materiałach i inżynierii materiałowej jest projektowanie materiałów o coraz lepszych właściwościach i szerszym zastosowaniu. W obszarze tworzyw metalicznych z fazą dyspersyjną szczególnie istotna jest ocena roli cząstek fazy umacniającej i osnowy w procesach zużycia ściernego (abrazyjnego) i mikropękania. Postęp w tym zakresie pozwala przede wszystkim na zwiększenie odporności na ścieranie przy zachowaniu odporności na pękanie narzędzi i elementów odpornych na zużycie.

Istniejące od ponad stu lat stale szybkotnące są nadal grupą tworzyw decydujących o efektywności produkcji, głównie metodami obróbki skrawaniem; ich złożony skład chemiczny i struktura powodują, że mogą być traktowane jako modelowe stopy wielofazowe w badaniach mikromechanizmów dekohezji i abrazji.

Niejednorodność rozmieszczenia (segregacja) fazy węglikowej w klasycznych gatunkach stali szybkotnących wpływa niekorzystnie na ich właściwości technologiczne i eksploatacyjne. Jej ograniczanie metodami przetapiania elektrożużlowego lub metalurgii proszków jest bardzo kosztowne, dlatego wiele uwagi poświęca się rozdrobnieniu i eliminacji węglików eutektycznych stali szybkotnących na drodze modyfikacji i zmian ich składu chemicznego.

Radykalną poprawę jednorodności rozmieszczenia cząstek fazy węglikowej przez zastąpienie węglików eutektycznych wolframu, molibdenu i wanadu węglikami pierwotnymi typu MC tworzonymi przez pierwiastki o większym powinowactwie chemicznym do węgla – niob i tytan uzyskano w stopach opracowanych i rozwijanych w Instytucie Inżynierii Materiałowej oraz Katedrze Nauki o Materiałach Politechniki Śląskiej. Wieloletnie programy badawcze dotyczyły głównie technologii wytwarzania oraz ilościowej oceny segregacji fazy węglikowej w półwyrobach i narzędziach z nowych stali.

Obecnie prawie połowa narzędzi skrawających i elementów odpornych na ścieranie ze stali szybkotnących jest pokrywana warstwami przeciwzużyciowymi, głównie metodą PVD. Dlatego badania tych tworzyw narzędziowych powinny obejmować ocenę ich roli w procesie tworzenia, wzrostu i eksploatacji powłok.

Główne zagadnienia badawcze podjęte w rozprawie dotyczą roli cząstek fazy węglikowej w procesach zużycia stopów o zróżnicowanym składzie fazowym, udziale, wielkości i rozmieszczeniu węglików oraz wpływu ich składu chemicznego na tworzenie i właściwości powłok nanoszonych metodą PVD.

1.1. Mechanizmy i czynniki zużycia stopów narzędziowych

Narzędzia i elementy ze stopów narzędziowych ulegają zużyciu wskutek oddziaływania złożonych i zmiennych obciążeń i czynników mechanicznych, cieplnych oraz chemicznych. Najwcześniej i najpełniej opisano elementarne procesy zużycia niepokrywanych stopów narzędziowych przeznaczonych na narzędzia skrawające [1-4]:

- ścieranie (abrazję) związane z oddziaływaniem materiału obrabianego oraz wióra. Biorą w nim udział twarde cząstki materiału obrabianego poprzez procesy zachodzące w mikroskali: bruzdowanie (rysowanie), skrawanie, pękanie i zmęczenie,
- przekroczenie doraźnej lub zmęczeniowej wytrzymałości powodujące plastyczną deformację i zmiany geometrii ostrza bez ubytku masy,
- zużycie adhezyjne wywołane powstawaniem i niszczeniem lokalnych połączeń obrabianego materiału i ostrza,
- zużycie i zmęczenie cieplne wywołane zmianami mikrostruktury (np. przemianami fazowymi lub odpuszczaniem) i naprężeniami cieplnymi,
- zużycie dyfuzyjne powodujące zmiany składu chemicznego wierzchniej warstwy ostrza, głównie ubożenia w węgiel i pierwiastki węglikotwórcze, a w konsekwencji pogorszenie właściwości skrawnych,
- zużycie przez utlenianie i chemiczne oddziaływanie otoczenia prowadzące do powstawania na powierzchni ostrza związków chemicznych o odmiennych niż podłoże i niekorzystnych właściwościach.

Wymienione elementarne procesy zużycia mogą się nakładać i są trudne do wyodrębnienia. Duży wpływ na ich występowanie i nasilenie ma temperatura ostrza, determinowana głównie prędkością skrawania [4]. W całym zakresie praktycznie występujących prędkości skrawania składową zużycia o prawie jednakowej wielkości jest ścieranie. Intensywność zużycia adhezyjnego i zmęczeniowego charakteryzuje się występowaniem jednego maksimum, natomiast procesy indukowane cieplnie (dyfuzja, utlenianie, zmęczenie, deformacja plastyczna) pojawiają się i zaczynają nasilać od pewnej temperatury granicznej.

Geometryczne efekty zużycia narzędzi skrawających oraz narzędzi do pracy na zimno są związane głównie ze zużyciem ściernym i wytrzymałościowym.

Wiele uwagi poświęcono zagadnieniu związku makroskopowej twardości stopów narzędziowych z intensywnością ich zużycia. Względna odporność na zużycie ścierne jest

wprost proporcjonalna do twardości jedynie dla czystych metali i stali w stanie wyżarzonym [5]. Wśród niektórych strukturalnie pokrewnych tworzyw metalicznych, takich jak stale umocnione wydzieleniowo lub gniotem na zimno, istnieje korelacja między wzrostem makroskopowej twardości i odpornością na ścieranie. Natomiast tworzywa o zróżnicowanej jakościowo strukturze przy jednakowej twardości ulegają ścieraniu w bardzo różnym stopniu, na przykład ceramika, żeliwo szare i białe przy jednakowej twardości wykazują znacznie zróżnicowane zużycie abrazyjne o nasileniu zgodnym z kolejnością omawianych materiałów [6, 7].

Zużycie ścierne, także w czasie skrawania, zmniejsza się ze wzrostem stosunku twardości tworzywa narzędziowego i materiału obrabianego [4]. W procesie abrazji twardymi cząstkami odporność na zużycie zależy od stosunku twardości tych cząstek H_a i ścieranego materiału H_m [7]. Badania abrazji siedemnastu materiałów metalicznych i niemetalicznych ziarnami ściernymi o różnej twardości wykazały, że w przedziale 0,7-1,7 parametru H_a/H_m zużycie wzrasta w przybliżeniu liniowo, przy wartościach niższych od jego dolnej granicy praktycznie nie zachodzi, a powyżej górnej granicy ustala się na stałym poziomie [5].

W podwyższonych temperaturach odporność na ścieranie nie może być prawidłowo prognozowana na podstawie makroskopowej twardości wyznaczonej w temperaturze pokojowej. Na przykład, różne gatunki stali narzędziowych do pracy na gorąco o zbliżonej twardości po obróbce cieplnej mogą wykazywać bardzo zróżnicowane zużycie ścierne, a większa twardość w ramach tego samego gatunku może je nawet powiększać. W tej grupie stali narzędziowych stwierdzono natomiast, że podwyższeniu odporności na ścieranie sprzyja duża zawartość fazy węglikowej w osnowie o wysokiej wytrzymałości [8].

Badania stali narzędziowych do pracy na zimno wykazały, że przy danej twardości stali odporność na ścieranie zależy od wytrzymałości, udziału, wielkości i rozmieszczenia fazy węglikowej [20].

Większość tworzyw ulegających abrazji, w tym stopy narzędziowe, charakteryzuje się wielofazową strukturą. Badania materiałów plastycznych wykazały, że ich względna odporność na zużycie ścierne jest wielkością addytywną (sumą iloczynów względnych udziałów i odporności na ścieranie poszczególnych składników strukturalnych) [5].

Ważną próbą ilościowego opisu wpływu czynników strukturalnych na trwałość narzędzi skrawających jest zależność Fischmeistera [9], w której występują udziały objętościowe węglików pierwotnych typu MC i M_6C, węglików wtórnych powstałych w osnowie po odpuszczaniu oraz wielkość listew martenzytu. Uwzględniono w niej także

zawartość pierwiastków stopowych rozpuszczonych w osnowie, odpowiedzialnych za procesy wydzieleniowe w temperaturze pracy ostrza. Natomiast pominięto ważne parametry opisujące fazę węglikową, takie jak sposób jej rozmieszczenia oraz wielkość i kształt cząstek.

Wyniki badań dotyczących wpływu zawartości fazy umacniającej na właściwości trybologiczne tworzyw nie są zbieżne. Stwierdzono bowiem, że zwiększenie udziału objętościowego cząstek fazy dyspersyjnej w stopach i kompozytach z metaliczną osnową ulegających abrazji może powodować:

- stały wzrost odporności na ścieranie [15-17],
- wzrost, a następnie ustalenie odporności na ścieranie na stałym poziomie [18-20],
- wzrost, a następnie spadek odporności na ścieranie [7-10],
- niemonotoniczne zmiany odporności na ścieranie [21],
- nasilenie zużycia ściernego w przypadku kruchej osnowy [8] lub pękania cząstek umacniających [7],
- nie wywołuje istotnych zmian zużycia [6, 22].

W zależności od rodzaju zastosowanego ścierniwa dla tego samego materiału możliwe jest występowanie wszystkich wymienionych wariantów przebiegu zużycia ściernego ze wzrostem zawartości umacniającej fazy dyspersyjnej [7].

Niejednoznaczne są także oceny wpływu wielkości cząstek fazy dyspersyjnej na zużycie abrazyjne: na przykład w pracach [23, 24] stwierdzono większą odporność materiałów umocnionych cząstkami węglika tytanu o większych rozmiarach, podczas gdy wyniki innych badań [5, 15, 25, 26] wykazały zmniejszenie zużycia ściernego w materiałach umocnionych cząstkami o dużym rozdrobnieniu. Jedną z przyczyn tych rozbieżności może być wpływ stosunku wielkości cząstek fazy umacniającej i cząstek ścierniwa na zachowanie tworzyw w procesie ścierania [7]. Dlatego podjęto próby oceny relacji wymiarów cząstek ścierniwa i fazy umacniającej [7, 21, 27], a także ich twardości [20, 24, 25, 28, 29] w różnych systemach trybologicznych. Prowadzono również badania wpływu na zużycie abrazyjne jednocześnie kilku parametrów opisujących fazę dyspersyjną, najczęściej jej udział objętościowy, wielkość i twardość cząstek [27, 29].

Mniej liczne są opracowania dotyczące wpływu kształtu cząstek umacniającej fazy dyspersyjnej na przebieg ścierania. Wykazano jednak, że ich sferoidalny kształt zwiększa zużycie abrazyjne [5], głównie wskutek ułatwionego wyrywania z osnowy [10]. Powoduje to bezpośrednio ubytek masy oraz dostarcza dodatkowe ziarna ścierne nasilające proces

zużycia. Cząstki drugiej fazy są źródłem zarodkowania mikropustek, których łączenie jest głównym mechanizmem pękania metali. Naprężenie krytyczne wywołujące utworzenie mikropustki zależy od kształtu cząstek i jest większe dla wydzieleń płytkowych niż dla sferoidalnych [11].

Zagadnienie roli fazy węglikowej w przebiegu pękania narzędziowych stali szybkotnących w krajowej literaturze obszernie omawia praca [30]. Najistotniejsze, w kontekście niniejszej rozprawy, jest wykazanie w niej: mniejszej szkodliwości pękania przez cząstki węglików niż wzdłuż granicy fazowej oraz spadku odporności na pękanie ze wzrostem stopnia dyspersji węglików. Model zarodkowania i rozwoju mikropęknięć w skupiskach węglików przedstawiono w [12]. Szczególnie intensywnie odporność na pękanie obniża niejednorodne rozmieszczenie (segregacja) cząstek fazy dyspersyjnej. Ilościowa charakterystyka segregacji węglików w stalach szybkotnących jest szeroko opisana [np. 8, 31-37]. Wzrost niejednorodności rozmieszczenia cząstek węglików w stalach szybkotnących zmniejsza nawet pięciokrotnie czas poprawnej pracy wykonanych z nich narzędzi skrawających [2].

Ponad 40% ogółu narzędzi użytkowanych przez nowoczesny przemysł to narzędzia pokrywane warstwami przeciwzużyciowymi, realizujące ponad 80% zadań obróbkowych [4, 13]. Znaczenie podłoża dla trwałości pokrywanych narzędzi i elementów wynika z trzech głównych czynników:

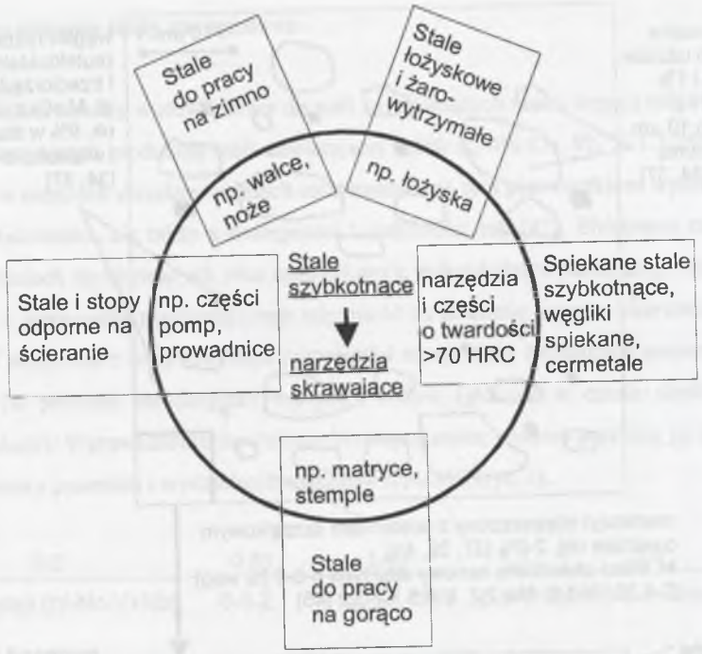
- udziału w procesach formowania powłoki zależnego między innymi od powinowactwa chemicznego, wielkości ziarna i parametrów sieci krystalicznej (wpływ na mikrostrukturę powłoki i siłę połączenia z podłożem),
- mikropękania i degradacji powłoki pod wpływem odkształcenia obszaru podłoża leżącego bezpośrednio poniżej,
- trwałości po usunięciu części powłoki wskutek zużycia lub ostrzenia.

Rzeczywisty przebieg kohezyjnego i adhezyjnego zużycia powłok jest zatem związany z mikrostrukturą i właściwościami materiału podłoża. Głównymi elementarnymi procesami w przebiegu degradacji warstw przeciwzużyciowych są: ścieranie, wykruszanie, pękanie i odpryskiwanie [14].

1.2. Rozwój i charakterystyka modelu mikrostruktury stopów narzędziowych na przykładzie stali szybkotnących

Wytwarzanie stali szybkotnących na dużą skalę zapoczątkowała w 1910 roku amerykańska firma Crucible Steel, która opatentowała i podjęła produkcję istniejącego do dzisiaj gatunku AISI T1, zawierającego 0,7% C, 18% W, 4% Cr i 1% V [33]. W nowoczesnej produkcji przemysłowej, zwłaszcza masowej, obróbka skrawaniem jest nadal ważną technologią wytwarzania. Na początku lat dziewięćdziesiątych ogólny udział stali szybkotnących w zabiegach obróbki skrawaniem wynosił 45%, a w zastosowaniu na wiertła kręte, gwintowniki, rozwiertaki, frezy do uzębień, piły, przeciągacze, tzn. narzędzia wieloostrzowe, o złożonych kształtach lub dużej smukłości, sięgał 100% [35]. Duża popularność węglików spiekanych, a częściowo także materiałów ceramicznych, zapoczątkowała w latach siedemdziesiątych wzrost ich znaczenia w produkcji narzędzi skrawających. Jednak istotne ograniczenia tych tworzyw, takie jak wysoka cena, słaba obrabialność i kruchość znacznie spowolniły te tendencje i udział narzędzi ze stali szybkotnących do skrawania metali i tworzyw niemetalicznych jest obecnie największy.

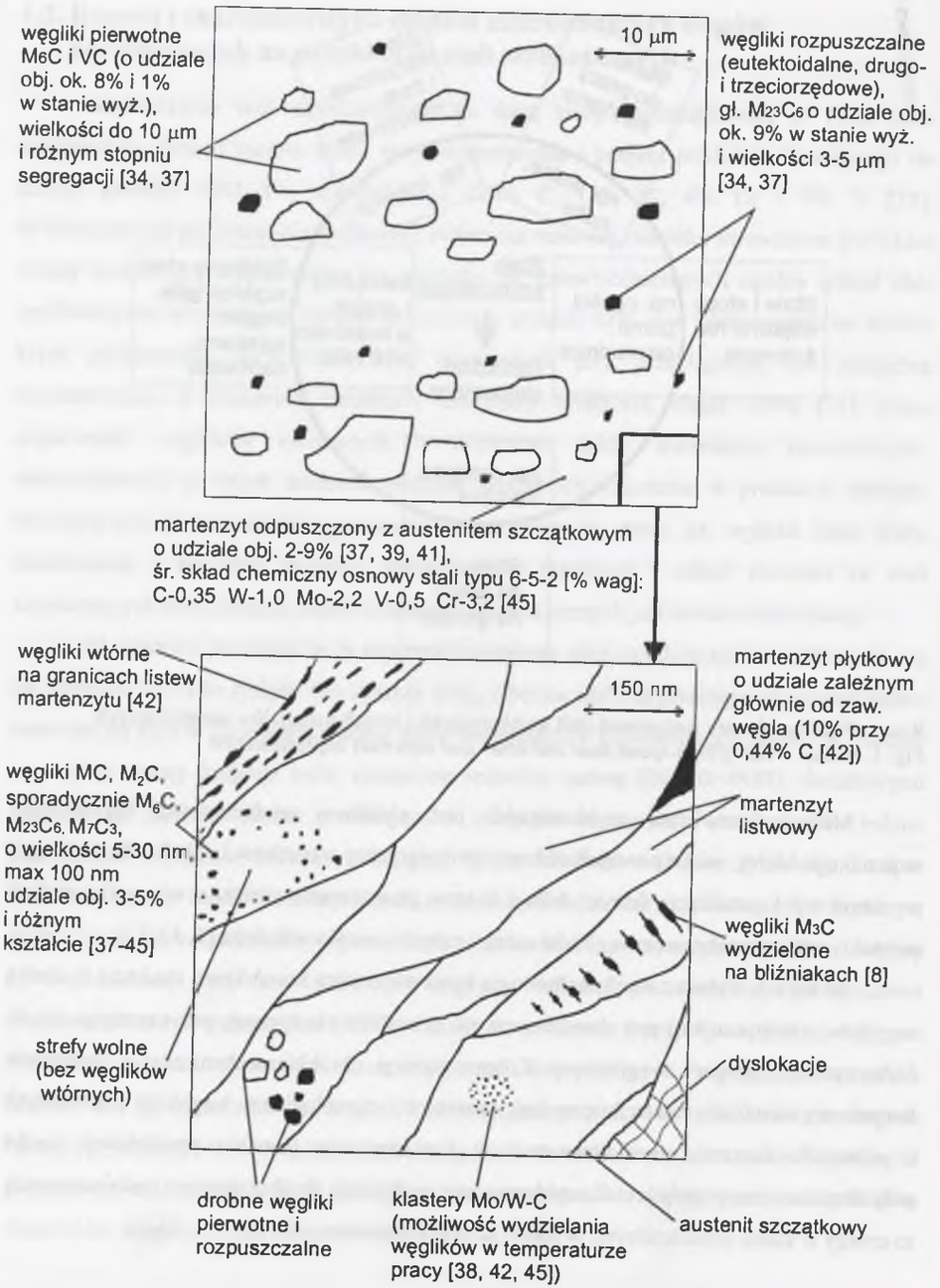
W ostatnim dziesięcioleciu zapotrzebowanie na stale szybkotnące ustabilizowało się na poziomie ok. 100 tysięcy ton rocznie [54]. Obecnie stale szybkotnące są produkowane przez ok. 60 firm w 20 krajach według norm obejmujących kilkanaście gatunków (w Europie i Japonii normy krajowe będą zastąpione jednolitą normą EN/ISO 4957). Światowymi liderami są: Erasteel (firma posiadająca 9 zakładów na całym świecie i jako jedyna produkująca wyłącznie stale szybkotnące), Böhler-Udeholm i Böhler Edelstahl, Timken Latrobe, Crucible Steel. Produkcja współczesnych gatunków stali szybkotnących odbywa się technologią konwencjonalną (wytapianie, przeróbka plastyczna, obróbka cieplna i mechaniczna) w wariantach z ciągłym odlewaniem, obróbką pozapiecową i elektrożużlowego przetapiania (EŻP), metodą rozpryskową (spray forming/ Osprey) oraz metodami metalurgii proszków. Konsumpcja stali narzędziowych, w tym szybkotnących wynosi 0,5 kg/mieszkańca w krajach rozwiniętych przy 0,1 kg/mieszkańca w krajach rozwijających się [54]. Charakterystycznym zjawiskiem zachodzącym w ostatnich latach jest poszerzenie oraz nakładanie się obszarów zastosowania stali szybkotnących i innych grup materiałów, schematycznie zilustrowane na rys. 1.



Rys. 1. Wspólne obszary zastosowań stali szybkotnących i innych materiałów narzędziowych
Fig. 1. Mutual areas of high-speed steel and other tool materials implementation

Mikrostruktura stali szybkotnących jest wynikiem wieloetapowej krystalizacji, w przebiegu której, mimo pewnych różnic wynikających z warunków i składu chemicznego, wyróżnia się: krystalizację ferrytu delta z cieczy, powstawanie austenitu w wyniku reakcji perytektycznej, powstawanie węglików eutektycznych i eutektoidu delta [8, 33-37].

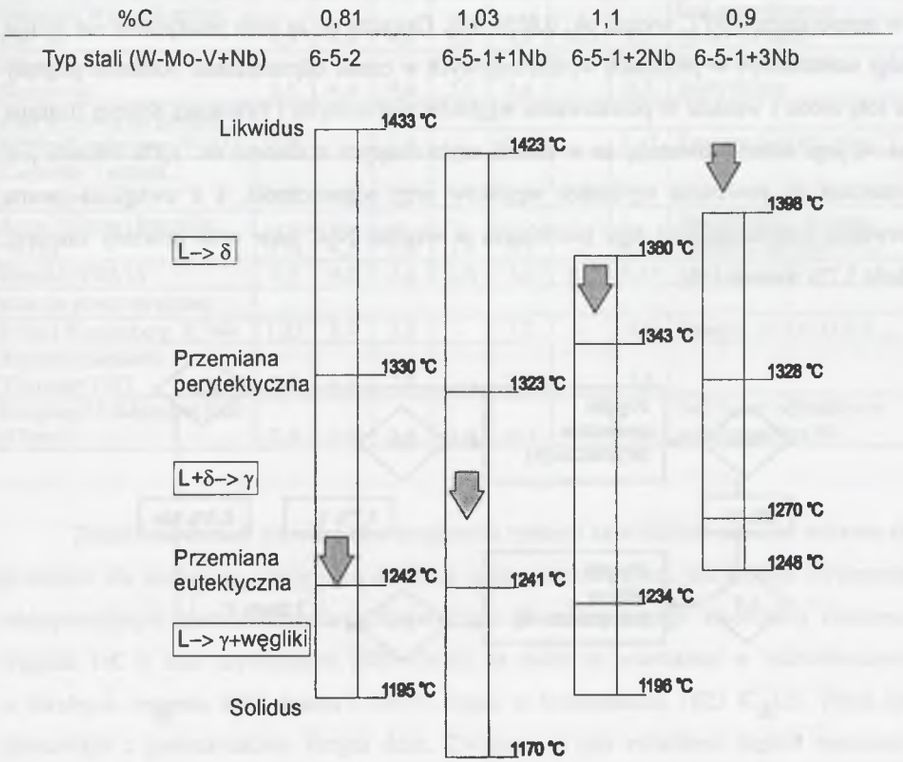
W stalach wytwarzanych technologią konwencjonalną komórkowa struktura (z siatką węglików eutektycznych) jest dziedziczona po przeróbce plastycznej, przyczyniając się do niekorzystnej segregacji węglikowej. Kolejne zabiegi obróbki mechanicznej i sterowanie temperaturą kształtują ostatecznie rodzaj i parametry stereologiczne węglików pierwotnych i wtórnych. Dorobek metaloznawstwa w tym zakresie pozwala przedstawić model mikrostruktury tradycyjnych stali szybkotnących po finalnej obróbce cieplnej (odpuszczaniu), to znaczy w stanie strukturalnym, w jakim są eksploatowane – rys. 2.



Rys. 2. Model mikrostruktury obrobionych cieplnie tradycyjnych stali szybkotnących
Fig. 2. Microstructural model of heat treated conventional high-speed steels

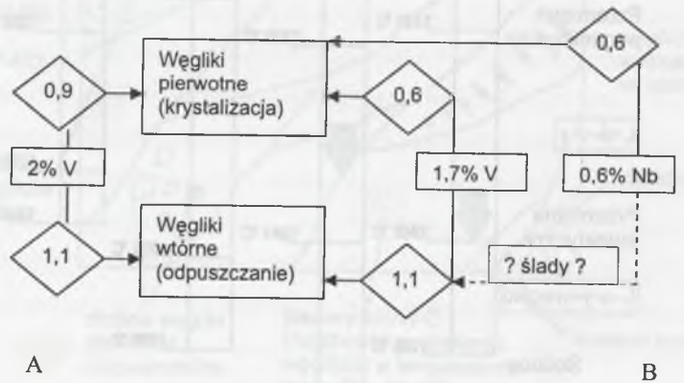
Tytanowo-niobowe stopy narzędziowe

Pierwsze próby wprowadzenia do stali szybkotnących niobu sięgają roku 1955, kiedy w USA rozpoczęto produkcję stali zawierającej 0,8% C, 4% Cr, 5% V i 1,25% Nb [46]. Rosnące w ostatnich dwudziestu latach zainteresowanie tym pierwiastkiem wynika nie tylko z jego właściwości, ale także z dostępności i stabilności cen [47]. Efektywne zastosowanie niobu w stalach szybkotnących jako modyfikatora, mikrododatku hamującego rozrost ziarna austenitu i pierwiastka poprawiającego odporność na ścieranie poprzez tworzenie węglików typu MC wiąże się z wpływem tego pierwiastka na zjawiska zachodzące zarówno w stanie ciekłym (w procesie metalurgicznym), jak i stałym (głównie w czasie obróbki cieplnej i eksploatacji). Wprowadzenie do stali szybkotnącej niobu zmienia przebieg jej krystalizacji – temperatury przemian i wydzielania węglików typu MC (rys. 3).



Rys. 3. Wpływ niobu na temperatury przemian i początku wydzielania węglika NbC (oznaczony strzałkami) [46]
Fig. 3. Niobium effect upon temperatures of transformations and of NbC carbides precipitation beginning (designated by arrows) [46]

Przy wzrastającej zawartości niobu powstawanie węglików NbC zachodzi równolegle lub przed przemianą perytektyczną; przy zawartości powyżej 2% węgliki pierwotne NbC krystalizują bezpośrednio z cieczy. Wysoka stabilność termodynamiczna węglika NbC powoduje, że w ciekłym metalu rozpuszczają się bardzo małe ilości węgla i niobu. Rosnąca aktywność niobu w cieczy wpływa na zmianę kształtu krystalizujących węglików MC od dendrytycznego, poprzez rozetkowy do regularnie oktaedrycznego. Duże powinowactwo do węgla ułatwia powstawanie prostych węglików typu MC, co konsumuje znaczną część tego pierwiastka. Pozostała, mniejsza niż w stalach bez niobu, ilość węgla sprzyja powstawaniu eutektyki zawierającej węgliki M_6C, a nie M_2C. Rosnąca zawartość niobu w stali zwiększa udział węglików typu MC przy jednoczesnym spadku ilości węglików M_6C – w stali typu 6-5-2, w której zastępowano wanad niobem przy zawartości niobu ok. 2,5% zawartości węglików MC i M_6C są już do siebie zbliżone i wynoszą ok. 5% [46]. Rozpuszczalność węglika niobu w austenicie, a w konsekwencji zawartość niobu jest bardzo niewielka i w temperaturze 900°C wynosi ok. 0,01% [46]. Oznacza to, że niob praktycznie nie będzie mógł uczestniczyć w procesach wydzieleniowych w czasie odpuszczania. Aktualne poglądy na rolę niobu i wanadu w powstawaniu węglików pierwotnych i twardości wtórnej ilustruje rys. 4; jego autorzy uważają, że w stalach szybkotnących z niobem ok. 1,1% wanadu jest konieczne do powstania wydzieleń węglików przy odpuszczaniu, a z uwagi na pewną niewielką rozpuszczalność tego pierwiastka w węgliku NbC takie stale powinny zawierać około 1,7% wanadu [48].



Rys. 4. Udział wanadu i niobu w tworzeniu węglików w czasie krystalizacji i odpuszczania, A-stale konwencjonalne, B-stale z niobem [46, 48]

Fig. 4. Role of vanadium and niobium in carbides formation during crystallisation and tempering, A-conventional steels, B-niobium steels [46, 48]

Współczesne stale szybkotnące, w tym tytanowo-niobowe, produkowane są metodą tradycyjną (z opcjonalną obróbką pozapiecową lub ciągłym odlewaniem), z udziałem przetapiania elektrożużlowego, metodami metalurgii proszków, natryskiwania i stopowania laserowego [47, 49]. Przykłady wytwarzanych na skalę przemysłową stali narzędziowych z niobem przedstawiono w tablicy 1.

Tablica 1

Przykłady współcześnie produkowanych stali narzędziowych z niobem [47]

Producent (kraj), oznaczenie stali	Skład chemiczny [% wag.]							Uwagi (zawartość pierwiastków w % wag.)
	C	Cr	Mo	W	V	Co	Nb	
stale szybkotnące:								
Erasteel, ASP 2017	0,8	4,0	3,0	3,0	1,0	8,0	1,0	Produkowana metodą metalurgii proszków
Thyssen Edelstahl, TSP 1 TSP 8	0,8 2,4	6,2 6,2	3,0 3,0	- -	1,1 8,0	3,0 -	1,0 1,8	Produkowane metodami metalurgii proszków
Edelstahl Witten-Krefeld, ESP 32	1,8	4,0	4,0	9,5	4,8	10,0	1,3	Stal natryskiwana (spray formed)
Trigoviste Works (Rumunia)	1,1	4,4	4,6	2,0	1,6	-	0,7	Zawiera tytan jako modyfikator
stale do pracy na gorąco:								
Böhler Kapfenberg, W 335	0,38	-	2,6	-	0,75	-	0,15	Zawiera Si-0,65 Mn-1,7
Carpenter Technol., "Thermowear"	0,58	4,0	2,5	-	1,0	3.0	1,5	
Acos Villares (Brazylia), "VTM"	0,58	4,5	2,7	1,8	0,8	-	0,45	Pięciokrotnie wyższa udarność niż stali 6-5-2
Hitachi, YXR33	0,5	4,2	2,1	1,6	1,2	0,7	0,15	
stale do pracy na zimno:								
Böhler Kapfenberg, K 360	1,25	8,7	2,7	-	1,2	-	0,5	Zawiera Si-0,9 Al-0,8
Thyssen Edelstahl, Thyrodur 2393	1,1	8,3	2,2	-	0,3	-	0,8	
Linqiang Metalurgical Roll (Chiny)	2,0	3-6	3-6	1-4	4-7	-	1-3	Odlewane odśrodkowo walce, zawiera Ni

Zasady substytucji pierwiastków stopowych tytanem są w dużym zakresie zbliżone do podanych dla niobu; ze względu na mniejszą masę atomową tytan jest prawie dwukrotnie efektywniejszym pierwiastkiem węglikotwórczym. Z analizy energii swobodnej tworzenia węglika TiC w stali szybkotnącej [50] wynika, że może on powstawać w mikroobszarach o lokalnym stężeniu 0,5% tytanu i 0,85% węgla w temperaturze 1623 K, tzn. przed lub równolegle z powstawaniem ferrytu delta. Związane z tym zubożenie kąpieli metalowej w węgiel zmienia układ równowagi w ten sposób, że większa ilość cieczy jest zużywana w czasie reakcji perytektycznej, pozostawiając mniejszą jej ilość do utworzenia eutektyki

[51]. Część węglików TiC pozostaje w osnowie, pozostałe przesuwają się przed frontem krystalizacji stając się często zarodkami krystalizacji węglików MC, głównie wanadu.

Badania zastępowania tytanem w ilości do 0,8% wolframu i wanadu stali szybkotnącej typu 2-8-2 w stanie lanym [51] wykazały ponaddwukrotne zmniejszenie w mikrostrukturze udziału ledeburytu i wielkości komórek eutektycznych. Wykazano [52], że większe ilości tytanu (do 1,4%) w tej stali przy niezmienionej zawartości węgla obniżają efekt twardości wtórnej i przesuwają go do niższych temperatur.

W pracy [53] podsumowano badania roli tytanu jako częściowego zamiennika wanadu w stalach szybkotnących z dodatkiem krzemu. Stwierdzono, że tytan tworzy dodatkowe zarodki krystalizacji, powoduje wzrost udziału węglików typu MC oraz zmniejsza wielkość ziarna austenitu. W stalach tych tytan występuje prawie wyłącznie w węglikach typu MC (praktycznie nie ma go w osnowie i węglikach M_6C). Zastępując w węglikach MC wanad w ilości do 0,3 %, umożliwia rozpuszczanie wanadu zawartego w innych typach węglików w czasie austenityzowania i jego udział w procesie wydzielania wysokowanadowych węglików M_4C_3 podczas odpuszczania. Tak uzyskiwany efekt twardości wtórnej w stali typu 11-0-2 jest wyższy o 1,5 HRC niż w stali bez dodatku tytanu.

Tytanowo-niobowe stopy narzędziowe o regulowanej fazie węglikowej (SNRFW)

- **nieledeburytyczne oszczędnościowe stopy narzędziowe:**

Genezę i rozwój prac nad nieledeburytycznymi stopami narzędziowymi i wdrożeniem technologii ich wytwarzania przedstawiono w rozprawie [35], pracach [W1-W12] i artykułach przeglądowych [W13-W15]. Zasadniczymi celami tego rozwiązania są:

- zastąpienie klasycznych węglików pierwotnych stali szybkotnących typu M_6C, MC i M_2C węglikami tytanu i/lub niobu krystalizującymi bezpośrednio z cieczy,
- znaczne zmniejszenie segregacji rozmieszczenia węglików w stanie lanym i przerobionym plastycznie,
- zmniejszenie zawartości drogich i deficytowych pierwiastków stopowych – W, Mo, V, przy właściwościach użytkowych nie mniejszych niż w gatunkach handlowych,
- możliwość produkcji metodami konwencjonalnymi, także w warunkach hutnictwa krajowego.

Uzyskanie tak zaprojektowanych stopów było możliwe głównie dzięki opracowaniu następującej zasady bilansowania zawartości węgla i pierwiastków węglikotwórczych:

$$0,5+0,2[\%Ti+\%Nb+\%Zr+(\%V-1)]<\%C<0,65+0,26[\%Ti+\%Nb+\%Zr+(\%V-1)] \quad (1)$$

Wieloletnie badania i prace wdrożeniowe potwierdziły uzyskanie zakładanego składu fazowego i radykalnej poprawy jednorodności strukturalnej nowych stopów; wybrane wyniki dotyczące oceny trwałości i ekonomicznej efektywności odlewanych i przerabianych plastycznie narzędzi przedstawiono w tablicy 2.

- **oszczędnościowe stale szybkotnące o podwyższonej twardości:**

Ideą oszczędnościowych stali szybkotnących o podwyższonej twardości było powstanie dodatkowych węglików pierwotnych typu MC poprzez wprowadzenie tytanu, niobu (łącznie 1,5-6,0 %), cyrkonu i węgla w ilościach spełniających nierówność [35]:

$$0,9+0,2(\%Ti+\%Nb+\%Zr)<\%C<1,0+0,25(\%Ti+\%Nb+\%Zr) \quad (2)$$

Stale o takim składzie chemicznym zawierały w stanie lanym węgliki eutektyczne oraz równomiernie rozmieszczone węgliki tytanu i niobu, tzn. charakteryzowały się strukturą pośrednią pomiędzy klasycznymi a nieledeburytycznym stalami szybkotnącymi [W3].

Charakterystykę przykładowych narzędzi wykonanych z oszczędnościowych stali o podwyższonej twardości zamieszczono w tablicy 2.

Program badań eksploatacyjnych SNRFW obejmował ocenę trwałości narzędzi o zróżnicowanej wielkości, kształcie i przeznaczeniu, wykonanych metodami przeróbki plastycznej i odlewania. Stosunek trwałości testowanych i dotychczasowych (wyprodukowanych z tradycyjnych gatunków) narzędzi wynosił od 100 do 227%. Względna trwałość użytkowa (stosunek ilorazów trwałości i cen testowanego i dotychczasowego narzędzia) przekraczała nawet 400%. W większości przypadków następowało zużycie o równomiernym charakterze oraz zmniejszenie tendencji do wykruszania krawędzi. Innymi korzyściami wynikającymi z zastosowania SNRFW były: możliwość regeneracji narzędzi, eliminacja napawania węglikiem wolframu oraz wydłużenie czasu pracy.

Tablica 2

Charakterystyka narzędzi wykonanych z nieledeburytycznych oszczędnościowych stopów narzędziowych i stali szybkotnących o podwyższonej twardości [W7, W12]

Narzędzie (rodzaj pracy, materiał obrabiany)	Materiał narzędziowy		Stosunek trwałości [%]	Względna wartość użytkowa*) [%]	Uwagi (rodzaj zużycia, przebieg testu)
	Testowany	Stary			
Frezy kształtowe do obróbki części roboczej wierteł typu NWkc	0-5-1-2Ti	SW18	119	226	Zużycie równomierne
Frezy walcowe do brzeszczotów ze stali SW7M	0-5-1-2Ti	SW7M	117	193	Możliwość wielokrotnej regeneracji
Segmenty walcownicze do profilowania wierteł spiralnych	0-5-1-2Ti	SK5V	100	443	Temp. pracy < 80°C, możliwość regeneracji
Frezy ślimakowe do uzębień	0-5-1-2Ti	SW7M	100	165	Zużycie równomierne
Wkładki do głowic mocujących kowarki SS-412	0-5-1-2Ti	St35 + WC	100	-	Eliminacja napawania
Walce profilowane do drutu (praca na zimno)	0-5-1-3Ti-2Nb	SW7M	120	125	Duża odporność na wykruszanie brzegów
Noże tokarskie (wytaczaki)	0-5-1-3Ti-2Nb 1-6-1-4Nb 1-5-1-2Nb 6-5-1-2Nb	SW18 SK10V SK10V SK10V	120 ok. 100 ok. 100 ok. 100	128 358 410 276	Równomierne ścieranie, istotny spadek wartości h_D
Stemple do wykrawania otworów w brzeszczotach ze stali SW7M	0-5-1-3Ti-2Nb	NC10	ok.130	40	Równomierne ścieranie, znaczny spadek zużycia
Przeciągacze do otworów w stali R35 (R_m= 350 MPa)	1-6-1-4Nb 6-5-1-2Nb	SW7M SW7M	170 150	151 122	Równomierne ścieranie, duża powtarzalność prób
Frez kształtowy zataczany (stal 36 HNM)	3-3-1-1Ti-2Nb (stop odlew.)	SW7M	100	121	Zużycie równomierne
Tarczowa piła segmentowa (stal 40H)	3-3-1-1Ti-2Nb (stop odlew.)	SW7M	227	275	Dotychczasowe narzędzie wykonywano z płaskowników
Tarczowa piła segmentowa (stal szybk.)	2-3-1-3Nb (stop odlew.)	SW7M	100	119	
Frezy do walców	2-3-1-2Nb (stop odlew.)	SW18	100	129	Zużycie równomierne

*)stosunek trwałości/stosunek cen testowanego i dotychczasowego materiału narzędziowego (średnia z lat 1988-2003)

2. Założenia, teza i zakres pracy

Analiza literatury zagadnień dotyczących modelu mikrostruktury oraz mikromechanizmów zużycia stopów narzędziowych (rozdz. 1.1, 1.2) wykazała, że ze względu na istnienie rozbieżności lub brak ostatecznych rozstrzygnięć, następujące **obszary badawcze** stwarzają możliwości optymalizacji struktury i właściwości:

- wpływ udziału objętościowego fazy umacniającej na intensywność zużycia,
- wpływ wielkości cząstek fazy dyspersyjnej na odporność na ścieranie,
- wpływ na zużycie ścierne jednocześnie kilku parametrów charakteryzujących cząstki umacniające stopy narzędziowe,
- znaczenie dla mikromechanizmów zużycia kształtu węglików pierwotnych i wtórnych w stopach narzędziowych,
- wpływ składu chemicznego, mikrostruktury i właściwości stopów narzędziowych jako podłoża powłok przeciwzużyciowych, na trwałości powlekanych narzędzi i elementów,
- ustalenie mikromechanizmów i czynników strukturalnych zużycia stopów narzędziowych i powiązanie ich z ilościowymi wynikami prób trwałości,
- ustalenie modelu mikrostruktury stopów narzędziowych, szczególnie fazy dyspersyjnej, optymalnego z punktu widzenia odporności na abrazję i mikropękanie.

Z przeglądu piśmiennictwa i wyników wcześniejszych własnych badań i doświadczeń metodycznych wynikają **założenia pracy** dotyczące celów i programu badawczego:

- obiektywna ocena trwałości stopów narzędziowych wymaga zastosowania prób obejmujących możliwie najwięcej mikromechanizmów zużycia; szczególnej uwagi wymagają elementarne procesy zużycia, będące składową złożonych procesów degradacji lub występujące samodzielnie,
- ze względu na dużą liczbę czynników, często współzależnych i trudnych do wyodrębnienia, uwzględnienie pozostałych elementarnych procesów zużycia, określenie rzeczywistego czasu pracy, przydatności i rankingu badanych tworzyw, niezbędne jest wykonanie eksploatacyjnych prób trwałości narzędzi,
- wskazane jest uzupełnianie badań i prób o charakterze ilościowym ocenami jakościowymi, szczególnie faktograficznymi w celu ustalenia mikromechanizmów zużycia i roli czynników strukturalnych w ich przebiegu.

Na podstawie przedstawionych założeń i wyników wcześniejszych badań własnych mikrostruktury i właściwości wielofazowych tworzyw narzędziowych [W1-W36] została sformułowana następująca **teza rozprawy**:

Rodzaj, właściwości i parametry stereologiczne fazy dyspersyjnej stopów narzędziowych są głównymi czynnikami determinującymi mikromechanizmy i przebieg ich zużycia.

Z tak sformułowanych założeń i tezy wynikają podstawowe **główne cele rozprawy**:

- cel poznawczy: ocena roli fazy węglikowej stopów narzędziowych w procesach zużycia i na tej podstawie ustalenie modelu mikrostruktury stopów narzędziowych o podwyższonej trwałości,
- cel metodyczny: opracowanie metodyki obiektywnej i pełnej ilościowej oceny parametrów stereologicznych fazy węglikowej oraz udoskonalenie i dobór metodyki generowania, obserwacji i oceny elementarnych procesów i mikromechanizmów zużycia,
- cel utylitarny (aplikacyjny): opracowanie parametrów zmodyfikowanej obróbki cieplnej i cieplno-chemicznej oraz zwiększenie trwałości i obszaru zastosowania stopów narzędziowych o regulowanej fazie węglikowej.

Osiągnięcie założonego celu poznawczego umożliwi program badawczy obejmujący stopy modelowe o szerokim zakresie zmienności rodzaju, właściwości i parametrów stereologicznych (udziału objętościowego, wielkości, kształtu i rozmieszczenia) cząstek fazy dyspersyjnej. Takie wymagania może spełnić następujący **zestaw modelowych stopów narzędziowych**:

- nieledeburytyczne stopy narzędziowe z tytanem i/lub niobem o wysokim udziale objętościowym dużych, jednorodnie rozmieszczonych węglików typu MC,
- podstawowy gatunek stali szybkotnącej SW7M, o dużej zawartości nierównomiernie rozmieszczonych w osnowie węglików eutektycznych, z przewagą węglików typu M_6C,
- oszczędnościowe stale szybkotnące o podwyższonej twardości, zawierające zarówno węgliki eutektyczne, jak i dodatkowo równomiernie rozmieszczone węgliki TiC oraz NbC, tzn. o strukturze pośredniej między klasycznymi stalami szybkotnącymi i nieledeburytycznym stopami narzędziowymi,
- wyprodukowana metodami metalurgii proszków stal szybkotnąca z dużą zawartością jednorodnie rozmieszczonych małych węglików VC.

Przyjęty **zakres badań** miał za zadanie udowodnienie powyższej tezy oraz osiągnięcie przyjętych celów poprzez ustalenie modelu mikrostruktury nowych stali, strukturalnych czynników zużycia, profilu właściwości oraz obszaru potencjalnych zastosowań. Zasadniczymi elementami tak zdefiniowanego programu badawczego były:

- charakterystyka mikrostruktury badanych stopów modelowych w stanie wyżarzonym, hartowanym i odpuszczonym,
- optymalizacja parametrów obróbki cieplnej i cieplno-chemicznej stopów narzędziowych o regulowanej fazie węglikowej,
- określenie udziału objętościowego fazy węglikowej w sposób uwzględniający zróżnicowanie wielkości i typu węglików,
- jakościowa i ilościowa charakterystyka zużycia abrazyjnego,
- ocena roli fazy węglikowej i umocnionej osnowy w procesie zużycia elementów z powłokami przeciwzużyciowymi na bazie węglika i azotku tytanu,
- badania trwałości i mikromechanizmów zużycia w czasie skrawania powlekanymi i niepowlekanymi narzędziami,
- ocena roli składników strukturalnych w przebiegu ścierania twardymi cząstkami, mikropękania i zużycia w czasie skrawania.

3. Metodyka i wyniki badań

3.1. Materiał do badań

Badania przeprowadzono na następującym zestawie stopów modelowych: dwóch wariantach nieledeburytycznych stopów narzędziowych (0-5-1-3Ti-2Nb, 0-5-1-2Ti) oraz dwóch gatunkach oszczędnościowych stali szybkotnących o podwyższonej twardości (6-5-1-3Nb, 1-5-1-2Nb) nazywanych dalej stopami narzędziowymi o regulowanej fazie węglikowej (SNRFW). W celach porównawczych analogicznym programem badawczym objęto klasyczną, najczęściej stosowaną w kraju i za granicą, stal szybkotnącą typu 6-5-2 (SW7M) oraz wyprodukowaną metodami metalurgii proszków w szwedzkiej firmie Erasteel stal 3-3-4 ASP 2005 (PM) – tablica 3.

Tablica 3

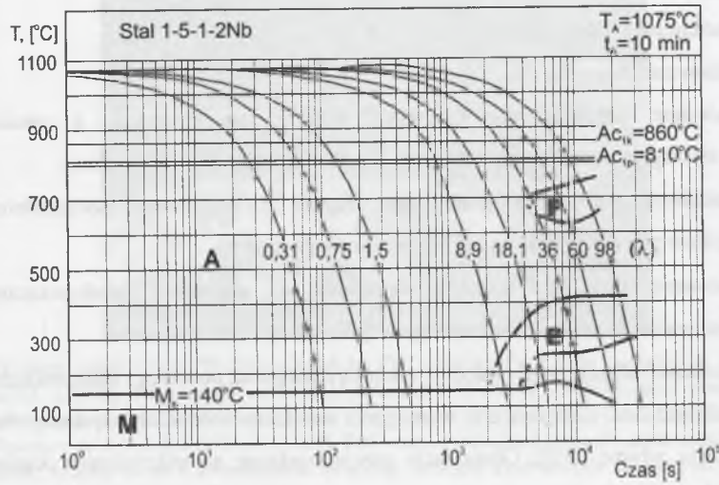
Skład chemiczny, warunki obróbki cieplnej i twardość badanych stopów narzędziowych

Rodzaj stali W-Mo-V-Ti-Nb	Zawartość głównych składników [% wag.][1)]							Obróbka cieplna: A-austenityzowanie O-odpuszczanie temperatura/czas, twardość
	C	Cr	W	Mo	V	Ti	Nb	
6-5-2 (SW7M)	0,8	4,0	6,5	5,0	1,9	-	-	A: 1225 °C /5 min, 62,5 HRC O: 3x550 °C/120 min, 64 HRC
3-3-4 (PM)	1,5	4,0	2,5	2,5	4,0	-	-	A: 1180 °C /10 min, 62,2 HRC O: 3x560 °C/60 min, 64,5 HRC
0-5-1-3Ti-2Nb	1,9	4,2	0,1	5,2	1,1	3,1	2,1	A: 1150 °C /7 min, 63,5 HRC O: 2x540 °C/60 min, 66,9 HRC
0-5-1-2Ti	1,1	4,4	-	5,2	1,3	1,5	-	A: 1150 °C /7 min, 60,3 HRC O: 2x520 °C/90 min, 63,7 HRC
6-5-1-3Nb	1,7	4,4	6,2	5,1	1,3	-	3,1	A: 1100 °C /3,5min, 62,1 HRC O: 2x555 °C/90 min, 65,5 HRC
1-5-1-2Nb	1,5	4,4	0,8	4,9	1,2	-	1,8	A: 1075 °C /11 min, 61,7 HRC O: 2x550 °C/120 min, 66,3 HRC

[1)] zawartość Mn<0,4; Si<0,5; P,S<0,02

Ocenę temperatur krytycznych i kinetyki przemian przechłodzonego austenitu przeprowadzono za pomocą dylatometru bezwzględnego DT 1000 Adamel Lhomargy. Wyniki uzyskane dla stali 0-5-1-3Ti-2Nb [W12] i 1-5-1-2Nb (rys. 5) świadczą o istnieniu

pewnych różnic dotyczących temperatur i czasów początku przemian w stosunku do tradycyjnych gatunków stali szybkotnących [8]. Możliwe jest jednak stosowanie przemysłowej technologii obróbki cieplnej w kąpielach solnych. Obydwa gatunki handlowe (SW7M, PM) zostały obrobione cieplnie przez producenta, natomiast obróbkę cieplną stopów o regulowanej fazie węglikowej przeprowadzono w Wytwórni Wierteł Huty „Baildon".



Rys. 5. Wykres CTPc stali 1-5-1-2Nb
Fig. 5. TTT diagram of 1-5-1-2Nb steel

Funkcją celu optymalizacji temperatur i czasów hartowania i odpuszczania była maksymalna twardość po obróbce cieplnej. Prowadzono ją metodą całkowitego i ułamkowego eksperymentu czynnikowego (stopy 0-5-1-3Ti-2Nb [W4,W6,W12], 0-5-1-2Ti i 6-5-1-3Nb [W8]) oraz według planu rotatabilnego (stal 1-5-1-2Nb [W8]). Optymalne parametry hartowania i odpuszczania oraz uzyskane po tych zabiegach twardości badanych stopów zestawiono w tablicy 3.

Parametry (natężenia prądu odparowania, napięcie polaryzacji, ciśnienie w komorze roboczej, przepływy gazów reaktywnych) nanoszenia powłok metodą PVD na badane stopy zoptymalizowano w pracy [W8]. Opracowano metodykę pomiarów grubości warstw na podstawie obrazów z mikroskopu skaningowego [W16], w której zastosowano przekształcenia morfologiczne zwiększające precyzję detekcji warstw i automatyczną analizę obrazu. Pozwoliło to na wzrost dokładności oceny grubości wykonanych powłok oraz łatwą regulację ich grubości poprzez zmiany czasu trwania procesu nanoszenia. W oparciu o dane literaturowe dotyczące zalecanych grubości, rodzaju warstw na stalach szybkotnących oraz

potencjalnego, korzystnego oddziaływania wysokowęglowej osnowy [W17-W19] oraz fazy węglikowej SNRFW, wykonano metodą arc-PVD (odparowania łukowego) następujące powłoki przeciwzużyciowe o grubości 1 do 5 μm:

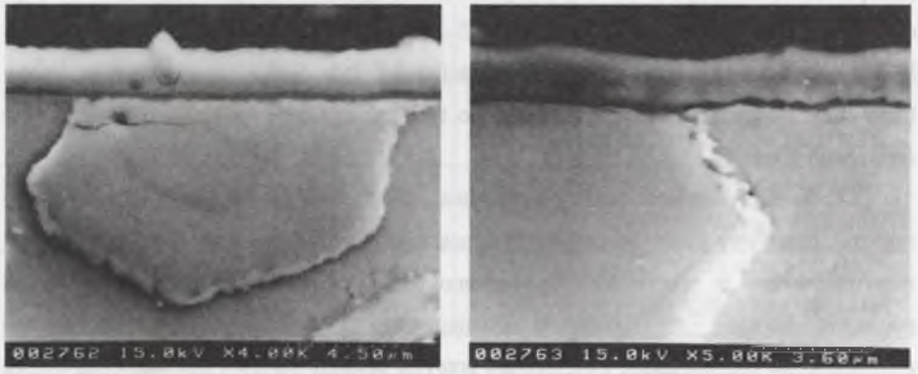
- powłoki proste: TiN, TiC
- powłoki złożone:
  - wieloskładnikowe: TiCN
  - gradientowe: TiN→TiCN
  - wielowarstwowe: Ti/TiN, TiC/TiN.

Wykonanie zgładów wielofazowych stopów narzędziowych z naniesionymi powłokami wymagało opracowania metodyki zapewniającej przede wszystkim:

- równomierne szlifowanie i polerowanie cząstek fazy węglikowej (szczególnie dużych węglików pierwotnych typu MC) i metalicznej osnowy,
- zachowanie osadzenia cząstek węglików w osnowie i niedopuszczenie do powstawania na powierzchni wtórnych rys,
- zachowanie adhezji granic między powłoką i stalą oraz powłoką i masą inkludującą.

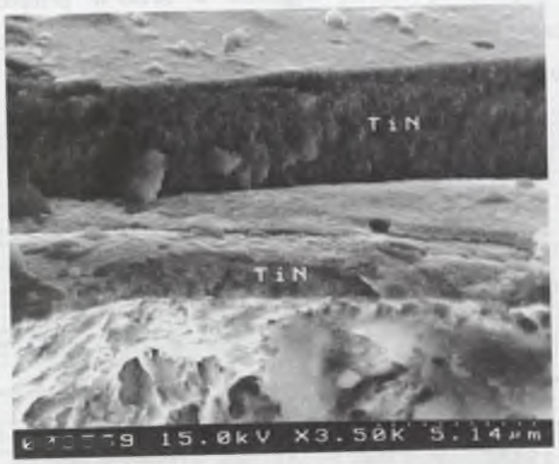
Zgłady metalograficzne spełniające te wymagania uzyskano w oparciu o systemy eksperckie i doświadczenia własne [W8]. Obserwacje przeprowadzone na mikroskopie skaningowym wykazały dobrą jakość połączeń powłoka-osnowa, powłoka-węgliki pierwotne, podwarstwa Ti-warstwa TiN, warstwa TiN-masa inkludująca (rys. 6).

a) b)

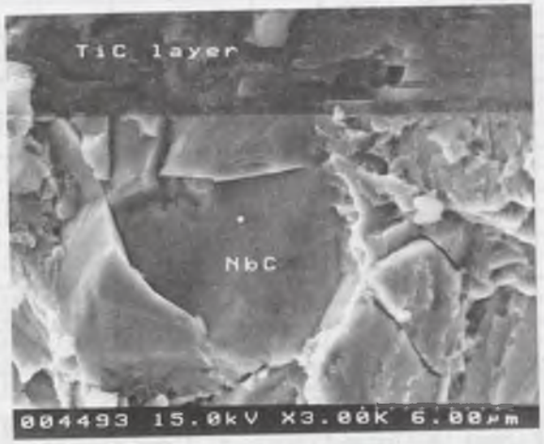


Rys. 6. Stop 0-5-1-3Ti-2Nb z powłoką Ti/TiN, FE SEM, a-x4000, b-x5000
Fig. 6. 0-5-1-3Ti-2Nb alloy with Ti/TiN coating, FE SEM, a-x4000, b-x5000

Stwierdzono też bardzo dobrą adhezję wykonanych powłok zarówno do metalicznej osnowy, jak i węglików pierwotnych nowych stopów (rys. 7, 8).



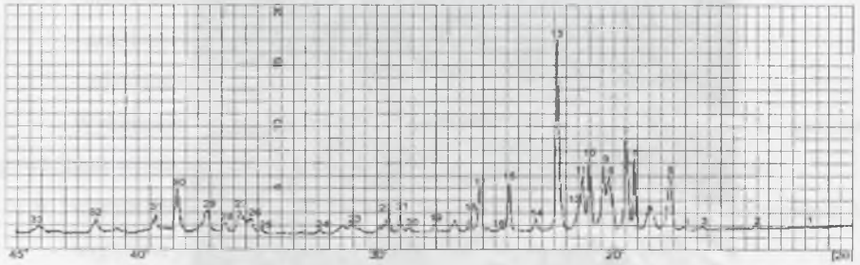
Rys. 7. Przełom stopu 1-5-1-3Ti-2Nb z powłoką TiN uzyskany w próbie statycznego zginania (FE SEM, x3500), delaminacja warstwy świadcząca o większej sile połączenia warstwa-osnowa niż kohezji materiału warstwy
Fig. 7. Fracture of 1-5-1-3Ti-2Nb alloy with TiN coating obtained through static bending test (FE SEM, x3500), layer's delamination testifying stronger layer-matrix bonding as compared to layer material cohesion force



Rys. 8. Przełom stali 6-5-1-3Nb z powłoką TiC uzyskany w próbie statycznego zginania (FE SEM, x3000), prawidłowe połączenie warstwy z osnową i węglikiem pierwotnym
Fig. 8. Fracture of 6-5-1-3Nb steel with TiC coating obtained through static bending test (FE SEM, x3000), proper bonding of layer with matrix and primary carbide particle

3.2. Charakterystyka fazy węglikowej tytanowo-niobowych stopów narzędziowych

Rentgenowską analizę fazową węglików w SNRFW przeprowadzono metodą identyfikacji izolatów uzyskanych na drodze elektrolitycznego rozpuszczania. W stopach wyżarzonych są to głównie węgliki typu MC, M_6C i $M_{23}C_6$ (rys. 9).

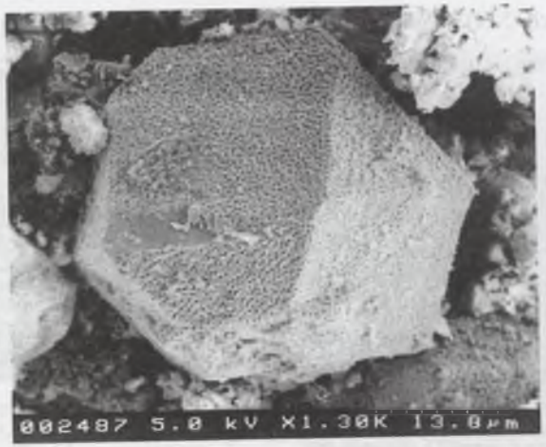


Lp.	Dane pomiarowe	Dane tablicowe (nr tablicy ICDD)								
		NbC (38-1364)			$M_{23}C_6$(35-0783)			M_6C(41-1351)		
	d [Å]	d [Å]	I/I_1	(hkl)	d [Å]	I/I_1	(hkl)	d [Å]	I/I_1	(hkl)
1	3,73							3,3496	<3	(331)
2	3,18							3,3496	<3	(331)
3	2,76							2,7774	22	(400)
4	2,64							2,5487	30	(331)
5	2,55	2,5808	100	(111)						
6	2,355				2,3830	23	(420)			
7	2,32							2,2677	50	(422)
8	2,24							2,2677	50	(422)
9	2,21	2,2352	80	(200)						
10	2,16				2,1761	24	(422)	2,1380	100	(511)
11	2,12							2,1380	100	(511)
12	2,11							2,1380	100	(511)
13	2,03				2,0519	100	(511)			
14	1,955							1,9639	39	(440)
15	1,87				1,8840	20	(440)			
16	1,85							1,8516	4	(442)
17	1,785				1,7766	12	(600)			
18	1,76							1,7566	4	(620)
19	1,67				1,6857	2	(620)			
20	1,61							1,6748	4	(662)
21	1,59	1,5804	35	(220)	1,6066	6	(622)			
22	1,565							1,5556	16	(551)
23	1,50							1,4463	16	(553)
24	1,44							1,4463	16	(553)
25	1,35							1,3572	20	(733)
26	1,34	1,3476	26	(311)				1,3572	20	(733)
27	1,32				1,3326	2	(800)			
28	1,30							1,3093	52	(822)
29	1,28	1,2903	9	(222)	1,2927	2	(820)	1,2828	18	(555)
30	1,24				1,2307	6	(751)			
31	1,22				1,2227	15	(662)			
32	1,16				1,1698	4	(911)			
33	1,11	1,1175	5	(400)	1,1174	1	(931)			

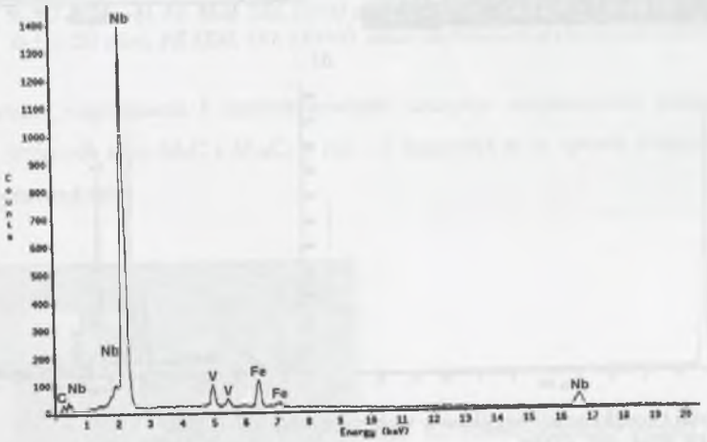
Rys. 9. Wyniki rentgenowskiej analizy fazowej izolatu węglikowego wyżarzonej stali typu 1-5-1-2Nb
Fig. 9. Results of X-ray phase analysis of carbide isolate of annealed 1-5-1-2Nb steel

Węgliki pierwotne typu MC tytanu, niobu i wanadu ze względu na warunki krystalizacji (rozdz. 1.2) osiągają znaczne rozmiary, a z powodu wystarczająco wysokiego stężenia tworzących je pierwiastków metalicznych [40], przybierają regularny, wielościenny kształt – rys. 10.

a)

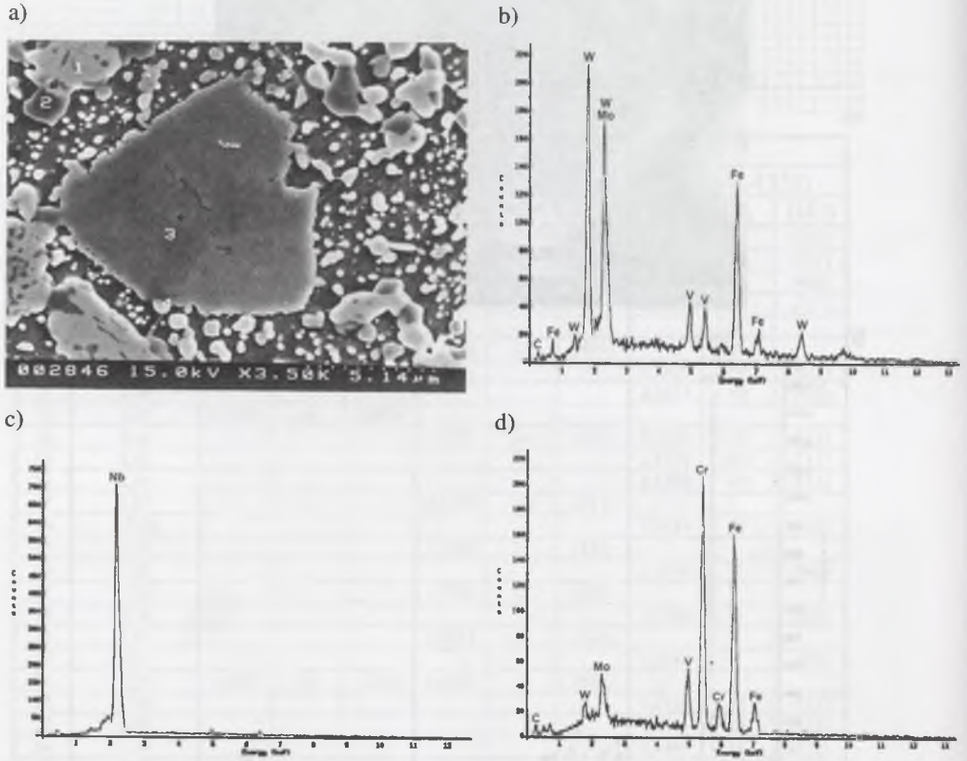


b)



Rys. 10. Duże węgliki pierwotne typu MC w SNRFW:
a) cząstka węglika MC w izolacie stali 1-5-1-2Nb, FE SEM, SEI, x1300,
b) widmo EDX węglika z rys. a
Fig. 10. Large MC primary carbides in SNRFW:
a) MC carbide particle in the isolate of 1-5-1-2Nb steel, FE SEM, SEI, x1300,
b) EDX spectrum of carbide shown in Fig. a

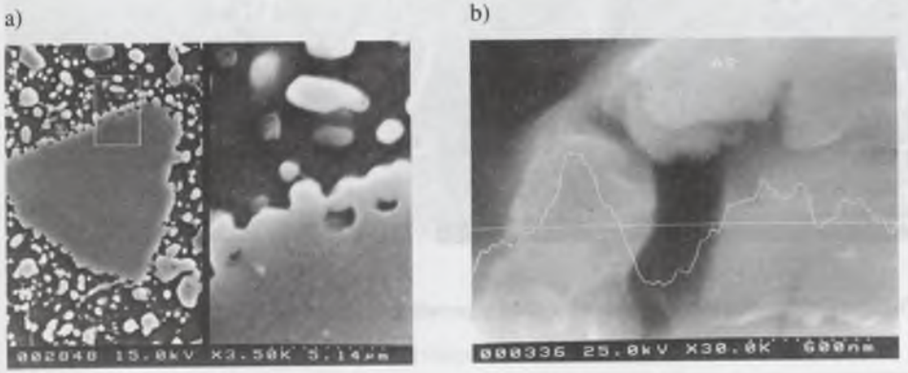
Węgliki wtórne (drugorzędowe) typu M_6C i $M_{23}C_6$ występują w strukturze SNRFW jako sferoidalne cząstki lub skoagulowane konglomeraty. W pracach [W12, W16] potwierdzono opisaną w [55] możliwość pośredniej identyfikacji typu węglika na podstawie składu chemicznego (widma EDX): węgliki z przewagą molibdenu i wolframu były węglikami M_6C, natomiast bogate w chrom – $M_{23}C_6$ (cząstki z przewagą Ti, Nb, V były węglikami typu MC). Na obrazach uzyskanych na mikroskopie skaningowym, w kontraście elektronów wtórnych (SEI) węgliki typu M_6C są jaśniejsze od cząstek $M_{23}C_6$ (węgliki MC i $M_{23}C_6$ charakteryzują się zbliżonym poziomem szarości) – rys. 11.



Rys. 11. Cząstki i konglomeraty węglików w wyżarzonej stali 6-5-1-3Nb:
a) FE SEM, SEI, x3500
b) widmo EDX węglików nr 1 i 4 (typu M_6C) z rys. a
c) widmo EDX węglika nr 3 (typu MC) z rys. a
d) widmo EDX węglika nr 2 (typu $M_{23}C_6$) z rys. a

Fig. 11. Carbide particles and conglomerates in annealed 6-5-1-3Nb steel:
a) FE SEM, SEI, x3500
b) EDX spectrum of the carbides 1 i 4 (M_6C type) from Fig. a
c) EDX spectrum of carbide 3 (MC type) from Fig. a.
d) EDX spectrum carbide 2 ($M_{23}C_6$ type) from Fig. a

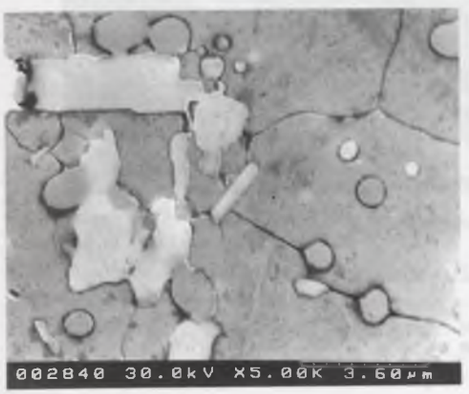
Charakterystycznym elementem mikrostruktury SNRFW w stanie wyżarzonym są otoczki („koronki") wokół dużych cząstek węglików pierwotnych typu MC. Występowanie tego rodzaju „koronek" w stopie 0-5-1-3Ti-2Nb zostało udokumentowane we wcześniejszych pracach [W20]. Obserwacje na elektronowym mikroskopie skaningowym z przystawką EDX wykazały ich obecność także w SNRFW z niobem i z tytanem – rys. 12.



Rys. 12. Otoczki wokół węglików pierwotnych typu MC:
a) stal 6-5-1-3Nb, FE SEM, SEI, x3500 i x17500,
b) stop 0-5-1-2Ti, FE SEM, SEI, x30000, liniowy rozkład zawartości chromu

Fig. 12. Framings around MC primary carbides:
a) 6-5-1-3Nb steel, FE SEM, SEI, x3500 and x17500,
b) 0-5-1-2Ti alloy, FE SEM, SEI, x30000, linear distribution of chromium content

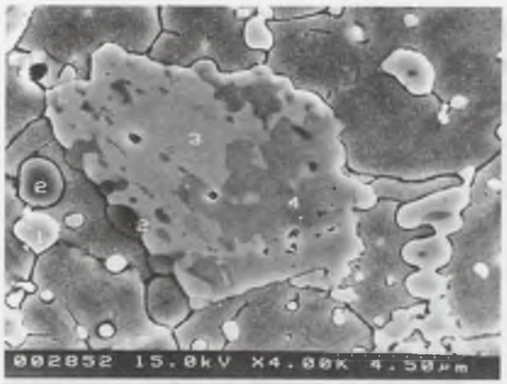
Podczas nagrzewania i austenityzowania następuje rozpuszczenie znacznej części węglików wtórnych typu M_6C i $M_{23}C_6$ – rys. 13 (zjawiska te w sposób ilościowy opisano w następnym rozdziale).



Rys. 13. Nierozpuszczone -węgliki wtórne (jaśniejsze cząstki - M_6C, ciemniejsze - $M_{23}C_6$) w stali 1-5-1-2Nb, FE SEM, SEI, x5000

Fig. 13. Undissolved secondary carbides (brighter particles - M_6C, darker - $M_{23}C_6$) in 1-5-1-2Nb steel, FE SEM, SEI, x5000

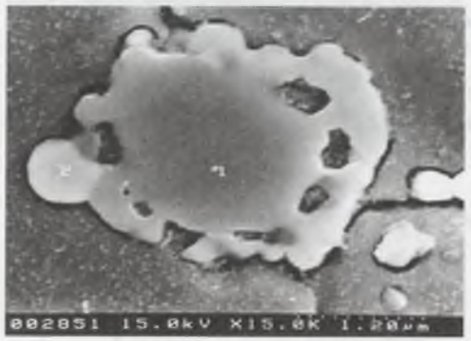
Po hartowaniu w mikrostrukturze tytanowo-niobowych stopów narzędziowych pozostają zespoły skoagulowanych węglików pierwotnych i wtórnych – rys. 14.

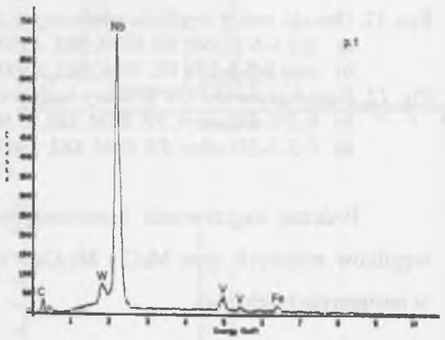


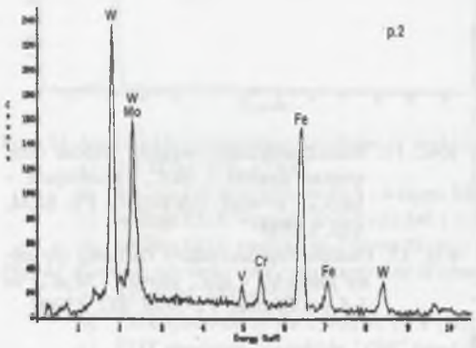
Rys. 14. Cząstki i konglomeraty węglików w zahartowanej stali 1-5-1-2Nb, FE SEM, x4000: 1-M_6C, 2-$M_{23}C_6$, 3-M_6C, 4-MC (zidentyfikowane jak na rys. 11)

Fig. 14. Carbide particles and conglomerates in hardened 1-5-1-2Nb steel, FE SEM, x4000:1-M_6C, 2-$M_{23}C_6$, 3-M_6C,4-MC (identified as in Fig. 11)

W czasie hartowania otoczki wokół węglików pierwotnych nie rozpuszczają się – rys. 15.



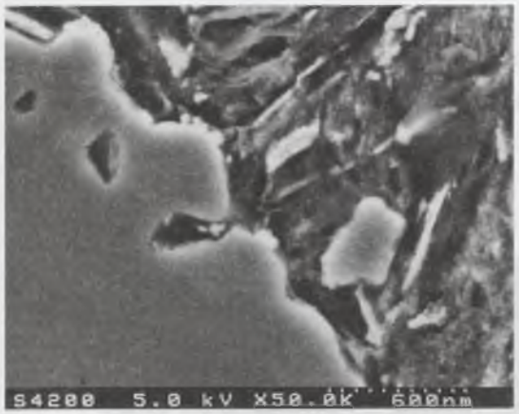




Rys. 15. Węglik pierwotny MC z otoczką węglików wtórnych typu M_6C w zahartowanej stali 6-5-1-3Nb (FE SEM, x15000) z widmami EDX zaznaczonych miejsc (1-węglik MC bogaty w niob, 2-węglik M_6C bogaty w molibden i wolfram)

Fig. 15. The MC primary carbide encircled by M_6C secondary carbides in hardened 6-5-1-3Nb steel (FE SEM, x15000) with EDX spectra of marked sites (1-MC carbide rich in niobium, 2-M_6C carbide rich in molibdenium and tungsten)

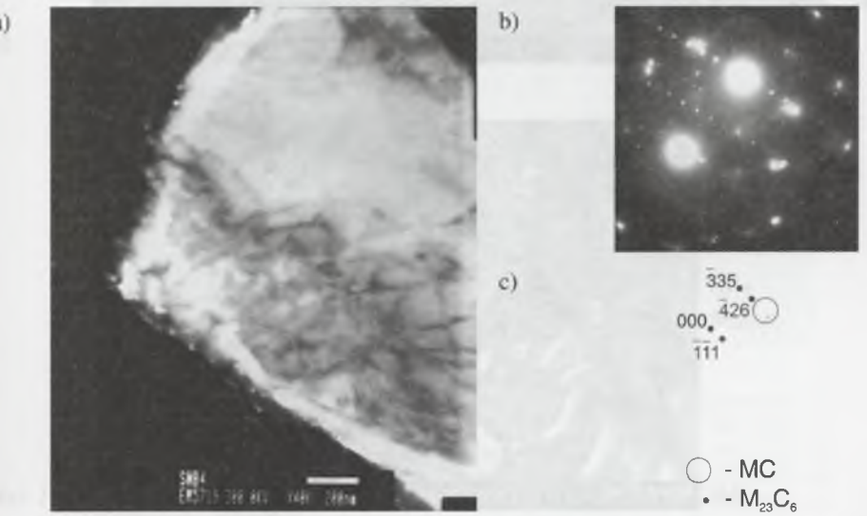
Otoczki wokół węglików pierwotnych występują w SNRFW także po odpuszczaniu – rys. 16.



Rys. 16. Węglik pierwotny MC z otoczką w odpuszczonym stopie 0-5-1-2Ti, FE SEM, x50 000

Fig. 16. The primary MC carbide with the framing in tempered 0-5-1-2Ti alloy, FE SEM, x50 000

Badania cienkich folii umożliwiły obserwację i identyfikację węglików $M_{23}C_6$ tworzących otoczkę wokół węglika pierwotnego typu MC w SNRFW z niobem – rys. 17.

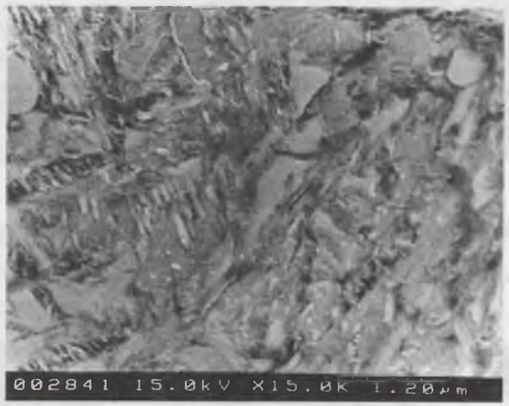


Rys. 17. Węglik pierwotny z otoczką w odpuszczonej stali 1-5-1-2Nb, cienka folia, TEM:
a) pole jasne, x3500,
b) dyfrakcja elektronowa węglika otoczki,
c) rozwiązanie dyfraktogramu (b)

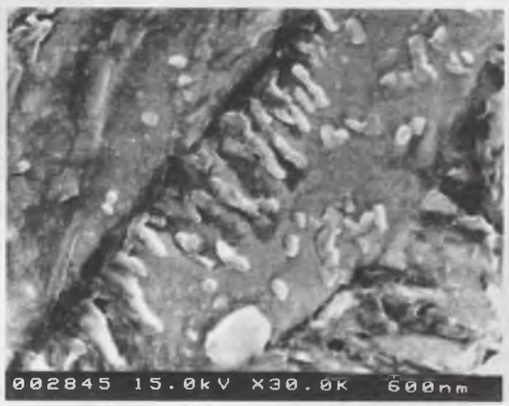
Fig. 17. Primary carbide with encircling particles in tempered 1-5-1-2Nb steel, thin foil, TEM:
a) bright field, x3500,
b) electron diffraction of surrounding carbide,
c) indexing of diffraction pattern (b)

Wszystkie gatunki badanych SNRFW charakteryzowały się występowaniem efektu twardości wtórnej podczas odpuszczania – tablica 3. W nieledeburytycznym stopie 0-5-1-3Ti-2Nb jest on spowodowany wydzieleniami na granicach i wewnątrz listew martenzytu węglików typu $M_{23}C_6$ o płytkowym kształcie [W20, W21]. Obserwacje SNRFW z niobem wykazały pojawienie się po odpuszczaniu wydłużonych wydzieleń o długości od kilkudziesięciu do kilkuset nanometrów – rys. 18.

a)



b)



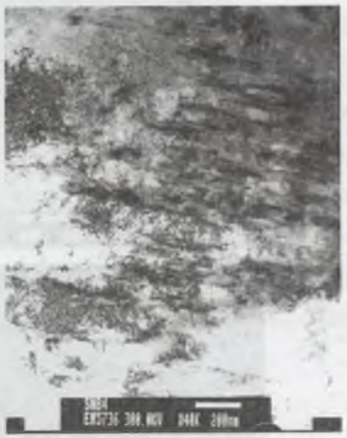
Rys. 18. Wydzielenia węglików w odpuszczonej stali 1-5-1-2Nb, FE SEM (a-x15000) i stali 6-5-1-3Nb (b-x30000)

Fig. 18. Carbide particles precipitation in tempered 1-5-1-2Nb steel, FE SEM (a-x15000) and 6-5-1-3Nb steel (b-x30000)

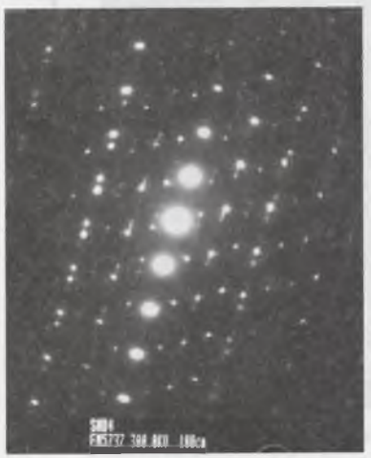
Obserwacje cienkich folii na elektronowym mikroskopie transmisyjnym JEOL JEM3010 (napięcie przyśpieszające 300 kV) potwierdziły obecność takich wydzieleń, natomiast ich elektronowa analiza strukturalna pozwoliła na ustalenie, że węglikiem pojawiającym się w piku twardości wtórnej obydwu gatunków niobowych jest węglik typu $M_{23}C_6$ – rys. 19, 20.

a)

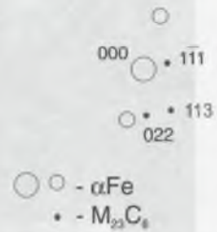
b)



c)

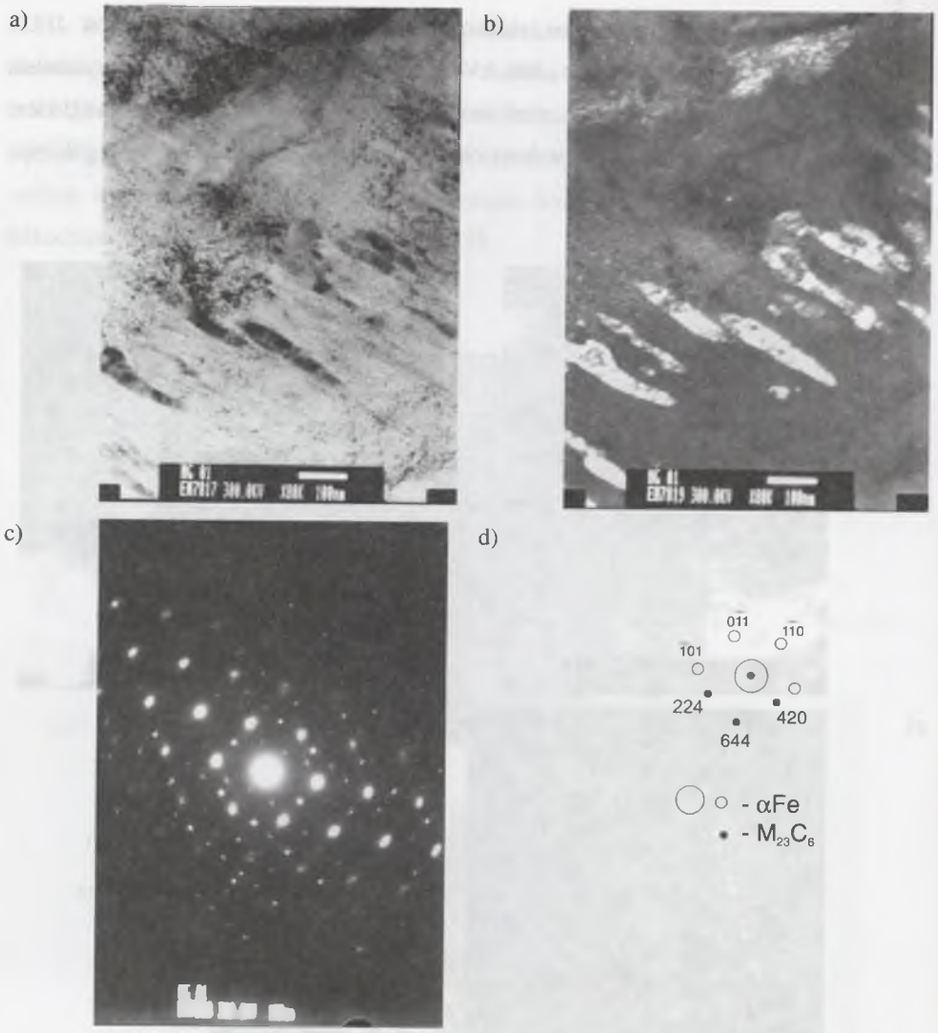


d)



Rys. 19. Wydzielenia węglików w odpuszczonej stali 1-5-1-2Nb, cienka folia, TEM:
a) pole jasne, x50 000,
b) pole ciemne w refleksie wydzielenia, x50 000,
c) dyfrakcja elektronowa,
d) rozwiązanie dyfraktogramu (c)

Fig. 19. Carbide particles precipitation in tempered 1-5-1-2Nb steel, thin foil, TEM:
a) bright field, x50 000,
b) dark field in precipitation reflex, x50 000,
c) electron diffraction ,
d) indexing of diffraction pattern (c)



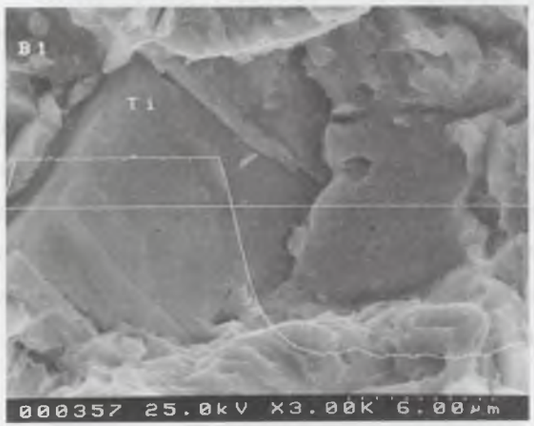
Rys. 20. Wydzielenia węglików w odpuszczonej stali 6-5-1-3Nb, cienka folia, TEM:
a) pole jasne, x80 000,
b) pole ciemne w refleksie wydzielenia, x80 000,
c) dyfrakcja elektronowa,
d) rozwiązanie dyfraktogramu (c)

Fig. 20. Carbide particles precipitration in tempered 6-5-1-3Nb steel, thin foil, TEM:
a) bright field, x80 000,
b) dark field in precipitation reflex, x80 000,
c) electron diffraction,
d) indexing of diffraction pattern (c)

3.3. Rola fazy węglikowej w mikromechanizmach dekohezji

Charakterystyczne cechy mikrostruktury SNRFW, szczególnie fazy węglikowej, mają wpływ na zjawiska dekohezji zachodzące w tych stopach. Mimo obecności węglików pierwotnych o wielkości powyżej 20 μm, tzn. przekraczającej wielkość wady krytycznej w postaci cząstki węglika (w stalach szybkotnących 8-15 μm [30]), elementy i narzędzia o znacznie zróżnicowanych przekrojach i kształtach nie ulegały pękaniu w badaniach porównawczych (tabl. 2)

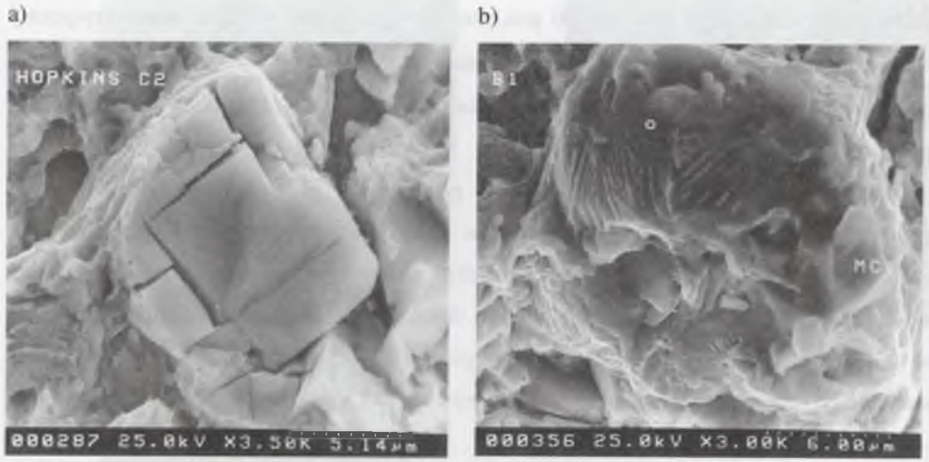
Obserwacje mikroskopowe (SEM) przełomów próbek (także z powłokami przeciwzużyciowymi) pozwoliły zaobserwować pewne charakterystyczne mikromechanizmy, w których istotną rolę odgrywają składniki strukturalne nowych stopów (zjawiska występujące podczas mikroścerania, badań wgłębnikiem oraz skrawania przedstawiono w dalszych rozdziałach). Na przełomach wszystkich próbek SNRFW uzyskanych w próbie statycznego zginania stwierdzono silne osadzenie w osnowie węglików pierwotnych typu MC – rys. 21.



Rys. 21. Przełom odpuszczonego stopu 0-5-1-2Ti z węglikiem pierwotnym typu MC bogatym w tytan, FE SEM, x3000 z liniowym rozkładem zawartości Ti

Fig. 21. Fracture of 0-5-1-2Ti tempered alloy with MC primary carbide rich in titanium, FE SEM, x3000 with linear distribution of Ti content

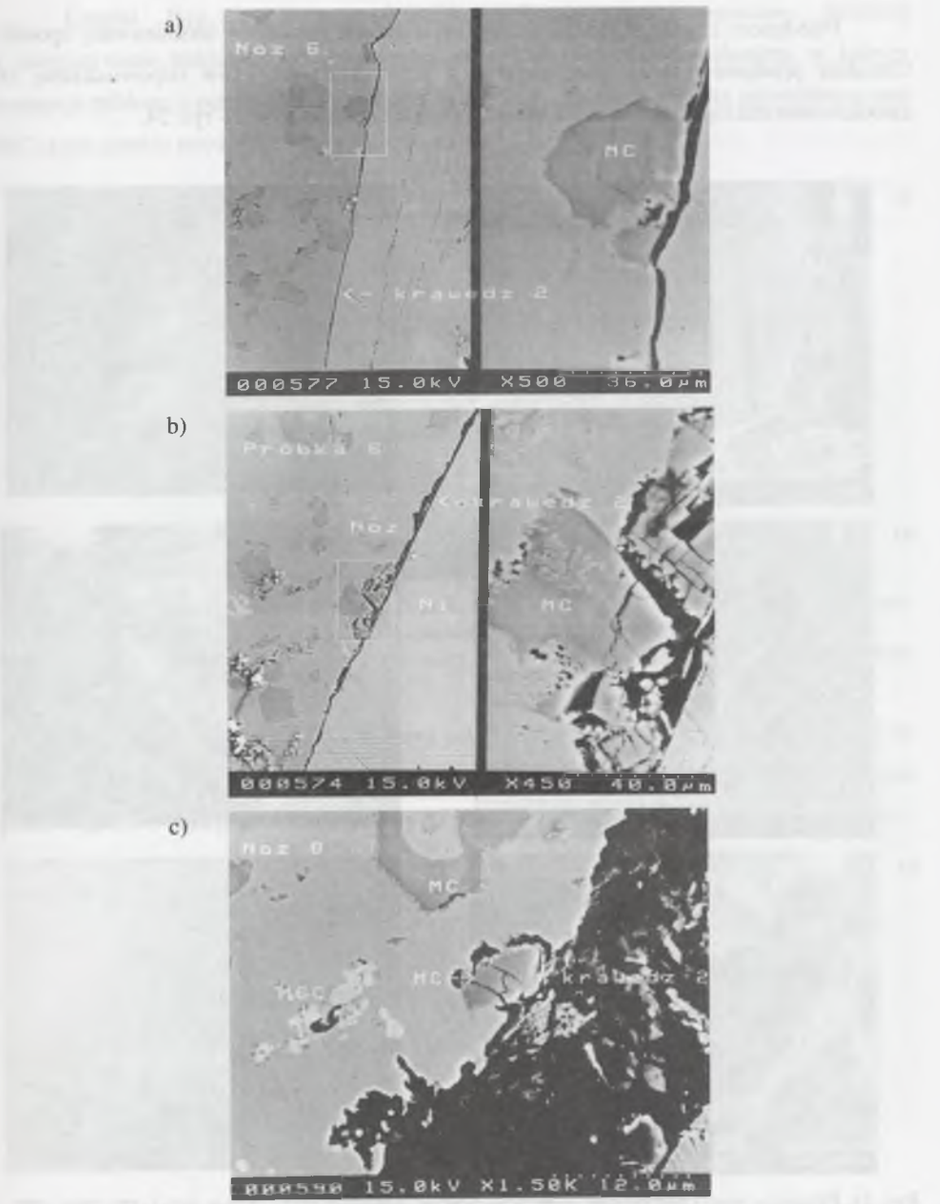
Często na przełomach widoczne były fragmenty pękniętych cząstek węglików pierwotnych MC z pozostałościami metalicznej osnowy (rys. 22). Świadczy to o silnym połączeniu węglika z osnową.



Rys. 22. Przełomy odpuszczonego stopu 0-5-1-3Ti-2Nb z pozostałościami metalicznej osnowy na pękniętych węglikach pierwotnych, FE SEM (a-x3500, b-x3000)

Fig. 22. Fracture of tempered 0-5-1-3Ti-2Nb alloy with metal matrix residuals on the cracked primary carbide, FE SEM (a-x3500, b-x3000)

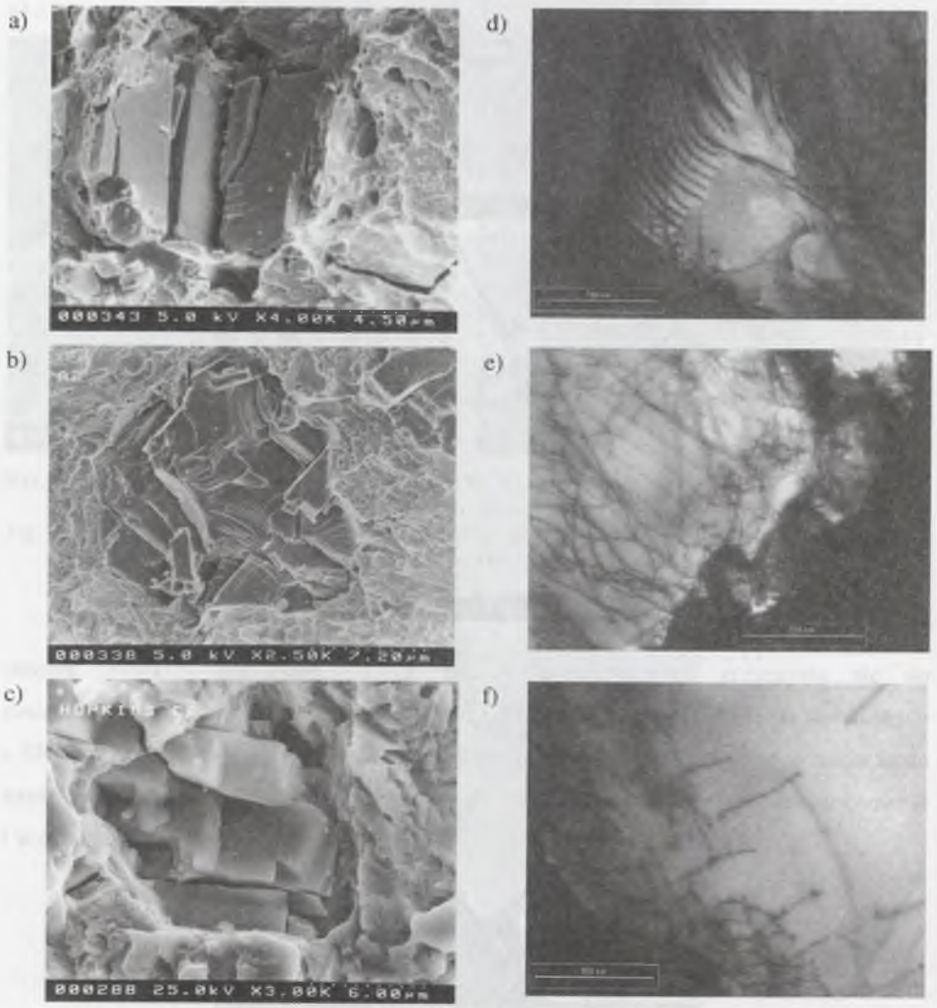
Silne osadzenie dużych węglików pierwotnych, wynikające głównie z obecności otoczek zwiększających powierzchnię granicy międzyfazowej, przyczynia się do równomiernego ścierania tych cząstek na krawędziach skrawających narzędzi wykonanych z SNRFW. Po dłuższym czasie pracy lub pod wpływem lokalnie zwiększonego tarcia może następować ich fragmentacja (z zachowaniem połączenia brzegów węglika z osnową) i w ostatniej fazie, sporadycznie, całkowite wyrywanie z osnowy – rys. 23.



Rys. 23. Krawędzie skrawające noży ze stopu 0-5-1-3Ti-2Nb, FE SEM:
a) równomierne ścieranie silnie osadzonej cząstki węglika MC, x500/x2500,
b) fragmentacja węglika MC z pozostałościami połączenia z osnową, x450/x2250,
c) wyrywanie cząstki węglika MC, x1500

Fig. 23. Cutting edges of tools made from 0-5-1-3Ti-2Nb alloy, FE SEM:
a) uniform wear of firmly embedded MC carbide particle, x500/x2500,
b) fragmentation of MC particle with partial particle-matrix bonding, x450/x2250,
c) MC carbide particle tearing off, x1500

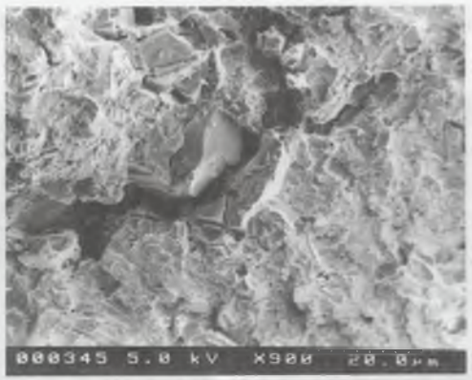
Pojedyncze cząstki węglików pierwotnych ulegają pękaniu w zróżnicowany sposób. Charakter przełomów może mieć związek z substrukturą węglików odpowiedzialną za zarodkowanie mikropęknięć wskutek łączenia i spiętrzania dyslokacji – rys. 24.



Rys. 24. Pęknięcia węglików pierwotnych typu MC w odpuszczonym stopie 0-5-1-3Ti-2Nb, (FE SEM, a-x2500, b-x3000, c-x4000), dyslokacje w węglikach MC przed próbą zginania, (TEM, d-f: x70 000)

Fig. 24. Fractures of MC primary carbides in tempered 0-5-1-3Ti-2Nb alloy, (FE SEM, a-x2500, b-x3000, c-x4000), dislocations in MC carbides before bending test, (TEM, d-f: x70 000)

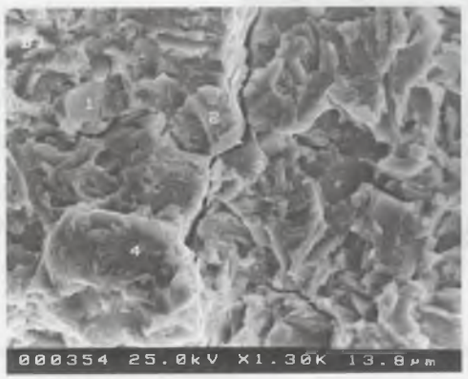
Cząstki fazy węglikowej SNRFW wpływają na generowanie, przebieg i zatrzymywanie mikropęknięć. Przełom na rys. 25 ilustruje mikromechanizm, w którym następuje relaksacja pęknięcia w metalicznej osnowie po dekohezji węglika pierwotnego typu MC (a nie granicy międzyfazowej węglik-osnowa).



Rys. 25. Przełom odpuszczonego stopu 0-5-1-3Ti-2Nb (FE SEM, x900), pęknięcie przechodzące przez węglik MC i jego relaksacja w osnowie

Fig. 25. Fracture of tempered 0-5-1-3Ti-2Nb alloy (FE SEM, x900), cracking through MC carbide particle and its relaxation in matrix

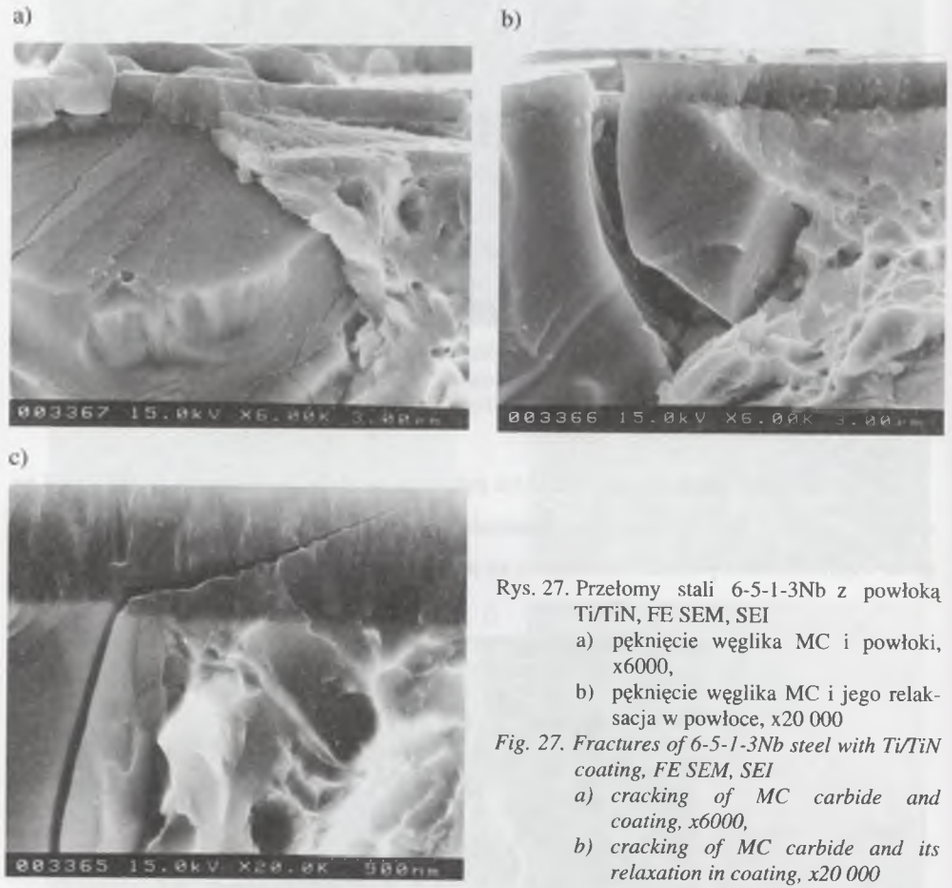
Możliwa jest także zmiana trajektorii pęknięcia po odbiciu się np. od węglika nr 4 na rys. 26 (widoczne jest również silne osadzenie w osnowie cząstek 1-4, przejście pęknięcia przez węglik 2-3 oraz pozostałości osnowy na powierzchni przełomu cząstek numer 1, 2 i 4).



Rys. 26. Przełom odpuszczonego stopu 0-5-1-3Ti-2Nb (FE SEM, x1300), zmiana trajektorii pęknięcia po odbiciu od cząstki węglika MC

Fig. 26. Fracture of tempered 0-5-1-3Ti-2Nb alloy (FE SEM, x1300), change of crack trajectory after bouncing from the MC carbide particle

Badania faktograficzne próbek z powłokami przeciwzużyciowymi w sąsiedztwie granic fazowych powłoka-węgliki pierwotne ujawniły ich rolę w procesie dekohezji. Mikromechanizm, w którym pęknięcie biegnie przez cząstkę węglika MC, a następnie przez powłokę (a nie przez granicę fazową), świadczy o dużej sile adhezji pomiędzy węglikiem i osnową oraz między węglikiem i powłoką (rys. 27).



Rys. 27. Przełomy stali 6-5-1-3Nb z powłoką Ti/TiN, FE SEM, SEI
a) pęknięcie węglika MC i powłoki, x6000,
b) pęknięcie węglika MC i jego relaksacja w powłoce, x20 000

Fig. 27. Fractures of 6-5-1-3Nb steel with Ti/TiN coating, FE SEM, SEI
a) cracking of MC carbide and coating, x6000,
b) cracking of MC carbide and its relaxation in coating, x20 000

3.4. Ocena udziału powierzchniowego fazy węglikowej

Ilościowa charakterystyka fazy węglikowej stopów narzędziowych dostarcza informacji niezbędnych we wszystkich etapach produkcji i eksploatacji tych tworzyw. W przypadku narzędzi lub części powlekanych pomaga kształtować elementy mikrostruktury odpowiedzialne za adhezję powłoki i jej zużycie kohezyjne związane z odkształceniem podłoża.

Parametry stereologiczne i opis rozmieszczenia cząstek fazy węglikowej przemysłowo produkowanych stali szybkotnących zostały udokumentowane w monografiach (np. [8]) i artykułach (np. [37]). W obszarze tematycznym badanych w rozprawie tytanowo-niobowych stopów narzędziowych o regulowanej fazie węglikowej uzyskane wyniki i osiągnięcia metodyczne przedstawiono w monografii [35] oraz publikacjach (np. [W22,W23]). W pracach własnych autora [W24-W28] szczególną uwagę poświęcono gatunkowi 0-5-1-3Ti-2Nb i jego opisowi metodami metalografii ilościowej (MI). W celu obiektywnej oceny udziału powierzchniowego A_A cząstek fazy węglikowej o znacznie zróżnicowanych rozmiarach i niejednorodnym rozmieszczeniu zaproponowano metodykę pomiarów, wykorzystującą różne techniki mikroskopii w kolejnych przedziałach wielkości węglików. Procedura taka polegała na pomiarach największych cząstek za pomocą mikroskopu świetlnego (MS), a następnie, w obszarach pomiędzy już zmierzonymi cząstkami, na ocenie węglików z następnego (mniejszego) przedziału wielkości z zastosowaniem elektronowej mikroskopii skaningowej (SEM). W podobny sposób (tzn. w obszarach pomiędzy wcześniej zmierzonymi elementami) oceniano udział najmniejszych węglików, ujawnionych na elektronowym mikroskopie transmisyjnym (TEM). Istotnym warunkiem połączonej metody MS+SEM+TEM-MI jest sposób obliczania całkowitego udziału powierzchniowego A_A, który nie może przekraczać jedności i wynosi:

$$A_A = (A_A)_{MS} + (A_A)_{SEM} + (A_A)_{TEM} - (A_A)_{MS} \cdot (A_A)_{SEM} - (A_A)_{MS} \cdot (A_A)_{TEM} - \\ - (A_A)_{SEM} \cdot (A_A)_{TEM} + (A_A)_{MS} \cdot (A_A)_{SEM} \cdot (A_A)_{TEM} \leq 1 \qquad (3)$$

Przydatność poszczególnych technik mikroskopowych nie jest determinowana wyłącznie ich zdolnością rozdzielczą. Kierując się przesłankami zawartymi w tabl. 4, można stwierdzić, że zastosowanie mikroskopii świetlnej i elektronowej skaningowej pozwala szczególnie efektywnie wykorzystać ich liczne zalety, zwłaszcza szeroki zakres powiększeń.

Natomiast stosunkowo liczne ograniczenia i niedogodności mikroskopii transmisyjnej opisane w tabl. 4 predestynują tę technikę do zastosowania w przypadkach uzasadnionych obecnością najmniejszych cząstek.

Tablica 4

Charakterystyka technik mikroskopii świetlnej i elektronowej w aspekcie ilościowej oceny cząstek fazy dyspersyjnej

Technika mikroskopii	Główne zalety	Główne wady
Mikroskopia świetlna (MS)	-możliwość objęcia dużego obszaru zgładu (dzięki czemu łatwiej oceniać cząstki o dużych rozmiarach, także nierównomiernie rozmieszczone) -możliwość zmniejszenia błędu pomiaru poprzez zwiększenie liczby analizowanych cząstek -na ogół łatwa preparatyka -dostępność urządzeń -łatwość pomiarów i rejestracji	-mała zdolność rozdzielcza (powodująca nieuwzględnianie najmniejszych cząstek i niedoszacowanie udziału objętościowego)
Elektronowa mikroskopia skaningowa (SEM)	-duży zakres powiększeń -możliwość i łatwość analizy dużych obszarów próbek (zgładów) -stosunkowo łatwa preparatyka pomiary i rejestracja	-w pewnych przypadkach ograniczona dostępność urządzeń
Elektronowa mikroskopia transmisyjna (TEM)	-największa zdolność rozdzielcza (pozwala na ujawnienie i ocenę cząstek o najmniejszych rozmiarach)	-obejmuje stosunkowo mały obszar badanego materiału (utrudnia wybór reprezentatywnego miejsca do badań, zwiększa wpływ niejednorodności rozmieszczenia cząstek oraz obniża liczbę mierzonych obiektów zwiększając wielkość błędu) -ograniczona dostępność urządzeń -najtrudniejsza preparatyka, pomiary i rejestracja

Ocenę węglików o powierzchni powyżej 1 μm^2 w wyżarzonych stalach 1-5-1-2Nb i 6-5-1-3Nb przeprowadzono na podstawie obrazów uzyskanych na mikroskopie świetlnym Neophot 32. Rejestrowano po 20 pól w obszarach przy powierzchni, w połowie promienia i w osi badanych prętów o średnicy 40 mm. W kolejnych przedziałach wielkości cząstek fazy węglikowej (0,05-1 μm^2 i 0,01-0,05 μm^2) zastosowano elektronowy mikroskop skaningowy

z zimną emisją FE Hitach S-4200. Uzyskane na tej podstawie parametry stereologiczne charakteryzujące udział, wielkość i kształt węglików w różnych obszarach prętów i przedziałach wielkości przedstawiono w tablicach 5-7.

Tablica 5

Wyniki analizy ilościowej węglików w wyżarzonych stalach 1-5-1-2Nb i 6-5-1-3Nb (/), zgłady poprzeczne (powierzchnia, ½ promienia, oś pręta ϕ 40), mikroskopia świetlna (MS), cząstki o wielkości powyżej 1 μm^2

Parametr stereologiczny*)	Miejsce analizy (odległość od osi pręta)					
	powierzchnia		½ promienia		oś	
	średnia	wsk. zm. [%]	średnia	wsk. zm. [%]	średnia	wsk. zm. [%]
Udział pow.[%]	5,1/7,9	64,3/21,2	4,3/6,8	48,5/32,9	6,0/8,4	31/30,5
Pole [μm^2]	4,5/8,5	144/158	8,3/11,8	209/182	7,5/13,6	201/192
Obwód [μm]	7,3/9,5	94,5/98,5	10,9/11,6	118/112	9,4/13,0	117/123
D max [μm]	3,3/3,8	62,7/75,7	4,5/4,4	73,3/83,7	3,7/4,7	84,7/90,4
D min [μm]	1,9/2,3	63,0/72,0	2,4/2,6	73,6/82,1	2,2/2,8	73,7/86,3
Wsp. kształtu	0,9/0,9	21,2/19,6	0,8/0,9	29,1/23,5	0,9/0,8	23,2/27,8
Wydłużenie	1,8/1,6	31,9/25,4	1,9/1,6	37,1/27,1	1,7/1,6	27,7/29,1
Śr. Fereta X [μm]	2,5/2,8	66,9/81,6	3,5/3,4	82,0/90,2	2,8/3,7	90,4/94,4
Śr. Fereta Y [μm]	2,6/2,9	66,5/81,4	3,4/3,4	74,0/90,1	2,7/3,5	89,2/97,7

*) D max, D min – maksymalna i minimalna cięciwa
Współczynnik kształtu = $4\pi A/l^2$ (A – pole powierzchni; l – obwód płaskiego przekroju)
Wydłużenie – stosunek D max/D min
Średnice Fereta X, Y – długość rzutu na oś X, Y
Wsk.zm.= 100 odch.st./średnia

Tablica 6

Wyniki analizy ilościowej węglików w wyżarzonych stalach 1-5-1-2Nb i 6-5-1-3Nb (/), zgłady poprzeczne pręta o średnicy 40 mm, elektronowa mikroskopia skaningowa SEM1, cząstki o wielkości 0,05 do 1 μm^2

Parametr stereologiczny*)	Miejsce analizy (odległość od osi pręta)			
	powierzchnia		oś	
	średnia	wsk. zm. [%]	średnia	wsk. zm. [%]
Udział pow.[%]	21,23/20,63	11,5/10,6	16,33/18,9	15,8/9,6
Pole [μm^2]	0,13/0,18	71,6/90,6	0,12/0,17	81,8/91,1
Obwód [μm]	1,57/1,66	47,0/57,5	1,52/1,60	46,7/56,8
D max. [μm]	0,54/0,60	39,9/51,5	0,53/0,58	40,1/50,6
D min. [μm]	0,34/0,39	36,1/43,0	0,32/0,38	36,3/42,7
Wsp. kształtu	0,68/0,81	26,6/23,6	0,67/0,82	26,4/22,4
Wydłużenie	1,59/1,56	25,7/26,9	1,66/1,54	26,4/24,1
Śr. Fereta X [μm]	0,46/0,50	44,0/51,9	0,51/0,49	48,8/51,9
Śr. Fereta Y [μm]	0,43/0,49	40,3/52,5	0,41/0,47	48,2/50,7

*) parametry zdefiniowane w tablicy 5

Tablica 7

Wyniki analizy ilościowej węglików w wyżarzonych stalach 1-5-1-2Nb i 6-5-1-3Nb (/), zgłady poprzeczne pręta o średnicy 40 mm, elektronowa mikroskopia skaningowa SEM2, cząstki o wielkości 0,01 do 0,05 μm²

Parametr stereologiczny*)	Miejsce analizy (odległość od osi pręta)			
	powierzchnia		oś	
	średnia	wsk. zm. [%]	średnia	wsk. zm. [%]
Udział pow.[%]	4,91/2,67	18,5/14,5	6,74/2,84	15,1/11,8
Pole [μm²]	0,02/0,03	77,4/45,4	0,02/0,03	79,3/43,7
Obwód [μm]	0,45/0,51	50,0/29,6	0,44/0,52	52,3/28,6
D max [μm]	0,17/0,21	47,6/28,9	0,17/0,21	49,4/27,4
D min [μm]	0,12/0,16	43,4/23,3	0,12/0,16	43,8/22,9
Wsp. kształtu	0,93/0,99	12,3/3,8	0,91/0,99	13,7/3,9
Wydłużenie	1,43/1,30	24,9/17,6	1,43/1,30	24,6/16,2
Śr. Fereta X [μm]	0,15/0,18	48,8/28,8	0,14/0,18	50,5/27,6
Śr. Fereta Y [μm]	0,14/0,17	48,2/28,1	0,14/0,18	49,1/26,7

*) parametry zdefiniowane w tablicy 5

Z oceny fazy węglikowej obydwu gatunków niobowych stali szybkotnących wynika, że udział i średnia wielkość (pole powierzchni i obwód) węglików o wielkości powyżej 0,05 μm² (MS, SEM1) są większe w stali 6-5-1-3Nb; w przedziale 0,01 do 0,05 μm² (SEM2) są one średnio także większe, ale przy nieznacznie mniejszym udziale powierzchniowym.

W poszczególnych przedziałach wielkości cząstek stwierdzono w tych stalach pewne różnice zależne od odległości miejsca analizy od osi pręta: węglików o powierzchni powyżej 1 μm² w obydwu stalach było więcej w osi prętów (były one także większe), w kolejnym przedziale wielkości (0,05 do 1 μm²), przy zbliżonym polu i obwodzie cząstek, było ich więcej w strefie bliższej powierzchni prętów. Największą jednorodnością rozmieszczenia charakteryzują się węgliki frakcji ocenianej w drugim etapie badań na mikroskopie skaningowym (SEM2: 0,01 do 0,05 μm²). Cząstki węglików w obydwu gatunkach stali, w odpowiednich przedziałach wielkości, niezależnie od umiejscowienia na zgładzie cechowały się bardzo zbliżonym kształtem, charakteryzowanym przez współczynnik kształtu, wydłużenie i średnice Fereta.

Ilościową ocenę udziału objętościowego fazy węglikowej w stalach 1-5-1-2Nb i 6-5-1-3Nb przeprowadzono zmodyfikowaną metodą połączoną, w której najpierw wykonuje się pomiary z zastosowaniem mikroskopu świetlnego (MS), a następnie w obszarach pomiędzy już zmierzonymi węglikami mierzony jest udział cząstek o mniejszych wymiarach na mikroskopie skaningowym (SEM1). W analogiczny sposób (pomiary między cząstkami o wielkości z poprzedzającego przedziału) są oceniane najmniejsze węgliki przy maksymalnych powiększeniach mikroskopu skaningowego (SEM2). Ponieważ tak uzyskane udziały powierzchniowe także nie są addytywne, całkowity udział A_A określony jest zależnością:

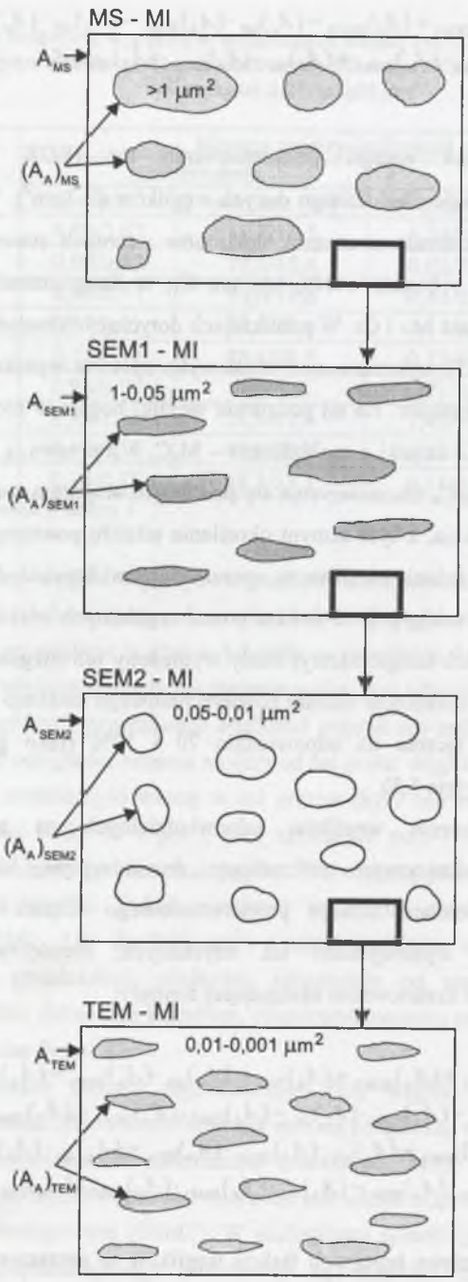
$$A_A = (A_A)_{MS} + (A_A)_{SEM1} + (A_A)_{SEM2} - (A_A)_{MS} \cdot (A_A)_{SEM1} - (A_A)_{MS} \cdot (A_A)_{SEM2} - (A_A)_{SEM1} \cdot (A_A)_{SEM2} + (A_A)_{MS} \cdot (A_A)_{SEM1} \cdot (A_A)_{SEM2} \leq 1 \quad (4)$$

Metodą spektroskopii energii promieniowania rtg (EDX Voyager 3500) przeprowadzono analizę składu chemicznego dużych węglików (≥ 1μm²). W grupie cząstek wykazujących jednakowy kontrast w obrazie elektronów wtórnych stwierdzono obecność trzech rodzajów węglików – bogate w Nb, Mo lub Cr; w konglomeratach występowała jednoczesna wysoka zawartość Mo i Cr. W publikacjach dotyczących badań fazy węglikowej w stalach szybkotnących [55] wykazano możliwość wykorzystania wyników badań metodą EDX do określania typu węglików. Na tej podstawie węgliki bogate w niob (najliczniejsze) uznano za węgliki typu MC, cząstki z molibdenem – M_6C, a z przewagą chromu – $M_{23}C_6$. Ponieważ węgliki MC i $M_{23}C_6$ charakteryzują się podobnym stopniem szarości, utrudniona jest ich automatyczna detekcja, a tym samym określenie udziału poszczególnych rodzajów węglików. Okazało się to jednak możliwe w oparciu o prawidłowość dotyczącą kształtu cząstek – węgliki typu MC miały prawie zawsze postać regularnych wieloboków, natomiast węgliki M_6C i $M_{23}C_6$ (lub ich konglomeraty) miały wydłużony lub rozgałęziony kształt. Na podstawie geometrycznych rozkładów udziału powierzchniowego ustalono udziały węglików MC oraz M_6C i $M_{23}C_6$ łącznie na odpowiednio 70 i 30% (jako graniczną wartość współczynnika kształtu przyjęto 0,5).

W celu uwzględnienia węglików odpowiedzialnych za twardość wtórną, zaobserwowanych na elektronowym mikroskopie transmisyjnym, należy rozszerzyć metodykę prowadzenia pomiaru udziału powierzchniowego cząstek fazy węglikowej – rys. 28. Prawidłowe wykorzystanie tak uzyskanych, nieaddytywnych udziałów powierzchniowych wymaga zastosowania następującej formuły:

$$A_A = (A_A)_{MS} + (A_A)_{SEM1} + (A_A)_{SEM2} + (A_A)_{TEM} - (A_A)_{MS} \cdot (A_A)_{SEM1} - (A_A)_{MS} \cdot (A_A)_{SEM2} - (A_A)_{SEM1} \cdot (A_A)_{SEM2} - (A_A)_{TEM} \cdot (A_A)_{MS} - (A_A)_{TEM} \cdot (A_A)_{SEM1} - (A_A)_{TEM} \cdot (A_A)_{SEM2} + (A_A)_{MS} \cdot (A_A)_{SEM1} \cdot (A_A)_{SEM2} + (A_A)_{MS} \cdot (A_A)_{SEM1} \cdot (A_A)_{TEM} + (A_A)_{MS} \cdot (A_A)_{SEM2} \cdot (A_A)_{TEM} + (A_A)_{SEM1} \cdot (A_A)_{SEM2} \cdot (A_A)_{TEM} - (A_A)_{MS} \cdot (A_A)_{SEM1} \cdot (A_A)_{SEM2} \cdot (A_A)_{TEM} \leq 1 \quad (5)$$

Udziały powierzchniowe kolejnych frakcji węglików w wyżarzonych, hartowanych i odpuszczonych stalach 1-5-1-2Nb i 6-5-1-3Nb, oraz całkowite udziały obliczone według wzorów (4) i (5), zestawiono w tablicy 8.



Rys. 28. Schemat pomiaru udziału fazy dyspersyjnej z zastosowaniem metody czteroetapowej
Fig. 28. Scheme of dispersive phase fraction measurement using four-stage method

Tablica 8

Wyniki oceny udziału powierzchniowego fazy węglikowej w stalach szybkotnących 1-5-1-2Nb i 6-5-1-3Nb (/) połączoną metodą MS+SEM1+SEM2+TEM-MI

Oceniana faza, przedział wielkości	Technika badawcza	Udział powierzchniowy [%]		
		Stan wyżarzony	Stan hartowany	Stan odpuszczony
Węgliki MC [1] $> 1\ \mu m^2$	Mikroskop świetlny (MS)	5,10/7,69	4,73/6,87	4,88/6,94
Węgliki $M_{23}C_6$, M_6C $1 \div 0,05\ \mu m^2$	Mikroskop skaningowy (SEM1)	18,78/18,24	9,54/8,62	6,62/6,75
Węgliki $M_{23}C_6$, M_6C $0,05 \div 0,01\ \mu m^2$	Mikroskop skaningowy (SEM2)	5,83/2,51	[2]	3,23/2,14
Węgliki $M_{23}C_6$ (po odpuszczaniu) $0,01 \div 0,001\ \mu m^2$	Mikroskop transmisyjny (TEM)	-	-	4,12/4,53[3]
Całkowity udział A_A wg wzorów (4) i (5)		27,42/26,42	13,82/14,90	17,59/18,93

[1] w tym około 10% dużych i/lub skoagulowanych węglików $M_{23}C_6$ i M_6C
[2] węgliki $M_{23}C_6$, M_6C o wielkości $< 0,05\ \mu m^2$ w stanie hartowanym przeanalizowano razem z węglikami o wielkościach $0,05 \div 1\ \mu m^2$
[3] sporadycznie występowały nierozpuszczone (sferoidalne) węgliki $M_{23}C_6$ i M_6C oraz płytkowe Fe_3C

W porównaniu ze stopem 0-5-1-3Ti-2Nb [W12] oba gatunki SNRFW z niobem charakteryzują się mniejszą zawartością węglików typu MC; podobnie jak w stopie tytanowo-niobowym węgliki te praktycznie nie ulegają rozpuszczeniu w czasie austenityzowania. Druga różnica to większa zawartość węglików $M_{23}C_6$ i M_6C; jednak w czasie austenityzowania we wszystkich trzech stalach rozpuszcza się podobna ich ilość (ok. 9%). Zbliżony jest także udział fazy węglikowej powstającej w czasie odpuszczania i powodującej we wszystkich tych stalach efekt twardości wtórnej.

3.5. Analiza zjawisk w procesie mikrościerania

Metodyka i wyniki mikrościerania próbek litych

Zużycie ścierne (abrazyjne) zachodzi przy względnym ruchu ciał pod obciążeniem normalnym na skutek usuwania materiału przez twarde cząstki lub nierówności tzw. przeciwpróbki lub współpracującej części maszyny. W Europie najbardziej popularny jest pochodzący z analizy systemowej podział abrazji na dwu- i trójelementową [56]. Jednak dokładniejsza ocena zachowania ścierniwa i stykających się elementów kwestionuje prawidłowość takiej klasyfikacji [45]. Na przykład, w teście wykorzystującym gumowe koło i piasek, a traktowanym jako typowy system trójelementowy, w momencie kontaktu z próbką przeważająca część piasku jest unieruchamiana i działa jak ziarna ściernicy. Inne podziały lub ich kombinacje oparte są na kryterium intensywności ścierania i możliwości kruchego pękania cząstek ścierniwa, są także krytykowane, głównie z powodu braku jednoznaczności. Niedoskonałości te w dużej mierze wyeliminowano w pracy [58], w której zaproponowano podział abrazji oparty na ostatecznym efekcie procesu:

- kierunkowe bruzdowanie (pozostający ze ścieranym materiałem obszar cząstek ściernych lub nierówności przeciwpróbki nie zmienia się),
- bezkierunkowe toczenie (materiał ścierany kontaktuje się ciągle z nowym obszarem cząstek ścierniwa).

Obszerny przegląd metod badania odporności na ścieranie przedstawiono w pracy [59]. Jedno z pierwszych doniesień na temat naukowych testów ścieralności prowadzonych w latach 1745-65 sporządził Łomonosow. W roku 1950 Grodziński przedstawił pierwszy test ścieralności w mikroskali. Niedawno, bo dopiero w roku 1979, po raz pierwszy zastosowano przeciwpróbkę w postaci sferycznej.

Większość metod ilościowej oceny odporności na ścieranie materiałów litych jest oparta na równaniu Archarda [60], opisującym ścieranie przy ruchu posuwistym:

$$Q=KN/H \tag{6}$$

Q - objętość V startego materiału na jednostkę drogi ścierania S, m^2,

K - bezwymiarowy współczynnik ścieralności,

N - siła normalna między próbką i przeciwpróbką, N,

H - twardość ścieranego (miększego) materiału lub próbki, N/m^2.

Wykazano [49], że w teście ze sferyczną przeciwpróbką objętość materiału usuniętego przez ziarna ścierne jest opisana zależnością równoważną równaniu (6):

$$V=kSN \tag{7}$$

S – droga ścierania, m,

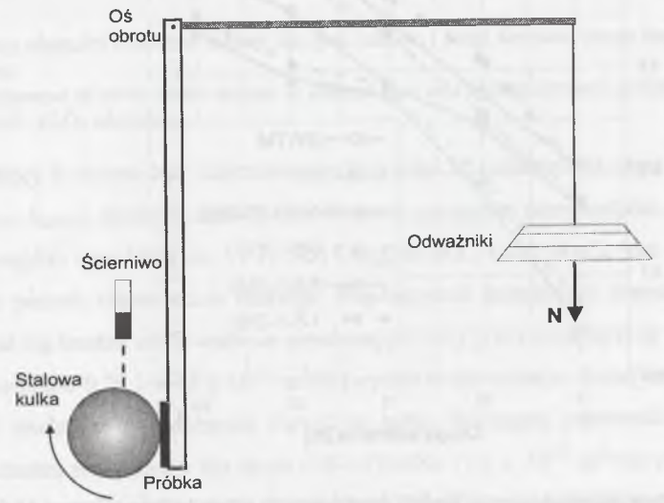
k – współczynnik ścieralności, m^2N^{-1}.

Zaletą modelu (7) jest to, że nie zawiera twardości ścieranego materiału, ponadto współczynnik k jest bardziej przydatny niż wynikający z równania (6) współczynnik K do porównań odporności na ścieranie różnorodnych materiałów (ceramiki, metali, polimerów).

Objętość utworzonego krateru w kształcie czaszy sferycznej o średnicy b, powstałego z użyciem kulki metalowej o średnicy R, jest dla $b<<R$ w przybliżeniu równa $\pi b^4/64R$ [49], a wtedy iloczyn drogi ścierania i siły normalnej wynosi:

$$SN \approx \frac{1}{k}\left(\frac{\pi b^4}{64R}\right) \tag{8}$$

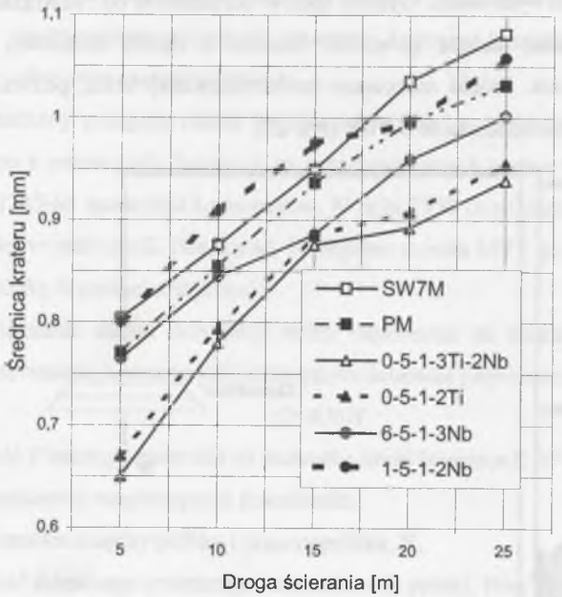
Eksperyment prowadzony dla serii rosnących dróg ścierania S pozwala uzyskać liniowy wykres $\pi b^4/64R$ w funkcji SN, jego współczynnik kierunkowy odpowiada wartości współczynnika ścieralności. Badania wykonano na urządzeniu Plint TE-66 (Phoenix Tribology Ltd., Newbury, UK), stosując piaskowaną kulkę o średnicy 25,4 mm i twardości 990 HV osadzoną na obrotowym wałku. System taki, w odróżnieniu od rozwiązań z kulką swobodną, zapewnia idealnie kulistą geometrię krateru, a dzięki eliminacji poślizgu – dokładność drogi ścierania. Próbki mocowano na łożyskowanej belce, pozwalającej na ustalenie siły normalnej z dokładnością do 0,01 N (rys. 29).



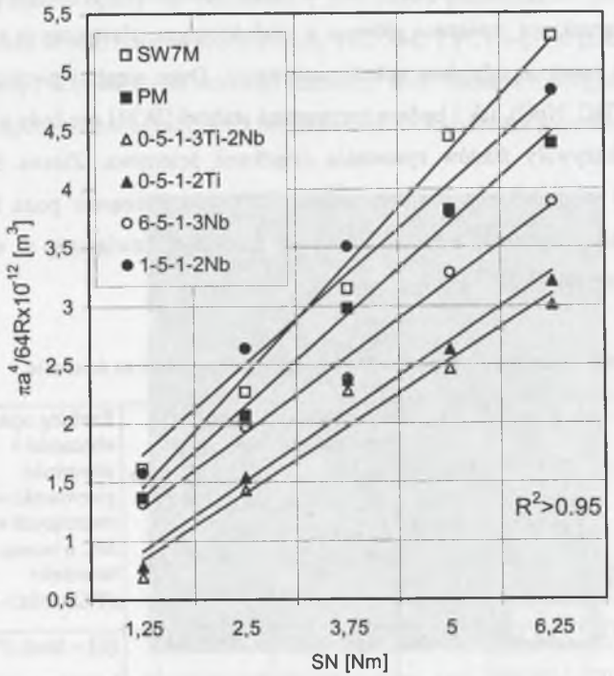
Rys. 29. Schemat stanowiska pomiarowego do badań odporności na ścieranie w mikroskali
Fig. 29. Scheme of micro-abrasion resistance tester

Jako medium abrazyjne zastosowano węglik krzemu (o średniej wielkości cząstek 4,5 μm, twardości 3100±300 HV_{50}) oraz tlenek glinu (odpowiednio 1 μm i 2300±200 HV_{50}) w postaci wodnej zawiesiny (0,75 g + 1 cm^3 H_2O). Ścierniwo było podawane co 7 sekund (ok. 0,5 g/minutę) na szczyt kulki. Próbka i kulka były przepłukiwane wodą destylowaną i osuszane przed rozpoczęciem testu przy kolejnych długościach drogi ścierania. Na podstawie wcześniejszych badań własnych [W29,W30] zastosowano następujące parametry testu: prędkość ścierania 0,05 m/s, siłę normalną 0,25 N oraz drogi ścierania, kolejno, 5, 10, 15, 20 i 25 metrów. Pomiary średnicy kraterów prowadzono na mikroskopie świetlnym z przystawką mikrometryczną, wartość średnią dla każdej drogi ścierania uzyskano z pomiarów dwóch kraterów, w dwóch prostopadłych kierunkach, ziarna ścierne oraz powierzchnie powstałych kraterów obserwowano na elektronowym mikroskopie skaningowym z zimną emisją FE SEM Hitachi S-4200 z przystawką EDX Voyager 3500.

Na rys. 30 przedstawiono wzrost wielkości krateru w zależności od drogi ścierania, a na rys. 31 zmiany objętości krateru $\pi b^4/64R$ w funkcji iloczynu *SN* w teście z użyciem ziaren Al_2O_3 (wykresy dla badań ziarnami SiC przedstawiono w [W31]).



Rys. 30. Zmiany wielkości krateru w funkcji drogi ścierania (stopy badane ziarnami Al_2O_3)
Fig. 30. Development of worn crater size vs sliding distance (alloys tested with Al_2O_3 abrasives)



Rys. 31. Zmiany objętości krateru w funkcji iloczynu nacisku i drogi ścierania (stopy badane ziarnami Al_2O_3)
Fig. 31. Development of worn crater volume vs normal load and sliding distance product (alloys tested with Al_2O_3 abrasives)

W tablicy 9 zestawiono obliczone współczynniki ścieralności dla obydwu rodzajów ścierniwa (k_{SiC}, k_{Al2O3}), twardości badanych stali, sumy zawartości pierwiastków metalicznych tworzących węgliki typu MC (tzn. V, Ti, Nb) i węgliki M_6C, M_2C, $M_{23}C_6$ (tzn. Cr, W, Mo); w nawiasach podano odpowiednie rankingi. Współczynnik ścieralności ziarnami SiC stali SW7M okazał się bardzo bliski wartości uzyskanej w innej pracy stosującej tę samą metodę [59] – odpowiednio 9,79 i 9,40 x 10^{-13} m^2/N (wyniki te świadczą o dobrej odtwarzalności metody przy zachowaniu podobnych warunków testu). Najlepszą odporność na ścieranie węglikiem krzemu stwierdzono dla stopu 0-5-1-3Ti-2Nb (7,2 x 10^{-13} m^2/N), następnie stali 6-5-1-3Nb (8,04 x 10^{-13} m^2/N) i 0-5-1-2Ti (8,86 x 10^{-13} m^2/N); wartości te są istotnie niższe niż dla stali SW7M. Z tablicy 9 wynika, że ranking odporności na ścieranie ziarnami SiC jest

skorelowany z sumaryczną zawartością pierwiastków tworzących w badanych stalach węgliki typu MC.

Obserwacje kraterów powstających w czasie badań ziarnami SiC [W30] wykazały typową abrazję bezkierunkową, związaną głównie z wielokrotnym, plastycznym naciskiem ziaren ścierniwa oraz pewnym udziałem mikrobruzdowania. Duże węgliki pierwotne typu MC zarówno czyste (TiC, NbC), jak i będące roztworami stałymi [W31] nie były wyrywane z osnowy i nie wykazywały śladów rysowania cząstkami ścierniwa. Ziarna SiC były sporadycznie wbijane w metaliczną osnowę; widma EDX takich cząstek poza krzemem i węglem wykazywały obecność żelaza, chromu i molibdenu związaną z wpływem otaczającej fazy metalicznej [W30].

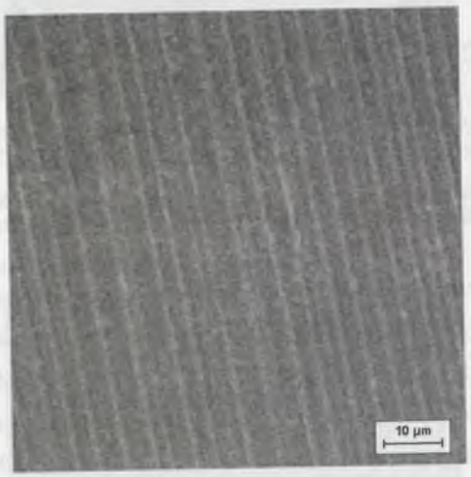
Tablica 9

Współczynniki ścieralności stopów oraz rankingi ich odporności na ścieranie

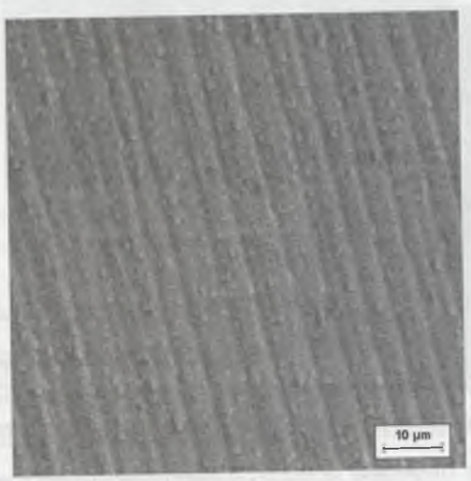
Rodzaj stopu W-Mo-V-(Ti-Nb)	Twardość stopu [HRC]	$k_{Al_2O_3}$ [$x10^{-13}$ m^2N^{-1}]	k_{SiC} [$x10^{-13}$ m^2N^{-1}]	Pierwiastki tworzące węgliki MC (ΣV,Ti,Nb) [% wag.]	Pierwiastki tworzące węgliki typu M_6C, M_2C, $M_{23}C_6$ (ΣCr,W,Mo) [% wag.]	Ranking oparty na obecności i zawartości pierwiastków tworzących węgliki MC o rosnącej twardości (TiC→NbC→VC)
6-5-2 (SW7M)	64,0 (5)	7,54 (6)	9,79 (5)	1,9 (6)	15,5 (1)	(6) – brak Ti, Nb
3-3-4 (PM)	64,5 (4)	6,17 (5)	8,24 (3)	4,0 (3)	9,0 (3)	(5) – jw., więcej V
0-5-1-3Ti-2Nb	66,9 (1)	4,23 (1)	7,20 (1)	6,3 (1)	9,4 (3)	(1) – 3.1% Ti
0-5-1-2Ti	63,7 (6)	4,60 (2)	8,86 (4)	2,8 (5)	9,6 (3)	(2) – 1.5% Ti
6-5-1-3Nb	65,5 (3)	5,03 (3)	8,04 (2)	4,4 (2)	15,7 (1)	(3) – brak Ti
1-5-1-2Nb	66,3 (2)	5,96 (4)	-	3,0 (4)	10,1 (2)	(4) – jw., mniej Nb

W testach ze ścierniwem Al_2O_3 największą odporność na ścieranie wykazały gatunki zawierające tytan (0-5-1-3Ti-2Nb, 0-5-1-2Ti), następnie gatunki z niobem (6-5-1-3Nb, 1-5-1-2Nb) oraz handlowe gatunki (PM 3-3-4 i SW7M). Współczynniki ścieralności badanych tytanowo-niobowych SNRFW w teście z ziarnem korundowym zawierają się w przedziale 4,23-5,96 $x10^{-13}$ m^2/N i są istotnie niższe od uzyskanego dla klasycznej stali SW7M ($k_{Al_2O_3}$=7,54 $x10^{-13}$ m^2/N). Ranking odporności na ścieranie ziarnami Al_2O_3 wykazuje słabą korelację z sumarycznymi zawartościami pierwiastków tworzących w stali węgliki typu

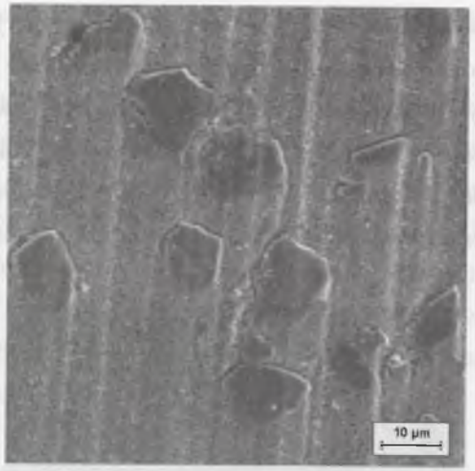
MC, pierwiastków węglikotwórczych faz M_6C, M_2C, $M_{23}C_6$, jak i z wartościami makroskopowej twardości badanych stali. Natomiast prezentowany w ostatniej kolumnie tabl. 9 ranking oparty na obecności i zawartości pierwiastków tworzących najtwardsze kolejno fazy w stali (tzn. od najtwardszej, TiC, NbC i VC) w pełni pokrywa się z kolejnością wynikającą z odporności na ścieranie badanych stali. Badania fraktograficzne SEM wykazały typowy mechanizm kierunkowego bruzdowania we wszystkich gatunkach (np. rys. 32-34).



Rys. 32. Kierunkowe bruzdowanie stali SW7M ziarnami Al_2O_3, FE SEM, SEI, x700
Fig. 32. Directional grooving of SW7M steel by Al_2O_3 abrasives, FE SEM, SEI, x700

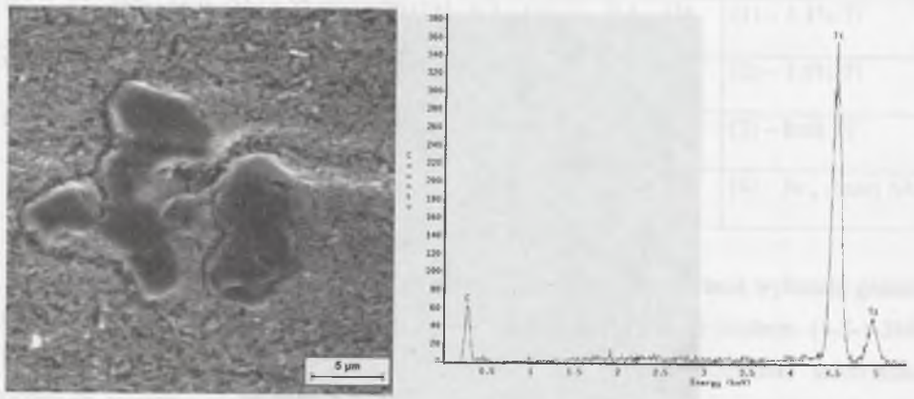


Rys. 33. Kierunkowe bruzdowanie stali 3-3-4 (PM) ziarnami Al_2O_3, FE SEM, SEI, x700
Fig. 33. Directional grooving of 3-3-4 (PM) steel by Al_2O_3 abrasives, FE SEM, SEI, x700

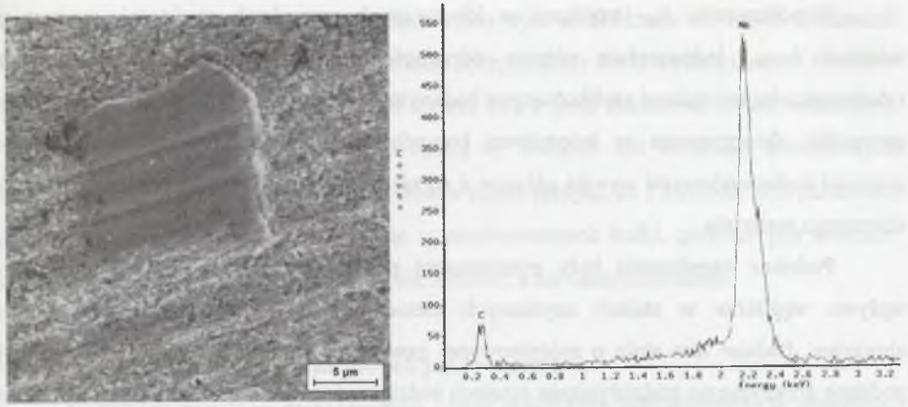


Rys. 34. Kierunkowe bruzdowanie stopu 0-5-1-3Ti-2Nb ziarnami Al_2O_3, FE SEM, SEI, x700
Fig. 34. Directional grooving of 0-5-1-3Ti-2Nb alloy by Al_2O_3, abrasives, FE SEM, SEI, x700

W badanych tytanowo-niobowych stopach narzędziowych obecność dużych węglików pierwotnych typu MC silnie wpływa na abrazyjne działanie ścierniwa i wynikające z niego mikromechanizmy zużycia. Stwierdzono, że cząstki węglika MC często powodują zatrzymanie bruzdy tworzonej przez ziarno ścierniwa, analiza chemiczna węglików o takim blokującym działaniu wykazała, że są to czyste węgliki TiC (rys. 35), natomiast węgliki rysowane przez ścierniwo są węglikami NbC lub VC, albo roztworami stałymi na bazie węglika MC, bogatymi w niob i /lub wanad (rys. 36).

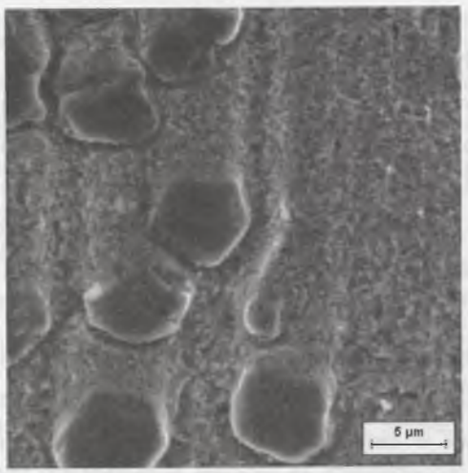


Rys. 35. Blokowanie rysy przez węglik TiC w stopie 0-5-1-2Ti badanym ścierniwem Al_2O_3, FE SEM, SEI, x2000
Fig. 35. Scar stoppage by TiC particle in 0-5-1-2Ti alloy tested with Al_2O_3 abrasives, FE SEM, SEI, x2000



Rys. 36. Rysowanie węglika NbC w stali 1-5-1-2Nb badanej ścierniwem Al_2O_3, FE SEM, SEI, x1800
Fig. 36. Grooving of NbC carbide in 1-5-1-2Nb steel tested with Al_2O_3,abrasives FE SEM, SEI, x1800

Drugie zjawisko polega na zmianie trajektorii rysy, przykładowo zilustrowane na rys. 37 (pełną dokumentację przedstawiono w pracy [W32]).



Rys. 37. Zmiana trajektorii rysy w stopie 0-5-1-2Ti badanym ścierniwem Al_2O_3, FE SEM, SEI, x1800
Fig. 37.Change of scar trajectory in 0-5-1-2Ti alloy tested with Al_2O_3, abrasives, FE SEM, SEI, x1800

Porównanie mikrofotograffi na rys. 32 i 33 z rys. 34, wykonanych przy jednakowym powiększeniu mikroskopu skaningowego, pokazuje, że oba te mechanizmy związane z obecnością dużych węglików pierwotnych w stalach powodują wzrost odległości pomiędzy równoległymi bruzdami powstającymi w czasie testu mikrościerania ziarnami Al_2O_3. Gęstość tych rys jest proporcjonalna do objętości startego materiału, co tłumaczy różnice w wartościach współczynników ścieralności stali handlowych i SNRFW.

Współczynniki k_{SiC} uzyskane w identycznych warunkach są istotnie wyższe od wartości $k_{Al_2O_3}$, jednocześnie różnice odporności na ścieranie między handlowymi i doświadczalnymi stalami szybkotnącymi badanymi ścierniwami SiC i Al_2O_3 są większe w przypadku eksperymentu ze ścierniwem korundowym. Większa intensywność ścierania ziarnami karborundowymi wynika głównie z wyższego stosunku ich twardości do twardości ścieranego materiału.

Podobne zagadnienia były przedmiotem pracy Bergmana i in. [62], dotyczącej wpływu węglików w stalach uzyskanych metodami metalurgii proszków na zużycie abrazyjne. Badane tam stale o zróżnicowanej zawartości węglików typu M_6C i VC były poddane abrazyjnemu oddziaływaniu czterech rodzajów ścierniwa – oliwinu, tlenku krzemu, karborundu i korundu. Wzrost zawartości fazy węglikowej w stali poprawiał odporność na ścieranie tylko wtedy, gdy cząstki ścierniwa były bardziej miękkie od węglików, tzn. dla oliwinu i tlenku krzemu. W przypadku SiC (ok. 3100 HV) i Al_2O_3 (ok. 2300 HV) intensywność ścierania była praktycznie jednakowa, niezależnie od zawartości węglików w stali. Oznacza to, że decydujące były właściwości osnowy, a węgliki VC (ok. 2000 HV) i M_6C (ok. 1400 HV) były ścierane w tym samym stopniu co osnowa.

W badanych w tej pracy tytanowo-niobowych stopach narzędziowych relacje twardości są jednak inne – twardości węglika NbC (ok. 2250 HV) i TiC (ok. 2500 HV) mają wartości leżące pomiędzy twardościami korundu i karborundu (odpowiednio ok. 2300 i 3100 HV). Ma to wyraźne odzwierciedlenie w wynikach uzyskanych w testach ścieralności – różnice w odporności na zużycie abrazyjne gatunków handlowych i doświadczalnych były wyższe w badaniach z użyciem korundu o mniejszej twardości niż SiC. Ujawnione mikromechanizmy zużycia i wartości współczynników ścieralności świadczą o tym, że węgliki pierwotne TiC i częściowo NbC w stalach nieledeburytycznych są dostatecznie twarde i silnie osadzone w metalicznej osnowie, żeby działać jako składnik strukturalny zmniejszający abrazyjne oddziaływanie ziaren Al_2O_3 na drodze kierunkowego bruzdowania.

Zaproponowana analiza oparta na relacjach twardości tłumaczy niską pozycję stali SW7M zawierającej 1,9% wanadu, ale bez tytanu i niobu, a także stali PM 3-3-4 pomimo zawartości 4% wanadu. Wyniki te zarówno ilościowe (współczynniki ścieralności), jak i jakościowe (mikromechanizmy abrazji) świadczą o korzystnym wpływie dużych węglików pierwotnych tytanu i niobu w nowych stalach o regulowanej fazie węglikowej.

Mechanizm zużycia w badaniach z użyciem karborundu jest związany, używając cytowanej już nowej klasyfikacji, z bezkierunkowym toczeniem ścierniwa. Większa

skłonność korundu do kierunkowego bruzdowania była stwierdzona w innych badaniach [59, 62]. W tej pracy dodatkowym czynnikiem sprzyjającym temu mechanizmowi ścierania było piaskowanie powierzchni kulki przed testami (R_a=3 μm). Szerokość bruzd widocznych na stalach konwencjonalnych odpowiada raczej tej wartości niż wielkości korundowych ziaren ściernych (odpowiednio 3 i 1 μm). Można zatem przyjąć, że z powodu tych zależności wymiarowych ziarna Al_2O_3 były więzione w nierównościach kulki, podczas gdy znacznie większe ziarna SiC (4,5 μm) były przeważnie toczone, a nie unieruchamiane.

Metodyka i wyniki mikrościerania próbek pokrywanych

Teoretyczne podstawy trybologicznej oceny materiałów pokrywanych, w przypadku penetracji powłoki przez kulkę, stwarza model uwzględniający zarówno podłoże (indeks *s*), jak i powłokę (indeks *c*) [63, 69]:

$$SN = \left(\frac{V_s}{k_s} - \frac{V_c}{k_c} \right) \tag{9}$$

W teście ścieralności w mikroskali materiału z powłoką o grubości t otrzymuje się dla rosnącej drogi ścierania szereg kraterów o zwiększającej się średnicy a odsłoniętego podłoża i średnicy zewnętrznej b okręgu stanowiącego granicę startej powłoki. Po podstawieniu wzorów na całkowitą startą objętość i objętość startej powłoki otrzymuje się [61]:

$$\frac{SN}{b^4} = \left(\frac{k_s - k_c}{k_s k_c} \right) \left(\frac{\pi t}{4b^2} - \frac{\pi R t^2}{b^4} \right) + \left(\frac{1}{k_s} \right) \left(\frac{\pi}{64} \right) \tag{10}$$

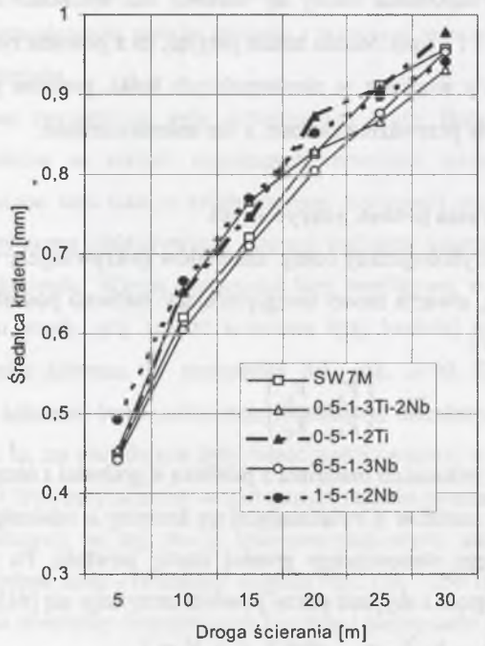
Obliczenie wyrazu wolnego i współczynnika kierunkowego nachylenia pozwala na jednoczesne wyznaczenie współczynników ścieralności k_S i k_C (przy $t = b^2 - a^2/8R$).

Taka metodyka pomiarów i analizy danych zapewnia reprezentatywność wartości k_S dla podłoża pod powłoką w miejscu pomiaru. Unika się również potrzeby oddzielnego usuwania części powłoki dla określenia wartości k_S, minimalizując w ten sposób zasięg uszkodzeń związanych z przeprowadzeniem próby i redukując o połowę liczbę oddzielnych testów wymaganych dla określenia współczynnika ścieralności powłoki k_C.

Badania przeprowadzono na czterech gatunkach SNRFW z powłokami TiN i Ti/TiN naniesionymi metodą PVD. Zastosowano ścierniwo SiC o średniej wielkości ziaren 4,5 μm; w celu zwiększenia dokładności dodatkowo przeprowadzono test przy drodze ścierania równej 30 metrów.

Przebieg zmian średnicy krateru w funkcji drogi ścierania dla próbek z powłoką Ti/TiN przedstawia rys. 38 (pozostałe wykresy oraz pełną dokumentację fraktograficzną

zamieszczono w pracy [W33]). Wszystkie próbki uległy zużyciu na drodze abrazji bezkierunkowej. Węgliki pierwotne typu MC w stalach doświadczalnych pozostawały trwale osadzone w osnowie i nie były rysowane ziarnami karborundu.



Rys. 38. Zmiany wewnętrznej średnicy krateru próbek z powłoką Ti/TiN
Fig. 38. Development of crater inner diameter of Ti/TiN coated samples

Metoda analizy danych musiała być opracowana z uwzględnieniem faktu, że granica między startym i nienaruszonym przez ziarna ścierne obszarem powłoki jest trudna do zdefiniowania, co zwiększa błąd pomiaru zewnętrznej średnicy krateru *b*. Natomiast granica pomiędzy startym podłożem i powłoką jest wyraźniejsza, pozwalając na dokładny pomiar wewnętrznej średnicy *a*. Dlatego zaproponowano metodę analizy danych opartą na średnicach wewnętrznego krateru oraz wykorzystaniu wcześniej wyznaczonych wartości współczynnika ścieralności podłoża. Przekształcone równanie (9):

$$\left(SN - \frac{V_S}{k_S}\right) = \frac{1}{k_C} V_C \qquad (11)$$

wzór na objętość V_S krateru (ważny dla $a<<R$):

$$V_S = \frac{\pi a^4}{64R} \qquad (12)$$

oraz wzór na objętość V_C startej powłoki [W33]:

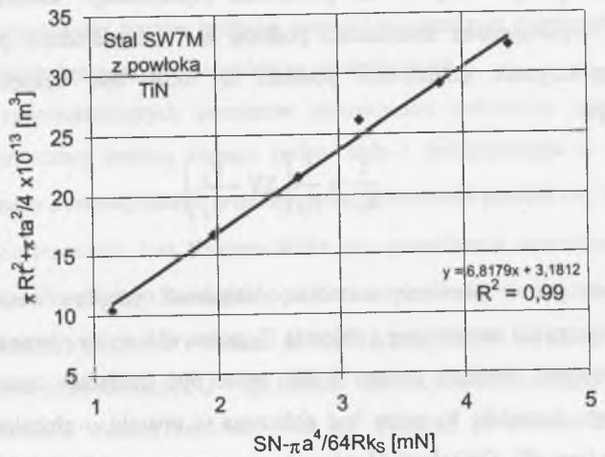
$$V_C = \pi R t^2 + \frac{\pi t a^2}{4} \qquad (13)$$

prowadzą do zależności:

$$SN - \frac{\pi a^4}{64 R k_S} = \frac{1}{k_C}\left(\pi R t^2 + \frac{\pi t a^2}{4}\right) \qquad (14)$$

pozwalającej na wyznaczenie współczynników ścieralności k_C badanych powłok.

Przykładowy wykres $\pi Rt^2 + \pi ta^2/4$ w funkcji $SN\text{-}\pi a^4/64Rk_S$ dla stali SW7M z powłoką TiN pokazano na rys. 39. Wykresy regresji prostoliniowej wszystkich pozostałych stali i powłok charakteryzowały się także statystycznie istotnym współczynnikiem korelacji R^2 większym niż 0,94 [W33]. Obliczone współczynniki ścieralności dla badanych próbek z powłokami TiN i Ti/TiN zestawiono w tablicy 10.



Rys. 39. Wykres zależności $\pi Rt^2 + \pi ta^2/4$ w funkcji $SN\text{-}\pi a^4/64Rk_S$ dla stali SW7M z powłoką TiN
Fig. 39. Graph of $\pi Rt^2 + \pi ta^2/4$ versus $SN\text{-}\pi a^4/64Rk_S$ for SW7M steel with TiN coating

Tablica 10

Współczynniki ścieralności badanych stopów i powłok

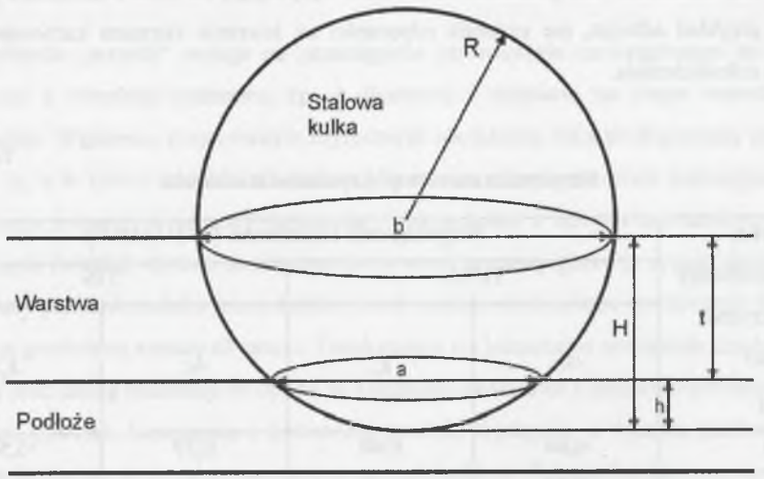
Rodzaj stopu W-Mo-V-(Ti/Nb)	Współczynnik ścieralności [$m^2N^{-1}x10^{-13}$]				
	Podłoże	Powłoka Ti/TiN		Powłoka TiN	
	k_S	k_C	k_C^*	k_C	k_C^*
6-5-2 (M2)	9,79	5,76	5,85	6,82	6,85
0-5-1-3Ti-2Nb	7,20	5,83	6,65	5,59	6,19
0-5-1-2Ti	8,86	6,88	6,78	6,52	6,64
6-5-1-3Nb	8,04	6,44	6,73	6,81	6,76
1-5-1-2Nb	8,52	5,30	5,97	6,23	6,51
Średnia	-	6,04	6,40	6,39	6,59
Odchylenie stand.	-	0,55	0,40	0,46	0,23

W celu uproszczenia pomiarów i analizy danych oraz poszerzenia możliwości testu zaproponowano podejście oparte na pomiarach pojedynczego krateru, wcześniejszym wyznaczeniu współczynnika ścieralności podłoża k_S i bezpośrednim pomiarze grubości powłoki. Współczynnik ścieralności powłoki k_C może być bezpośrednio obliczony z zależności (9):

$$\frac{1}{k_C} = \frac{1}{V_C}\left(SN - \frac{V_S}{k_S}\right) \tag{15}$$

Podobnie jak w pierwszej metodzie, dokładność pomiaru wewnętrznej średnicy krateru jest większa niż zewnętrznej i objętość V_S można obliczyć z równania (12). Ponieważ długość zewnętrznej średnicy krateru b nie może być dokładnie zmierzona, całkowita objętość startego materiału V_T może być obliczona w oparciu o głębokości odpowiedniej czaszy kulistej (rys. 40). Głębokość H całego krateru jest sumą głębokości h startego podłoża ($h \approx a^2/8R$ [41]) i grubości powłoki t (tzn. $H=h+t$); pozwala to zastosować następujący wzór na objętość czaszy sferycznej:

$$V_T = R\pi H^2 - \frac{\pi}{3}H^2 \tag{16}$$



Rys. 40. Schemat krateru powstającego w próbce z powłoką
Fig. 40. Scheme of crater formation in coated sample

Po obliczeniu objętości V_T i V_S, objętość startej powłoki V_C łatwo uzyskać jako ich różnicę ($V_C = V_T - V_S$). Ponieważ w klasycznym podejściu opartym na zależności (10) grubość powłoki t obliczana jako $(b^2 - a^2)/8R$ jest silnie zależna od niedokładnej wartości średnicy b, wydaje się, że bezpośredni pomiar grubości powłoki na przekroju poprzecznym, możliwie blisko odpowiedniego krateru, istotnie zwiększy jej dokładność.

Do tak zaprojektowanych pomiarów zastosowano mikroskop skaningowy SEM i metody automatycznej analizy obrazu (pełny opis i dokumentacja w pracy [W16]). Obliczone w opisany powyżej sposób współczynniki ścieralności powłok (k_C^*) przedstawiono w tablicy 10. Zastosowano test Shapiro-Wilka do sprawdzenia normalności rozkładów wartości k_C i k_C^* dla obydwu badanych powłok i stwierdzono, że można użyć statystyk opartych na rozkładach Studenta i Fishera do obiektywnej oceny wyników – tabl. 11. Na podstawie wyników testu istotności „F" dla różnicy wariancji ustalono liczbę stopni swobody w teście „t" istotności różnicy średnich. Test ten wykazał, że różnice między średnimi wartościami współczynników ścieralności k_C i k_C^* wyznaczonymi obiema metodami dla powłok TiN i Ti/TiN są statystycznie nieistotne; oznacza to, że metody te mają zbliżoną dokładność. W podobny sposób porównano współczynniki ścieralności obydwu powłok (dolna część tabl. 11). Różnice pomiędzy powłokami, niezależnie od metody analizy danych,

okazały się nieistotne, tzn. podwarstwa tytanowa wpływająca na inne właściwości powłok, jak na przykład adhezja, nie zmieniła odporności na ścieranie ziarnami karborundowymi metodą mikrościerania.

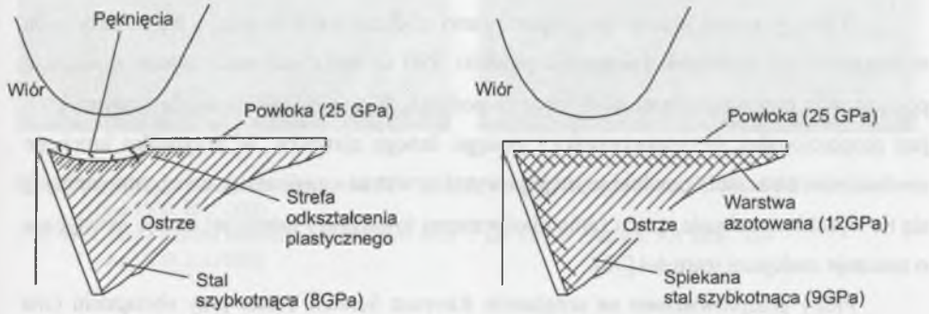
Tablica 11

Statystyczna ocena współczynników ścieralności

Statystyka, test statystyczny (współczynnik istotności α=0,05)	Współczynnik ścieralności [$m^2N^{-1}x10^{-13}$]			
	Ti/TiN		TiN	
	k_C	$k_C^{'}$	k_C	$k_C^{'}$
Średnia	6,04	6,40	6,39	6,59
Wariancja	0,30	0,16	0,21	0,05
Test istotności 'F' dla różnicy wariancji	$F_{0,05}$=6,390, $F_{0,95}$=0,156 F^0=1,875→ wariancje jednorodne		$F_{0,05}$=6,390, $F_{0,95}$=0,156 F^0=4,20→ wariancje jednorodne	
Test istotności 't' dla różnicy średnich	$t_{0,05}$=2,306 (ν=8) t^0=1,062→ różnica nieistotna		$t_{0,05}$=2,306 (ν=8) t^0=0,784→ różnica nieistotna	
	k_C		$k_C^{'}$	
	Ti/TiN	TiN	Ti/TiN	TiN
Test istotności 'F' dla różnicy wariancji	$F_{0,05}$=6,39, $F_{0,95}$=0,156 F^0=1,429→ wariancje jednorodne		$F_{0,05}$=6,39, $F_{0,95}$=0,156 F^0=3,20→ wariancje jednorodne	
Test istotności 't' dla różnicy średnich	$t_{0,05}$=2,776 (ν=4) t^0=0,980→ różnica nieistotna		$t_{0,05}$=2,306 (ν=8) t^0=0,829→ różnica nieistotna	

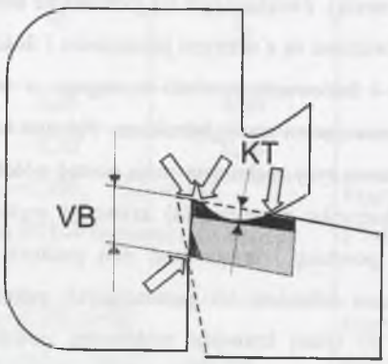
3.6. Ocena powłok metodą scratch

Metoda „scratch" polega na przeciąganiu po warstwie zaokrąglonego na końcu penetratora z twardego materiału, np. z diamentu, i działaniu na niego wzrastającym obciążeniem. Wgłębnik, przy pewnym krytycznym obciążeniu, inicjuje degradację powłoki, przebija ją, a w końcu oddziela od podłoża. W celu określenia momentu kohezyjnego lub adhezyjnego zniszczenia warstwy stosuje się różne techniki, z których najważniejszymi są: mikroskopia świetlna, metoda akustyczna (przerwanie warstwy generuje sygnał akustyczny, wykrywany przez piezoelektryczny detektor) oraz metoda mechaniczna (przerwanie pokrycia powoduje gwałtowną zmianę sił tarcia). Zwiększające się jednostajne obciążenie działające na powłokę oraz zasięg penetracji związane są z różnymi jakościowo i ilościowo mechanizmami degradacji powłoki. Łuszczenie i fałdowanie powłoki występuje w wyniku działania pola naprężeń ściskających przed poruszającym się wgłębnikiem. Pękanie konforemne występuje w obszarze ograniczonym konturem rysy, pęknięcia mają postać półokręgów równoległych do przedniej (w stosunku do kierunku przesuwania) krawędzi wgłębnika. Powstają one, ponieważ wgłębnik odkształca powłokę i leżące pod nim podłoże, generując momenty zginające w powłoce. Lustrzanym odbiciem tak powstających pęknięć konforemnych są pęknięcia powłoki równoległe do tylnej krawędzi wgłębnika, powstające pod wpływem naprężeń rozciągających, wywołanych tarciem [65]. Rodzaj zniszczenia powłoki zależy także od twardości podłoża – jego mała twardość sprzyja pęknięciom i zniszczeniu adhezyjnemu, natomiast przy dużej wytrzymałości materiału powlekanego decyduje spójność warstwy i zniszczenie kohezyjne – rys. 41.



Rys. 41. Wpływ twardości pokrywanego stopu na powstawanie pęknięć w warstwie TiN [66]
Fig. 41. Influence of substrate alloy on crack formation in TiN layer [66]

Jako wynik badania metodą „scratch" podawane jest najniższe obciążenie, pod wpływem którego wystąpiło zniszczenie powłoki L_C (z ang. „critical load"); praktycznie zawsze jako pierwsze zachodzi zniszczenie typu kohezyjnego i takie znaczenie należy przypisywać wartości obciążenia krytycznego L_C. Często podawana jest wartość siły, powyżej której zachodzi delaminacja powłoki – odpowiednio L_{C1}, L_{C2}. Naprężenie L_{C2} jest czasem definiowane jako naprężenie, przy którym odsłaniane jest ponad 50% powierzchni, po której przesunął się wgłębnik [67]. Stosowane jest także kryterium L_{CT} całkowitego odsłonięcia podłoża [68]; jego zaletami są jednoznaczność i łatwość oceny oraz zbieżność z modelem efektywnego działania powłoki na częściowo odsłoniętym ostrzu – rys. 42.



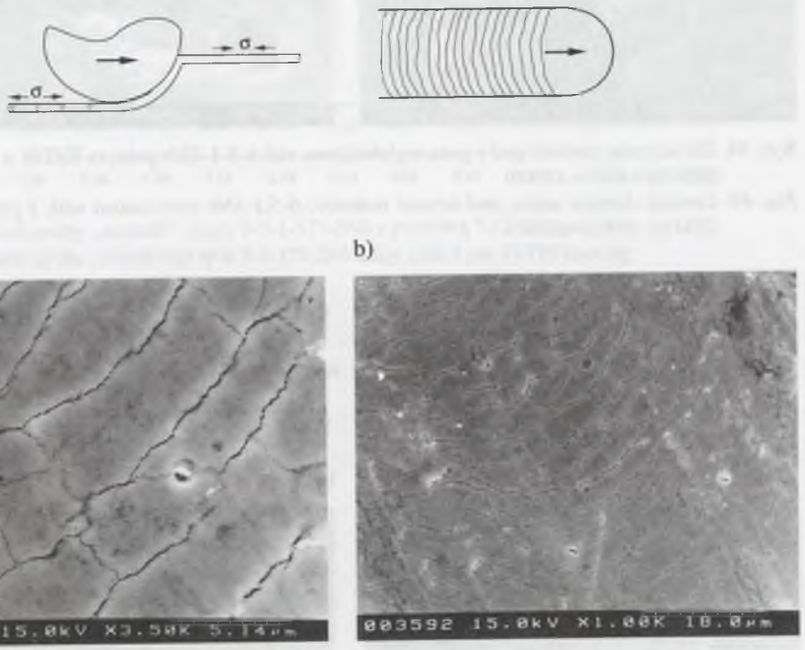
Rys. 42. Ograniczenie procesu zużycia ściernego powierzchni natarcia i przyłożenia przez fragmenty pozostałej twardej warstwy [69]
Fig. 42. Protective action of remaining fragments of hard layer against abrasive wear on rake and flank faces [69]

Wykresy emisji akustycznej rejestrowanej podczas badania różnią się między sobą w zależności od charakteru zniszczenia powłoki. Piki na wykresach są związane z inicjacją pęknięć w powłoce i nagłymi odsłonięciami podłoża. Wysokość pików w obu przypadkach jest proporcjonalna do intensywności i zasięgu danego zjawiska. W przypadku kruchego mechanizmu niszczenia powłoki występuje wyraźny wzrost emisji akustycznej, utrzymującej się na wysokim poziomie, zniszczeniu plastycznemu towarzyszy natomiast emisja akustyczna o znacznie mniejszej wartości [70].

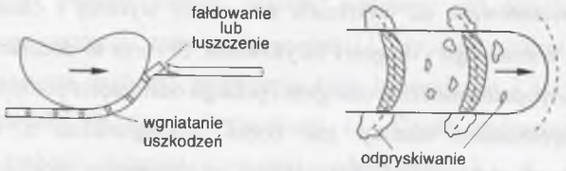
Próby przeprowadzono na urządzeniu Revetest Scratch Tester przy obciążeniu (siłe normalnej) do 200 N, szybkości obciążania 1,7 N/s i posuwie 9,8 mm/min., używany był penetrator w postaci stożka diamentowego, na każdej próbce wykonywane były trzy rysy.

Wyniki są prezentowane na wykresach zmian siły stycznej i emisji akustycznej w funkcji obciążenia normalnego i długości zarysowania. Stwarza to dodatkową możliwość określenia wartości L_C poprzez ustalenie odległości pełnego odsłonięcia podłoża.

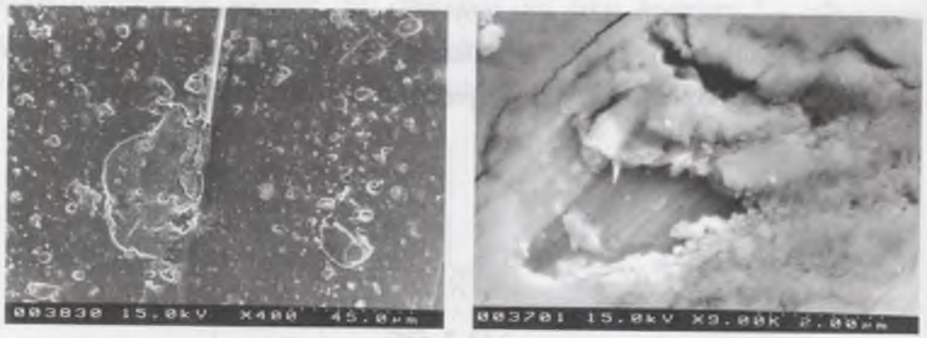
Cennym uzupełnieniem metody jest ocena fraktograficzna z zastosowaniem skaningowej mikroskopii elektronowej, pozwalającej na obserwacje morfologii i nasilenia różnego rodzaju zniszczeń oraz bardzo dokładne ustalenie obciążeń krytycznych. Najczęściej występującymi rodzajami zniszczeń powłok było: pękanie pod wpływem sił rozciągających za wgłębnikiem (rys. 43), łuszczenie, pękanie i odpryskiwanie pod i poza konturem wgłębnika (rys. 44) oraz łuszczenie w polu naprężeń ściskających (rys. 45).



Rys. 43. Pęknięcia za wgłębnikiem, stal SW7M pokryta Ti/TiN o gr. 3 µm, FE SEM, SEI (a-x3500, b-x1000)
Fig. 43. Cracks behind indenter, SW7M steel with 3 µm Ti/TiN coating, FE SEM, SEI (a-x3500, b-x1000)

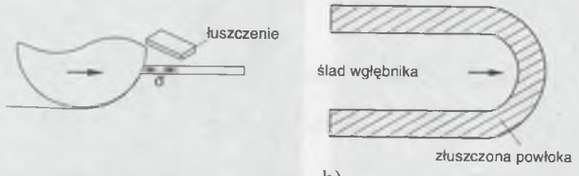


a) b)

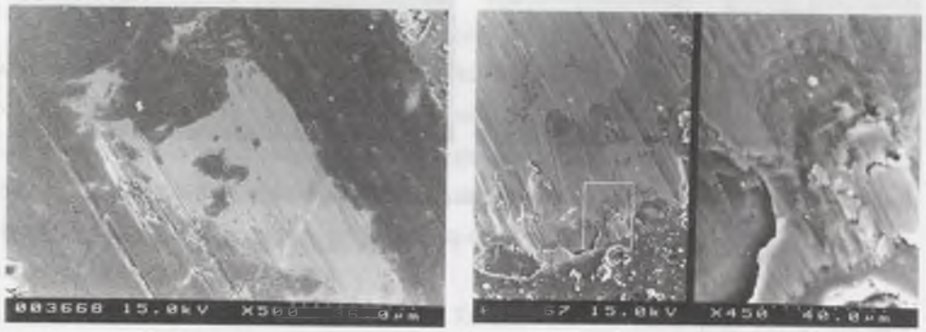


Rys. 44. Zniszczenia powłoki pod i poza wgłębnikiem, stal 6-5-1-3Nb pokryta Ti/TiN o gr.3 μm, FE SEM (a-x400, b-x9000)

Fig. 44. Coating damage under and beyond indenter, 6-5-1-3Nb steel coated with 3 μm Ti/TiN, FE SEM (a-x400, b-x9000)



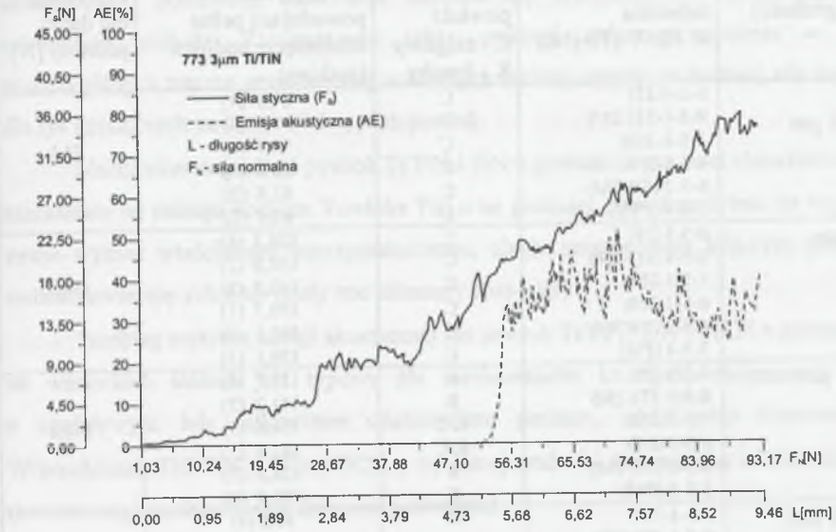
a) b)



Rys. 45. Łuszczenie powłoki za wgłębnikiem, stop 0-5-1-2Ti pokryty powłoką Ti/TiN o gr.3 μm, FE SEM (a-x500, b-x450/2250)

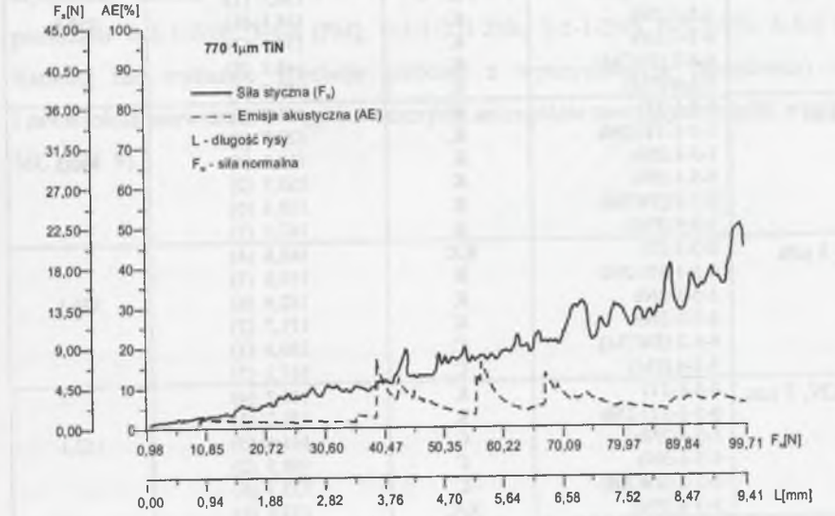
Fig. 45. Coating spallation behind indenter 0-5-1-2Ti alloy with 3 μm Ti/TiN coating, FE SEM (a-x500, b-x450/2250)

Przykładowe wykresy emisji akustycznej i siły stycznej przedstawiono na rys. 46 (kruchy mechanizm degradacji powłok) i rys.47 (mechanizm ciągliwy).



Rys. 46. Wynik próby „scratch" stopu 0-5-1-3Ti-2Nb z powłoką Ti/TiN o gr. 3 μm

Fig. 46. Results of the scratch test of 0-5-1-3Ti-2Nb alloy with 3 μm Ti/TiN coating



Rys. 47. Wynik próby „scratch" stopu 0-5-1-2Ti z powłoką TiN o gr. 1 μm

Fig. 47. Results of the scratch test of 0-5-1-2Ti alloy with 1 μm TiN coating

Tablica 12

Wyniki badań powłok metodą „scratch"

Powłoka (rodzaj, grubość)	Oznaczenie substratu W-Mo-V-(Ti)-(Nb)	Charakter degradacji powłoki C - ciągliwy K - kruchy	L_{CT} [N] - siła krytyczna powodująca pełne odsłonięcie podłoża (ranking)	Średnia siła krytyczna dla danej powłoki [N]
Ti/TiN, 1 μm	0-5-1-2Ti	C	81,8 (4)	83,1
	0-5-1-3Ti-2Nb	C	78,2 (5)	
	1-5-1-2Nb	C	75,7 (6)	
	6-5-1-3Nb	C	90,8 (1)	
	6-5-2 (SW7M)	C	82,8 (3)	
	3-3-4 (PM)	C	89,4 (2)	
TiN, 1 μm	0-5-1-2Ti	C	126,2 (6)	156,7
	0-5-1-3Ti-2Nb	C	180,0 (2)	
	1-5-1-2Nb	C	140,8 (5)	
	6-5-1-3Nb	C	190,7 (1)	
	6-5-2 (SW7M)	C	143,1 (4)	
	3-3-4 (PM)	C	159,1 (3)	
TiCN, 1 μm	0-5-1-2Ti	K	131,7 (4)	140,8
	0-5-1-3Ti-2Nb	K	141,7 (2)	
	1-5-1-2Nb	K/C	139,6 (3)	
	6-5-1-3Nb	K/C	182,8 (1)	
	6-5-2 (SW7M)	K	128,2 (5)	
	3-3-4 (PM)	K	120,9 (6)	
Ti/TiN, 3 μm	0-5-1-2Ti	K	91,5 (4)	106,9
	0-5-1-3Ti-2Nb	K	72,6 (6)	
	1-5-1-2Nb	K	140,3 (2)	
	6-5-1-3Nb	K	162,8 (1)	
	6-5-2 (SW7M)	K	79,5 (5)	
	3-3-4 (PM)	K	94,8 (3)	
TiN, 3 μm	0-5-1-2Ti	K	151,3 (3)	150,6
	0-5-1-3Ti-2Nb	K	158,1 (1)	
	1-5-1-2Nb	K	138,1 (6)	
	6-5-1-3Nb	K	157,5 (2)	
	6-5-2 (SW7M)	K	148,8 (5)	
	3-3-4 (PM)	K	149,7 (4)	
TiCN, 3 μm	0-5-1-2Ti	K	113,8 (6)	132,5
	0-5-1-3Ti-2Nb	K	122,7 (3)	
	1-5-1-2Nb	K	119,3 (4)	
	6-5-1-3Nb	K	153,5 (2)	
	6-5-2 (SW7M)	K	118,4 (5)	
	3-3-4 (PM)	K	167,1 (1)	
TiC/TiN, 3 μm	0-5-1-2Ti	K/C	168,8 (4)	170,1
	0-5-1-3Ti-2Nb	K	169,8 (3)	
	1-5-1-2Nb	K	162,9 (6)	
	6-5-1-3Nb	K	171,7 (2)	
	6-5-2 (SW7M)	C	180,3 (1)	
	3-3-4 (PM)	C	167,2 (5)	
TiN→TiCN, 3 μm	0-5-1-2Ti	K	146,7 (4)	152,1
	0-5-1-3Ti-2Nb	K	159,2 (3)	
	1-5-1-2Nb	C	141,6 (5)	
	6-5-1-3Nb	C	168,5 (2)	
	6-5-2 (SW7M)	C	123,3 (6)	
	3-3-4 (PM)	K/C	173,5 (1)	
Średnia siła krytyczna dla poszczególnych rodzajów substratu (ranking): 6-5-1-3Nb: 159,8 (1); 3-3-4 (PM): 140,2 (2); 0-5-1-3Ti-2Nb: 135,3 (3); 1-5-1-2Nb: 132,3 (4); 0-5-1-2Ti: 126,5 (5); 6-5-2 (SW7M): 125,6 (6).				

W tablicy 12 zestawiono wyniki badań 6 rodzajów powłok PVD o grubości 1 i 3 μm: typ zniszczenia (kruche lub ciągliwe) ustalony na podstawie przebiegu wykresu emisji akustycznej i obserwacji SEM oraz wartości siły krytycznej L_{CT} powodującej pełne odsłonięcie podłoża. Zamieszczono także rankingi stalowego podłoża w ramach poszczególnych warstw oraz bardziej miarodajny ranking oparty na średniej sile krytycznej dla rys uzyskanych na wszystkich typach powłok.

Mechanizm degradacji powłok Ti/TiN i TiN o grubości 1 μm miał charakter ciągliwy, niezależnie od rodzaju podłoża. Powłoka TiC o tej grubości, prawdopodobnie ze względu na swoje wyższe właściwości wytrzymałościowe, uległa zniszczeniom kruchym (jedynie na stalach zawierających niob miały one mieszany charakter).

Przebieg wykresu emisji akustycznej dla powłok Ti/TiN, TiN i TiCN o grubości 3 μm na wszystkich stalach jest typowy dla mechanizmów kruchych, związanych głównie z częściowym lub całkowitym odsłonięciem podłoża, także poza konturem rysy. W powłokach TiC/TiN i TiN→TiCN o tej samej grubości stwierdzono udział mieszanych (krucho-ciągliwych) efektów działania penetratora.

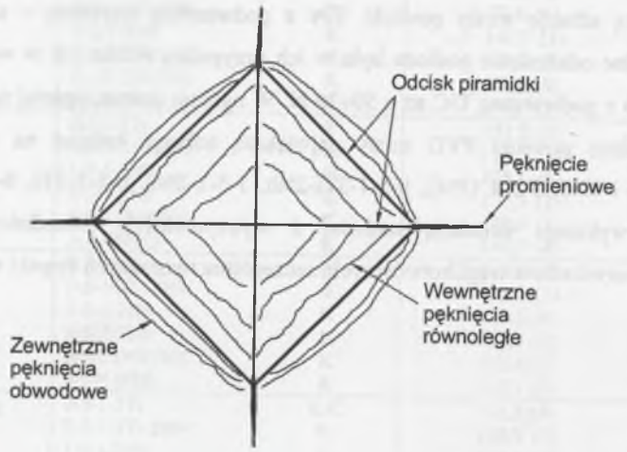
Najniższą adhezję miały powłoki TiN z podwarstwą tytanową – siła krytyczna powodująca pełne odsłonięcie podłoża była w ich przypadku niższa niż w wariantach bez podwarstwy lub z podwarstwą TiC aż o 50÷70 N. W ogólnej ocenie, opartej na średniej sile krytycznej, badane powłoki PVD miały największą adhezję kolejno na następujących podłożach: 6-5-1-3Nb, 3-3-4 (PM), 0-5-1-3Ti-2Nb, 1-5-1-2Nb, 0-5-1-2Ti, 6-5-2 (SW7M). Ranking ten wykazuje korelację zarówno z wytrzymałością (twardością) stali, jak i zawartością pierwiastków węglikotwórczych, szczególnie tworzących cząstki węglików typu MC (tabl. 9).

3.7. Ocena powłok metodą Palmqvista

Odciski wykonywane nieruchomym wgłębnikiem są szeroko wykorzystywane w badaniach odporności na pękanie, zwłaszcza węglików spiekanych. Tak zwana metoda Palmqvista pozwala ocenić odporność na pękanie powierzchniowe. Współczynnik K_{IC} jest w niej wyznaczany na podstawie pomiarów parametrów pęknięć rozchodzących się od naroży odcisku. W badaniach powłok jest ona stosowana także do jakościowej i półilościowej oceny adhezji, kohezji i ciągliwości powłok.

Dla przypadku działania wgłębnika na materiał pokryty istnieje kilka modeli uwzględniających różne zjawiska :

- sprężysto-plastyczne zachowanie powłoki i podłoża bez występowania pęknięć (model strefy plastycznej [71]),
- pęknięcia warstwy bezpośrednio pod wgłębnikiem (model obszaru styczności [72]),
- pęknięcia warstwy pod wgłębnikiem i wypiętrzenia podłoża w pobliżu wgłębnika, powodujące sprężyste zginanie powłoki (model wypiętrzeniowy [73]).



Rys. 48. Rodzaje pęknięć związanych z działaniem piramidki Vickersa na materiał z powłoką [67, 74]
Fig. 48. Types of cracks resulting from action of Vickers pyramid on coated material [67, 74]

Obserwacje rodzaju i nasilenia pęknięć powstających w materiale pod wpływem nacisku wgłębnika (rys. 48) są przydatne w badaniach wpływu rodzaju i grubości powłok, roli zróżnicowanego podłoża oraz technologii nanoszenia. W ich interpretacji mogą być pomocne obserwacje i wnioski z badań powłoki na stalach szybkotnących [73, 74]:

- w przypadku niskiej ciągliwości powłoki występują pęknięcia wewnątrz odcisku równoległe do jego krawędzi,
- podobnie jak w litych materiałach ceramicznych długość pęknięć promieniowych wzrasta ze wzrostem obciążenia,
- zewnętrzne (w stosunku do konturu odcisku wgłębnika) pęknięcia obwodowe wynikają z niedopasowania powłoki do podłoża w czasie jego odkształcenia,
- pęknięcia obwodowe rozwijające się ze wzrostem obciążenia zachowują między sobą jednakową odległość,
- odległość pęknięć obwodowych i obciążenie wstępne potrzebne do ich inicjacji zmniejszają się ze spadkiem twardości materiału podłoża i/lub wzrostem twardości powłoki.

Dodatkowych informacji mogą dostarczyć obserwacje fraktograficzne. Na przykład, obszerne badania powłok PVD na wyżarzonych stalach szybkotnących typu 6-5-2 [74] wykazały, że kolumnowa struktura TiN pod naciskiem wgłębnika nie odkształca się plastycznie, lecz zachowuje się jak ośrodek sprężysty i przekazuje obciążenie do podłoża. Ponieważ powłoka nie przystosowuje się do odkształcenia powstałego w podłożu, następują poślizgi i rozszczepianie kolumn występujące poza konturem wgłębnika (rys. 48). W przypadku hartowanej stali szybkotnącej, zamiast rozszczepiania, ma miejsce odkształcenie kolumn TiN, polegające na ich zagęszczeniu i uginaniu.

Odciski piramidką Vickersa były wykonywane na twardościomierzu firmy Zwick. Umożliwia on pomiar twardości przy obciążeniach w zakresie 0,1 N ÷ 300 N. Urządzenie wyposażone jest w układ optyczny (powiększenie do 60x), ułatwiający pomiar przekątnej odcisku. Odciski wykonywano przy następujących obciążeniach (w niutonach):
300; 150; 100; 50; 10; 5; 2; 1; 0,5; 0,1.

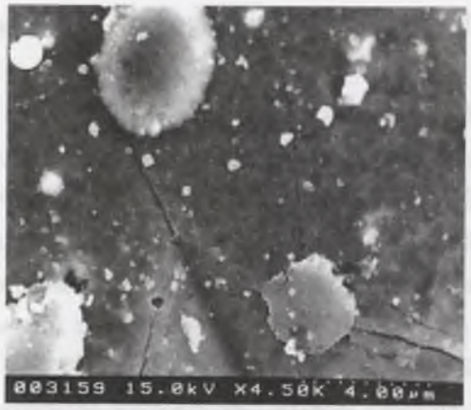
Zjawiska występujące na powierzchni próbki pokrytej różnymi wariantami powłok i poddanej działaniu obciążonej piramidki były obserwowane na elektronowym mikroskopie skaningowym FM Hitachi S-4200, dokumentację fraktograficzną i badania twardości przedstawiono w pracy [W34]. Zaobserwowane charakterystyczne rodzaje zniszczeń zostały podzielone na cztery kategorie (rys. 49-53):

typ I – pęknięcia promieniowe będące przedłużeniem przekątnej odcisku,

typ II – wewnętrzne pęknięcia obwodowe,

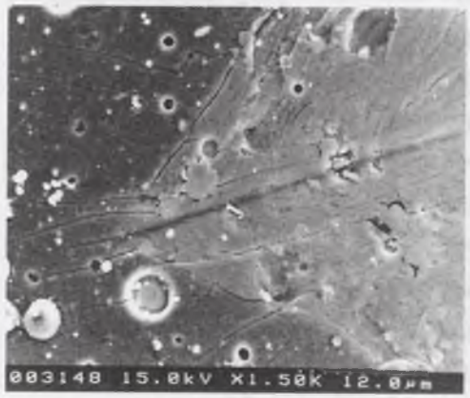
typ III – zewnętrzne pęknięcia obwodowe wraz z pęknięciem wzdłuż krawędzi odcisku,

typ IV – pęknięcia promieniowe nie będące przedłużeniem przekątnej odcisku (tzw. pazury).



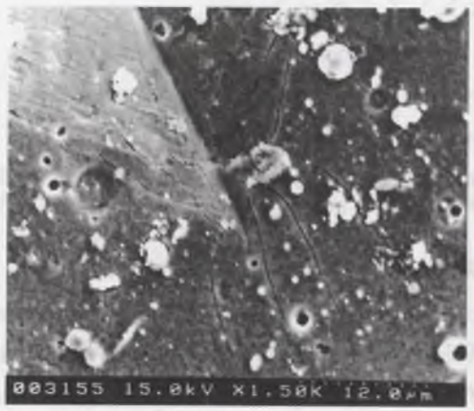
Rys. 49. Pęknięcie promieniowe I typu, stal SW7M z warstwą Ti/TiN o gr. 1 µm, obciążenie 50 N, FE SEM, x4500

Fig. 49. Radial cracks of type I, SW7M steel with 1 µm Ti/TiN coating, 50 N load, FE SEM, x4500



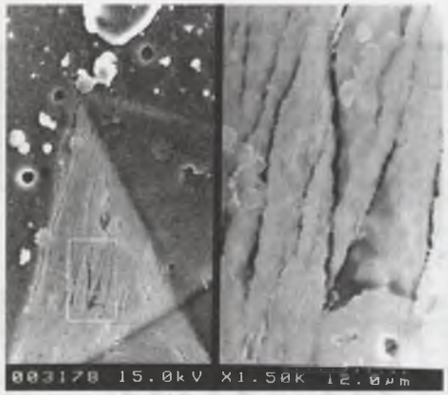
Rys. 50. Jednoczesne pęknięcie I i IV typu na stali 1-5-1-2Nb, warstwa Ti/TiN o gr. 1 µm, obciążenie 300 N, FE SEM, x1500

Fig. 50. Simultaneous I and IV type cracks of 1 µm Ti/TiN coating on 1-5-1-2Nb steel,300 N load, FE SEM, x1500



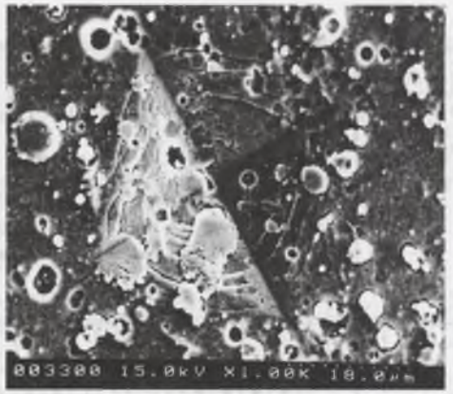
Rys. 51. Pęknięcie IV typu, stal SW7M, warstwa Ti/TiN o gr. 1 µm, obciążenie 100 N, FE SEM, x1500

Fig. 51. Type IV crack of 1 µm Ti/TiN coating on SW7M steel, 100 N load, FE SEM, x1500



Rys. 52. Pęknięcie II typu, stal 1-5-1-2Nb, warstwa Ti/TiN o gr. 1 µm, obciążenie 0,5 N, FE SEM, x1500/7500

Fig. 52. Type II crack of 1 µm Ti/TiN coating on 1-5-1-2Nb steel, 0.5 N load, FE SEM,1500/7500



Rys. 53. Pęknięcie typu III, stop 0-5-1-3Ti-2Nb, warstwa Ti/TiN o gr. 3 µm, obciążenie 10 N, FE SEM, x1000

Fig. 53. Type III crack of 3 µm Ti/TiN coating on 0-5-1-3Ti-2Nb alloy, 10 N load, FE SEM, x1000

Dla ułatwienia analizy dużej liczby odcisków (5 stopów, 2 grubości powłok, 2 warianty warstw) opracowano zbiorczą tablicę obserwacji. W przypadku pierwszego wariantu powłoki (1 µm Ti/TiN) ocena nasilenia zniszczeń miała charakter jakościowy (tablica 13).

W czasie pierwszych obserwacji ustalono, jakiego typu zniszczenia występują w wyniku oddziaływania piramidki. W rezultacie powstała tablica obserwacji poszerzona o dodatkowe kryteria oceny nasilenia i typów zniszczeń. W sposób ilościowy przyjęto określać wielkość pęknięć promieniowych typu I (ich długość podawana jest w µm) i „pazurowych" typu IV (średnia długość w µm). W stosunku do pęknięć wewnętrznych typu II i zewnętrznych typu III przyjęto trzystopniową skalę oceny ich nasilenia (A – silne, B – średnie, C – słabe). Aby pominąć wpływ wad powłoki (zanieczyszczenia, tzw. dropletsy itp.), analizowano co najmniej dwa odciski wykonane przy jednakowym obciążeniu. W tak zaprojektowanych tablicach prowadzono obserwacje odcisków na kolejnych wariantach powłok (tablice 14-16).

Tablica 13

Zestawienie obserwacji odcisków Vickersa na badanych stopach pokrytych warstwą 1 μm Ti/TiN

Stop \ Typ pęknięć	I		II		III		IV	
1-5-1-2Nb	●		–		●		●	
	●		–		●		●	
		–		●		●		–
	●	–	–	●	●	●	●	–
	●	–	–	●	●	●	●	–
6-5-1-3Nb	–	●	–	●	●	●	●	–
	–	–	–	●	●	–	●	–
	–		–		●		●	
	●	–	–	–	●	–	●	–
	●	–	●	–	●	–	–	–
0-5-1-2Ti	●	●	–	●	●	●	●	–
		●		●		●		–
	●	–	●	–	●	–	●	–
	●		●		●		●	
	●		●		●		–	
0-5-1-2Ti-3Nb	●	–	–	●	●	●	●	–
	●	–	–	●	●	●	–	–
	●	–	–	–	●	●	–	–
	●	–	●	–	●	–	–	–
	●		●		●		–	
6-5-2 (SW7M)		●		–		●		–
	–	–	–	–	●	●	●	–
	–	–	●	–	●	●	●	–
	●	–	●	–	●	●	–	–
	●	–	–	–	●	●	–	–

● występowanie pęknięcia
– brak pęknięcia

300 N	5 N
150 N	2 N
100 N	1 N
50 N	0,5 N
10 N	0,1 N

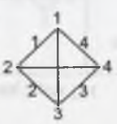
Tablica 14

Zestawienie obserwacji odcisków Vickersa na badanych stopach pokrytych warstwą 3 μm Ti/TiN

Stop \ Typ pęknięć	I		II		III		IV	
1-5-1-2Nb	35 %							31 %
6-5-1-3Nb	48 %							42 %
0-5-1-2Ti	31 %							23 %
0-5-1-3Ti-2Nb	25 %							32 %
6-5-2 (SW7M)	36 %							25 %

a - pęknięcie silne
b - pęknięcie średnie
c - pęknięcie słabe
• - jednoczesne pęknięcie I i IV typu (podano długość dłuższego pęknięcia w μm)
% odsetek występujących pęknięć

x - silne pęknięcie wzdłuż krawędzi odcisku
y - pęknięcie prostopadłe do krawędzi konturu
- brak pęknięcia
6 10 6 8 - długości pęknięć w odpowiednich rogach w μm



1 odcisk / 2 odcisk	1 2 3 4	1 2 3 4
300 N	5 N	
150 N	2 N	
100 N	1 N	
50 N	0,5 N	
10 N	0,1 N	

Tablica 15

Zestawienie obserwacji odcisków Vickersa na badanych stopach pokrytych warstwą 3 μm TiN

Stop \ Typ pęknięć	I	II	III	IV
1-5-1-2Nb	18 %			21 %
6-5-1-3Nb	28 %			7 %
0-5-1-2Ti	18 %			10 %
0-5-1-3Ti-2Nb	20 %			13 %
6-5-2 (SW7M)	30 %			22 %
3-3-4 (PM)	12 %			3 %

a - pęknięcie silne
b - pęknięcie średnie
c - pęknięcie słabe
• - jednoczesne pęknięcie I i IV typu (podano długość dłuższego pęknięcia w μm)
% odsetek występujących pęknięć

x - silne pęknięcie wzdłuż krawędzi odcisku
y - pęknięcie prostopadłe do krawędzi konturu
- brak pęknięcia
6 10 6 8 - długości pęknięć w odpowiednich rogach w μm

1 odcisk → / 2 odcisk →	1 2 3 4	1 2 3 4
	300 N	5 N
	150 N	2 N
	100 N	1 N
	50 N	0,5 N
	10 N	0,1 N

Tablica 16

Zestawienie obserwacji odcisków Vickersa na badanych stopach pokrytych 5 μm warstwą TiN

Stop \ Typ pęknięć	I	II	III	IV
1-5-1-2Nb	22 %			17 %
0-5-1-2Ti	35 %			17 %
0-5-1-3Ti-2Nb	12 %			15 %
6-5-2 (SW7M)	20 %			15 %

a - pęknięcie silne
b - pęknięcie średnie
c - pęknięcie słabe
• - jednoczesne pęknięcie I i IV typu (podano długość dłuższego pęknięcia w μm)
% odsetek występujących pęknięć

x - silne pęknięcie wzdłuż krawędzi odcisku
y - pęknięcie prostopadłe do krawędzi konturu
- brak pęknięcia
6 10 6 8 - długości pęknięć w odpowiednich rogach w μm

1 odcisk → / 2 odcisk →	
300 N	5 N
150 N	2 N
100 N	1 N
50 N	0,5 N
10 N	0,1 N

Uzyskane wyniki pozwoliły określić odporność pokrytych stopów na działanie nieruchomego wgłębnika. Stwierdzono różnice w charakterze i nasileniu pęknięć między badanymi powłokami w zależności od grubości oraz obecności podwarstwy tytanowej.

W przypadku stopów pokrytych warstwą TiN o gr. 3 μm (tablica 15) pęknięcia promieniowe (I typu, rys. 49) i tzw. „pazury" (typ IV, rys. 51) są krótsze i rzadsze niż na powłokach tej samej grubości, ale z podwarstwą Ti (tablica 14). Zmniejszenie ich ilości jest wyraźniejsze w SNRFW (do 22%) niż w przypadku stali SW7M (do 6%). Jednoczesne występowanie pęknięć I i IV typu (rys. 50) zostało zaobserwowane na stalach pokrytych warstwą Ti/TiN o grubości 3 μm. W wariancie bez podkładu Ti, na SNRFW stwierdzono zanik tego typu pęknięć, podczas gdy na próbkach gatunku SW7M występowały one nadal z takim samym nasileniem. Najmniejsze zniszczenia tej warstwy wystąpiły na spiekanej stali szybkotnącej.

Wzrost grubości warstwy TiN z 3 μm na 5 μm (tablice 15, 16) nie wpływa w znaczący sposób na zmianę rodzaju występujących pęknięć. Następuje natomiast wzrost długości pęknięć I i IV typu, często przekraczający 100 %.

Lepsze właściwości powłoki TiN o gr. 3 μm na SNRFW wskazują na duży udział zjawisk opisanych modelem sprężysto-plastycznego zachowania (bez pęknięć) i/lub mniejsze nasilenie zjawisk zgodnych z modelem obszaru styczności i wypiętrzeniowym. Może to mieć uzasadnienie zarówno w lepszej adhezji (obecność węglików TiC), jak i we właściwościach materiału podłoża (stali o dużej jednorodności rozmieszczenia węglików).

Zewnętrzne pęknięcia obwodowe (typu II, rys. 52) występują w zakresie niższych obciążeń. Wynik ten może mieć związek z występującymi w badanych układach stop-powłoka proporcjami między modułami Younga i twardościami komponentów, a w efekcie kształtem i rozmiarami stref odkształcenia plastycznego [W34].

Silne pęknięcie na krawędzi odcisku występuje niezależnie od grubości i rodzaju warstwy. Tylko w przypadku gatunku 0-5-1-2Ti pokrytego TiN o grubości 3 μm nie zaobserwowano silnych pęknięć na krawędzi. Brak tego typu zniszczenia może mieć związek z mniejszą (do 3,3 HRC) od pozostałych stali twardością tej stali (tabl. 3). Przyjmując model ostrego wgłębnika [75], można przypuszczać, że stal o najniższej twardości (najwyższej plastyczności) będzie wykazywała małą składową odkształcenia sprężystego i warstwa na krawędzi odcisku jest zginana tylko przy wprowadzaniu wgłębnika, natomiast jej powtórne zginanie i ewentualne pękanie przy sprężystym nawrocie jest minimalne. W pozostałych twardszych stalach powłoka byłaby poddawana zginaniu dwukrotnie, ponieważ występuje większa składowa sprężysta całkowitego przemieszczenia wgłębnika [W34].

Na wszystkich pokrytych stalach zaobserwowano występowanie wewnętrznych pęknięć równoległych (typ III, rys. 53). Zwraca uwagę gorsza od pozostałych odporność na tego typu pęknięcia stali SW7M pokrytej 3 μm TiN. Charakterystyczne jest także, że w przypadku powłoki TiN bez podkładu Ti pojawiają się one przy wyższych obciążeniach.

We wszystkich przypadkach potwierdzono cytowaną w literaturze [73, 74] zasadę wzrostu długości pęknięć promieniowych powłoki ze wzrostem obciążenia.

Wykazano przydatność obserwacji SEM odcisków wykonanych metodą Vickersa w badaniach powlekanych stopów narzędziowych. Metoda ta pozwala na jakościową ocenę mikromechanizmów adhezyjnego i kohezyjnego zniszczenia powłok (tabl. 13). Jej przydatność do oceny wpływu materiału podłoża i rodzaju lub grubości powłoki wymaga zastosowania dostatecznie dużego zakresu obciążeń. Konieczne jest też wykonanie kilku odcisków przy poszczególnych obciążeniach (zapewnienie wystarczającej liczby zniszczeń nie zakłóconych defektami powłoki typu mikropustek czy tzw. dropletsów). Precyzję oceny zwiększono ustalając typologię zaobserwowanych pęknięć. Wprowadzono ilościowe kryteria oceny pęknięć promieniowych i „pazurowych" (długość i częstość) oraz półilościowe (skala nasilenia pęknięć typu II i III) – tablice 14-16. Pomimo stosunkowo dużej praco- i czasochłonności takich badań stwierdzono, że pozwalają one na ocenę i ranking zarówno materiału podłoża przy tym samym typie i grubości warstwy, jak i grubości i rodzaju powłoki. Szczególnie przydatne są obserwacje i analiza pęknięć generowanych w okolicy rogu odcisku piramidki.

3.8. Analiza wpływu podłoża na skład powłok

W procesie nanoszenia powłok przeciwzużyciowych na stale szybkotnące metodą PVD powstające połączenie ma charakter adhezyjny i dlatego wymagania stawiane materiałowi podłoża dotyczą głównie odpowiedniej chropowatości i stanu warstwy wierzchniej oraz granicy plastyczności, a w znacznie mniejszym stopniu składu chemicznego. Rola podłoża zmienia się w procesie jednoczesnego hartowania objętościowego i utwardzania powierzchniowego [76]. Jest to dwuetapowa technologia polegająca na wytworzeniu warstwy metalu przejściowego (najczęściej z grupy IVb lub Vb układu okresowego). Następnie, w czasie wygrzewania w próżni lub w atmosferze gazu obojętnego, atomy węgla dyfundują z podłoża w kierunku granicy międzyfazowej, gdzie reagują z atomami metalu tworzącego warstwę. W ten sposób powstają warunki umożliwiające przemianę wcześniej naniesionej powłoki w warstwę węglika typu MC. Jeśli temperatura

wygrzewania jest dostatecznie wysoka, w czasie następującego po nim chłodzenia zachodzi przemiana martenzytyczna i objętościowe zahartowanie pokrywanej stali. Taki przebieg zjawisk powoduje, że skład chemiczny utwardzanej stali, a w szczególności zawartość węgla, może stać się istotnym elementem wpływającym na ostateczny skład chemiczny i fazowy powstającej warstwy.

W badaniach składu chemicznego osnowy stopu 0-5-1-3Ti-2Nb [W16-W19] wykazano, że zawiera ona więcej węgla niż typowe stale szybkotnące. Ta cecha SNRFW powinna być czynnikiem ułatwiającym tworzenie się węglika typu MC we wcześniej naniesionej na stal warstwie metalu przejściowego. Węgliki występujące w badanych stalach w stanie wyżarzonym i hartowanym (MC, $M_{23}C_6$ i M_6C) mogą w stosunkowo wysokich temperaturach drugiego etapu utwardzania (wyżarzanie stali z warstwą czystego metalu) stanowić dodatkowe źródło atomów węgla dla procesów dyfuzyjnych.

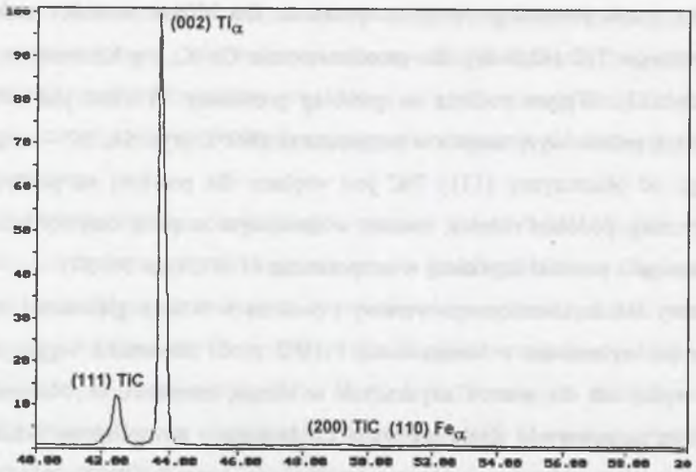
W celu oceny wpływu podłoża na powstawanie warstwy w procesie jednoczesnego utwardzania powierzchniowego i objętościowego zaprojektowano technologię wykonania powłok na stali SW7M i stopie 0-5-1-3Ti-2Nb. Wypolerowane i oczyszczone ultradźwiękowo próbki, po ostatecznym jarzeniowym oczyszczeniu powierzchni w atmosferze argonu pokrywano warstwą tytanu o grubości ok. 5 μm, metodą rozpylania magnetronowego. Po naniesieniu warstwy tytanu przeprowadzono drugi etap procesu – wygrzewanie w próżni przez jedną godzinę. Aby umożliwić ocenę różnic w dyfuzji węgla w zależności od podłoża, dobrano niższe temperatury tego zabiegu (1060 i 1110°C) od ustalonych w pracy [76] dla konwencjonalnych stali szybkotnących. Taki przebieg eksperymentu powinien dodatkowo dostarczyć informacji o początkowych stadiach procesu prowadzonego w optymalnych temperaturach. Po zakończeniu wyżarzania próbki chłodzono w oleju, a następnie dwukrotnie odpuszczano przez jedną godzinę w temperaturze 560°C (stal SW7M) i 540°C (stop 0-5-1-3Ti-2Nb).

Skład fazowy warstw analizowano na dyfraktometrze rentgenowskim Siemens D-500, z lampą kobaltową i monochromatorem grafitowym. Skład chemiczny w funkcji głębokości (do 25 μm) badano metodą GDOES (Jobin Yvon GD – Profiler).

Z badań dyfrakcyjnych (rys. 54-57) wynika, że w czasie wyżarzania wskutek dyfuzji atomów węgla z podłoża w warstwie zaszła reakcja C+Ti→TiC. Wyżarzanie w wyższej z zastosowanych temperatur (1110°C) prowadzi do praktycznie całkowitej przemiany tytanu w węglik MC – na dyfraktogramach nie występują piki pochodzące od czystego tytanu (rys. 56, 57). Ponadto, położenie (kąt 2Θ) piku dyfrakcyjnego pochodzącego od płaszczyzny

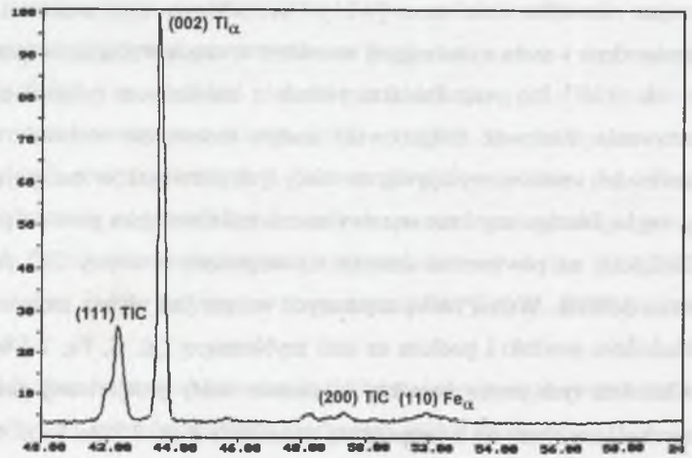
(111) węglika tytanu powstałego w tej temperaturze jest bliższe wartości podawanej dla stechiometrycznego TiC (42,0 deg dla promieniowania Co K_α wg Khamrabaevite, ICDD Card No. 32-1383). Wpływ podłoża na przebieg przemiany Ti→TiC jest widoczny na dyfraktogramach próbek wyżarzanych w temperaturze 1060°C (rys. 54, 55) – natężenie piku pochodzącego od płaszczyzny (111) TiC jest większe dla powłoki na podłożu ze stali nieledeburytycznej; podobna różnica, chociaż w mniejszym stopniu, dotyczy refleksu (200) TiC pochodzącego z powłoki uzyskanej w temperaturze 1110°C (rys. 56, 57).

Wykresy składu chemicznego warstwy i podłoża w funkcji głębokości (rys. 58-61) pokazują, że po wyżarzaniu w temperaturze 1110°C profil zawartości węgla jest szerszy i przebiega wyżej niż dla warstw uzyskanych w niższej temperaturze. Natomiast wpływ rodzaju podłoża na zawartość węgla przejawia się dwojako – prostoliniowy odcinek profilu zawartości tego pierwiastka jest wyższy w podłożu ze stopu 0-5-1-3Ti-2Nb, a w strefie przejściowej i w samej warstwie wyższy i szerszy także w przypadku tej stali; różnice te są wyraźniejsze dla próbek wyżarzanych w niższej z zastosowanych temperatur. Analiza metodą GDOES ujawniła obecność tlenu w warstwie (ok. 23 % at.), zmniejszającą się z odległością od jej powierzchni; natomiast w strefie bezpośrednio przy powierzchni (poniżej 1 μm) stwierdzono także niewielkie ilości azotu [W35]. Obecność tych dwóch domieszek wynika z dyfuzji atomów tlenu i azotu z otaczającej atmosfery w czasie wyżarzania (przy ciśnieniu szczątkowym ok. $3 \cdot 10^{-4}$ Pa) oraz kontaktu próbek z chłodziwem (olejem mineralnym) w czasie hartowania. Ponieważ rentgenowska analiza fazowa nie wykazała w powłoce obecności tlenków lub azotków, wydaje się, że atomy tych pierwiastków zastępują w węgliku tytanu atomy węgla. Dlatego uzyskane warstwy można traktować jako powłoki gradientowe, w których Ti(C,N,O) na powierzchni zmienia się stopniowo w czysty TiC przy granicy fazowej warstwa-podłoże. Ważną cechą uzyskanych warstw jest płynna zmiana zawartości głównych składników powłoki i podłoża ze stali szybkotnącej (gł. C, Fe, Ti) widoczna na rys. 58-61. Charakter tych zmian świadczy o istnieniu strefy przejściowej pomiędzy TiC i stalą; jej szerokość zwiększa się z temperaturą wyżarzania z ok. 3,7 do 5 μm. Są to cechy podobne do występujących w stalach powlekanych metodą CVD, gdzie na ogół występuje połączenie o charakterze dyfuzyjnym.



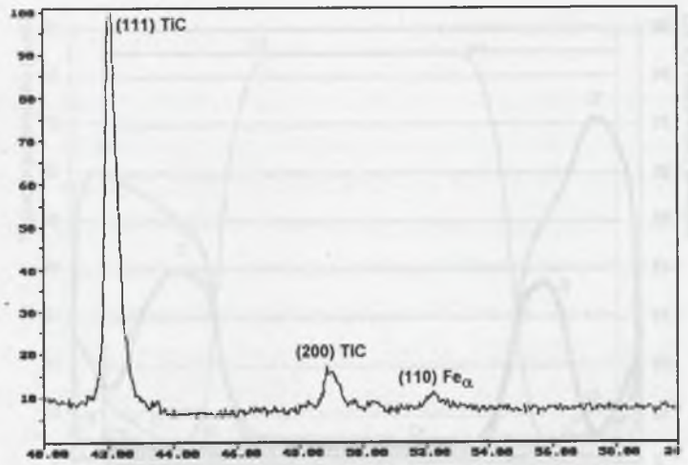
Rys. 54. Wyniki rentgenowskiej analizy fazowej powłoki tytanowej na stali SW7M po wyżarzaniu próżniowym w temperaturze 1060°C, przez 1 godzinę

Fig. 54. Results of X-ray phase analysis of titanium layer on SW7M steel subjected vacuum annealing at 1060°C for 1 hour



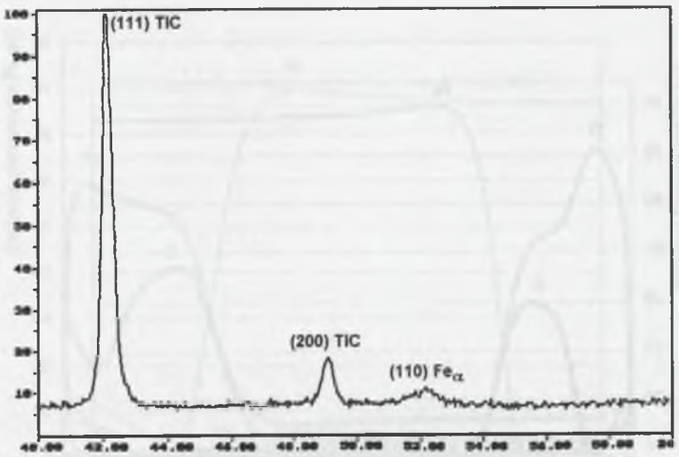
Rys. 55. Wyniki rentgenowskiej analizy fazowej powłoki tytanowej na stopie 0-5-1-3Ti-2Nb po wyżarzaniu próżniowym w temperaturze 1060°C, przez 1 godzinę

Fig. 55. Results of X-ray phase analysis of titanium layer on 0-5-1-3Ti-2Nb alloy subjected vacuum annealing at 1060°C for 1 hour



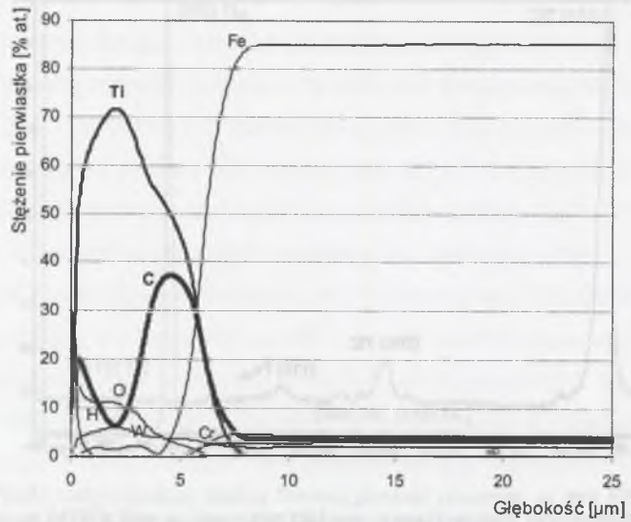
Rys. 56. Wyniki rentgenowskiej analizy fazowej powłoki tytanowej na stali SW7M po wyżarzaniu próżniowym w temperaturze 1110°C, przez 1 godzinę

Fig. 56. Results of X-ray phase analysis of titanium layer on SW7M steel subjected vacuum annealing at 1110°C for 1 hour



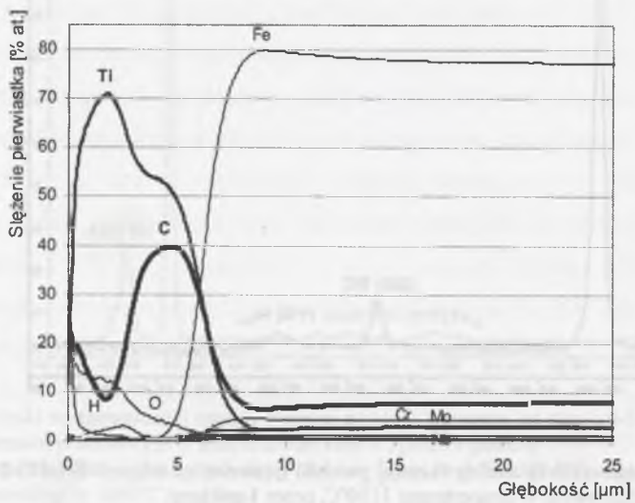
Rys. 57. Wyniki rentgenowskiej analizy fazowej powłoki tytanowej na stopie 0-5-1-3Ti-2Nb po wyżarzaniu próżniowym w temperaturze 1110°C, przez 1 godzinę

Fig. 57. Results of X-ray phase analysis of titanium layer on 0-5-1-3Ti-2Nb alloy subjected vacuum annealing at 1100°C for 1 hour



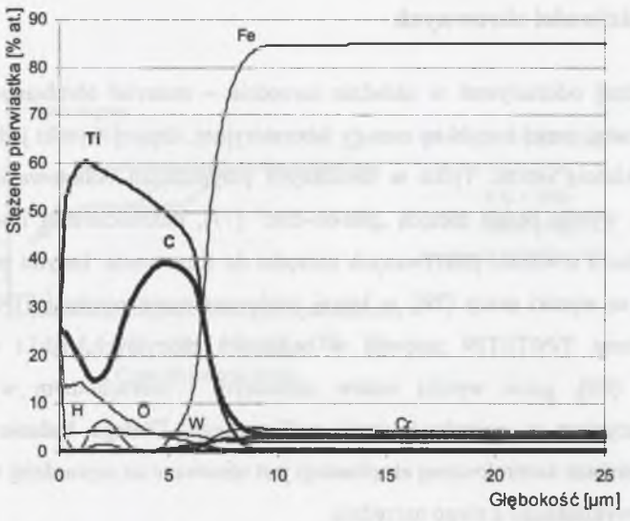
Rys. 58. Zmiany składu chemicznego w funkcji głębokości (GDOES) powłoki tytanowej na stali SW7M po wyżarzaniu próżniowym w temperaturze 1060°C

Fig. 58. Depth dependance of chemical composition (GDOES) of titanium layer deposited on SW7M steel and vacuum annealed at 1060°C



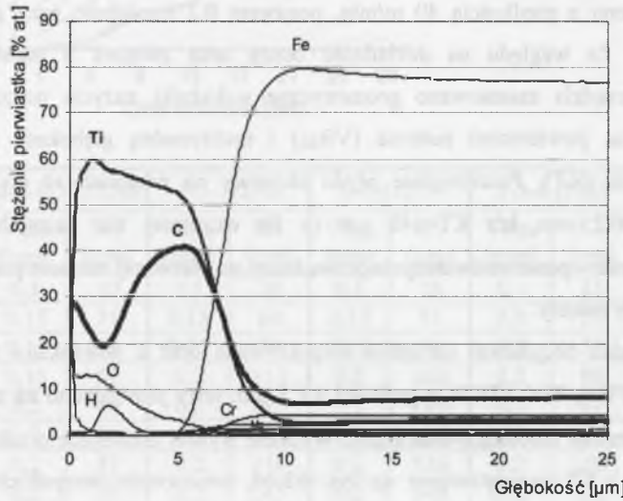
Rys. 59. Zmiany składu chemicznego w funkcji głębokości (GDOES) powłoki tytanowej na stopie 0-5-1-3Ti-2Nb po wyżarzaniu próżniowym w temperaturze 1060°C

Fig. 59. Depth dependance of chemical composition (GDOES) of titanium layer deposited on 0-5-1-3Ti-2Nb alloy and vacuum annealed at 1060°C



Rys. 60. Zmiany składu chemicznego w funkcji głębokości (GDOES) powłoki tytanowej na stali SW7M po wyżarzaniu próżniowym w temperaturze 1110°C

Fig. 60. Depth dependance of chemical composition (GDOES) of titanium layer deposited on SW7M steel and vacuum annealed at 1110°C



Rys. 61. Zmiany składu chemicznego w funkcji głębokości (GDOES) powłoki tytanowej na stopie 0-5-1-3Ti-2Nb po wyżarzaniu próżniowym w temperaturze 1110°C

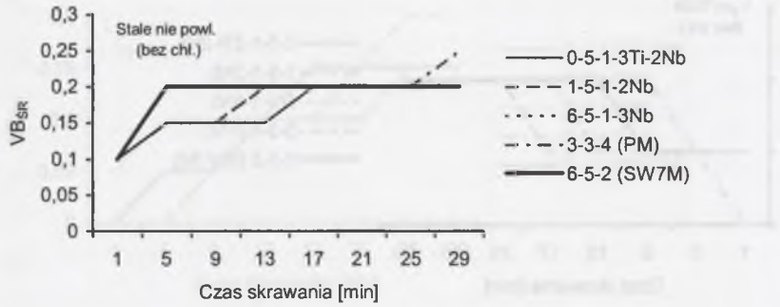
Fig. 61. Depth dependance of chemical composition (GDOES) of titanium layer deposited on 0-5-1-3Ti-2Nb alloy and vacuum annealed at 1110°C

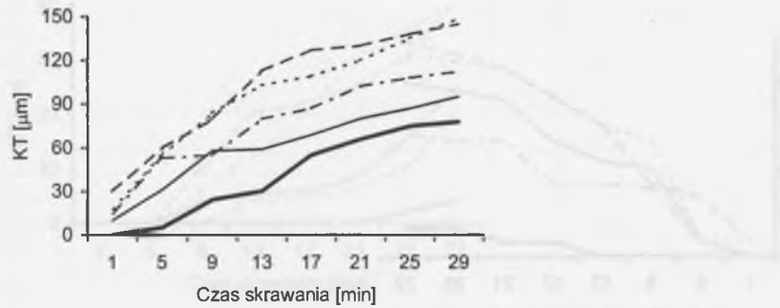
3.9. Ocena właściwości skrawnych

Ilość i rodzaj oddziaływań w układzie narzędzie – materiał obrabiany utrudniają wypracowanie prostej, taniej i szybkiej metody laboratoryjnej, dającej wyniki jednoznacznie powiązane z trwałością ostrza. Tylko w nielicznych przypadkach odnotowano zgodność takich badań, np. wyniki badań metodą „pin-on-disc" [77], mikrościerania i scratch [78] korelowały z próbami trwałości pokrywanych narzędzi do frezowania. Innymi przykładami takich związków są wyniki pracy [79], w której wielowarstwowe powłoki TiN\TiCN\TiN przewyższały system TiN\Ti\TiN zarówno w badaniach erozyjnych, jak i w próbach frezowania oraz [80], gdzie wyniki testów ruchomym i nieruchomym wgłębnikiem powiązano ze zużyciem w warunkach tarcia poślizgowego. Dlatego badanie własności skrawnych w warunkach kontrolowanej eksploatacji jest uznawane za najbardziej obiektywną ocenę materiału i wykonanego z niego narzędzia.

Ze względu na powszechność stosowania, także w pracach naukowych, oraz wcześniejsze doświadczenia [W36] do prób wytypowano narzędzia w postaci płytek wieloostrzowych do toczenia i frezowania typu SPUN 120308, wykonane z badanych stali. Elementem obrabianym były jednorodne wałki ze stali 45 o twardości 174÷179 HB; toczenie wzdłużne prowadzono z prędkością 40 m/min, posuwem 0,2 mm/obrót, przy głębokości skrawania 2 mm. Ze względu na dokładność oceny oraz związek z materiałowymi właściwościami narzędzia zastosowano geometryczne wskaźniki zużycia ostrza: średnią szerokość pasma na powierzchni natarcia ($VB_{ŚR}$) i maksymalną głębokość rowka na powierzchni natarcia (KT). Poszczególne płytki skrawały na przemian aż do momentu osiągnięcia $VB_{ŚR}$=0,2 mm lub KT=140 μm (o ile wcześniej nie nastąpiło zużycie katastroficzne); pomiary parametrów zużycia prowadzono po pierwszej minucie pracy ostrza, a następnie co cztery minuty.

Program badań obejmował narzędzia niepokrywane oraz z powłokami typu TiN, Ti/TiN, TiCN, TiC/TiN, TiN→TiCN o grubości 1 i 3 μm; testy prowadzono na sucho oraz z zastosowaniem emulsji chłodząco-smarującej. Wybrane wyniki ilustrujące przebieg zmian parametrów $VB_{ŚR}$ i KT przedstawiono na rys. 62-64, zestawienie wszystkich wartości końcowych i średnich oraz rankingi zamieszczono w tablicy 17.

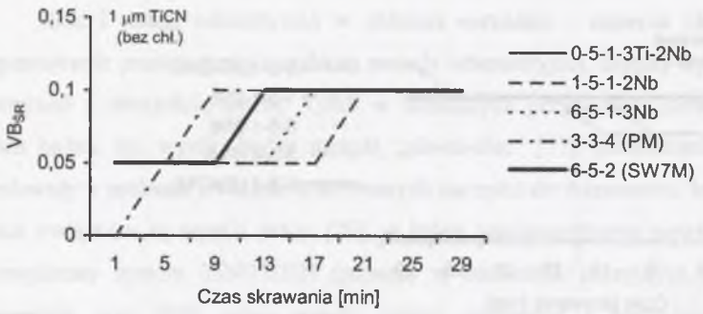


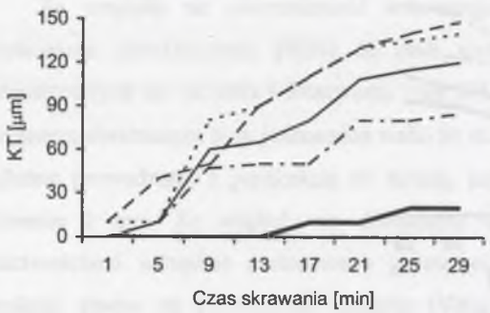


Czas [min]	0-5-1-3Ti-2Nb		1-5-1-2Nb		6-5-1-3Nb		3-3-4 (PM)		6-5-2 (SW7M)	
	$VB_{ŚR}$ [mm]	KT [μm]	$VB_{ŚR}$ [mm]	KT [μm]	$VB_{ŚR}$ [mm]	KT [μm]	$VB_{ŚR}$ [mm]	KT [μm]	$VB_{ŚR}$ [mm]	KT [μm]
1	0,1	10	0,1	30	0,1	18	0,1	15	0,1	5
5	0,15	31	0,15	60	0,15	55	0,2	53	0,2	24
9	0,15	58	0,15	80	0,15	84	0,2	55	0,2	30
13	0,15	59	0,2	113	0,2	103	0,2	80	0,2	55
17	0,2	69	0,2	127	0,2	109	0,2	87	0,2	66
21	0,2	80	0,2	130	0,2	120	0,2	102	0,2	75
25	0,2	87	0,2	138	0,2	135	0,2	108	0,2	78
29	0,2	95	0,2	145	0,2	149	0,25	112	0,2	81

Rys. 62. Przebieg zużycia (VB_{SR}, KT) nie pokrywanych stopów narzędziowych w próbie skrawania bez chłodzenia

Fig. 62. Wear development (VB, KT) of not coated tool alloys in turning without cutting fluid

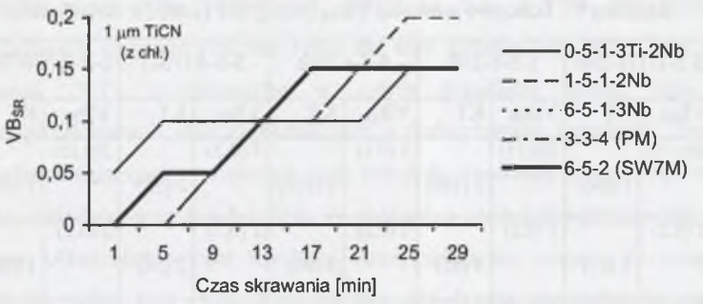


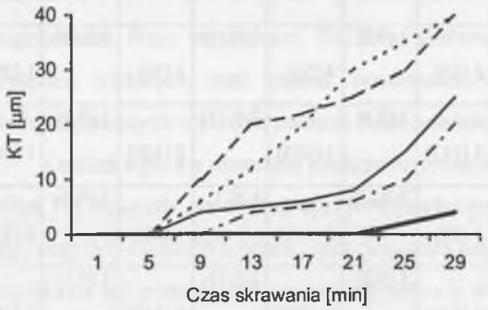


Czas [min]	0-5-1-3Ti-2Nb		1-5-1-2Nb		6-5-1-3Nb		3-3-4 (PM)		6-5-2 (SW7M)	
	$VB_{ŚR}$ [mm]	KT [µm]	$VB_{ŚR}$ [mm]	KT [µm]	$VB_{ŚR}$ [mm]	KT [µm]	$VB_{ŚR}$ [mm]	KT [µm]	$VB_{ŚR}$ [mm]	KT [µm]
1	0,05	0	0,05	10	0,05	10	0	0	0,05	0
5	0,05	10	0,05	40	0,05	10	0,05	10	0,05	0
9	0,05	60	0,05	50	0,05	80	0,1	47	0,05	0
13	0,1	65	0,05	90	0,05	90	0,1	50	0,1	0
17	0,1	80	0,05	110	0,1	110	0,1	50	0,1	10
21	0,1	108	0,1	130	0,1	130	0,1	80	0,1	10
25	0,1	115	0,1	140	0,1	135	0,1	80	0,1	20
29	0,1	120	0,1	148	0,1	140	0,1	85	0,1	20

Rys. 63. Przebieg zużycia ($VB_{ŚR}$, KT) stopów narzędziowych z powłoką 1 µm TiCN w próbie skrawania bez chłodzenia

Fig. 63. Wear development (VB, KT) of tool alloys with 1 µm TiCN in turning without cutting fluid





Czas [min]	0-5-1-3Ti-2Nb		1-5-1-2Nb		6-5-1-3Nb		3-3-4 (PM)		6-5-2 (SW7M)	
	$VB_{ŚR}$ [mm]	KT [µm]	$VB_{ŚR}$ [mm]	KT [µm]	$VB_{ŚR}$ [mm]	KT [µm]	$VB_{ŚR}$ [mm]	KT [µm]	$VB_{ŚR}$ [mm]	KT [µm]
1	0,05	0	0	0	0	0	0	0	0	0
5	0,1	0	0	0	0	0	0	0	0,05	0
9	0,1	4	0,05	10	0,05	6	0,05	0	0,05	0
13	0,1	5	0,1	20	0,1	12	0,1	4	0,1	0
17	0,1	6	0,1	22	0,1	20	0,1	5	0,15	0
21	0,1	8	0,15	25	0,15	30	0,15	6	0,15	0
25	0,15	15	0,2	30	0,15	35	0,15	10	0,15	2
29	0,15	25	0,2	40	0,15	40	0,15	20	0,15	4

Rys. 64. Przebieg zużycia ($VB_{ŚR}$, KT) stopów narzędziowych z powłoką 1 µm TiCN w próbie skrawania z chłodzeniem

Fig. 64. Wear development (VB, KT) of tool alloys with 1 µm TiCN in turning with cutting fluid

Tablica 17

Końcowe i średnie wartości parametrów zużycia $VB_{ŚR}$ i KT oraz rankingi trwałości

Grubość, rodzaj powłoki, chłodzenie	Ranking* i końcowe wartości $VB_{ŚR}$ [mm], KT [μm] (w nawiasach)									
	0-5-1-3Ti-2Nb		1-5-1-2Nb		6-5-1-3Nb		3-3-4 (PM)		6-5-2 (SW7M)	
	$VB_{ŚR}$	KT	$VB_{ŚR}$	KT	$VB_{ŚR}$	KT	$VB_{ŚR}$	KT	$VB_{ŚR}$	KT
3 μm Ti/TiN, bez chł.	2(0,15)	1 (69)	2(0,15)	3 (104)	1 (0,1)	4 (109)	3 (0,2)	2 (92)	2(0,15)	1 (70)
3 μm TiN, bez chł.	1 (0,2)	3 (67)	1 (0,2)	4 (85)	1 (0,2)	5 (95)	2 (0,2)	2 (50)	2 (0,2)	1 (30)
1 μm TiCN, bez chł.	2 (0,3)	3 (120)	1 (0,2)	5 (148)	3 (0,4)	4 (140)	2 (0,3)	2 (85)	3 (0,4)	1 (20)
1 μm TiCN, z chł.	1(0,15)	3 (25)	4 (0,2)	4 (40)	2(0,15)	4 (40)	2(0,15)	2 (20)	3(0,15)	1 (4)
3 μm TiCN, z chł.	2 (0,2)	5 (80)	1(0,15)	3 (36)	2 (0,2)	4 (55)	1(0,15)	2 (30)	1(0,15)	1 (20)
3 μm TiN→ TiCN, bez chł.	2(0,15)	2 (100)	2(0,15)	3 (117)	3 (0,4)	4 (135)	2(0,15)	2 (105)	1 (0,1)	1 (50)
3 μm TiN→ TiCN, z chł.	2(0,15)	3 (20)	2(0,15)	3 (20)	2(0,15)	2 (15)	1 (0,1)	1 (10)	3 (0,2)	4 (25)
3 μm TiC/TiN, bez chł.	3(0,15)	3 (140)	4 (0,2)	3 (140)	5 (0,2)	4 (180)	2(0,15)	2 (110)	1 (0,1)	1 (10)
3 μm TiC/TiN, z chł.	1 (0,2)	3 (7)	1 (0,2)	4 (11)	1 (0,2)	5 (15)	1 (0,2)	2 (4)	1 (0,2)	1 (2)
niepowl., bez chł.	1 (0,2)	2 (95)	2 (0,2)	4 (145)	2 (0,2)	4 (149)	3(0,25)	3 (112)	3 (0,2)	1 (81)
niepowl., z chł.	2 (0,3)	2 (110)	2(0,25)	3 (115)	1 (0,2)	4 (110)	3(0,25)	1 (103)	3 (0,3)	2 (110)
$\Sigma VB_{ŚR}$	2,15		2,05		2,4		2,1		2,15	
ΣKT		838		966		1960		721		427
śr. ranking $VB_{ŚR}$	1,7		2		2,1		2		2,1	
śr. ranking KT		2,7		3,1		4		1,9		1,4

*) ranking ustalony według czasu do osiągnięcia krytycznej wartości parametru zużycia ($VB_{ŚR}$=0,2 mm, KT=140 μm) lub wyższej wartości danego parametru

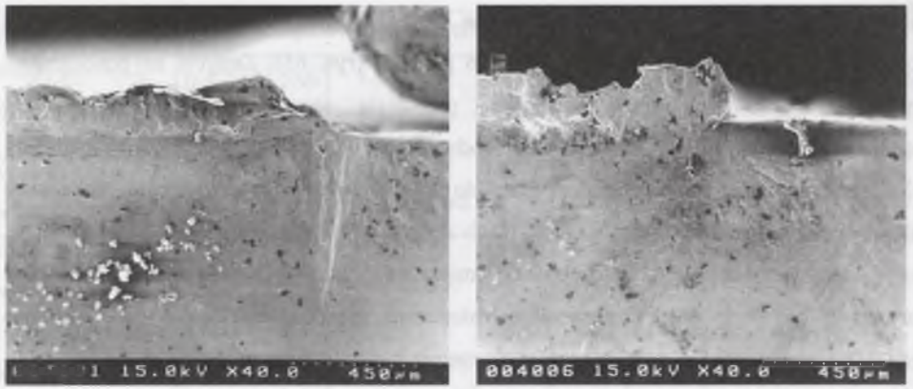
W badaniach płytek niepokrywanych, bez chłodzenia, krytyczną wartość parametru $VB_{ŚR}$ najwcześniej osiągały obydwa gatunki handlowe, PM i SW7M (rys. 62). Szybkiemu zużyciu powierzchni przyłożenia ostrzy ze stali SW7M towarzyszyło powstawanie wyżłobienia, charakterystyczne tylko dla tego gatunku (rys. 65). Zużycie na powierzchni natarcia (KT), zróżnicowane w całym przedziale czasu, było największe dla oszczędnościowych stali szybkotnących o podwyższonej twardości. Zastosowanie emulsji chłodząco-smarującej zwiększyło czas pracy do uzyskania krytycznych wartości wskaźnika $VB_{ŚR}$, najsilniej w stali 6-5-1-3Nb. W płytkach z powłokami przeciwzużyciowymi uzyskano nawet kilkakrotny wzrost trwałości ostrzy mierzonej czasem do osiągnięcia krytycznej wartości $VB_{ŚR}$ (rys. 63). Zastosowanie chłodzenia spowodowało dodatkowo znaczne zmniejszenie wartości KT, spadek oporów skrawania i zmniejszenie narostu (rys. 64).

W próbach skrawania bez chłodzenia najefektywniejsza okazała się powłoka gradientowa TiN→TiCN, na stalach konwencjonalnych także powłoka TiC/TiN, a na stopach o regulowanej fazie węglikowej Ti/TiN o grubości 3 μm. Do pracy z chłodzeniem dla wszystkich badanych stali można zarekomendować warstwę TiCN, trwałość stopów nieledeburytycznych wyraźnie podnosi także powłoka gradientowa.

Analiza wpływu materiału podłoża na trwałość ostrzy pokrywanych i niepokrywanych (tablica 17) wykazała, że według uprzywilejowanego w ocenie stali szybkotnących parametru $VB_{ŚR}$, stop 0-5-1-3Ti-2Nb przewyższa pozostałe gatunki stali. Okazało się także, że bardziej czuły okazał się pomocniczy (stosowany głównie w ocenie węglików spiekanych) parametr KT, według opartego na nim rankingu, najmniejsze zużycie powierzchni natarcia stwierdzono na ostrzach z gatunków handlowych (PM i SW7M).

Stwierdzono także jakościowe różnice w przebiegu zużycia, na przykład na niechłodzonych ostrzach ze stali SW7M z powłoką TiCN powstawało boczne wytarcie na powierzchni natarcia, zjawisko to słabło na stopach 3-3-4 (PM) 6-5-1-3Nb, 0-5-1-3Ti-2Nb aż do jego zaniku na stali 1-5-1-2Nb (rys. 66). Obok typowego zużycia adhezyjnego i abrazyjnego jedynie w stali 3-3-4 (PM) zaobserwowano silne zużycie adhezyjne z wykruszeniam i pęknięcia poprzeczne (rys. 67). Różnice stwierdzono też na powierzchniach przyłożenia ostrzy chłodzonych, np. w stali SW7M poza wytarciem powstaje na tej powierzchni zagłębienie, natomiast w pozostałych stalach na części krawędzi od strony powierzchni przyłożenia pojawia się narost (rys. 68). Widoczne są także mikromechanizmy zużycia, świadczące o korzystnej roli dużych węglików pierwotnych w strukturze SNRFW – brak zarysowań i wykruszeń związany z ich silnym osadzeniem i dużą twardością tych cząstek (rys. 69).

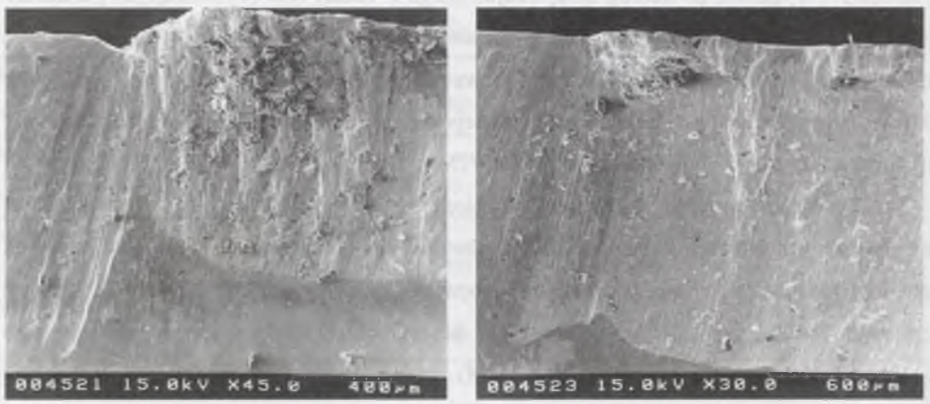
a) b)



Rys. 65. Różnice wyżłobienia na powierzchni przyłożenia płytek wieloostrzowych po próbie toczenia z prędkością 40 m/min, FE SEM: stal SW7M (a-x40), stop 0-5-1-3Ti-2Nb (b-x40)

Fig. 65. Differences in grooving on inserts' flank face after turning test at speed of 40 m/min., SW7M steel (a-x40), 0-5-1-3Ti-2Nb alloy (b-x40)

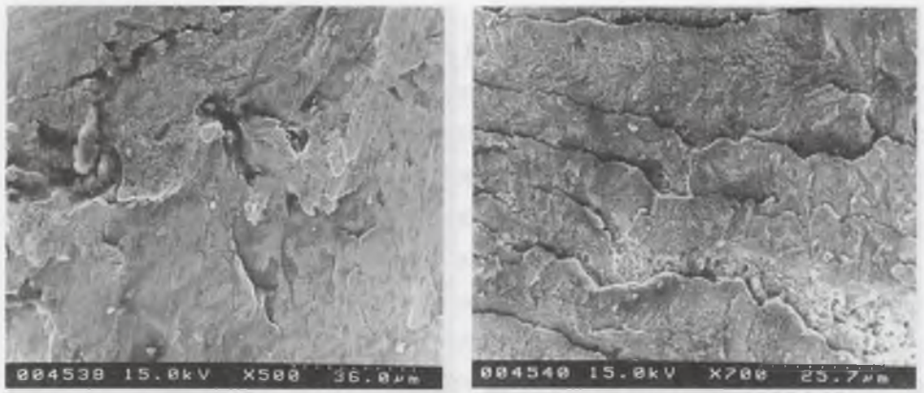
a) b)



Rys. 66. Powierzchnia natarcia niechłodzonych ostrzy z powłoką TiCN, FE SEM: boczne wytarcie w stali SW7M (a-x45), regularny rowek bez wytarcia w stali 1-5-1-2Nb (b-x30)

Fig. 66. Rake face of not cooled TiCN coated blades, FE SEM: side wear of SW7M steel (a-x45), regular groove on 1-5-1-2Nb steel (b-x30)

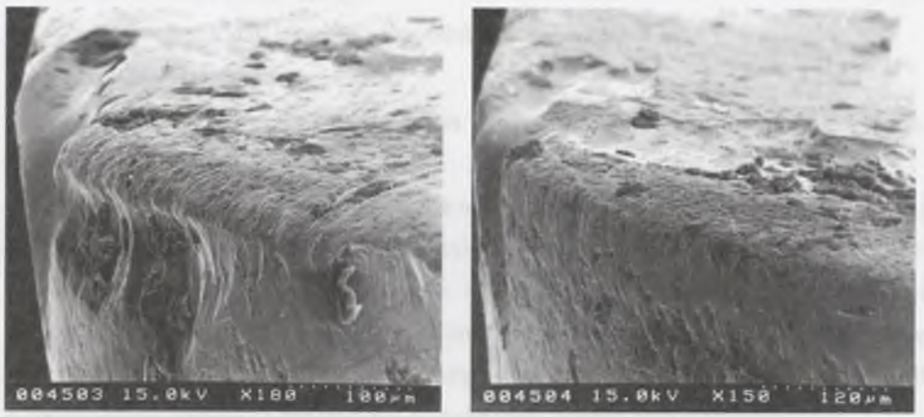
a) b)



Rys. 67. Specyficzne mechanizmy zużycia ostrzy ze stali 3-3-4 (PM) z powłoką TiCN, FE SEM: silne zużycie adhezyjne z wykruszeniami (a-x500) i pęknięcia na dnie rowka na powierzchni natarcia (b-x700)

Fig. 67. Specific wear mechanisms of TiCN coated 3-3-4 (PM) steel blades, FE SEM: severe adhesive wear with chipping (a-x500) and cracks on rake face groove's bottom (b-x700)

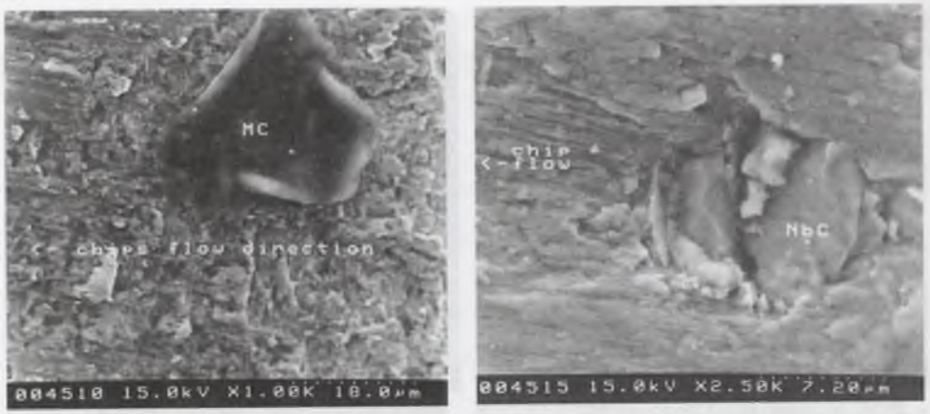
a) b)



Rys. 68. Różnice w przebiegu zużycia chłodzonych płytek ze stali SW7M (a-x180) i 1-5-1-2Nb (b-x150), FE SEM-SEI

Fig. 68. Differences in wear course of cooled inserts made from SW7M steel (a-x180) and 1-5-1-2Nb alloy (b-x150), FE SEM-SEI

a) b)



Rys. 69. Fragment powierzchni przyłożenia chłodzonych ostrzy ze stopu 0-5-1-3Ti-2Nb (a-x1000) i 6-5-1-3Nb (b-x2500) powlekanych TiCN: widoczny brak zarysowań i silne osadzenie węglików typu MC, FE SEM-SEI

Rys. 69. Fragment of flank face of cooled TiCN coated blades made from 0-5-1-3Ti-2Nb alloy (a-x1000) and 6-5-1-3Nb steel (b-x2500): no grooving and strong embedding of MC type carbide particles,, FE SEM-SEI

4. Podsumowanie

W pracy scharakteryzowano aktualne poglądy na rolę fazy dyspersyjnej w procesie pękania i ścierania materiałów z metaliczną osnową oraz współczesny model mikrostruktury takich tworzyw na przykładzie narzędziowych stali szybkotnących. Przedstawiono genezę i rozwój tytanowo-niobowych stopów narzędziowych o regulowanej fazie węglikowej (SNRFW) oraz wyniki uzyskane w tym zakresie w Instytucie Inżynierii Materiałowej, Katedrze Nauki o Materiałach Politechniki Śląskiej i pracach własnych.

Materiałem do badań były stopy modelowe o zróżnicowanych parametrach fazy węglikowej: nieledeburytyczne stopy narzędziowe, oszczędnościowe stale szybkotnące o podwyższonej twardości oraz, w celach porównawczych, wyprodukowana metodą konwencjonalną stal szybkotnąca w gatunku SW7M i otrzymana metodami metalurgii proszków (PM) stal ASP 2005 typu 3-3-4. Badania próbek i narzędzi niepowlekanych oraz z powłokami przeciwzużyciowymi uzyskanymi metodą PVD obejmowały:

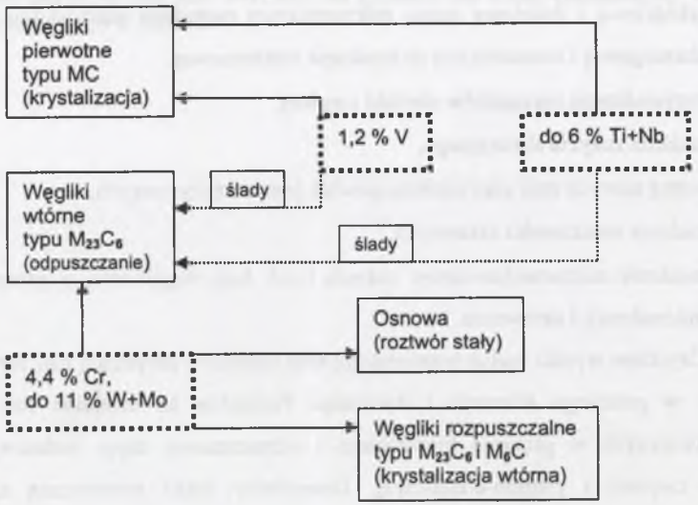
- jakościową i ilościową ocenę mikrostruktury metodami mikroskopii świetlnej oraz skaningowej i transmisyjnej mikroskopii elektronowej,
- optymalizację parametrów obróbki cieplnej,
- badania zużycia abrazyjnego,
- ocenę nowych stali jako podłoża powłok przeciwzużyciowych,
- badania właściwości skrawnych,
- ustalenie mikromechanizmów zużycia i roli fazy węglikowej w procesie dekohezji, mikroabrazji i skrawania.

Uzyskane wyniki badań potwierdzają tezę rozprawy dotyczącą roli fazy dyspersyjnej SNRFW w przebiegu ścierania i dekohezji. Pozwoliły na ustalenie roli pierwiastków węglikotwórczych w procesie krystalizacji i odpuszczania, dając podstawy modyfikacji obróbki cieplnej i cieplno-chemicznej. Umożliwiły także syntetyczną charakterystykę strukturalną SNRFW i zaproponowanie alternatywnego modelu stopów narzędziowych o podwyższonej trwałości i przydatności do nanoszenia powłok przeciwzużyciowych:

1. W stanie wyżarzonym faza węglikowa badanych tytanowo-niobowych stopów narzędziowych o regulowanej fazie węglikowej składa się z węglików typu MC, M_6C i $M_{23}C_6$; istotną różnicą w stosunku do konwencjonalnych gatunków stali szybkotnących jest większy sumaryczny udział objętościowy węglików (ponad 25%), związany głównie z wyższą zawartością węglików prostych tytanu i niobu. Węgliki typu MC mają znaczne

rozmiary (ponad 10 μm) i regularny, wielościenny kształt, często są otoczone małymi cząstkami węglików typu M_6C i $M_{23}C_6$. Występujące w osnowie węgliki typu M_6C i $M_{23}C_6$ mają kształt sferoidalny lub tworzą skoagulowane konglomeraty. Po obróbce cieplnej, charakteryzującej się niższą o 75-150 K temperaturą hartowania, stale te uzyskują twardość równą lub większą niż gatunki typowe. W czasie nagrzewania i austenityzowania węgliki pierwotne typu MC praktycznie nie ulegają rozpuszczaniu, natomiast do roztworu stałego przechodzą znaczne ilości (ok. 9%) węglików M_6C i $M_{23}C_6$.

2. Występujący po odpuszczaniu SNRFW efekt twardości wtórnej związany jest z wydzielaniem węglików $M_{23}C_6$ w kształcie płytek o długości do kilkuset nanometrów. Odmienną, w stosunku do konwencjonalnych stali szybkotnących i handlowych gatunków zawierających niob (rys. 4), rolę pierwiastków węglikotwórczych w procesie krystalizacji i odpuszczania SNRFW przedstawia rys. 70.



Rys. 70. Rola pierwiastków węglikotwórczych w przebiegu krystalizacji i odpuszczania stopów narzędziowych o regulowanej fazie węglikowej

Fig. 70. Role of carbide forming elements in crystallisation and tempering of tool alloys of tailored carbide phase

3. Produkowane lub badane obecnie na świecie stale narzędziowe z tytanem, niobem lub podwyższoną zawartością wanadu, często o niewłaściwie zbilansowanej zawartości pierwiastków węglikotwórczych, charakteryzują się tradycyjną mikrostrukturą (rys. 2).

Dąży się w nich do uzyskania drobnych, rozmieszczonych blisko siebie węglików pierwotnych tytanu i niobu typu MC, rozpuszczenia w czasie austenityzowania w temperaturach równych lub wyższych niż w gatunkach tradycyjnych możliwie dużej ilości węglików VC i wywołania w czasie odpuszczania efektu twardości wtórnej opartego na wydzielaniu węglików bogatych w wanad. Można zatem stwierdzić, że sposób doboru składu chemicznego SNRFW, oparty na zwiększonej zawartości pierwiastków tworzących węgliki typu MC i odpowiednio zbilansowanej zawartości węgla, determinuje odmienny skład fazowy i przebieg zjawisk podczas obróbki cieplnej, w szczególności obniżenie temperatur hartowania i rodzaj węglików powstających w czasie odpuszczania.

4. Wysokowęglowa osnowa nieledeburytycznych stopów narzędziowych może być efektywnie wykorzystana do modyfikacji składu chemicznego i fazowego nanoszonych powłok poprzez zastosowanie technologii jednoczesnego hartowania objętościowego i utwardzania powierzchniowego. Temperatura procesu (powyżej 1000°C) umożliwia dyfuzję atomów węgla z osnowy i fazy węglikowej; pozwala to wykonać na tych stopach np. warstwę węglika tytanu o składzie bliższym stechiometrycznego i zwiększyć koncentrację węgla w warstwie i strefie przejściowej. Podobnie jak w przypadku powłok nanoszonych metodą PVD łatwiej zachodzi zarodkowanie i wzrost warstw epitaksjalnych węglika i azotku tytanu na węglikach pierwotnych typu MC.

5. Obserwacje przełomów ujawniły zjawiska świadczące o korzystnej roli cząstek fazy węglikowej w procesie pękania: silne osadzenie w osnowie węglików pierwotnych typu MC, pozostawanie fragmentów metalicznej osnowy na węglikach leżących na powierzchniach przełomu świadczące o silnej adhezji osnowy i węglików, blokowanie i zmiana trajektorii pęknięć po odbiciu od węglików pierwotnych MC. Stwierdzono także mikromechanizmy zużycia potwierdzające udział fazy węglikowej we wzroście trwałości narzędzi: brak zarysowań i wykruszeń oraz równomierne ścieranie cząstek węglików MC związane z ich dużą twardością i silnym osadzeniem w umocnionej osnowie.

6. Wyniki badań trybologicznych metodą mikrościerania wykazały istotnie mniejsze zużycie abrazyjne SNRFW zarówno od najbardziej rozpowszechnionego gatunku handlowego typu 6-5-2 (SW7M), jak i wysokowanadowej stali wyprodukowanej metodami metalurgii proszków (PM 3-3-4). W testach ze ścierniwem karborundowym (SiC) zaobserwowano

abrazję bezkierunkową, a duże węgliki pierwotne MC tytanu, niobu i wanadu nie ulegały wyrywaniu z osnowy i rysowaniu.

Ranking odporności na ścieranie korundem był skorelowany z sumaryczną zawartością pierwiastków tworzących w stalach węgliki typu MC. Zużycie w badaniach ścierniwem korundowym (Al_2O_3) ma charakter kierunkowego bruzdowania; ranking współczynników ścieralności wykazuje związek z obecnością i zawartością pierwiastków tworzących kolejno najtwardsze węgliki typu MC (tzn. TiC, NbC, VC).

Wzrost odporności na ścieranie stali o regulowanej fazie węglikowej wynika ze zmniejszenia gęstości rys, spowodowanego ich blokowaniem lub zmianą trajektorii przez cząstki węglików MC tytanu i niobu o odpowiednio wysokiej twardości w stosunku do ziarn ścierniwa.

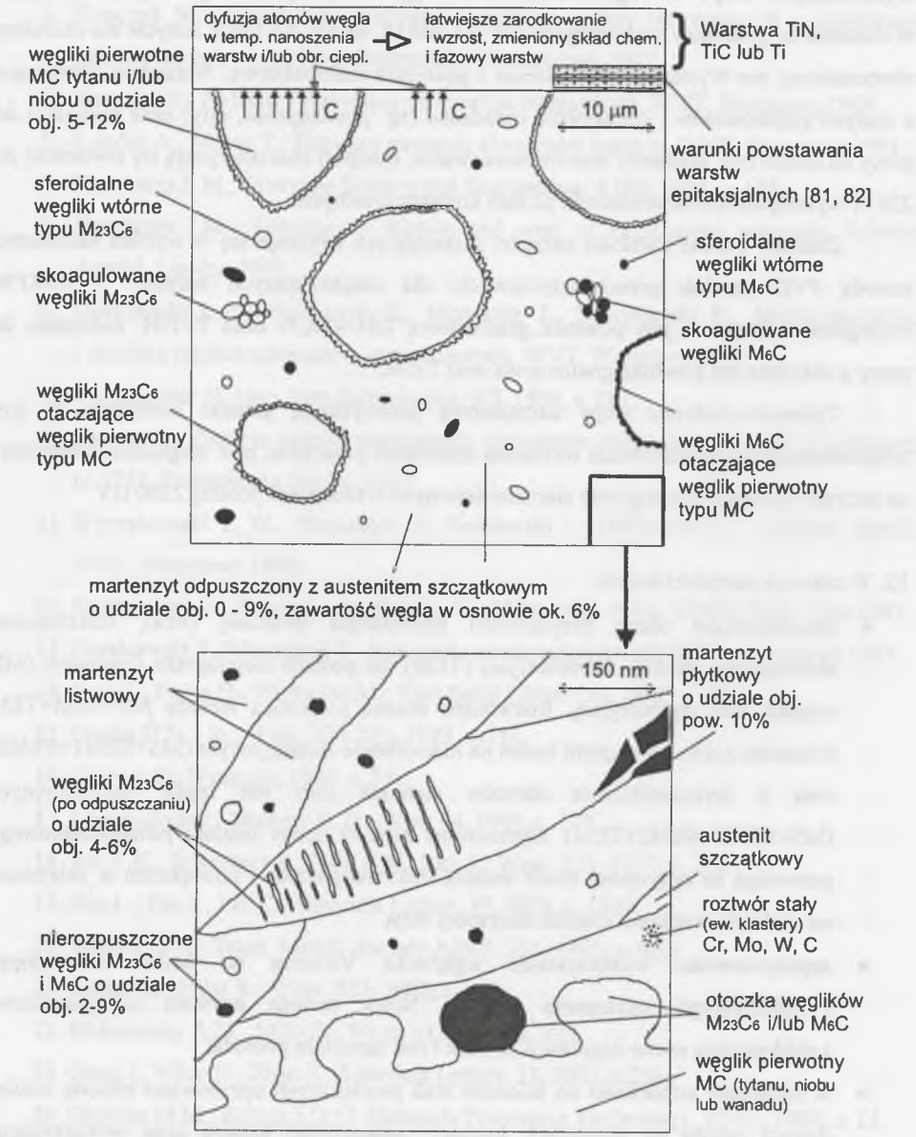
7. Badania metalograficzne i fraktograficzne wykazały dobrą jakość powłok prostych i złożonych na bazie Ti, TiN i TiC, naniesionych metodą PVD na SNRFW i porównywane gatunki handlowe. Stwierdzono dobrą adhezję połączeń węgliki pierwotne-osnowa i węgliki pierwotne-powłoka (silne osadzenie cząstek węglików oraz zjawisko przechodzenia pęknięcia z węglika do materiału warstwy, a nie do obszaru granicy fazowej).

8. Wyniki badań adhezji powłok metodą „scratch" wykazują zależność od twardości podłoża i zawartości pierwiastków węglikotwórczych, zwłaszcza tworzących węgliki proste. W badaniach nieruchomym wgłębnikiem (metodą Vickersa) w większości przypadków stwierdzono, że powłoki na gatunkach handlowych ulegały liczniejszym i bardziej nasilonym zniszczeniom niż na próbkach z SNRFW. Potwierdza to korzystną rolę umocnionej osnowy powodującej zmniejszenie odkształcenia pod wgłębnikiem oraz świadczy o wysokiej adhezji powłok do osnowy i cząstek węglików.

9. Próby skrawania wykazały przewagę lub brak różnic w zużyciu powlekanych i nie powlekanych SNRFW na powierzchniach przyłożenia w stosunku do gatunków konwencjonalnych. Tytanowo-niobowe stopy narzędziowe charakteryzował większy przyrost trwałości po naniesieniu powłok przeciwzużyciowych.

Badania fraktograficzne ostrzy skrawających potwierdzają zaobserwowane na przełomach i próbkach po badaniach zużycia zjawiska silnego osadzenia węglików MC tytanu i niobu w osnowie oraz ich odporność na zarysowanie.

10. Jakościowa i ilościowa ocena mikrostruktury i trwałości oraz wyniki badań wpływu nowych stali na strukturę i właściwości powłok przeciwzużyciowych składają się na alternatywny model mikrostruktury stopów narzędziowych – rys. 71.



Rys. 71. Model mikrostruktury tytanowo-niobowych stopów narzędziowych o regulowanej fazie węglikowej (uwzględniono wpływ na powstawanie i wzrost powłok przeciwzużyciowych)

Fig. 71. Microstructural model of titanium-niobium tool alloys of tailored carbide phase (influence upon formation and growth of resistant coatings was also considered)

11. Wyniki badań trwałości przeprowadzone w szerokim zakresie geometrii narzędzi i warunków pracy pozwalają scharakteryzować profil właściwości i obszar zastosowań SNRFW. W próbach skrawania (noże, frezy) z prędkościami typowymi dla narzędzi ze stali szybkotnących stopy o regulowanej fazie węglikowej są co najmniej równorzędne w stosunku do gatunków tradycyjnych (SW7M, SW18, SK5V, SK10V); zużycie ma charakter równomierny, nie występują wykruszenia i pęknięcia makroskopwe. Narzędzia skrawające z małymi prędkościami i intensywnie chłodzone (np. przeciągacze, piły) oraz narzędzia do pracy na zimno (np. segmenty walcownicze, walce, stemple) charakteryzują się trwałością do 220 % wyższą niż ich odpowiedniki ze stali konwencjonalnych.

Znaczny wzrost trwałości narzędzi skrawających uzyskuje się w wyniku nanoszenia metodą PVD powłok przeciwzużyciowych: dla niechłodzonych narzędzi z SNRFW szczególnie efektywna jest powłoka gradientowa TiN→TiCN oraz Ti/TiN, natomiast do pracy z chłodzeniem powłoka gradientowa oraz TiCN.

Tytanowo-niobowe stopy narzędziowe przewyższają gatunki handlowe, w tym wysokowanadowe produkowane metodami metalurgii proszków, pod względem odporności na zużycie abrazyjne, szczególnie ziarnami ściernymi o twardości poniżej 2200 HV.

12. W zakresie metodyki badań:

- przedstawiono ocenę przydatności mikroskopii świetlnej (MS), elektronowej skaningowej (SEM) i transmisyjnej (TEM) dla potrzeb metalografii ilościowej (MI) cząstek fazy dyspersyjnej. Rozwinięto własną połączoną metodę MS+SEM+TEM o wariant z dwoma etapami badań na mikroskopie skaningowym (MS+SEM1+SEM2) oraz z wykorzystaniem obrazów cienkich folii lub replik ekstrakcyjnych (MS+SEM1+SEM2+TEM). Opracowane metody oceny udziału powierzchniowego pozwalają na optymalny dobór technik mikroskopowych i powiększeń w zależności od rozkładu wielkości cząstek mierzonej fazy;
- zaproponowano wykorzystanie wgłębnika Vickersa do badań kohezyjnego i adhezyjnego zniszczenia powłok. Nowa metoda pozwala na jakościową i półilościową ocenę degradacji powłok i roli materiału podłoża;
- w badaniach odporności na ścieranie stali powlekanych opracowano metodę analizy danych opartą na pomiarach średnicy wewnętrznej krateru oraz wykorzystaniu niezależnie wyznaczonego współczynnika ścieralności materiału podłoża. Przedstawiono także sposób wyznaczania współczynnika ścieralności powłok oparty na pomiarach pojedynczego krateru.

Literatura

1. Trent E.M.: Metal Cutting, Butterworths, Londyn 1984.
2. Bartosiewicz J.: Niezawodność narzędzi skrawających, WNT, Warszawa 1982.
3. Kupczyk M.: Jakość technologiczna i użytkowa ostrzy skrawających z powłokami przeciwzużyciowymi, Wyd. Politechniki Poznańskiej, 1997.
4. Grzesik W.: Podstawy skrawania materiałów metalowych, WNT, Warszawa 1998.
5. Łuczak A., Mazur T.: Fizyczne starzenie elementów maszyn, WNT, Warszawa 1981.
6. Hutchings I. M.: Materials Science and Engineering, A184, 1994, s. 185.
7. Hutchings I.M.: Tribology – friction and wear of engineering materials, Edward Arnold, London 1992.
8. Dobrzański L.A., Hajduczek E., Marciniak J., Nowosielski R.: Metaloznawstwo i obróbka cieplna materiałów narzędziowych, WNT, Warszawa 1990.
9. Fischmeister H. i in.: Acta Stereologica, 5/2, 1986, s. 287.
10. Gierek A.: Zużycie ścierne metalowych elementów roboczych, Skrypty Uczelniane, nr 1752, Politechnika Śląska, 1993.
11. Wyrzykowski J. W., Pleszakow E., Sieniawski J.: Odkształcenie i pękanie metali, WNT, Warszawa 1999.
12. Fischmeister H., Olsson L. R.: Cutting Tool Materials, ASM, Metals Park, Ohio 1981.
13. Burakowski T, Wierzchoń T.: Inżynieria powierzchni metali, WNT, Warszawa 1995.
14. Arai T., Fujita H., Watanabe M.: Thin Solid Films, 154, 1987, s. 387.
15. Dogăn Ö.N. i in.: Wear, 225-229, 1999, s. 758.
16. Clayton P.: Wear, 60, 1980, s. 75.
17. Larsen-Bade J., Mathew K.,G.: Wear 14, 1969, s. 199.
18. Rai V.K., Srivastava R., Nath S.K., Ray S.: Wear, 231, 1999, s. 265.
19. Sun L., Pan J., Lin C.: Materials Letters, 57, 2003, s. 1239.
20. Roberts G.A.: Trans. Metall. Society AIME, 236, 1966, s. 950.
21. Colaco R., Vilar R.: Wear, 255, 2003, s. 643.
22. El-Rakayby A.M., Mills B.: Wear, 112, 1986, s. 327.
23. Gong J., Miao H., Zhao Z.: Materials Letters, 53, 2002, s.258.
24. Oliveira M.M., Bolton J.D.: J. Materials Processing Technology, 92-93, 1999, s. 15.
25. Kasak A., Neumeyer J.A.: Wear 14, 1969, s. 445.
26. Hogmark S., Vingsbo O.: Wear, 31, 1975, s. 39.
27. Davies J.R. (red.): ASM Metals Handbook, ASM International, USA, 1998.

28. Dogăn Ö.N., Hawk J.A., Tylczak J.H.: Wear, 250, 2001, s. 462.
29. Bergman F., Hedenqvist P., Hogmark S.: Tribology International, 30, 1997, nr 3, s. 183.
30. Pacyna J.: Metaloznawstwo pękania stali narzędziowych, Zeszyty Naukowe AGH, Metalurgia i Odlewnictwo Z. 120, Kraków 1988.
31. Fischmeister H., Paul J., Karagöz S.: Practical Metallography, 25, 1988, s. 28.
32. Karagöz S., Fischmeister H.: Steel Research, 58, 1987, nr 8, s. 353.
33. Roberts G., Krauss G., Kennedy R.: Tool Steels, ASM International, 1998.
34. Geller Yu.: Tool Steels, Mir Publishers, Moscow 1978.
35. Cwajna J.: Ilościowy opis struktury stopów narzędziowych i jego zastosowanie, Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej, Hutnictwo Z. 39, Gliwice 1991.
36. Boccalini M., Goldenstein H.: International Materials Reviews, 46, 2001, nr 2, s. 92.
37. Kulmburg A.: Practical Metallography, 35, 1998, nr 4, s. 180.
38. Thomson R.C.: Materials Characterization, 44, 2000, s. 219.
39. Dobrzański L.A., Zarychta A., Ligarski M.: J. Materials Processing Technology, 63, 1997, s. 531.
40. Dobrzański L.A: J. Materials Processing Technology, 109, 2001, s. 44.
41. Pippel E., Woltersdorf J., Pöckl G., Lichtenegger G.: Materials Characterization, 43, 1999, s. 41.
42. Karagöz S., Fischmeister H. F., Andrén H.O., Cai Guang-Jun: Metallurgical Transactions A, 23A, 1992, s. 1631.
43. El-Rakayby A.M., Mills B.: J. Materials Science, 23, 1988, s. 4340.
44. Pacal B., Podrabský T., Fremut P.: Practical Metallography, 18, 1981, s. 574.
45. Fischmeister H.F., Karagöz S., Andrén H.O.: Acta Metallurgica, 36, 1988, nr 4, s. 817.
46. Jeglitsch F.: Berg- und Hüttenmännische Monatshefte, 147, 2002, nr 3, s. 50.
47. Jeglitsch F.: Berg- und Hüttenmännische Monatshefte, 147, 2002, nr 3, s. 151.
48. Riedl R. i in.: Steel Research, 58, 1987, nr 8, s. 339.
49. Schruff I., Schüler V., Spiegielhauer C.: Proc. 6th International Tooling Conference, Karlstad 2002, s. 973.
50. Li Y., Jiang Q., Zhao Y., He Z.: J. Materials Science Technology, 13, 1997, s. 471.
51. Kheirandish Sh., Kharrazi Y.H.K., Mirdamadi Sh.: Materials Science and Technology, 14, 1998, nr 7, s. 683.
52. Kheirandish Sh., Kharrazi Y.H.K., Mirdamadi Sh.: Materials Science and Technology, 14, 1998, nr 4, s. 312.

53. Dobrzański L.A., Ligarski M.: J. Materials Processing Technology, 64, 1997, s. 101.
54. Henke T., Oldwurtel A.: Proc. 6th Int. Tooling Conference, Karlstad 2002, s. 1089.
55. El-Rakayby A. M., Mills B.: J. Materials Science Letters, 5, 1986, s. 332.
56. Gates J.D.: Wear, 214, 1998, s.139.
57. Spero C., Horgraves D.J., Kircklaide R.K., Fitt K.J.: Wear 146, 1991, s. 389.
58. Trezona R.I., Allsopp D.N., Hutchings I.M.: Wear, 225-229, 1999, s. 205.
59. Rutherford K.L., Hutchings I.M.: J. Testing and Evaluation, 25, 1997, nr 2, s. 250.
60. Archard J.F.: J. Applied Physics, 24, 1953, s.981.
61. Rutherford K.L., Hutchings I.M.: Surface Coatings Technology, 79, 1996, s.231.
62. Bergman F., Hedenqvist P., Hogmark S.: Tribology Int., 30, 1997, nr 3, s. 183.
63. Kassman A., Jacobson S., Erickson L., Hedenqvist P., Olsson M.: Surface Coatings Technology, 50, 1991, s. 75.
64. Gee M.G i in.: Wear, 255, 2003, s. 1.
65. Burnett P.J., Rickerby D.S.: Thin Solid Films, 154, 1987, s. 403.
66. Wissel H.: Metallurgical Transactions A, 22A, 1991, s. 1391.
67. Oettel H., Wiedeman R.: Surface Coatings Technology, 76-77, 1995, s. 265.
68. Ürgen M.: Surface Coatings Technology, 94-95, 1997, s. 501.
69. Wysiecki M.: Nowoczesne materiały narzędziowe, WNT, Warszawa 1997.
70. Bull S.J.:Surface Coatings Technology, 50, 1991, s. 25.
71. Burnett J., Rickerby D.S.: Surface Engineering, 3, 1987, s. 69.
72. Jönsson B., Hogmark H.: Thin Solid Films, 114, 1984, s. 257.
73. McGurk M.R., Chandler H.W.: Surface Coatings Technology, 68-69, 1994, s. 576.
74. Ma K.J., Bloyce A.: Surface Coatings Technology 76-77, 1995, s. 297.
75. McHargue J.C.: NATO series "Diamond and diamond-like films and coatings", Plenum Press, New York 1991, s. 363.
76. Wendler B.: Surface Coatings Technology, 100-101, 1998, s. 276.
77. Habig K.H., Meier zu Köcker G.: Surface Coatings Technology, 62, 1993, s. 428.
78. Rutherford K.L., Bull S.J., Doyle E.D., Hutchings I.M.: Surface Coatings Technology, 80, 1996, s. 176.
79. Su Y.L., Kao W.H.: J. Materials Engineering and Performance, 7, 1998, nr 5, s. 601.
80. Lee Y., Jeong K.: Wear, 217, 1998, s. 175.
81. Holleck H., Schier V.: Surface Coatings Technology, 76-77, 1995, s. 328.
82. Suzuki T. i in.: Surface Coatings Technology, 79, 1996, s.268.

Prace własne

W1. Cwajna J., Richter J. i in.: NB-292/RM2/86, CPBR 2.4 cel A 1.4.1, Politechnika Śląska, Katowice 1990.

W2. Cwajna J., Richter J. i in.: NB-679/RM2/86, CPBR 2.4 cel C 1.4.1, Politechnika Śląska, Katowice 1990.

W3. Cwajna J., Richter J. i in.: NB-151/RM2/88, Politechnika Śląska, Katowice 1989.

W4. Maciejny A., Hetmańczyk M., Cwanja J., Richter J. i in.: G-638/RM2/91, Politechnika Śląska, Katowice 1991.

W5. Cwajna J., Richter J. i in.: BW-983/RM2/91, Politechnika Śląska, Katowice 1991.

W6. Richter J. i in.: BW-761/RM7/92, Politechnika Śląska, Katowice 1992.

W7. Cwajna J., Richter J. i in.: Proj. Bad. KBN PBU-608/RM7/92, Politechnika Śląska, Katowice 1994.

W8. Richter J.: Proj. Bad. KBN 7T08C1215, Politechnika Śląska, Katowice 2001.

W9. Richter J.: BW-492/RM7/2000, Politechnika Śląska, Katowice 2000.

W10. Richter J.: BW-466/RM7/2001, Politechnika Śląska, Katowice 2001.

W11. Richter J.: BW-462/RM7/2002, Politechnika Śląska, Katowice 2002.

W12. Richter J.: Rozprawa doktorska, Politechnika Śląska, Katowice 1994.

W13. Cwajna J., Richter J., Szala J.: Proc. 8th World Ceramic Congress, Florence 1994, s. 409.

W.14. Cwajna J., Hetmańczyk M., Richter J.: Proc. 5th International Tooling Conference, Leoben 1999, s. 383.

W15. Cwajna J., Richter J., Szala J.: J. Materials Processing Technology, 133, 2003, nr 1-2, s. 39.

W16. Richter J., Cwajna J., Szala J.: Materials Characterization, 46, 2001, s. 137.

W17. Richter J., Wyciślik A., Cwajna J.: J. Analytical Chemistry, 349, 1994, nr 1-3, s. 153.

W18. Richter J., Wyciślik A., Cwajna J.: Microchimica Acta, 130, 1998, s. 117.

W19. Wyciślik A., Richter J.: Analytical Chemistry (Warsaw), 46, 2001, nr 75, s. 207.

W20. Richter J., Hetmańczyk M., Cwajna J.: J. Materials Processing Technology, 53, 1995, s. 341.

W21. Richter J., Cwajna J., Szala J.: Practical Metallography, 9, 1996, s. 479.

W22. Maliński M., Cwajna J., Richter J.: Acta Stereologia, 8, 1989, nr 2, s. 269.

W23. Cwajna J., Richter J., Szala J.: Acta Stereologia, 10, 1991, nr 1, s 63.

W24. Richter J., Cwajna J., Szala J.: Acta Stereologia, 13, 1994, nr 2, s. 293.

W25. Richter J., Cwajna J., Szala J.: Acta Stereologia, 14, 1995, nr 1, s. 83.

W26. Richter J., Hetmańczyk M., Cwajna J.: Proc. 9th International Scientific Conference "Elektron Microscopy of Solids", Kraków 1996, s. 629.

W27. Richter J., Cwajna J.: Practical Metallography, 1, 1997, s.23.

W28. Cwajna J., Richter J., Szala J.: Proc. International Conference "Q-Mat", Warszawa 1997, s. 125.

W29. Richter J., Hutchings I.M., Clyne T.W., Allsopp D.N., Peng X.: Materials Characterization, 45, 2000, nr 3, s. 233.

W30. Richter J.: Proc. 6th International Tooling Conference, Karlstad 2002, s. 439.

W31. Richter J.: Practical Metallography, 41, 2004, nr 2, s. 57.

W32. Richter J.: Materials Characterization, 50, 2003, s. 339.

W33. Richter J.: Wear, 257, 2004, s. 304.

W34. Richter J.: Surface Coatings Technology, 162, 2003, s. 119.

W35. Richter J., Wendler B.: Inżynieria Materiałowa, 3, 2004, s. 640.

W36. Richter J.: Inżynieria Materiałowa, 5, 2001, s. 780.

STRUKTURALNE CZYNNIKI MIKROŚCIERANIA I DEKOHEZJI STOPÓW NARZĘDZIOWYCH O ZRÓŻNICOWANEJ FAZIE DYSPERSYJNEJ

Streszczenie

W pracy analizowano rolę cząstek umacniającej fazy dyspersyjnej i osnowy stopów narzędziowych w mikroprocesach zużycia abrazyjnego i pękania.

Omówiono główne mechanizmy i czynniki zużycia stopów narzędziowych oraz scharakteryzowano mikrostrukturalny model tych tworzyw na przykładzie stali szybkotnących. Przedstawiono także genezę i rozwój tytanowo-niobowych stopów narzędziowych o regulowanej fazie węglikowej (SNRFW).

Na podstawie danych literaturowych i wyników wstępnych prac własnych sformułowano tezę, że rodzaj, właściwości i parametry stereologiczne fazy dyspersyjnej stopów narzędziowych są głównymi czynnikami determinującymi mikromechanizmy i przebieg mikrościerania i dekohezji tych materiałów.

Programem badawczym objęto zestaw modelowych stopów narzędziowych o zróżnicowanej fazie dyspersyjnej. Stwierdzono, że faza węglikowa SNRFW jest jakościowo i ilościowo istotnie różna od występującej w konwencjonalnych gatunkach stali szybkotnących.

Ustalono wpływ fazy węglikowej SNRFW na mikromechanizmy ścierania i dekohezji oraz na wzrost trwałości wykonanych z nich narzędzi. Zaproponowano model mikrostruktury obrobionych cieplnie stopów narzędziowych o podwyższonej trwałości, uwzględniający wpływ na powstawanie powłok przeciwzużyciowych i ich trwałość.

Przedstawiono ocenę przydatności mikroskopii świetlnej oraz elektronowej mikroskopii skaningowej i transmisyjnej w kontekście potrzeb metalografii ilościowej oraz rozwinięcie własnej metody wykorzystującej łącznie różne techniki mikroskopowe. Zaproponowano także sposób wykorzystania wgłębnika Vickersa do oceny rodzaju i nasilenia zniszczeń powłok oraz roli materiału podłoża.

W badaniach metodą mikrościerania zaproponowano zmodyfikowaną metodę wyznaczania współczynnika ścieralności powłok oraz analizy danych pomiarowych.

STRUCTURAL FACTORS OF MICROABRASION AND DECOHESION OF TOOL ALLOYS WITH VARIED DISPERSED PHASE

Abstract

The work discusses role of the strengthening dispersed phase's particles and matrix of tool alloys in microcracking and abrasive wear processes.

The micromechanisms and factors of tool alloys wear wer reviewed as well as microstructural model of these materials was characterised on high-speed steel example. Genesis and development of titanium-niobium tool alloys of tailored carbide phase (SNRFW) were also described.

On the basis of the literature data and results of introductory own investigations the work's thesis was formulated – type, properties and stereological parameters of dispersed phase of tool alloys are decisive factors determining micromechanism and course of these materials' abrasion and decohesion.

The research program embraced set of model tool alloys with varied dispersed phase. It was found that carbide phase of SNRFW is qualitatively and quantitatively different in comparison with that occurring in conventional grades of high-speed steels.

The influence of the SNRFW's carbide phase upon micomechanisms of abrasion and decohesion as well as tool life increase was determined.

Microstructural model, including effect on wear resistant coatings formation and performance, of heat treated tool alloys of elevated durability was proposed.

Evaluation of light and electron scanning and transmission microscopy methods in context of quantitative metallography needs as well as developed own approach applying jointly various microscopy techniques were presented. Employing of Vickers indenter for assessment of type and intensity of coating degradation and substrate contribution was suggested.

In micro-abrasion test modified method of coating wear coefficient determination and data analysis of measurements results were proposed.

Wydano za zgodą Rektora Politechniki Śląskiej

Wydawnictwo Politechniki Śląskiej,
ul. Akademicka 5, 44-100 Gliwice
http://wydawnictwo.polsl.pl

Sprzedaż i Marketing
tel. (032) 237-18-48
wydawnictwo_mark@polsl.pl

Nakład 100+50, Ark. wyd. 7. Ark. druk. 6,75. Papier offset. kl. III, 70x100, 80g.

Fotokopie, druk i oprawę wykonano w UKiP *J&D Gębka*,
Gliwice, ul. Pszczyńska 44, tel. 231-87-09

BIBLIOTEKA GŁÓWNA
Politechniki Śląskiej
P 3353/05/75
Druk: Drukarnia Gliwice, ul. Zwycięstwa 27, tel. 230 49 50