



梯度微纳米复合陶瓷刀具材料的力学性能和微观结构

郑光明¹, 赵军², 程祥¹, 徐汝锋¹, 李丽¹

(1. 山东理工大学 机械工程学院, 淄博 255000;

2. 山东大学 机械工程学院, 济南 250061)

摘要: 针对高速切削航空难加工材料镍基高温合金时对高性能刀具的迫切需求, 采用热压烧结工艺, 制备 sialon 梯度微纳米复合陶瓷刀具材料, 研究烧结温度、保温时间、梯度层数对刀具材料力学性能及显微组织的影响。利用 X 射线衍射仪分析材料的物相组成, 通过扫描电子显微镜和透射电子显微镜对微观形貌进行分析。结果表明: 在 1750 °C 烧结、压力 35 MPa、保温 60 min 的条件下, 成功合成了 β -sialon。具有 7 层梯度结构的刀具材料在此工艺条件下可获得最优的力学性能: 抗弯强度 $\sigma_f=840$ MPa, 表层维氏硬度 HV 为 17.32 GPa, 表层断裂韧性 $K_{IC}=8.96$ MPa·m^{1/2}, 表层残余应力 $\sigma_r=-423$ MPa, 满足刀具材料的使用要求。微纳米颗粒的同时加入和合理的梯度结构是获得较高力学性能的主要原因。

关键词: 微纳米复合; 残余应力; 梯度陶瓷刀具; 热压烧结; 力学性能

中图分类号: TQ174

文献标志码: A

梯度功能材料(Functionally graded material, FGM) 是一种非均质类的复合材料, 材料成分和微观结构呈现阶梯状或连续的变化^[1]。FGM 已经在航天飞机、武器装备、切削刀具、生物医学移植等领域得到推广和应用^[2-4]。其中, 在陶瓷刀具材料的设计和制备过程中引入 FGM 的概念, 可为刀具材料热-力学性能的提高提供一种有效的工具。

近年来, 针对淬火钢、高强钢、高温合金等航空难加工材料, 相继研制了 $\text{Al}_2\text{O}_3/(\text{W,Ti})\text{C}$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiCN}$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}/\text{CaF}_2$ 、 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{TiCN}$ 、 $\text{Si}_3\text{N}_4/(\text{W,Ti})\text{C}/\text{Co}$ 等梯度陶瓷刀具材料^[5-9], 并对其力学性能和切削性能进行了分析。研究发现: 与均质陶瓷刀具材料相比, 梯度陶瓷刀具材料拥有更高的韧性和抗热震性^[10]; 在高速切削难加工材料时, 梯度刀具表现出更好的切削性能和耐磨性能^[11]。可见, 在高速切削时, 梯度刀具更具有切削优势。

镍基合金是高温强度最高、应用最广的一类高温合金^[12-13], 常选用综合力学性能优越的 sialon 基陶瓷刀具对其进行高速加工^[14-15]。随着梯度刀具材料的研究日趋深入, 将不同性能材料进行梯度复合成为其发

展方向之一。根据 FGM 的概念, 利用 α -sialon 和 β -sialon 性能差异, 制备表层为 α -sialon 材料、里层嵌入 β -sialon 材料的梯度陶瓷材料^[16], 发现材料整体的力学性能提高显著, 可用作刀具材料或制作耐磨零部件等。随着梯度层数的增加, 梯度 sialon 陶瓷材料的各向应力有减小的趋势^[17]。研究还发现, 叠层法可根据需求控制梯度层厚度, 是一种制备梯度材料的有效方法^[16]。

因此, 本文作者针对航空镍基高温合金的高速切削特征, 提出将硬度和耐磨性较高的 sialon 材料作为表层, 将强度和韧性较好的 Si_3N_4 材料作为中间层, 将微纳米复合与组分梯度分布相结合, 研制新型的梯度刀具材料, 有望在高速切削中得到应用。

1 实验

1.1 材料设计

表 1 所列为微纳米复合材料的成分。本材料体系利用了 Si_3N_4 、 Al_2O_3 和 AlN 进行高温固相反应合成

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51505264, 51475273); 山东省优秀中青年科学家科研奖励基金资助项目(BS2014ZZ005); 山东理工大学青年教师发展支持计划项目

收稿日期: 2015-01-21; **修订日期:** 2015-10-26

通信作者: 郑光明, 讲师, 博士; 电话: 15966961938; E-mail: zhengguangming@sdut.edu.cn

β -sialon。

实验选用中位粒径为 0.02 μm 的 $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ 颗粒(纯度 99%(质量分数))和 0.5 μm 的 $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ 颗粒(纯度 99%),中位粒径为 0.1 μm 的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 颗粒(纯度 99.6%)和 0.5 μm 的 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 颗粒(纯度 99.9%),中位粒径为 0.5 μm 的 AlN 颗粒(纯度 99%)。中位粒径为 0.5 μm 的 $\text{TiC}_{0.7}\text{N}_{0.3}$ 颗粒(纯度 99%)作为增强相,选用分析纯 Y_2O_3 作为烧结助剂。

$\text{TiC}_{0.7}\text{N}_{0.3}$ 具有较高的断裂强度和抗氧化性能,以及较高的导热系数和热膨胀系数。适量地添加 $\text{TiC}_{0.7}\text{N}_{0.3}$ 和合理的组分设计,在有效地提高陶瓷刀具材料抗弯强度的同时,热压烧结后可使刀具材料表面形成压应力,有利于刀具表面硬度的提高,从而提高其耐磨性。

梯度材料选用对称型结构形式,总厚度为 $h=4\text{ mm}$,借鉴课题组前期研究成果^[5,7],设计相邻层间的厚度比为 0.3。以获得高的力学性能和高的表层压应

力为目标,设计了不同层数的梯度陶瓷材料,分别为 S-1、S-3、S-5、S-7,如图 1 所示。

表 1 微纳米复合材料的组成

Table 1 Composition of micro-nano-composites							
Composite code	Volume fraction/%						Y ₂ O ₃
	α -Si ₃ N ₄		TiC _{0.7} N _{0.3}	AlN	α -Al ₂ O ₃		
	0.02 μ m	0.5 μ m	0.5 μ m	0.5 μ m	0.1 μ m	0.5 μ m	
A	17.75	53.25	10	5	10	0	4.0
B	16.50	49.50	15	5	10	0	4.0
C	15.25	45.75	20	5	10	0	4.0
D	19.25	57.75	15	0	0	3.2	4.8
E	18.00	54.00	20	0	0	3.2	4.8
F	16.75	50.25	25	0	0	3.2	4.8

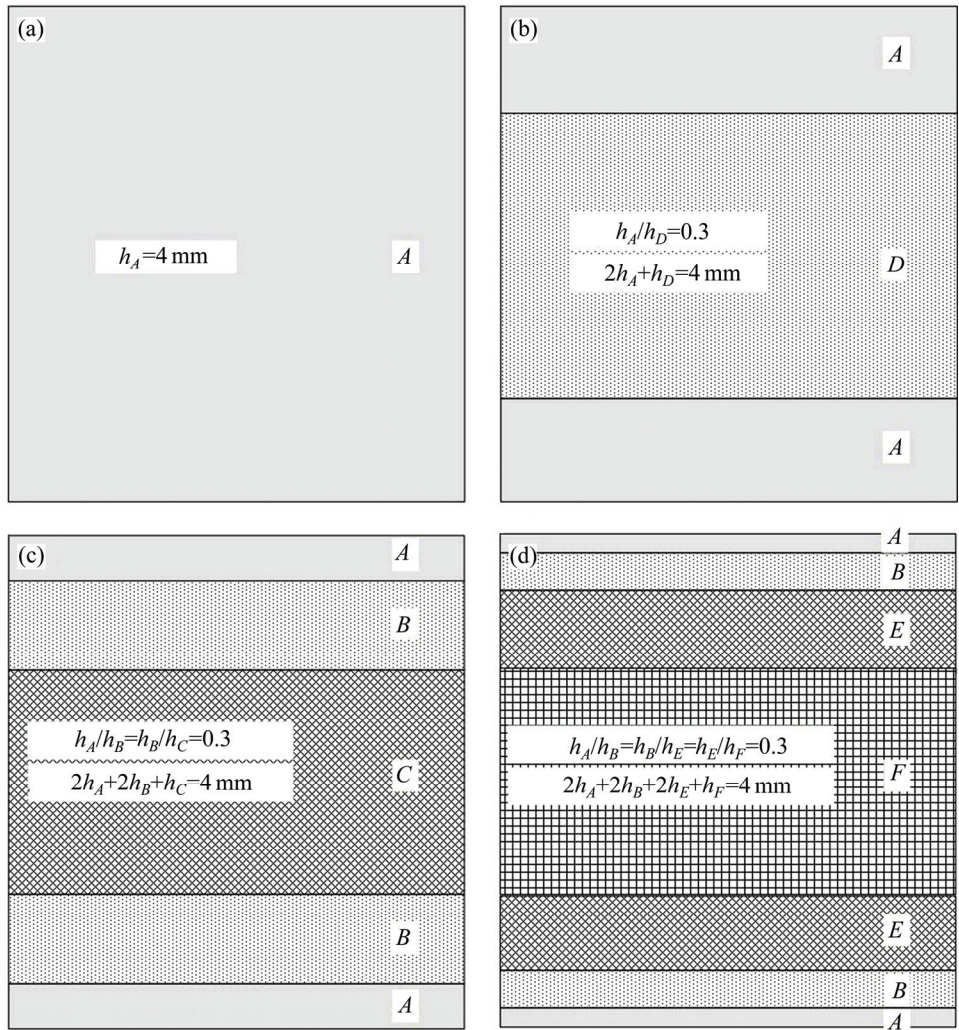


图 1 不同层数的梯度陶瓷材料

Fig. 1 Graded ceramic material with different layer numbers: (a) S-1 with 1 layer; (b) S-3 with 3 layers; (c) S-5 with 5 layers; (d) S-7 with 7 layers

1.2 材料制备

根据表 1 中的微纳米复合材料的组成, 分别选用聚乙二醇(分子量为 4000)和无水乙醇作为分散剂和分散介质对纳米颗粒进行分散。纳米 α - Si_3N_4 颗粒分散时分散剂加入量为纳米颗粒质量的 0.5%, 而纳米 α - Al_2O_3 颗粒分散时此值为 1.5%。

采用超声振动结合机械搅拌(15 min)的方法制备微纳米悬浮液, 将装入悬浮液的混料桶放在球磨机上球磨 48 h 后, 取出放入 ZK-40 型真空干燥箱中烘干, 然后过筛、封装待用。

根据图 1 中的设计, 利用叠层法逐层填充, 在 ZRC85-25T 型多功能高温热压烧结炉中真空烧结。受石墨模具高温强度的制约, 本研究固定烧结压力为 35 MPa。

1.3 性能测试

采用 J5060E1 型自动内圆切片机将烧结成的陶瓷圆饼($d 42 \text{ mm} \times 4.2 \text{ mm}$)切割成试条, 经研磨抛光后制成 $3 \text{ mm} \times 4 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 的试样。材料抗弯强度测量采用三点弯曲法, 在 WDW-50E 型万能实验机上进行, 选择 20 mm 的跨距, 采用 0.5 mm/min 的加载速率, 沿垂直于梯度层的方向加载。材料表层硬度和断裂韧性的测量采用压痕法, 在 HV-120 型 Vickers 硬度计上对梯度材料表层进行测量, 选择 196 N 的加载载荷, 保持 15 s。

陶瓷材料表面残余应力的测量采用压痕裂纹法^[18-20]。如果在材料表面存在残余应力, 断裂韧性与载荷大小、裂纹长度和应力大小有关^[18-20]:

$$K_{\text{IC}} = X p l_1^{-3/2} + Y \sigma_r l_1^{1/2} \quad (1)$$

式中: K_{IC} 为材料断裂韧性; X 为无量纲常数(对于陶瓷材料大约为 $0.016(E/\text{HV})^{1/2}$, E 为弹性模量, 可通过物性参数计算获得, HV 为材料硬度); p 为加载载荷; l_1 为材料表面压痕裂纹长度; Y 为裂纹几何因子(对于半圆形表面裂纹约为 1.26)^[19]; σ_r 为材料表面残余应力。

根据压痕法获得材料表面硬度 HV、断裂韧性 K_{IC} 、压痕裂纹长度 l_1 , 通过式(1)可以计算表层残余应力 σ_r 。

采用阿基米德排水法, 选用 GH-300C 型密度计测量试样体积密度。借助简单混合法, 计算整个材料的理论平均体积密度^[5], 从而得到材料的相对密度。

选用 D/max-rB 型 X 射线衍射仪(XRD)分析试样的物相组成, 采用 JSM-6380LA 型数字化扫描电子显微镜(SEM)和 Hitachi H-800 型透射电子显微镜(TEM)分析材料的显微结构。

由于刀具表层硬度及应力对其耐磨性产生重要影响^[21], 对于非均质的梯度结构材料, 本文作者主要对其表层的硬度、韧性和应力、整体强度, 以及微观结构进行检测与分析。

2 结果与讨论

2.1 物相分析

对 S-1 材料的初始粉末和 S-5 材料烧结样品的表层进行 XRD 分析, 其结果如图 2 所示。由图 2(a)可见, S-1 初始粉末中 Si_3N_4 和 Al_2O_3 均为 α 相, 碳氮化钛粉末中 C 与 N 的摩尔比为 0.7:0.3。S-5 材料经过 1750 °C 和 35 MPa 条件烧结 60 min 后, 表层材料主相变为 $\text{Si}_4\text{Al}_2\text{O}_2\text{N}_6$ 和 $\text{TiC}_{0.7}\text{N}_{0.3}$, 表明在此烧结条件下, Si_3N_4 、 Al_2O_3 和 AlN 间发生了化学反应($4\text{Si}_3\text{N}_4 + 2\text{Al}_2\text{O}_3 + 2\text{AlN} = 3\text{Si}_4\text{Al}_2\text{O}_2\text{N}_6$), 生成了 β -sialon 相, 与设计要求相一致。

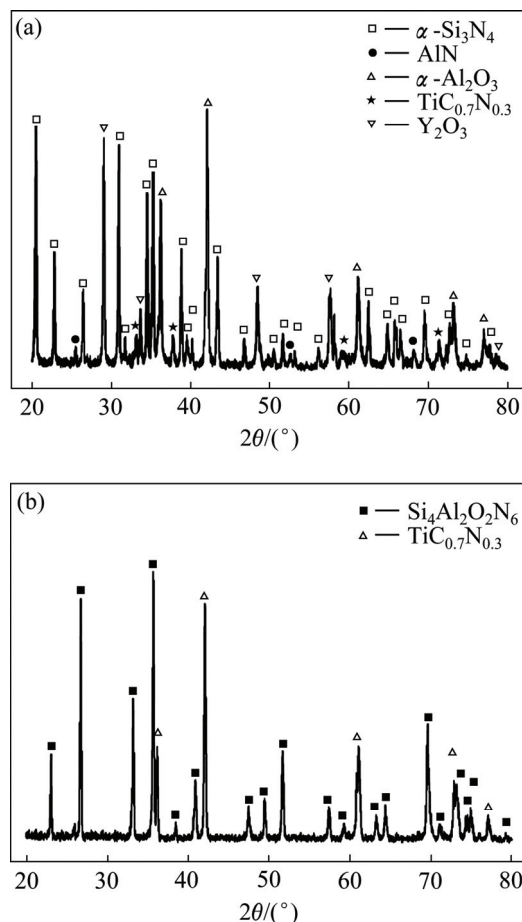


图 2 1750 °C、35 MPa 条件下烧结 60 min S-1 初始粉末和 S-5 烧结样品表层 XRD 谱

Fig. 2 XRD patterns of initial powder of S-1(a) and surface layer of S-5(b) sintered at 1750 °C and 35 MPa for 60 min

2.2 烧结温度

图3所示为烧结温度对S-5性能的影响。不同烧结温度的S-5材料表层断面微观形貌如图4所示, 材料经过了400℃熔融的NaOH腐蚀1min的处理。

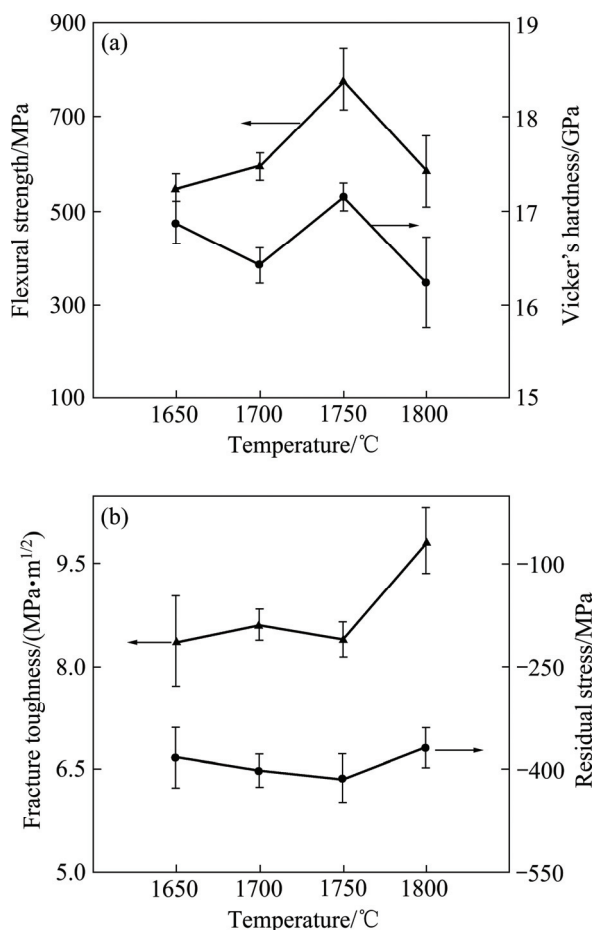


图3 35 MPa 下烧结 60 min 烧结温度对 S-5 抗弯强度、维氏硬度、断裂韧性和残余应力的影响

Fig. 3 Effect of sintering temperature on flexural strength and Vicker's hardness(a) and fracture toughness and residual stress(b) of S-5 sintered at 35 MPa for 60 min

结合图3和4可见, 烧结温度较低时(1650℃), 由于所提供的材料烧结动力不足, 使得晶粒生长不完全, 表现为晶粒细小(见图4(a)), 相对密度较低(95.27%), 致使强度和韧性较低(见图3)。随着烧结温度的升高, 材料各组分烧结充分, 相对密度较高(98.88%), 表明各组成相间界面结合紧密, 可获得较高的力学性能。但当烧结温度过高时(1800℃), 相对密度反而较低(94.19%), 从图4(b)可见, 晶粒粗化严重, 个别晶粒出现异常长大情况, 致使强度和硬度降低(见图3)。

另外, 由于TiC_{0.7}N_{0.3}的含量由表及里逐层增大,

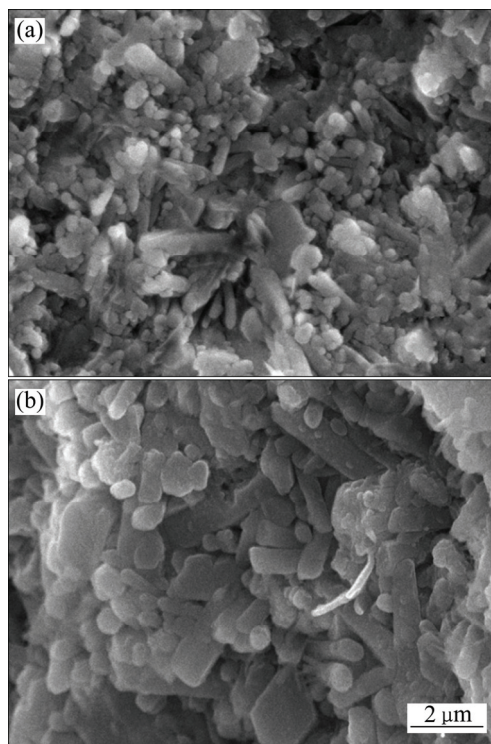


图4 35 MPa 下烧结 60 min 不同烧结温度的 S-5 表层断面微观形貌

Fig. 4 Fracture microphotographies of surface layer of S-5 at 1650 °C(a) and 1800 °C(b) under 35 MPa for 60 min

在制备的冷却过程中, S-5 材料表层形成了残余压应力(见图3), 在1750℃烧结时获得的应力绝对值最大。因此, 此材料体系在1750℃烧结时获得较高的综合力学性能。

2.3 保温时间

图5所示为保温时间对S-5性能的影响。不同保温时间的S-5材料表层断面微观形貌如图6所示。由图5可见, 材料强度和表层残余应力绝对值随着保温时间的延长, 先升高后降低, 保温时间为60 min时取得较高值。表层维氏硬度和断裂韧性分别在60 min和80 min取得较大值。

在保温时间较短时(20 min), 明显发现分布比较均匀的细针状的 β -sialon晶粒(见图6(a)), 这主要是由于晶粒没有足够的时间长大, 致使生长不充分、各组织结构烧结不足, 材料相对密度较低(95.89%), 从而导致材料的力学性能较低(见图5)。随着保温时间的延长(60 min), 各组成元素扩散加剧, 材料烧结良好, 相对密度较高(98.88%)。由于纳米和亚微米初始颗粒的同时加入, 热压烧结后生成了不同尺寸的 β -sialon晶粒。当保温时间延长到60 min时, 发现在大的 β -sialon晶

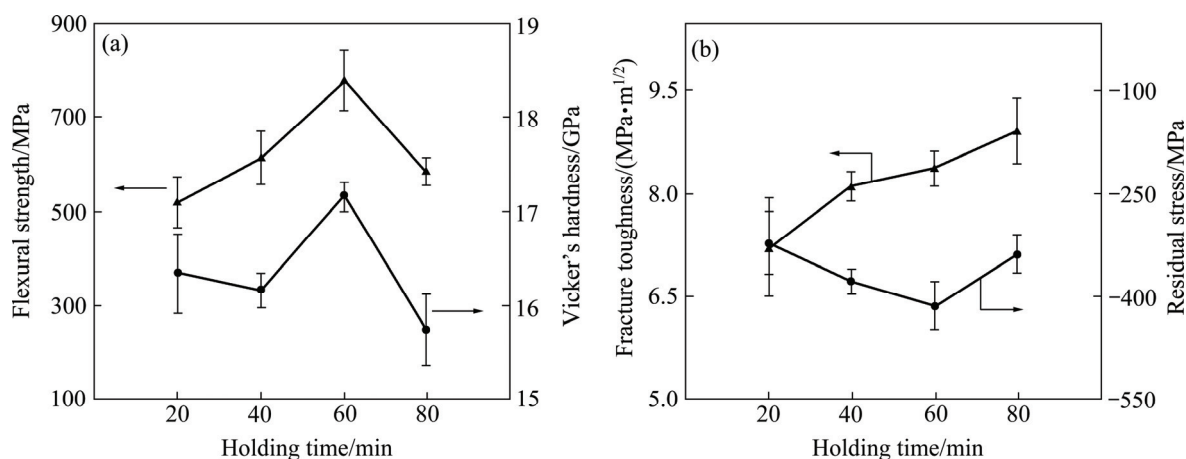


图 5 1750 °C、35 MPa 时烧结时保温时间对 S-5 抗弯强度、维氏硬度、断裂韧性和残余应力的影响

Fig. 5 Effect of holding time on flexural strength and Vicker's hardness(a), fracture toughness and residual stress(b) of S-5 sintered at 1750 °C under 35 MPa

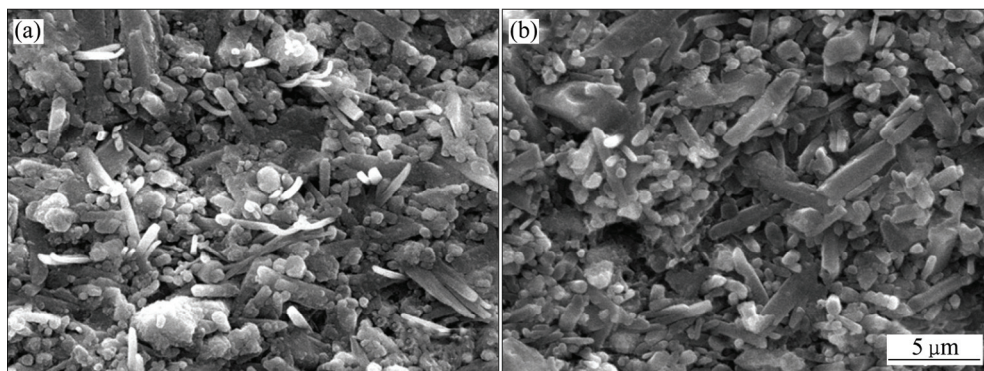


图 6 1750 °C、35 MPa 下不同保温时间的 S-5 表层断口微观形貌

Fig. 6 Fracture micrographs of surface layer of S-5 at 1750 °C under 35 MPa for 20 min(a) and 60 min(b)

粒中镶嵌着许多小的 β -sialon 晶粒, 呈现纵横交错的结构, 增加了烧结驱动力, 提高了材料性能。由以上分析可见, 在保温时间为 60 min 时, 此材料体系可获得较高的综合力学性能。

2.4 梯度层数

根据图 1 的设计, 制备不同层数的梯度陶瓷材料, 梯度层数对材料性能的影响如图 7 所示。S-7 材料表层为 sialon 基材料, 其厚度较小, 硬度较高; 里层为 Si_3N_4 基材料, 其强度较高, 对整体的强度提高起着主导作用, 故 S-7 材料的抗弯强度较高。

梯度陶瓷材料硬度和断裂韧性主要受组成、结构及残余应力大小及分布的影响^[5]。各梯度材料表层成分相同, 由于各梯度层之间的热胀失配, 使得层与层之间产生不同的应力, 由图 7 可见, 表层残余压应力值随着层数的增加有减小的趋势, 从而导致表层材料硬度和韧性的提高。由于 S-5 和 S-7 两种材料第二层

组分也相同, 对表层的应力作用相差不大, 故随着层数的继续增加, 表层残余压应力值减小趋势变缓。由于组成分布及显微结构沿梯度方向的阶梯变化, 表层维氏硬度和断裂韧性继续提高除了受应力影响以外, 还与材料梯度结构(层厚、层数)的变化有关。

图 8(a)所示为 S-7 材料表层断口微观形貌。由图 8(a)可见, S-7 表层断口同样观察到生长充分的长柱状晶粒, 展现出纵横交叉的微观结构, 与 S-5 的微观结构相一致。其相对密度达到 99.01%, 与 S-5 材料相差不大。由此可见, S-7 的性能在 S-5 性能的基础上进一步提高主要是由梯度层数的增加引起的。

2.5 增韧补强机理

图 8(b)和(c)所示为 S-7 表层微观结构的 TEM 像, 图 9(a)和(b)所示分别为白色区域(图 8(b)中区域 A)和黑色区域(图 8(b)中区域 B)的物相电子衍射图。由图 9 可见, 白色晶粒为 β -sialon, 黑色晶粒为 $\text{TiC}_{0.7}\text{N}_{0.3}$ 。

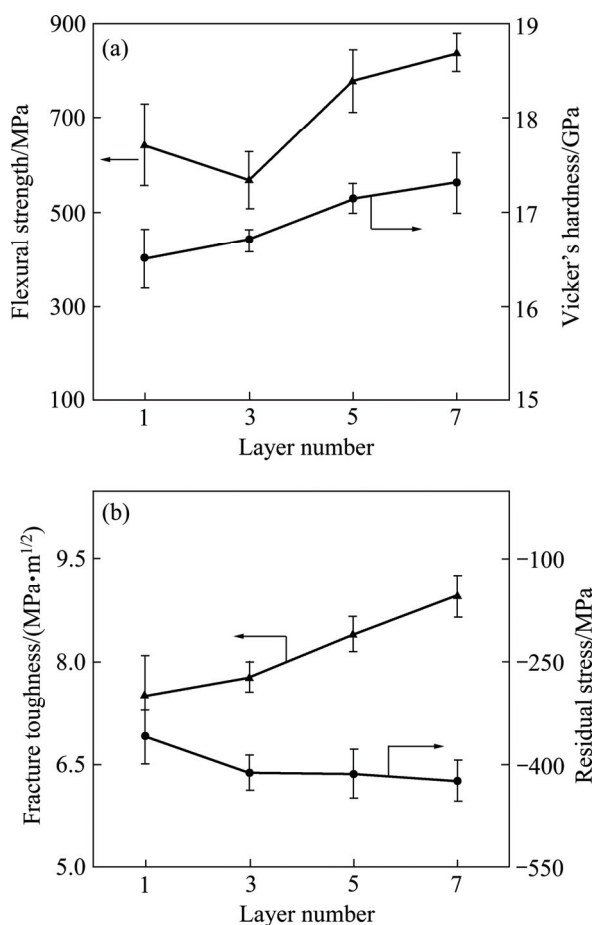


图 7 1750 °C、35 MPa 烧结 60 min 时梯度层数对陶瓷材料抗弯强度、维氏硬度、断裂韧性和残余应力的影响

Fig. 7 Effect of layer number on flexural strength and Vicker's hardness(a), fracture toughness and residual stress(b) of ceramic material sintered at 1750 °C under 35 MPa for 60 min

由图 8(c)可见, β -sialon 晶粒和 $\text{TiC}_{0.7}\text{N}_{0.3}$ 晶粒接触界面比较光滑, 界面结合良好(区域 C)。 $\text{TiC}_{0.7}\text{N}_{0.3}$ 晶粒处于 β -sialon 晶粒的内部(区域 D)或边界处(区域 E), 形成了明显的晶内-晶间混合型的微观结构。其中, 内晶型的 $\text{TiC}_{0.7}\text{N}_{0.3}$ 颗粒的形状为类圆形, 其晶粒直径在 200 nm 以内。

由于增强相颗粒的热膨胀系数和弹性模量都分别高于基体的热膨胀系数和弹性模量, 在烧结的冷却过程中在材料内部产生残余热应力, 其中 $\text{TiC}_{0.7}\text{N}_{0.3}$ 颗粒易处于拉应力状态, β -sialon 晶粒径向处于拉应力状态, 切向处于压应力状态。当界面结合处的局部应力值足够大时, 致使晶粒滑移面开始滑移并逐渐扩展到晶粒内部, 从而形成如图 8(b)所示的位错结构。当裂纹延伸至位错区域时, 可通过自身的变形吸收部分断裂能, 对裂纹起到“钉扎”的作用, 从而提高材料的

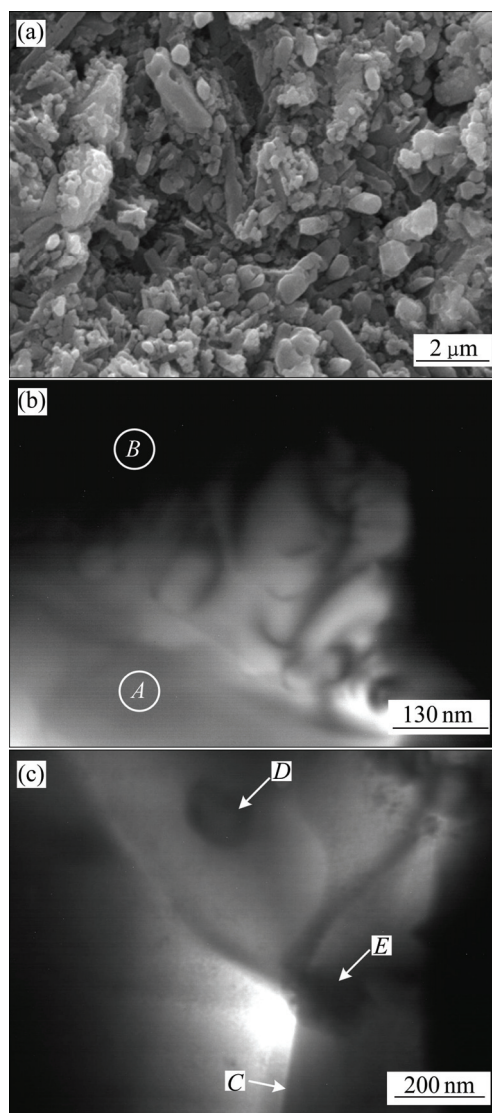


图 8 1750 °C、35 MPa 烧结 60 min 后 S-7 材料表层 SEM 和 TEM 微观形貌

Fig. 8 Micrographs of surface layer of S-7 sintered at 1750 °C under 35 MPa for 60 min: (a) SEM image; (b), (c) TEM images of intergranular and transgranular

强度和韧度。

综上所述, 本研究采用 7 层结构设计的微纳米复合陶瓷刀具材料获得最优的力学性能: $\sigma_f=840$ MPa, $\text{HV}=17.32$ GPa, $K_{IC}=8.96$ $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, $\sigma_r=-423$ MPa。另外, 在相同烧结工艺条件下均质材料 S-1 的力学性能(见图 7): $\sigma_f=645$ MPa, $\text{HV}=16.59$ GPa, $K_{IC}=7.80$ $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, $\sigma_r=-359$ MPa。对比可见, 合理梯度结构构建可显著提高材料力学性能。

微纳米颗粒的同时加入, 使得材料呈现长柱状颗粒纵横交错的微观结构, 增加了烧结驱动力, 有利于材料力学性能的提高。合理的梯度结构设计, 在表层

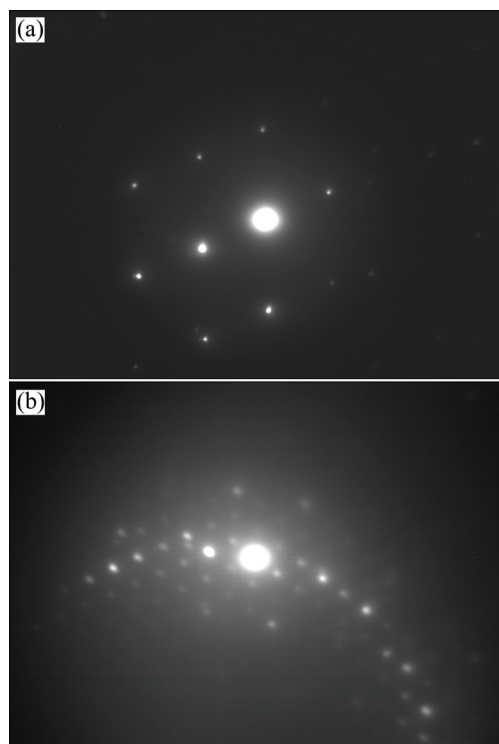


图 9 S-7 表层材料的物相电子衍射图

Fig. 9 Electron diffraction patterns of $\text{TiC}_{0.7}\text{N}_{0.3}$ phase [411](a) and β -sialon phase [001](b)

引入了残余压应力，在高速切削时，这种压应力可以抵消部分切削抗力和摩擦力，从而提高刀具的抗摩擦磨损性能。而在断续切削时，这种残余压应力可以抵抗部分周期性的热载荷和机械载荷冲击，提高刀具的抗热冲击能力。

3 结论

1) 在 1750 °C、35 MPa 烧结 60 min 的条件下烧结，具有 7 层梯度结构的刀具材料获得最优的力学性能： $\sigma_f=840$ MPa， $\text{HV}=17.32$ GPa， $K_{IC}=8.96$ $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ， $\sigma_r=-423$ MPa，满足刀具材料的使用要求。

2) 微纳米颗粒的同时加入，形成纵横交错的微观结构，增加材料烧结驱动力，有利于材料力学性能的提高；梯度结构的合理设计，在表层引入了残余压应力，提高刀具材料的耐磨性和抗热冲击能力。

3) 材料呈现晶内-晶间混合型的微观结构，其中位错结构的形成，可吸收部分断裂能，也有利于材料强度和韧性的提高。

4) Sialon 梯度微纳米复合陶瓷刀具模型的建立，丰富了梯度刀具的种类，有望在高速/超高速切削难加工材料中得到推广和应用。

REFERENCES

- [1] LOW I M. Ceramic matrix composites: microstructure, properties and applications[M]. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2006: 575–596.
- [2] QIAN Ting-ting, LIU Dong, TIAN Xiang-jun, LIU Chang-meng, WANG Hua-ming. Microstructure of TA2/TA15 graded structural material by laser additive manufacturing process[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014, 24(9): 2729–2736.
- [3] HUSSAIN M A, MAQBOOL A, KHALID F A, BAKHSH N, HUSSAIN A, RAHMAN J U, PARK J K, PARK T G, HYUN L J, KIM M H. Mechanical properties of CNT reinforced hybrid functionally graded materials for bioimplants[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014, 24(S1): s90–s98.
- [4] 苏 斌, 严红革, 陈吉华, 陈 刚, 杜嘉庆. 硅含量对喷射沉积 $\text{SiC}_p/\text{Al-Si}$ 功能梯度复合材料摩擦磨损性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2013, 23(1): 201–211.
SU Bin, YAN Hong-ge, CHEN Ji-hua, CHEN Gang, DU Jia-qing. Effect of silicon content of substrate on wear properties of spray-deposited $\text{SiC}_p/\text{Al-Si}$ functionally gradient composites[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2013, 23(1): 201–211.
- [5] 赵 军. 新型梯度功能陶瓷刀具材料的设计制造及其切削性能研究[M]. 北京: 高等教育出版社, 2005: 71–125.
ZHAO Jun. Design and fabrication of functionally gradient ceramic tool materials and their cutting performance [M]. Beijing: Higher Education Press, 2005: 71–125.
- [6] GAO Zhong-jun, ZHAO Jun, ZHENG Guang-ming. Processing and characterization of an Al_2O_3 /TiCN micro-nano-composite graded ceramic tool material[J]. Key Engineering Materials, 2012, 499: 132–137.
- [7] ZHENG Guang-ming, ZHAO Jun, ZHOU Yong-hui, GAO Zhong-jun, CUI Xiaobin, LI An-hai. Fabrication and characterization of Sialon- Si_3N_4 graded nano-composite ceramic tool materials[J]. Composites Part B, 2011, 42(7): 1813–1820.
- [8] TIAN Xian-hua, ZHAO Jun, WANG Yin-tao, GONG Feng, QIN Wen-zhen, PAN He-lin. Fabrication and mechanical properties of $\text{Si}_3\text{N}_4/(\text{W,Ti})\text{C/Co}$ graded nano-composite ceramic tool materials[J]. Ceramics International, 2015, 41(3): 3381–3389.
- [9] XU Chong-hai, XIAO Guang-xiao, ZHANG Yong-lian, FANG Bin. Finite element design and fabrication of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}/\text{CaF}_2$ gradient self-lubricating ceramic tool material[J]. Ceramics International, 2014, 40: 10971–10983.
- [10] 董 颖. 梯度陶瓷刀具材料抗机械冲击与抗热冲击性能研究[D]. 济南: 山东大学, 2014: 33–42.
DONG Ying. Mechanical impact and thermal shock resistance of graded composite ceramic tools materials[D]. Jinan: Shandong University, 2014: 33–42.
- [11] ZHENG Guang-ming, ZHAO Jun, ZHOU Yong-hui. Friction and wear behaviors of Sialon- Si_3N_4 graded nano-composite ceramic materials in sliding wear tests and in cutting

- processes[J]. *Wear*, 2012, 190/191: 41–50.
- [12] 敖三三, 罗震, 单平, 步贤政, 刘为东. Inconel 601 镍基高温合金激光焊焊缝的显微组织[J]. *中国有色金属学报*, 2015, 25(8): 2099–2107.
- AO San-san, LUO Zhen, SHAN Ping, BU Xian-zheng, LIU Wei-dong. Microstructure of Inconel 601 nickel-based superalloy laser welded joint[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2015, 25(8): 2099–2107.
- [13] 谢君, 于金江, 孙晓峰, 金涛. 含钨高镍 K416B 镍基铸造高温合金的组织与蠕变行为[J]. *中国有色金属学报*, 2015, 25(6): 1490–1497.
- XIE Jun, YU Jin-jiang, SUN Xiao-feng, JIN Tao. Microstructure and creep behavior of Hf-containing K416B as-cast Ni-based superalloy with high W content[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2015, 25(6): 1490–1497.
- [14] VAGNORIUS Z, SØRBY K. Effect of high-pressure cooling on life of SiAlON tools in machining of Inconel 718[J]. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2011, 54(1/4): 83–92.
- [15] ZHENG Guang-ming, ZHAO Jun, SONG Xin-yu, CAO Qing-yuan. Ultra high speed turning of Inconel 718 with Sialon ceramic tools[J]. *Advanced Materials Research*, 2010, 126/128: 653–657.
- [16] ÇALIŞ N, KUŞHAN Ş R, KARA F, MANDAL H. Functionally graded SiAlON ceramics[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2004, 24(12): 3387–3393.
- [17] CAROLINE S L, AHN S H, DEJONGHE L C, THOMAS G. Effect of functionally graded material (FGM) layers on the residual stress of polytypoidally joined $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2006, 434(1/2): 160–165.
- [18] PORTU D G, MICELE L, PEZZOTTI G. Laminated ceramic structures from oxide systems[J]. *Composites Part B*, 2006, 37(6): 556–567.
- [19] CAI P Z, GREEN D J, MESSING G L. Mechanical characterization of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ Hybrid Laminates[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 1998, 18(14): 2025–2034.
- [20] 员冬玲, 邓建新, 段振兴. $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(W,Ti)C}/\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ 对称型叠层陶瓷的结构设计和力学性能[J]. *硅酸盐学报*, 2008, 36(8): 1148–1152.
- YUN Dong-ling, DENG Jian-xin, DUAN Zhen-xing. Structural desing and mechanical properties of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(W,Ti)C}/\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ symmetric laminated ceramic materials[J]. *Journal of the Chinese Ceramic Socirty*, 2008, 36(8): 1148–1152.
- [21] DENG Jian-xin, Duan Zhen-xiong, Yun Dong-ling, ZHANG Hui, AI Xing, ZHAO Jun. Fabrication and performance of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-(W,Ti)C}/\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ multilayered ceramic cutting tools[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2010, 527(4/5): 1039–1047.

Mechanical properties and microstructure of graded micro-nano-composite ceramic tool material

ZHENG Guang-ming¹, ZHAO Jun², CHENG Xiang¹, XU Ru-feng¹, LI Li¹

(1. School of Mechanical Engineering, Shandong University of Technology, Zibo 255000, China;

2. School of Mechanical Engineering, Shandong University, Ji'nan 250061, China)

Abstract: In view of the urgent need for high-performance tools when high-speed machining aviation difficult-to-cut material nickel-based super alloy, a sialon graded micro-nano-composite ceramic tool material was prepared by hot-pressing sintering. The effects of sintering temperature, holding time and layer number on the mechanical properties and microstructure of the tool material were investigated. The phase identification was carried out by X-ray diffraction (XRD), and the fracture surface microstructure of the composites was characterized by scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM). The results show that β -sialon phase is formed at 1750 °C and 35 MPa for 60 min. The optimum mechanical properties of the ceramic material with 7 layer numbers are gotten: a flexural strength σ_f is 840 MPa, a surface layer Vickers hardness HV is 17.32 GPa, a surface layer fracture toughness K_{IC} is 8.96 MPa·m^{1/2}, a surface layer residual stress σ_r is -423 MPa, which meet the requirements for cutting tool materials. The high properties can be attributed to the addition of micro and nano grains and the suitable graded structure.

Key words: micro-nano-composite; residual stress; graded ceramic tool; hot-pressing; mechanical property

Foundation item: Projects(51505264, 51475273) supported by the National Natural Science Foundation of China; Project(BS2014ZZ005) supported by the Scientific Research Foundation for Outstanding Youth Scientists of Shandong Province of China; Project supported by the Youth Teacher Development Support Program of Shandong University of Technology

Received date: 2015-01-21; **Accepted date:** 2015-10-26

Corresponding author: ZHENG Guang-ming; Tel: +86-15966961938; E-mail: zhengguangming@sdu.edu.cn

(编辑 王超)