

POLITECHNIKA KOSZALIŃSKA

WYDZIAŁ INŻYNIERII MECHANICZNEJ I ENERGETYKI



ROZPRAWA DOKTORSKA

WPŁYW MODYFIKACJI SPOIWA SZKLANOKRYSTALICZNEGO WISKERAMI GLINOBOROWYMI NA MECHANIZM ZUŻYWANIA SIĘ NARZĘDZI ŚCIERNYCH Z TLENKU GLINU

mgr inż. Karolina Kminikowska

PROMOTOR

dr hab. inż. Daniela Herman

Koszalin, 2024

Pragnę serdecznie podziękować **Pani dr hab. inż. Danieli Herman** za jej nieocenioną rolę jako Mentora i Promotora. Dziękuję za poświęcony czas, okazane wsparcie i wyrozumiałość w trakcie realizacji mojej pracy doktorskiej.

Spis treści

W	ykaz	symboli i akronimów	5	
St	reszcz	zenie	8	
Al	ostrac	t	10	
1.	WPR	ROWADZENIE	12	
2.	ANALIZA LITERATURY W ZAKRESIE WYZNACZONYM TEMATEM PRACY 15			
	2.1.	Budowa i właściwości ziaren ściernych z tlenku glinu	15	
		2.1.1. Ziarna elektrokorundowe	16	
		2.1.1.1. Elektrokorund szlachetny	16	
		2.1.1.2. Elektrokorund zwykły i półszlachetny	17	
		2.1.1.3. Modyfikowane ziarna elektrokorundowe	18	
		2.1.2. Ziarna ścierne z mikrokrystalicznego tlenku glinu	18	
		2.1.3. Wpływ mikrostruktury ziaren ściernych z Al_2O_3 na ich właściwości	20	
	2.2.	Ceramiczne materiały wiążące stosowane do wyrobu narzędzi ściernych z Al ₂ O ₃ .	22	
		2.2.1. Charakterystyka spoiw szklanych	22	
		2.2.2. Charakterystyka spoiw szklanokrystalicznych	26	
	2.3.	Zagadnienia dotyczące mechaniki pękania materiałów ceramicznych	30	
		2.3.1. Podstawy teoretyczne mechaniki kruchego pękania	31	
		2.3.2. Propagacja pęknięć w ziarnie ściernym	35	
		2.3.3. Propagacja pęknięć w ceramicznych mostkach wiążących	36	
	2.4.	Teoretyczne podstawy modułu Younga porowatych kompozytów ceramicznych	45	
	2.5.	Mechanizmy zużycia ziaren ściernych i spoiw ceramicznych	50	
		2.5.1. Zużycie ścierne ziaren ściernych	52	
		2.5.2. Zużycie wytrzymałościowe ziaren ściernych	53	
		2.5.3. Pękanie mostków spoiwa	55	
		2.5.4. Mechanizmy zużycia ściernic Al ₂ O ₃	57	
	2.6.	Wnioski	63	
3.	CEL, HIPOTEZY, PROBLEMY BADAWCZE I ZAKRES PRACY			
	3.1.	Cel pracy	66	
	3.2.	2. Hipotezy pracy		
	3.3.	3. Problemy badawcze		
	3.4.	Zakres pracy	68	
4.	MET	ODYKA BADAŃ	69	
	4.1.	Plan badań	69	
	4.2.	Charakterystyka materiałów wykorzystanych do przygotowania badanych ściernic z tlenku glinu	: 71	

4.3.	Formo	Formowanie i obróbka cieplna narzędzi ściernych			
4.4.	Metody badawcze				
	4.4.1.	Badanie zwilżalności ziaren ściernych	73		
	4.4.2.	Badanie wytrzymałości mechanicznej na rozciąganie – metoda DCT	74		
	4.4.3.	Identyfikacja faz krystalicznych w badanych ściernicach z wykorzystanie rentgenowskiej analizy fazowej jakościowej i ilościowej	m 75		
	4.4.4.	Badania morfologii powierzchni próbek ściernic z wykorzystaniem skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM)	75		
	4.4.5.	Badanie składu chemicznego w mikroobszarach próbek ściernic z wykorzystaniem spektroskopii rentgenowskiej z dyspersją energii (EDS).76		
	4.4.6.	Badanie składu chemicznego w mikroobszarach próbek ściernic z wykorzystaniem spektroskopii rentgenowskiej z dyspersją długości fali (WDS)	76		
	4.4.7.	Badanie modułu Younga ściernic metodą rezonansową	76		
	4.4.8.	Badania właściwości eksploatacyjnych ściernic ze spoiwem szklanokrystalicznym oraz ściernic ze spoiwem szklanokrystalicznym modyfikowanym wiskerami glinoborowymi	77		
	4.4.9.	Badania morfologii CPS po szlifowaniu	79		
5. WY	NIKI BADAŃ I ICH DYSKUSJA80				
5.1.	.1. Wyznaczenie parametrów obróbki cieplnej ściernic na bazie ziaren mikrokrystalicznego tlenku glinu i ziaren elektrokorundowych				
5.2.	 Określenie wpływu modyfikacji spoiwa szklanokrystalicznego wiskerami glinoborowymi na wytrzymałość mechaniczną na rozciąganie próbek ściernic z tlenku glinu 				
5.3.	 Określenie wpływu dodatku prekursora wiskerów na ewolucję mikrostruk spoiwa w ściernicach na bazie ziaren Al₂O₃ 		83		
5.4.	Interpr cerami	retacja wpływu inkluzji drobnodyspersyjnych i wiskerowych w spoiwie cznym na właściwości mechaniczne ściernic z tlenku glinu	94		
5.5.	Badan	ia właściwości eksploatacyjnych	.101		
5.6.	Analiz ścierni	a mechanizmu zużycia ściernicy ze spoiwem szklanokrystalicznym oraz cy modyfikowanej wiskerami glinoborowymi	.112		
6. POD	SUMO	WANIE I WNIOSKI	.124		
7. BIB	LIOGRA	AFIA	.131		
Spis rys	sunków		.144		
Spis tab	oel		. 149		

Wykaz symboli i akronimów

Symbole

99A	_	elektrokorund szlachetny
A	_	pole powierzchni szczeliny, mm ²
a_e	_	głębokość szlifowania, mm
b_w	_	długość przedmiotu obrabianego, mm
С	_	koncentracja ziaren ściernych
С	_	współczynnik koncentracji naprężeń
d	_	średni rozmiar ziaren, μm
d_w	_	średnica wewnętrzna przedmiotu obrabianego, mm
D	_	średnica próbki, mm
Ε	_	moduł Younga, GPa
E_k	_	energia kinetyczna, J
E_m	_	moduł Younga matrycy, GPa
E_{OS}	_	energia odkształcenia sprężystego, J
E_p	_	moduł Younga inkluzji, GPa
E_R	_	moduł Younga materiału dwufazowego o równoległym układzie faz w stosunku
		do naprężenia, GPa
E_s	_	moduł Younga mostków spoiwa, GPa
E_{SZ}	_	moduł Younga materiału dwufazowego o szeregowym układzie faz w stosunku
		do naprężenia, GPa
E_w	_	energia wewnętrzna, J
E_z	_	moduł Younga ziarna ściernego, GPa
f	_	częstotliwość rezonansowa, kHz
F	_	siła, N
G	_	wskaźnik szlifowania
G'	_	współczynnik uwalniania energii
G_z	_	gradacja ziarna
h	_	wysokość próbki, mm
h_g	_	stopnień twardości
k	_	współczynnik kształtu uwzględniany w metodzie rezonansowej pomiaru modułu
		Younga ściernic małogabarytowych

 K_g – prędkość wzrostu kryształów

K _{IC}	_	odporność na kruche pękanie, MPa·m ^{1/2}
K_{v}	_	prędkość nukleacji
Р	_	moc szlifowania, W
P _{śr}	_	średnia moc szlifowania, W
Q_{PCS}	_	wydatek płynu chłodząco-smarującego, l/min
rms	_	średnie odchylenie kwadratowe od okręgu średniego
Ra	_	średnie arytmetyczne odchylenie profilu chropowatości, μm
t	_	czas szlifowania, s
t_s	_	typ spoiwa
t_z	_	typ ziarna ściernego
Τ,	_	temperatura, °C
T_G	_	temperatura maksymalnej prędkości wzrostu kryształów, °C
T_m	_	temperatura mięknięcia, °C
T_N	_	temperatura maksymalnej prędkości zarodkowania kryształów, °C
T_p	_	temperatura topnienia, °C
T_s	_	temperatura spiekania, °C
U	_	energia potencjalna, J
U_T	_	całkowita energia potencjalna układu, J
V _{fa}	—	prędkość posuwu osiowego stołu, mm/s
V_{S}	_	prędkość obwodowa ściernicy, m/s
V_W	—	prędkość obwodowa przedmiotu obrabianego, m/s
V	—	objętość, cm ³
V_p	_	porowatość, %
V_s	_	udział objętościowy spoiwa, %
$V_{\acute{s}}$	_	zużycie objętościowe ściernicy, mm ³
V_w	_	ubytek materiału, mm ³
V_z	_	udział objętościowy ziarna ściernego, %
W	_	praca sił zewnętrznych, J
α	_	współczynnik rozszerzalności termicznej, °C ⁻¹
α_m	_	współczynnik rozszerzalności termicznej matrycy, °C ⁻¹
α_p	—	współczynnik rozszerzalności termicznej inkluzji, °C ⁻¹
Γ	—	energia powierzchniowa, J
ΔP	_	przyrost mocy szlifowania, W
γ	_	energia powierzchniowa na jednostkę powierzchni, mJ/m ²

γef	_	efektywna powierzchniowa energia pękania
γi	_	energia pochłaniana przez inne procesy towarzyszące pękaniu materiału
γm	_	energia pochłaniana w wyniku mostkowania pęknięć
γ _{pf}	_	energia pochłaniana w wyniku występowania przemian fazowych wywołanych
		przez naprężenie mechaniczne,
γ_{pl}	_	energia pochłaniana na odkształcenie plastyczne,
γr	_	energia pochłaniana przy rozgałęzieniu lub tworzeniu się sieci mikropęknięć
v	_	współczynnik Poissona
П	_	energia potencjalna sił zewnętrznych, J
ρ	_	gęstość, g/cm ³
σ	_	odchylenie standardowe
σ_r	_	naprężenie rozciągające, MPa
σ_y	_	naprężenie rozciągające w kierunku osi y, MPa
$\dot{E_w}(t)$	_	pochodna energii wewnętrznej po czasie
$\dot{E_k}(t)$	_	pochodna energii kinetycznej po czasie
$\dot{Q}(t)$	_	pochodna ilości ciepła dostarczonego do układu po czasie
$\dot{W}(t)$	_	pochodna pracy sił zewnętrznych po czasie
Γ̈́ (t)	_	pochodna energii powierzchniowej po czasie

Akronimy

CBN	_	regularny azotek boru (ang. cubic boron nitride)
CPS	_	czynna powierzchnia ściernicy
DCT	_	test ściskania średnicowego, metoda brazylijska pomiaru y

- DCT test ściskania średnicowego, metoda brazylijska pomiaru wytrzymałości na rozciąganie (ang. *Diametral Compression Test*)
- EDS dyspersja energii promieniowania rentgenowskiego (ang. *Energy Dispersive X-ray* Specrtoscopy)
- NBO tlen niemostkujący (ang. non-bridging oxygen)
- PCS płyn chłodząco-smarujący
- SEM elektronowy mikroskop skaningowy (ang. Scanning Electron Microscope)
- SG spiekany tlenek glinu
- WDS dyspersja długości fali promieniowania rentgenowskiego (ang. Wavelength Dispersive Spectroscopy)
- WFA elektrokorund szlachetny (ang. white fused alumina)

Streszczenie

Motywacja do podjęcia badań w obszarze modyfikacji spoiwa szklanokrystalicznego wiskerami glinoborowymi w narzędziach ściernych z tlenku glinu wynika z rosnącego wciąż zainteresowania w zakresie podwyższania właściwości wytrzymałościowych systemów wiążących ziarna ścierne. Umocnienie spoiw ceramicznych z jednoczesną kontrolą budowy granicy fazowej ma wpływ na ostateczną wytrzymałość mechaniczną narzędzi ściernych.

Klasycznym typem spoiwa ceramicznego stosowanego do wyrobu ściernic jest spoiwo szklane, jednakże ze względu na budowę amorficzną charakteryzuje się ono m.in. niską odpornością na kruche pękanie. W związku z powyższym, coraz częściej stosowane są spoiwa szklanokrystaliczne, których właściwości mechaniczne można regulować poprzez odpowiedni dobór składu chemicznego, umożliwiającego krystalizację drobnodyspersyjnych faz o pożądanych właściwościach. Podejmowane są również próby wprowadzenia do matrycy szklanej inkluzji w postaci włókien lub wiskerów ceramicznych, głównie ze względu na ich wysoką wytrzymałość i moduł Younga. Znane z literatury przykłady badań nad tego typu modyfikacją spoiw dotyczą wyłącznie narzędzi supertwardych, badanych w warunkach statycznych. Nie został natomiast zbadany wpływ tego rodzaju wzmocnienia mostków ceramicznych na mechanizm zużycia i właściwości eksploatacyjne ściernic.

W rozprawie przedstawiono badania nad umocnieniem wybranego spoiwa szklanokrystalicznego wiskerami glinoborowymi, łączącego ziarna ścierne z tlenku glinu. Rozdział pierwszy zawiera wprowadzenie w tematykę podjętą w niniejszej pracy. W rozdziale drugim zamieszczono analizę literatury dotyczącą stanu wiedzy z zakresu budowy i właściwości ziaren ściernych z tlenku glinu i spoiw ceramicznych stosowanych do ich wiązania w narzędzie ścierne, podstaw dotyczących mechaniki kruchego pękania oraz modułu Younga porowatych kompozytów ceramicznych, a także opis mechanizmów zużycia ziaren ściernych i spoiw ceramicznych. Z obszernej analizy tekstów źródłowych wynika, że mechanizm zużycia ceramicznych narzędzi ściernych zdeterminowany jest wieloma czynnikami, m.in. rodzajem ziarna ściernego, właściwościami spoiwa oraz siłą mocowania ziaren ściernych w ściernicy przez spoiwo. Najmniej pożądanym typem zużycia ściernicy jest zużycie wytrzymałościowe (pękanie) mostków wiążących, gdyż zjawisko to prowadzi do szybkiego zużycia objętościowego narzędzia i tym samym nie pozwala na pełne wykorzystanie potencjału skrawnego ziaren czynnej powierzchni ściernicy. Z tego powodu podejmowane są prace badawcze mające na celu podwyższenie właściwości mechanicznych spoiw, które skupione są m.in. na celowej modyfikacji mikrostruktury mostków wytrzymałymi fazami krystalicznymi z jednoczesną kontrolą budowy granicy międzyfazowej. Interesującym lecz dotychczas niewystarczająco zbadanym rozwiązaniem jest wykorzystanie wiskerów ceramicznych jako fazy zbrojącej spoiwo.

Na podstawie wniosków z analizy tekstów źródłowych, sprecyzowano cele, hipotezy, problemy badawcze oraz zakres pracy, które zamieszczono w rozdziale 3. W kolejnym rozdziale (rozdział 4.) opisano metodykę przeprowadzonych badań. Rozdział ten zawiera charakterystykę materiałów wykorzystanych do wytworzenia badanych ściernic oraz opis metod badawczych zastosowanych do realizacji założonych celów pracy. Podjęte prace badawcze dotyczyły badań z zakresu zwilżalności ziaren ściernych z tlenku glinu przez wytypowane spoiwo szklanokrystaliczne, określenie wpływu modyfikacji spoiwa szklanokrystalicznego wiskerami glinoborowymi na ewolucję mikrostruktury strefy złącza, wytrzymałość mechaniczną na rozciąganie oraz moduł Younga ściernic z tlenku glinu, badań właściwości eksploatacyjnych ściernic z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym i spoiwem modyfikowanym wiskerami oraz badania morfologii czynnej powierzchni ściernic po procesie szlifowania.

Rozdział piąty zawiera wyniki badań oraz ich dyskusję. Wytypowane parametry obróbki cieplnej badanych narzędzi ściernych pozwoliły na krystalizację projektowanych inkluzji, zarówno o charakterze drobnodyspersyjnym (gahnit) jak i wiskerów glinoborowych. Wykazano również, że dla określonych udziałów prekursora wiskerów dodawanego do mas ściernych możliwe jest uzyskanie efektu umocnienia mostków wiążących, co przekłada się na zróżnicowane właściwości mechaniczne ściernic, badane w warunkach statycznych i dynamicznych. Wzrost wytrzymałości na rozciąganie narzędzi z udziałem wiskerów spoiwie wiążącym jest efektem uruchomienia dodatkowych mechanizmów W podwyższających energię pękania, m.in. związanych z wyciąganiem wiskerów z matrycy amorficznej, odchylaniem lub rozgałęzianiem pęknięć. Jednocześnie potwierdzono efekt wzrostu wartości modułu Younga E ściernic wynikający z obecności fazy wiskerowej o wysokim module E (ok. 400 GPa). Osiągnięcie takich efektów pozwoliło na uzyskanie narzędzia ściernego o znacznie zredukowanym udziale spoiwa ($V_s = 5,5\%$), którego charakter zużycia jest odmienny od charakteru zużycia ściernicy bez udziału wiskerów. Mniejszy udział spoiwa w narzędziu przekłada się na zwiększenie porowatości, co przy zachowaniu jego wysokich właściwości mechanicznych umożliwia aplikację tego typu ściernic w procesach szlifowania materiałów trudnoobrabialnych, do których szczególnie zalecane są ściernice o wysokiej porowatości. W ostatnim rozdziale niniejszej rozprawy zamieszczono podsumowanie i wnioski, a także wskazano kierunki dalszych badań.

Abstract

The motivation for undertaking research in the area of glass-crystalline binder modification with aluminoborate whiskers used in alumina abrasive tools is the growing interest in increasing the strength properties of abrasive grain bonding systems. Strengthening ceramic binders while controlling the phase boundary structure has an impact on the ultimate mechanical strength of abrasive tools.

The classic type of ceramic bond used for manufacturing grinding wheels is vitrified bond, however, due to its amorphous structure, it is characterized by low resistance to brittle fracture. In view of the above, glass-crystalline binders are increasingly used, the mechanical properties of which can be adjusted by appropriate selection of the chemical composition, allowing crystallization of finely dispersed phases with the desired properties. Attempts are also being made to introduce inclusions into the glass matrix in the form of fibers or ceramic whiskers, mainly because of their high strength and Young's modulus. The examples known from the literature of research on this type of binder modification concern only superhard tools tested under static conditions. However, the effect of this type of reinforcement of ceramic bridges on the wear mechanism and operating properties of grinding wheels has not been studied.

The dissertation presents a study of the strengthening of a selected glass-crystalline binder with aluminoborate whiskers, bonding alumina abrasive grains. Chapter one provides an introduction to the subject matter undertaken in this thesis. The second chapter provides a literature analysis of the state of the art on the structure and properties of alumina abrasive grains and ceramic binders used to bond them into an abrasive tool, the basics on the mechanics of brittle fracture and Young's modulus of porous ceramic composites, as well as a description of the wear mechanisms of abrasive grains and ceramic binders. An extensive analysis of the source texts shows that the wear mechanism of ceramic abrasive tools is determined by a number of factors, including the type of abrasive grain, the properties of the bond and the strength of attachment of the abrasive grains in the grinding wheel by the bond. The least desirable type of wear of a grinding wheel is bond bridge fracture, as this phenomenon leads to rapid volumetric wear of the tool and thus does not allow full utilization of the cutting potential of the grains of the active surface of the grinding wheel. For this reason, research work is being undertaken to increase the mechanical properties of binders, which is focused, among other things, on the intended modification of the microstructure of bridges with reinforcing crystalline phases while controlling the structure of the interfacial boundary. An interesting but so far insufficiently explored solution is the use of ceramic whiskers as a reinforcing phase of the binder.

Based on the conclusions of the analysis of the source texts, the objectives, hypotheses, research problems and scope of the work were specified, which are included in Chapter 3. The next chapter (Chapter 4) describes the methodology of the conducted research. This chapter includes the characteristics of the materials used to manufacture the tested grinding wheels and a description of the research methods used to achieve the stated objectives of the work. The research work undertaken concerned the study of the wettability of alumina abrasive grains through the selected glass-crystalline bond, the determination of the effect of modification of the glass-crystalline bond with aluminoborate whiskers on the evolution of the microstructure of the joint zone, tensile mechanical strength and Young's modulus of alumina grinding wheels, studies of the operating properties of grinding wheels with a basic glass-crystalline bond and a bond modified with whiskers, and studies of the morphology of the active surface of grinding wheels after the grinding process.

Chapter 5 contains the results of the research and their discussion. The selected heat treatment parameters of the tested abrasive tools allowed the crystallization of the designed inclusions, both of fine-dispersed (gahnite) and aluminoborate whiskers. It was also shown that for certain percentages of the whisker precursor added to the abrasive masses, it is possible to achieve the effect of strengthening the bonding bridges, which results in different mechanical properties of the grinding wheels, tested under static and dynamic conditions. The increase in the tensile strength of tools with whiskers in the bonding bridges is the result of the activation of additional mechanisms that increase fracture energy, including those associated with the pulling of whiskers from the amorphous matrix, deflection or branching of cracks. At the same time, the effect of an increase in the value of the Young's modulus Eof grinding wheels resulting from the presence of a whisker phase with a high E modulus (about 400 GPa) was confirmed. Achieving such effects made it possible to obtain an abrasive tool with a significantly reduced proportion of binder ($V_s = 5.5\%$), whose wear character is different from that of a grinding wheel without whiskers. A smaller share of binder in the tool results into an increase in porosity while maintaining its high mechanical properties, which makes it possible to apply this type of grinding wheel in grinding processes of hard-tomachine materials, for which high-porosity grinding wheels are recommended. The final chapter of this dissertation provides a summary and conclusions, and indicates directions for further research.

1. WPROWADZENIE

Ceramiczne narzędzia ścierne stanowią ważny segment przemysłu obróbczego – stosowane są szczególnie w procesach, w których wymagana jest duża sztywność narzędzia i wysoka dokładność obróbki. Ściernice ze spoiwem ceramicznym cieszą się popularnością ze względu na ich unikalne zalety, m.in.: odporność chemiczną na działanie cieczy chłodząco--smarujących czy obecność porów, które umożliwiają penetrację chłodziwa oraz usuwanie wiórów ze strefy szlifowania.

Ziarna Z tlenku glinu, zarówno konwencjonalne elektrokorundowe jak i z mikrokrystalicznego korundu spiekanego, są jednym z najpopularniejszych ziaren ściernych stosowanych do produkcji narzędzi ściernych, co zawdzięczają właściwościom takim jak wysoka twardość, wysoka zdolność skrawająca, odporność na działanie czynników chemicznych oraz stabilność termiczna. Elektrokorund jest materiałem relatywnie tanim, ale ze względu na charakter swojej mikrostruktury jest podatny na duże wykruszenia w trakcie pracy narzędzia, co przekłada się na szybkie zużycie objętościowe. Coraz wyższe wymagania stawiane przez przemysł obróbczy stały się motorem do opracowywania metod uzyskiwania ziaren z Al₂O₃ o coraz lepszych właściwościach ściernych. W odpowiedzi opracowano technologie zol-żel, w wyniku której uzyskuje się ziarna o unikalnej strukturze mikro-, a nawet nanokrystalicznej (Klocke et al., 2002; Li et al., 2009a, Li et al., 2009b; Mayer et al., 2006). Tego rodzaju ziarna ścierne wypełniają lukę między bardzo drogimi supertwardymi ziarnami ściernymi a konwencjonalnymi ziarnami ściernymi (Ben Fathallah et al., 2009; Magham et al., 2020) i występują pod nazwami handlowymi m.in. Cubitron, Seeded Gel, Sapphire Blue, NanoQuantum.

Wraz z rozwojem technologii wytwarzania ziaren z tlenku glinu, naukowcy podejmują również badania nad opracowaniem systemów wiążących ziarna w kompozyt ścierny o coraz atrakcyjniejszych właściwościach. Powszechnie stosowanymi spoiwami ceramicznymi łączącymi ziarna z Al₂O₃ w kompozyt ścierny są spoiwa szklane, wytapiane głównie na bazie tlenków szkłotwórczych Al₂O₃, SiO₂ i B₂O₃. Skład spoiwa jest dobierany w taki sposób, by uzyskać dobrą zwilżalność ziaren ściernych, chociaż nie jest to jedyne kryterium (Jackson i Mills, 2000a, Jackson i Mills 2000b, Jackson i Mills 2004).

Spoiwa szklane stosowane są także w technologii wytwarzania supertwardych narzędzi ściernych, tj. z ziaren diamentowych oraz ziaren regularnego azotku boru, nazywanego borazonem i oznaczanym symbolem CBN (ang. *cubic boron nitride*). Niezależnie od rodzaju zastosowanego ziarna ściernego, konwencjonalnego czy supertwardego, od spoiw

ceramicznych wymaga się odpowiednio dopasowanych właściwości, m.in. wytrzymałości mechanicznej, by móc w pełni wykorzystać potencjał skrawny ziaren ściernych w narzędziu. Spoiwa szklane charakteryzują się niską odpornością na kruche pękanie, co stanowi ich główną wadę. Konieczne jest zatem ciągłe udoskonalanie systemów wiążących ziarna ścierne. Na świecie wykonuje się wiele badań mających na celu zbadanie wpływu różnych dodatków na mikrostrukturę i właściwości spoiw oraz ceramicznych narzędzi ściernych z korundem, borazonem czy diamentem (Cui *et al.*, 2015; Hu *et al.*, 2015; Shi *et al.*, 2016; Wang *et al.*, 2008; Xia *et al.*, 2014). W obszarze zainteresowań są także spoiwa szklanokrystaliczne (Carman, 1994; Herman, 1998; Herman *et al.*, 1997; Herman i Markul, 2004; Shi *et al.*, 2019; Valenti *et al.*, 1992; Węgrzyk *et al.*, 2022), głównie ze względu na możliwość regulacji ich mikrostruktury oraz obojętność chemiczną.

Tworzywa szklanokrystaliczne wytwarzane są poprzez kontrolowaną krystalizację szkieł. Są to materiały polikrystaliczne, składające się z pozostałości szklistej (matrycy szklanej) oraz przynajmniej jednej, równomiernie w niej rozproszonej, fazy krystalicznej (Arnault et al., 2000; Hou et al., 2010; A. M. Hu et al., 2005; Komatsu, 2015). Właściwości materiałów szklanokrystalicznych zależą od rodzaju, procentowego udziału fazy krystalicznej i amorficznej oraz kształtu i wielkości krystalitów, a także od występowania wewnętrznych, niejednorodnych naprężeń. W porównaniu do szkła macierzystego, większość tych materiałów cechuje zwykle wysoka wytrzymałość mechaniczna, twardość, wyższa odporność na kruche pękanie i na zużycie ścierne. Uzyskanie oczekiwanych właściwości jest efektem skrupulatnego doboru składu chemicznego szkła wyjściowego oraz odpowiednio dobranych warunków obróbki cieplnej, umożliwiającej nukleację i krystalizację oczekiwanej fazy krystalicznej (Carman, 1994; Hou et al., 2010; Hu et al., 2005; Komatsu, 2015; Serbena i Zanotto, 2012). Zastosowanie tego typu modyfikowanych szkieł jako spoiwa ziaren ściernych stanowi jedną z możliwości pozwalającą na dopasowanie zużywania się spoiwa do tempa zużywania się ziaren ściernych w ściernicy. Ograniczeniem jest jednak wysoki stopień krystaliczności, który jest sprzeczny z procesem doskonałego zwilżania na sutek wzrostu lepkości w procesie krystalizacji (Clark i Reed, 1986). Jednym z rozwiązań może być obniżenie stopnia krystaliczności spoiwa z jednoczesnym jego umocnieniem poprzez wprowadzenie wiskerów - monokrystalicznych włókien.

Jednym z popularniejszych typów wiskerów, stosowanych w różnych dziedzinach techniki, są wiskery glinoborowe. Świadczą o tym liczne publikacje dotyczące ich właściwości, sposobów ich wytwarzania i modyfikacji metod syntezy tego rodzaju "igieł" (Hernández *et al.*, 2017; Peng *et al.*, 2013; J. Wang *et al.*, 2005; J. Wang *et al.*, 2008),

ponieważ proces wytwarzania tego typu materiałów składa się z wielu czasochłonnych etapów. Wiskery i włókna ceramiczne są chętnie wykorzystywane jako wzmocnienie w materiałach kompozytowych ze względu na swoje doskonałe właściwości mechaniczne, głownie wysoką twardość i moduł Younga. W literaturze jest jednak niewiele opracowań dotyczących zastosowania tego typu wzmocnienia w technologii wytwarzania ceramicznych narzędzi ściernych. Najnowsze informacje dotyczą trendu wykorzystania wiskerów jako wzmocnień spoiw szklanych, które do mas ściernych wprowadzane są w sposób mechaniczny. Badania zespołu B. Zhao (Zhao et al., 2013) wykazały, iż dzięki obecności włókien mullitowych w ściernicach z CBN o spoiwie amorficznym zaobserwowano mechanizmy wzmocnienia kompozytu polegające na wyciąganiu włókien z osnowy amorficznej, a także na mostkowaniu pęknięć przez włókna. Zaobserwowano też, że wraz ze wzrostem zawartości włókien mullitowych w kompozycie (0-6,4%wag) zwiększa się porowatość narzędzia V_p (od 31% do 33,5%). Podobnie zespół Y. Yin (Yin et al., 2018) badający ściernice diamentowe o spoiwie szklanym wzmacnianym wiskerami SiC wykazał zachodzenie tych samych zjawisk podwyższających wytrzymałość kompozytu oraz wzrost porowatości (V_p = 21% dla ściernicy nie zawierającej wiskerów SiC oraz V_p = 24% dla ściernicy zawierającej 4%wag wiskerów SiC). Należy podkreślić, iż umocnienia te dotyczą głównie narzędzi supertwardych. Zastosowana w pracy technologia jest innowacyjna, gdyż nie są znane z literatury światowej przykłady ściernic wykonanych z ziaren tlenku glinu z zastosowaniem matrycy szklanej lub szklanokrystalicznej z jednoczesnym wzmocnieniem wiskerami lub włóknami ceramicznymi generowanymi in situ w procesie obróbki termicznej ściernic. Rozwiązanie to powinno w znaczący sposób prowadzić do istotnej przebudowy struktury ziarna ściernego w strefie granicznej ziarno-spoiwo. Na skutek tych zmian jest bardzo prawdopodobne, iż mechanizm zużywania się tak zmodyfikowanego ziarna może być odmienny od klasycznych mechanizmów opisywanych w literaturze. Bazując na obiecujących efektach uzyskanych w wyniku realizacji pracy magisterskiej autorki (Kminikowska, 2015), badań wykonanych w Zakładzie Podstaw Nauki o Materiałach i Ceramiki Technicznej Politechniki Koszalińskiej oraz w przytoczonych publikacjach dotyczących narzędzi supertwardych (Yin et al., 2018; Zhao et al., 2013), zasadnym jest podjęcie prac badawczych w obszarze ściernic z tlenku glinu, gdyż ze względu na aspekt ekonomiczny jest to nadal powszechnie stosowany materiał na rynku narzędzi ściernych.

2. ANALIZA LITERATURY W ZAKRESIE WYZNACZONYM TEMATEM PRACY

2.1. Budowa i właściwości ziaren ściernych z tlenku glinu

Materiały ścierne to substancje stałe, naturalne bądź syntetyczne, które w stanie rozdrobnionym mają postać ziaren ściernych i są wykorzystywane do obróbki mechanicznej innych ciał stałych. Ziarna ścierne to kryształy lub okruchy, których szerokość nie jest większa od 4 mm, zaś stosunek ich wymiaru największego do najmniejszego nie powinien być większy od 3:1 (Jankowski i Skupiński, 1971). Ziarna ścierne o określonej wielkości nazywamy ścierniwem. Aby zaliczyć substancję do grupy materiałów ściernych, musi ona spełniać szereg wymogów dotyczących jej właściwości. Najważniejsze kryterium to wysoka twardość, gdyż w większości przypadków ziarno ścierne musi być twardsze od materiału obrabianego. Ze względu na pracę narzędzi ściernych w trudnych warunkach, takich jak wysoka temperatura w strefie kontaktu z przedmiotem obrabianym, co z kolei często wymaga stosowania w czasie obróbki płynu chłodząco-smarującego (PCS), pożądane cechy ziaren ściernych to także wysoka odporność termiczna i chemiczna oraz wysoka przewodność cieplna (Harper, 2001; Marinescu et al., 2004; Marinescu et al., 2015; Woźniak, 2022). Jako materiały ścierne stosuje się głównie substancje krystaliczne, które charakteryzują się dużym udziałem wiązań kowalencyjnych pomiędzy atomami. Tego typu wiązania stanowią o wysokiej twardości i wytrzymałości materiału, a także o bierności chemicznej takich związków (Woźniak, 1985).

W głównej mierze wymagania te spełniają materiały ceramiczne, na których opiera się rynek ziaren ściernych. Pomimo dostępności szerokiej gamy ziaren ściernych, w dalszym ciągu największą grupę ziaren ściernych stanowią ziarna z materiałów konwencjonalnych, do których obok SiC zalicza się Al₂O₃ (Nadolny, 2012a). Tlenek glinu jest najważniejszym surowcem ceramiki specjalnej, który występuje w kilku formach, z czego odmiana α-Al₂O₃, nazywana też korundem, jest formą trwałą i najbardziej stabilną (Harper, 2001; Szymański, 1997). Korund jest drugim po diamencie najtwardszym naturalnym materiałem (9 w skali twardości Mohsa). Minerał ten krystalizuje w układzie trygonalnym. Szlachetne odmiany korundu, takie jak leukoszafir, szafir, czy rubin, mają zastosowanie w jubilerstwie, zaś odmiana korundu zwykłego stosowana jest jako materiał ścierny w postaci proszków i mikroproszków do procesów szlifowania oraz docierania (Jankowski i Skupiński, 1971). Skałą bogatą w korund jest szmergiel, którą po rozdrobieniu wykorzystywano w procesach obróbki ściernej. Wyczerpanie złóż naturalnych surowców zawierających korund, a także

brak wpływu na zawartość zanieczyszczeń w ziarnach ściernych z Al₂O₃ pozyskiwanych z surowców naturalnych, przyczyniło się do opracowania metod produkcji korundu syntetycznego (Niżankowski, 2013).

2.1.1. Ziarna elektrokorundowe

Elektrokorund to syntetyczny α-Al₂O₃ z niewielką ilością domieszek, otrzymywany na drodze krystalizacji z fazy ciekłej (Gibas, 1971; Nadolny, 2012a; Oczoś i Porzycki, 1986). W celu odróżnienia tego materiału od korundu naturalnego, wprowadzono do nazwy przedrostek *elektro*-, nawiązujący do wykorzystywanych w procesie produkcji pieców elektrycznych, najczęściej oporowych (Gibas, 1971; Jankowski, 1960). W wyniku topienia surowców bogatych w Al₂O₃ otrzymuje się blok elektrokorundu, który następnie należy rozkruszyć do ziaren o żądanych wymiarach. Pierwsze elektrokorundowe ziarna ścierne otrzymano i zastosowano w 1901 r. Materiał ten krystalizuje w układzie trygonalnym, a jego twardość w skali Mohsa jest nieco większa od 9. Temperatura topnienia elektrokorundu wynosi 2048°C. W zależności od zawartości Al₂O₃, zanieczyszczeń i obecności domieszek, zmieniają się zabarwienie oraz właściwości elektrokorundu.

2.1.1.1. Elektrokorund szlachetny

Elektrokorund szlachetny jest najczystszą chemicznie odmianą elektrokorundu, tj. zawiera średnio powyżej 99% α -Al₂O₃ (jednak nie mniej niż 98%) oraz niewielką ilość domieszek: Na₂O, K₂O, CaO, Fe₂O₃, SiO₂. Duża zawartość α -Al₂O₃ wynika z zastosowania jako surowca wyjściowego technicznego tlenku glinu. Obecność Na₂O powoduje powstawanie w procesie wytapiania tzw. beta-tlenku glinowego, czyli jedenastoglinianu sodowego (Na₂O · 11Al₂O₃). Związek ten krystalizuje w ziarnach elektrokorundu w postaci drobnoziarnistych heksagonalnych płytek (inkluzji) (Jackson i Davim, 2011). Ze względu na niższą twardość w porównaniu do α -Al₂O₃ (odpowiednio 16,28 GPa i 19,62 GPa), związek ten zmniejsza zdolność ścierną i wytrzymałość mechaniczną ziarna (Herman, 2003; Jankowski i Skupiński, 1971).

Elektrokorund szlachetny oznaczany jest symbolem 99A. Ze względu na biały kolor tego materiału (rys. 1) jego angielska nazwa brzmi *white fused alumina* (WFA). Ziarna elektrokorundu szlachetnego są polikrystaliczne, charakteryzujące się stosunkowo dużym rozmiarem krystalitów połączonych wysokoglinowym szkłem. Ze względu na swoją mikrostrukturę, tj. duży rozmiar krystalitów, obecność wtrąceń (szkła, beta-tlenku glinowego i innych zawiązków) oraz mikroporowatości, elektrokorund szlachetny jest najbardziej kruchym rodzajem elektrokorundu (Herman, 2003; Jackson i Hitchiner, 2013).



Rys. 1. Ziarna ścierne elektrokorundu szlachetnego (Jackson i Hitchiner, 2013)

2.1.1.2. Elektrokorund zwykły i półszlachetny

Elektrokorund zwykły otrzymuje się w wyniku przetopienia boksytu – skały uwodnionej o dużej zawartości Al₂O₃ oraz licznych domieszek, głównie Fe₂O₃, SiO₂, TiO₂ i CaO, których ilość jest zmienna i zależna od miejsca wydobycia boksytu. Bogaty skład surowca wykorzystywanego do produkcji przekłada się na dużą niejednorodność składu chemicznego oraz struktury otrzymywanych ziaren ściernych. Zawartość α -Al₂O₃ wynosi ok. 94-97%, zaś pozostałą część składu chemicznego stanowią tlenki obecne w boksycie (Gibas, 1971; Jankowski, 1960). Domieszki w elektrokorundzie zwykłym determinują jego barwę – od szarej do ciemnobrązowej (rys. 2a) – a także działają głównie niekorzystnie na właściwości, gdyż jako mniej twarde obniżają jego sprawność ścierną. Jedynie obecność TiO₂ (2-4%) wpływa na podwyższenie ciągliwości i zdolności ściernej (Jankowski i Skupiński, 1971), dlatego też ten rodzaj elektrokorundu cechuje się najmniejszą łupliwością i kruchością.

Elektrokorund półszlachetny wykazuje pośrednią czystość chemiczną w porównaniu do wyżej omówionych typów elektrokorundu, co również przekłada się na pośrednie właściwości. Jest to efektem modyfikacji otrzymywania elektrokorundu zwykłego – zwiększenia ilości udziału objętościowego reduktora w procesie wytopu boksytu (Niżankowski, 2013). Zawartość α -Al₂O₃ w elektrokorundzie półszlachetnym wynosi ok. 97%, zaś zawartość TiO₂ nie przekracza 2% (Jackson i Hitchiner, 2013). Ziarna elektrokorundu półszlachetnego mają barwę szaro-brązową (rys. 2b).



Rys. 2. Ziarna ścierne elektrokorundu zwykłego (a) i półszlachetnego (b)

2.1.1.3. Modyfikowane ziarna elektrokorundowe

Mając na uwadze fakt podatności elektrokorundu w fazie ciekłej na modyfikacje chemiczne, już w latach 50. XX wieku badacze zaczęli celowo wprowadzać do wsadu piecowego pierwiastki stopowe, zdolne do tworzenia stałych roztworów z α-Al₂O₃. Zabieg ten skutkuje podwyższeniem trwałości modyfikowanego elektrokorundu, wynikającej z podwyższenia ciągliwości materiału. Ze względu na zdolność do krystalizacji w tym samym układzie krystalograficznym co korund, jako modyfikatory stosuje się głównie tlenki tytanu, chromu i cyrkonu. Odpowiednio wyróżnia się następujące rodzaje elektrokorundu stopowego (modyfikowanego) (Jankowski i Skupiński, 1971; Niżankowski, 2013):

- elektrokorund tytanowy kontrolowany dodatek TiO₂ pozwala zwiększyć ciągliwość ziarna przy jednoczesnym zachowaniu struktury elektrokorundu zwykłego;
- elektrokorund chromowy dodatek Cr₂O₃ pozawala otrzymywać ziarna o różowym zabarwieniu i o właściwościach elektrokorundu szlachetnego, wykazujące podwyższoną ciągliwość, gdyż wraz ze wzrostem ilości tego dodatku stopowego wzrasta zdolność ścierna ziaren;
- elektrokorund cyrkonowy dodatek ZrO₂ wpływa nie tylko na ciągliwość i wytrzymałość mechaniczną ziaren, ale także podwyższa odporność chemiczną w podwyższonej temperaturze; w elektrokorundzie cyrkonowym ZrO i Al₂O₃ nie tworzą związku chemicznego tylko stanowią mieszaninę cząstek tych składników.

2.1.2. Ziarna ścierne z mikrokrystalicznego tlenku glinu

W wyniku intensywnych prac badawczych dotyczących nowej generacji syntetycznych ziaren z tlenku glinu, w latach 80. XX wieku opracowano metodę zol-żel, pozwalającą uzyskiwać ziarna o strukturze mikro-, a nawet nanokrystalicznej. Proces wytwarzania mikrokrystalicznego korundu spiekanego za pomocą tej metody obejmuje wiele procesów (rys. 3). Cykl produkcji rozpoczyna się od peptyzacji roztworu monohydratu tlenku glinu, w wyniku którego otrzymuje się żel. Po uformowaniu się żelu, może on być kształtowany

za pomocą dowolnej metody, np.: prasowanie, formowanie lub wytłaczanie. Następnie przeprowadza się proces suszenia, zazwyczaj w temperaturze poniżej temperatury spieniania żelu. Po wysuszeniu otrzymany materiał można rozdrobnić w celu uzyskania pojedynczych ziaren. Po uformowaniu, wysuszony żel może być następnie kalcynowany aby usunąć wszystkie substancje lotne i przekształcić różne składniki ziaren w ceramikę (tlenki metali). Ostatni etap stanowi spiekanie w temperaturze ok. 1500°C. Proces ten prowadzi się tak długo, aż cały monohydrat tlenku glinu zostanie przekształcony w korund (α -Al₂O₃) (Sheldon *et al.*, 1996).



Rys. 3. Schemat procesu wytwarzania ziaren ściernych z tlenku glinu metodą zol-żel (Nadolny, 2012a)

Technologia zol-żel jest kosztowna, wymaga stosowania surowców o wysokiej czystości chemicznej oraz precyzyjnego przeprowadzenia szeregu operacji. Jednakże metoda ta niesie ze sobą wiele korzyści, m.in.: możliwość sterowania jednorodnością, wielkością i kształtem otrzymywanych ziaren, a zastosowanie odpowiednich dodatków ogranicza rozrost ziaren i ich mikroporowatość (Herman, 2003).

Spiekane tlenki glinu typu zol-żel posiadają znaczące zalety w porównaniu do ich topionych odpowiedników – szczególnie w zakresie trwałości w warunkach wysokich obciążeń termiczno-mechanicznych – i są znacznie tańsze niż supertwarde materiały ścierne (Webster i Tricard, 2004). Zatem tego rodzaju ziarna ścierne wypełniają lukę między ziarnami konwencjonalnymi a ziarnami ściernymi supertwardymi (diamentowe i borazonowe), gdyż oprócz aspektu ekonomicznego, przy zachowaniu wysokiej mikrotwardości, cechują się większą ciągliwością, odpornością na kruche pękanie oraz zdolnością do samoostrzenia (Klocke *et al.*, 2002; Mayer *et al.*, 2006). W związku

z powyższym, za pomocą narzędzi ściernych wykonanych z korundów spiekanych można również osiągać znacznie zwiększone objętościowe współczynniki usuwania materiału, zmniejszone siły i niższą temperaturę powierzchni roboczej podczas szlifowania (Webster i Tricard, 2004).

Ziarna ścierne wytwarzane za pomocą metody zol-żel występują m.in. pod następującymi nazwami handlowymi: CubitronTM firmy 3M, SGTM (*Seeded Gel*) firmy Norton, Sapphire BlueTM firmy Hermes Schleifmittel GmbH & Co.

2.1.3. Wpływ mikrostruktury ziaren ściernych z Al₂O₃ na ich właściwości

Dążenie do zaspokajania coraz wyższych wymagań stawianych materiałom ściernym przez przemysł obróbczy wiąże się z możliwością sterowania mikrostrukturą ziaren ściernych. Odgrywa ona kluczową rolę przesądzając o właściwościach materiału.

Pierwsza opracowana technologia pozyskiwania syntetycznego Al₂O₃ – elektrokorundu – posiada istotne ograniczenie dotyczące rozmiaru uzyskiwanych ziaren. W wyniku przetapiania surowców bogatych w Al₂O₃, a następnie kruszeniu bloku elektrokorundu, uzyskuje się ziarna duże, zbudowane zazwyczaj z 3-4 krystalitów (Godino *et al.*, 2021; Marinescu *et al.*, 2007; Miao *et al.*, 2019). Taka budowa, w przypadku wystąpienia pęknięć w ziarnie, sprzyja makrowykruszeniom, powodując znaczny ubytek masy ziarna elektrokorundu, co przekłada się na jego niską wydajność w procesie szlifowania (Marinescu *et al.*, 2007; Nadolny, 2012a).

Zastąpienie procesu topienia procesami chemicznego strącania, a następnie spiekania (zol-żel) pozwoliło uzyskać ziarna ścierne charakteryzujące się jedyną w swoim rodzaju jednorodną, drobnoziarnistą mikrostrukturą, która zapewnia im wyższą odporność na kruche pękanie w porównaniu z ziarnami ściernymi z korundu topionego (Klocke *et al.*, 2002). Dodatkowo efekt ten jest wzmocniony przez większą ciągliwość ziarna mikrokrystalicznego, wynikająca z kontrolowanej obecności domieszek w ziarnie ściernym.

Rozmiar krystalitów ziarna spiekanego wynosi zazwyczaj 0,1-0,5 µm (Herman, 2003; Marinescu *et al.*, 2007; Nadolny, 2012a). Każdy krystalit jest potencjalnym mikroostrzem skrawającym. W przypadku ziarna uzyskiwanego metodą zol-żel, w przeciwieństwie do elektrokorundu, wykruszenia następują w skali mikro-, co przekłada się na dużą wydajność ziarna ściernego oraz zdolność do samoostrzenia poprzez odsłanianie nowych krawędzi skrawających. Porównanie mikrostruktury ziarna mikrokrystalicznego i ziarna elektrokorundu przedstawiono na rysunku 4.



Rys. 4. Porównanie mikrostruktury ziarna Al₂O₃ otrzymanego metodą zol-żel (a) (Korn, 2011) oraz ziarna elektrokorundu szlachetnego (b) (Lee, 2000)

W przypadku ziaren ściernych z korundu spiekanego zmniejszenie wymiaru krystalitów, co opisuje m.in. zależność Haala-Petcha, a także redukcja mikroporowatości ziaren uzyskiwanych metodą zol-żel, przekłada się również na wzrost twardości i wytrzymałości w porównaniu do elektrokorundu. Zostało to zweryfikowane m.in. przez Krella i Blanka (Krell i Blank, 1995). Badacze wykazali, że mikrokrystaliczne tlenki glinu o różnej wielkości krystalitów różnią się pod względem twardości. W temperaturze ok. 1000°C, w porównaniu do monokryształu tlenku glinu, twardość tlenku mikro-krystalicznego wzrasta o prawie 100% gdy wielkość krystalitów maleje i w ten sposób niemal osiąga twardość węglika krzemu (rys. 5). Autorzy spekulują, że różniące się charakterystyki opisanych wcześniej mikrokrystalicznych tlenków glinu związane są z ich różną twardością wysokotemperaturową.



Rys. 5. Wpływ rozmiaru krystalitów na twardość ziaren Al₂O₃ (Webster i Tricard, 2004)

Znaczące poprawienie właściwości eksploatacyjnych mikrokrystalicznego korundu w odniesieniu do ziaren konwencjonalnych stanowi inspirację badaczy do uzyskiwania ziaren o jeszcze drobniejszej mikrostrukturze. Dużym zainteresowaniem cieszą się badania dotyczące modyfikacji metody zol-żel, w wyniku której możliwe jest uzyskanie ziaren o strukturze nanokrystalicznej (Li *et al.*, 2009a, Li *et al* 2009b).

2.2. Ceramiczne materiały wiążące stosowane do wyrobu narzędzi ściernych z Al₂O₃

Spoiwo ceramiczne, zaliczane do grupy spoiw nieorganicznych, jest jedynym rodzajem materiału wiążącego ziarna ścierne w taki sposób, by wytworzyć porowate narzędzie ścierne z jednoczesną możliwością regulacji jego struktury. Jest to unikatowa i cenna cecha ściernicy, gdyż pory m.in. mogą spełniać rolę rowków wiórowych oraz ułatwiają doprowadzenie chłodziwa do miejsca styku z przedmiotem obrabianym w trakcie szlifowania. Dodatkowo dobrze dobrane spoiwo ceramiczne powinno umożliwić wytworzenie sieci mostków wiążących o odpowiedniej wytrzymałości, tj. by pracujące ziarna ścierne były utrzymywane w masie ściernicy tak długo, dopóki ziarna mają ostre krawędzie. Nie może być natomiast zbyt wytrzymałe, gdyż trudność wyłamania tępych ziaren ściernych będzie skutkowała przypaleniami powierzchni przedmiotu obrabianego. Od spoiw ceramicznych wymagane są też takie właściwości, jak dobra zwilżalność ziaren ściernych, stabilność termiczna, obojętność chemiczna na działanie cieczy chłodząco-smarujących i odporność na zużycie ścierne (Herman, 2003; Jankowski i Skupiński, 1971; Kaczmarek, 1971; Klocke, 2009; Linke, 2016).

Spoiwo ceramiczne w oznaczeniu ściernicy określane jest symbolem C (ang. *ceramic*) lub V (ang. *vitrified*). Ze względu na rodzaj materiału ściernego do którego są przeznaczone, dzielimy je na spiekające, mające zastosowanie w łączeniu ziaren SiC, oraz topliwe – dedykowane do narzędzi z Al₂O₃, które zostaną omówione w następnych podrozdziałach. Szacuje się, że ściernice z Al₂O₃ ze spoiwem ceramicznym stanowią około 50% rynku ściernic konwencjonalnych (Marinescu *et al.*, 2007; Nadolny, 2012a; Niżankowski, 2013).

2.2.1. Charakterystyka spoiw szklanych

Szacuje się, że szkło jest używane od około 7000 lat p.n.e., a emalia – czyli powłoka szklista na różnych materiałach – znaleziona została na kamieniu, na który nałożono ją być może 12 000 lat temu (Görlich, 1983). Pomimo faktu, iż materiał ten znany jest ludzkości od kilku do kilkunastu tysięcy lat, szkło ani stan szklisty w dalszym ciągu nie posiadają jednolitej definicji. Problem ten wciąż stanowi temat rozważań badaczy (Popov, 2018).

W związku z powyższym, w literaturze znaleźć można wiele definicji szkła opierających się na wskazaniu cechy charakterystycznej tego materiału – warunku koniecznego i wystarczającego, by daną substancję zaliczyć do grupy szkieł. Najczęściej przytaczana definicja szkła, sformułowana w XIX w przez J. C. Maxwella, brzmi następująco: "*Szkłem jest każda substancja, która w wyniku chłodzenia przeszła w sposób ciągły od stanu ruchliwej fazy ciekłej do stanu stałego, przekraczając w pewnej temperaturze, zwanej temperaturą witryfikacji, lepkość 10¹³ puaza". (Dobrzyński i Żołędziowski, 1978; Handke, 2005). Definicja ta nazywana jest definicją genetyczną. Cechy charakterystyczne szkieł oraz nazwy definicji opartych na konkretnym kryterium, są następujące (Handke, 2005):*

- amorficzność (definicja morfologiczna) wskazuje na brak uporządkowania dalekiego zasięgu w strukturze szkła,
- izotropowość (definicja fenomenologiczna) właściwości szkieł są niezależne od kierunku badania danej cechy,
- rentgenoamorficzność (definicja strukturalna) ze względu na brak uporządkowania struktury niemożliwa jest dyfrakcja promieni rentgenowskich,
- brak równowagi termodynamicznej z otoczeniem (definicja termodynamiczna) szkło jest fazą nierównowagową – wykazuje nadmiar energii wewnętrznej.

Otrzymywanie spoiw szklanych polega na wytworzeniu tzw. fryty szklanej, czyli ostudzonej, zestalonej masy powstałej na skutek przetopienia w wysokiej temperaturze surowców mineralnych wraz z topnikami (Jackson i Mills, 2000a; Jackson i Mills, 2000b; Niżankowski, 2013; Webster i Tricard, 2004). Zadaniem topników jest obniżenie temperatury topienia spoiwa oraz obniżenie napięcia powierzchniowego na granicy faz ziarno-spoiwo w procesie wypalania ściernic, co przekłada się na ułatwienie tworzenia sieci mostków wiążących w narzędziu ściernym.

Zakres systemów spoiw ceramicznych jest bardzo duży, ale tylko spoiwa glinokrzemianowe i glinokrzemiano-borowe są używane w przemyśle ściernym (Jackson i Mills, 2000a). Do produkcji spoiw szklanych stosuje się głównie surowce naturalne, takie jak skalenie, kaoliny, kwarc, do których dodaje się glinki kaolinowe charakteryzujące się niskim punktem topnienia. Obok surowców pochodzenia naturalnego, stosowane są też topniki chemiczne, stłuczki szklane, a także przez wzgląd na wyczerpywanie się naturalnych złóż mineralnych – hutnicze odpady przemysłowe w postaci żużli (Herman, 1998).

Fryta jest szkłem o określonej z góry zawartości tlenków. Normalną praktyką jest dostosować proporcje tlenków szkłotwórczych Al₂O₃, B₂O₃, SiO₂ i tlenków alkalicznych, aby osiągnąć pożądaną płynność spoiwa. Inne właściwości chemiczne i właściwości fizyczne mogą być modyfikowane przez dodanie tlenków metali ziem alkalicznych (Jackson i Mills, 2000a).

Kolejny krok produkcji spoiw szklanych polega na rozdrobnieniu, zmieleniu i przesianiu uzyskanej fryty. Uzyskany w ten sposób proszek dodawany jest do masy ściernej jako spoiwo. Takie podejście niesie ze sobą szereg korzyści. Jedną z nich jest uniknięcie bezpośredniego kontaktu aktywnych topników chemicznych z ziarnem ściernym. Przykładowo, boraks może powodować korozję ziaren ściernych otrzymywanych metodą zolżel, znacznie obniżając ich właściwości (Jackson i Mills, 2000b). Do zalet tej procedury można również zaliczyć obniżenie temperatury oraz skrócenie czasu obróbki termicznej ściernic, a także uzyskiwanie bardziej jednolitych mostków wiążących (Carman, 1994).

Proces wiązania ziaren ściernych za pomocą ceramicznych spoiw topliwych odbywa się w wysokiej temperaturze, najczęściej w zakresie 800°C-1200°C. W czasie wypalania ściernic, prawidłowo zaprojektowane spoiwo szklane przechodzi w fazę ciekłą, które dzięki odpowiedniej płynności oblepia ziarna ścierne, tworząc na ich powierzchni cienką powłokę. Stopione spoiwo rozpada się na aniony, dzięki czemu możliwe jest powstawanie połączeń typu adsorpcyjnego między ziarnem a spoiwem. Dodatkowo ciekłe spoiwo wykazuje unikalną właściwość, jaką jest zdolność oddziaływania z ziarnem ściernym, co nazywane jest w literaturze reaktywnością spoiwa (Herman, 2003). W przypadku oddziaływania tylko z powierzchnią ziarna ściernego jest to zjawisko korzystne. Wzrost zawartości Al₂O₃ w spoiwie, spowodowany dyfuzją tego tlenku z ziarna ściernego, przekłada się na wzrost zdolności wiążącej szkła. Równocześnie następuje zmniejszenie szybkości rozpuszczania ziarna. Szybkość korozji ziarna zależy od potencjału jonowego składników spoiwa (Szymański, 1971) oraz składu fazowego ziarna, np. obecności jedenastoglinianu sodu (betatlenku glinowego) (Moseley et al., 1989). Po zakończonej obróbce termicznej, wraz ze stygnięciem narzędzia, spoiwo ponownie przechodzi w stan stały, dzięki czemu zostaje wytworzona sieć mostków wiążących.

Szkła są przedstawicielem ciał bezpostaciowych. W temperaturze pokojowej są twardym ciałem stałym, zaś ogrzewane przechodzą stopniowo w stan ciekły. Proces witryfikacji jest odwracalny. Właściwości spoiw szklanych są zależne od ich składu chemicznego. Cechę tę nazywa się addytywnością właściwości, co oznacza, że można wytworzyć spoiwo o pożądanych właściwościach, m.in. wspomniana wcześniej płynność,

poprzez odpowiednie zaprojektowanie składu tlenkowego spoiwa. Drugim czynnikiem determinującym właściwości szkieł jest budowa wewnętrzna. Brak uporządkowania struktury dalekiego zasiągu przekłada się na izotropię właściwości. Jednakże amorficzność może wywoływać efekt negatywny – w szkle mogą występować obszary o zróżnicowanej zawartości danego składnika, co może przyczyniać się do braku powtarzalności właściwości całych partii ściernic wyprodukowanych z wykorzystaniem spoiwa z tego samego wytopu fryty.

Spoiwa szklane są powszechnie stosowane do wiązania różnych rodzajów ziaren ściernych, w tym ziaren ściernych z tlenku glinu. Popularność tego typu spoiwa wynika z doskonałej płynności i zwilżalności, zaś omawiane wyżej zjawisko reaktywności chemicznej sprzyja powstawaniu trwałego, mocnego wiązania z ziarnem ściernym. Dodatkowo tworzywa szklane wykazują takie cechy jak stabilność termiczna i odporność chemiczna na działanie cieczy chłodząco-smarujących.

Do głównych wad spoiw szklanych należy niska wytrzymałość (ok 40-70 MPa) (Carman, 1994; Herman, 2003; Nadolny, 2012a; Niżankowski, 2013), powodująca przedwczesne uwalnianie ziarna i zwiększone zużycie ściernicy. Stąd też zdolność szlifowania wyrobów ze spoiwem szklanym jest teoretycznie ograniczona wytrzymałością mostków wiążących. W praktyce, w przypadku większości materiałów ściernych, takie ograniczenia nie były zbyt istotne. Nowoczesne materiały ścierne są jednak przystosowane do tego, by działać pod dużym obciążeniem, co powoduje znaczne obciążenie spoiwa. Tradycyjne spoiwa szklane często okazują się niewystarczające do pracy w takich warunkach i dlatego istnieje zapotrzebowanie na spoiwa na bazie szkła, które mają większą zdolność do pracy pod dużymi obciążeniami (Carman, 1994).

Kolejną wadę spoiw szklanych stanowi niska odporność na kruche pękanie. Struktura mostków szklanych pozbawiona jest potencjalnych barier hamujących rozprzestrzenianie się pęknięć. Zainicjowane pęknięcie, ze względu na mały opór stawiany przez spoiwo szklane, może swobodnie propagować, zatem wielu autorów uważa, iż kluczowym czynnikiem decydującym o wytrzymałości mostków szklanych jest stan ich warstwy powierzchniowej (Herman, 1995).

Zastosowanie klasycznych spoiw szklanych stanowi również ograniczenie co do parametrów pracy ściernicy. Narzędzia z tego typu spoiwem mogą pracować z maksymalną prędkością obwodową ok. 35 m/s, co dyskwalifikuje je do łączenia materiałów ściernych zdolnych do szlifowania przy wyższych prędkościach. Omówione czynniki stanowiły dla badaczy inspirację do badań nad spoiwami ceramicznymi o wyższych

właściwościach wytrzymałościowych przy jednoczesnym zachowaniu zalet tworzyw szklanych – spoiwami szklanokrystalicznymi (Herman, 2003).

2.2.2. Charakterystyka spoiw szklanokrystalicznych

Termin szkło-ceramika (ang. *glass-ceramics*) został użyty po raz pierwszy w odniesieniu do tworzywa o nazwie Pyroceram w latach 50. XX wieku przez S. D. Stookey'a. Stworzona przez niego definicja, oparta na przebiegu procesu produkcji, opisuje nową klasę materiałów "*wytworzonych przez stopienie i uformowanie specjalnych szkieł zawierających czynniki nukleacyjne, a następnie wywołanie kontrolowanej krystalizacji szkła*" (Stookey, 1958). Do czynników zarodkujących, czyli substancji umożliwiających i/lub przyspieszających proces krystalizacji szkieł, zalicza się m.in. Cu, Ag, Au, TiO₂, NaF, SnO₂ (Deubener *et al.*, 2018; Szymański, 1997). Idea domieszkowania szkieł tymi substancjami w celu zainicjowania procesu krystalizacji wynika z termodynamicznej definicji szkła – samoistna krystalizacja szkła, prowadząca do obniżenia energii wewnętrznej, jest znacznie utrudniona ze względu na wysoką lepkość w stanie ciekłym.

Zagadnieniem dewitryfikacji w 1935 r. zajmował się G. Tammann, który rozpatrywał ten proces dwuetapowo. W etapie pierwszym, nazywanym etapem nukleacji, powstają ośrodki krystalizacji (zarodki). Prędkość tworzenia się ośrodków krystalizacji nazywana jest prędkością nukleacji K_{ν} . Podwyższenie temperatury umożliwi zajście drugiego etapu, w trakcie którego następuje wzrost kryształów, a parametrem charakterystycznym dla tego etapu jest liniowa prędkość wzrostu kryształów $K_{g.}$ Oba parametry – K_v oraz K_g – są funkcjami temperatury i zależą od stopnia przechłodzenia stopu; początkowo wraz ze spadkiem temperatury wartości K_v i K_g rosną, następnie w określonej temperaturze osiągają wartość maksymalną, po czym maleją do zera. Przebieg krzywych K_v i K_g w funkcji temperatury przedstawiono na rysunku 6. W pewnym zakresie temperatur, krzywe K_v i K_g się pokrywają, co na rysunku 6 oznaczone jest kolorem szarym. Temperatura, dla której szybkość nukleacji i szybkość wzrostu kryształów osiągają maksimum oznaczone są odpowiednio symbolem T_N i T_G , zaś temperatura T_C jest temperaturą, dla której krzywe się przecinają. Przedział temperatur $T_G - T_N$ określa optymalne warunki procesu krystalizacji szkła, to znaczy, że w etapie nukleacji powstanie wystarczająca ilość zarodków, których wzrost i krystalizacja w etapie drugim zapewni uzyskanie pożądanej, drobnoziarnistej mikrostruktury (Casasola et al., 2012).



Rys. 6. Przebieg krzywych nukleacji K_v i wzrostu kryształów K_g w funkcji temperatury – opracowanie na podstawie (Casasola *et al.*, 2012)

Zainteresowanie zagadnieniem dewitryfikacji (krystalizacji szkieł) doprowadziło do określenia przez naukowców zbioru czynników mających wpływ na ten proces. Ustalono, że oprócz obecności odpowiednich domieszek, na podatność do dewitryfikacji wpływa również skład chemiczny szkła, prędkość studzenia tworzywa oraz czas wygrzewania stopu przed chłodzeniem (Szymański, 1997).

Istnieją dwa główne sposoby wytwarzania materiałów szklano-ceramicznych (rys. 7): poprzez krystalizację objętościową szkła oraz poprzez spiekanie i krystalizację proszku szklanego (Manfredini *et al.*, 1997). W krystalizacji objętościowej zarodki krystalizacji powstałe na etapie nukleacji są jednorodnie i równomiernie rozmieszczone w całej objętości szkła. W ten sposób etap wzrostu kryształów skutkuje uzyskaniem inkluzji o średnim rozmiarze kryształu 1 µm lub mniejszym (50-100 nm). Drugi sposób otrzymywania materiałów szklanokrystalicznych wymaga uprzedniego zmielenia szkła bazowego. Następnie proszek szklany jest zagęszczany (np. poprzez prasowanie) i poddawany obróbce termicznej w taki sposób, aby przed zakończeniem procesu krystalizacji nastąpiło spieczenie materiału (Casasola *et al.*, 2012).



Rys. 7. Schemat krystalizacji szkła na drodze krystalizacji objętościowej oraz spiekania proszku szklanego (Casasola et al., 2012)

Technologia wytwarzania materiałów szklanokrystalicznych znalazła także odzwierciedlenie w definicjach podręcznikowych: "Materiały szklanokrystaliczne to polikrystaliczne ciała stałe otrzymywane na drodze kontrolowanej krystalizacji szkła". W efekcie odpowiednio dobranych parametrów obróbki cieplnej, w macierzystej matrycy amorficznej powstaje dyspersyjnie rozmieszczona faza krystaliczna. Plan obróbki cieplnej opracowuje się w taki sposób, aby rozmiar krystalitów wynosił 0,1-1,0 μm (Herman, 2003; Strand, 1986).

Pierwotnie termin szkło-ceramika odnosił się do materiałów zawierających fazę krystaliczną stanowiącą 50-100% objętości szkła macierzystego. Jednakże na przestrzeni ostatnich 60 lat opracowano wiele materiałów szklanokrystalicznych zawierających mniejszy udział wygenerowanej fazy krystalicznej. W związku z powyższym, szereg naukowców podjął się uaktualnienia definicji szkło-ceramiki, zgodnie z którą do tej grupy materiałów zalicza się tworzywa nieorganiczne i niemetaliczne, wytworzone wskutek kontrolowanej krystalizacji szkła za pomocą różnych metod, zawierają przynajmniej jeden rodzaj funkcjonalnej fazy krystalicznej i pozostałość szklistą, a udział objętościowy krystalitów może wahać się od ppm do 100% (Deubener *et al.*, 2018).

Duże zainteresowanie materiałami szklanokrystalicznymi wynika z ich unikalnej cechy, którą jest możliwość sterowania ich właściwościami. Szkło-ceramika ma lepsze właściwości optyczne, chemiczne, elektryczne i mechaniczne niż szkła i podobne ceramiki, które zostały wyprodukowane przez spiekanie (Serbena i Zanotto, 2012). Właściwości tworzyw szklanokrystalicznych zależą nie tylko od ich składu chemicznego i mikrostruktury (udział objętościowy faz krystalicznych i szklistej, rodzaj, kształt i wielkość kryształów) (Shi *et al.*, 2019), ale także od termicznych naprężeń szczątkowych, które powstają podczas chłodzenia w wyniku niedopasowania termicznego i elastycznego między wytrąceniami krystalicznymi a matrycą szklistą (Serbena *et al.*, 2011). Dzięki połączeniu cech ceramiki krystalicznej oraz fazy szklanej, szkło-ceramika znajduje wszechstronne zastosowanie w wielu dziedzinach, takich jak telekomunikacja, przemysł optyczny, elektronika, medycyna (Serbena i Zanotto, 2012), a także w przemyśle ściernym jako materiał wiążący ziarna ścierne (Herman, 1995, Herman, 2003).

Uzyskanie oczekiwanych właściwości spoiw szklanokrystalicznych jest efektem odpowiedniego składu chemicznego szkła wyjściowego, warunków nukleacji i krystalizacji. Tego typu modyfikacja jest jedną z możliwości pozwalającej na dopasowanie zużywania się spoiwa do tempa zużywania się ziaren ściernych w ściernicy (Herman et al., 2011; Kminikowska et al., 2019). Skład chemiczny szkła macierzystego komponuje się w taki sposób, aby umożliwić krystalizację faz m.in. podwyższających odporność na zużycie ścierne. Obecność krystalicznych inkluzji przyczynia się również do wzrostu twardości spoiwa, jego wytrzymałości mechanicznej czy odporności na kruche pękanie. W dobrze zaprojektowanym spoiwie szklanokrystalicznym wygenerowana faza jest drobnodyspersyjna, bez przerośniętych kryształów i rozmieszczona w matrycy amorficznej w sposób jednorodny. Spełnienie powyższych kryteriów zapewni izotropię właściwości w całej objętości spoiwa. Istotne jest również uzyskanie optymalnego udziału fazy dyspersyjnej - wysoki stopień krystaliczności stanowi ograniczenie w aplikacji tego typu materiału jako spoiwa wiążącego ziarna ścierne. W czasie krystalizacji następuje bowiem wzrost lepkości, który jest sprzeczny z procesem doskonałego zwilżania (Clark i Reed, 1986), będącego kluczowym czynnikiem w technologii wytwarzania ściernic.

Kolejną istotną zaletą spoiw szklanokrystalicznych jest również możliwość dopasowania ich właściwości termicznych, takich jak współczynnik rozszerzalności termicznej i przewodnictwo cieplne (Herman, 2003; Herman i Węgrzyk, 2019).

Podwyższenie parametrów wytrzymałościowych spoiw szklanokrystalicznych, w porównaniu do spoiw szklanych, umożliwia szerszy zakres sterowania porowatością ściernicy. Trwalsze i mocniejsze mocowanie ziaren ściernych pozwala na zmniejszenie udziału spoiwa w narzędziu i tym samym ograniczenie jego udziału w procesie szlifowania (rys. 8).



Rys. 8. Szlifowanie z udziałem spoiwa (a) i bez udziału spoiwa (b) (Norton Saint-Gobain, 2014)

Mniejszy stosunek objętości spoiwa do objętości materiału ściernego zapewni wytworzenie w ściernicy siatki cieńszych mostków wiążących, dzięki czemu większa powierzchnia ziaren ściernych jest odsłonięta (rys. 8b). Pozwoli to w większym stopniu wykorzystać potencjał skrawny ziaren (Norton Saint-Gobain, 2014). Bardziej otwarta struktura ściernicy ułatwia także penetrację cieczy chłodząco-smarującej i jej łatwiejszy dostęp do strefy kontaktu z przedmiotem obrabianym.

2.3. Zagadnienia dotyczące mechaniki pękania materiałów ceramicznych

Zastosowanie materiałów ceramicznych jako tworzyw konstrukcyjnych i narzędziowych, w tym m.in. do produkcji narzędzi ściernych, wynika z ich unikalnych zalet, jakimi są: odporność na zużycie ścierne, żaroodporność, żarowytrzymałość, odporność na erozję, a przede wszystkim wysoka twardość. Kluczowym ograniczeniem powszechnego użycia ceramik jest ich kruchość. Sprzeczność pomiędzy twardością, wynikającą z charakteru wiązań chemicznych, oraz kruchością, która również jest związana z budową chemiczną oraz mikrostrukturą, stanowi istotny problem tej rodziny tworzyw (Olszyna, 2004).

Materiały ceramiczne należą do grupy materiałów sprężysto-kruchych, szczególnie narażonych na zjawisko kruchego pękania, czyli dekohezji następującej w sposób nagły i niekontrolowany, przy niezwykle małej deformacji plastycznej, prowadzącej do natychmiastowego zniszczenia materiału. Wyjaśnienie zjawiska kruchego pękania opiera się o ogólną hipotezę Griffitha (Griffith, 1921). Zgodnie z jego teorią, przyczyną obniżenia wytrzymałości mechanicznej jest obecność w materiale mikropęknięć, nazywanych zamiennie szczelinami (Neimitz, 1998; Olszyna, 2004).

2.3.1. Podstawy teoretyczne mechaniki kruchego pękania

Z założenia mechanika pękania obejmuje rozpatrywanie zjawisk zachodzących w obszarze wierzchołka szczeliny znajdującej się w materiale. Zarówno szczeliny jak i karby należą do grupy defektów I rodzaju (defekty makroskopowe) – mają charakter geometryczny i nie są one związane ze strukturą i budową materiału. Do defektów II rodzaju zalicza się m.in.: dyslokacje, pustki wzdłuż granic sąsiednich ziaren, wtrącenia obcego materiału. Niezależnie od rodzaju, wszelkie defekty stanowią koncentratory naprężeń, powodujące zmniejszenie wytrzymałości materiału w porównaniu do wytrzymałości teoretycznej.

Wyróżnia się 3 typy obciążenia szczelin (rys. 9): rozrywanie (typ I), ścinanie wzdłużne (typ II) oraz ścinanie poprzeczne (typ III) (German, 2018). Z punktu widzenia wytrzymałości materiału, najbardziej niebezpiecznym sposobem obciążenia próbki jest typ I, gdyż w tym wariancie propagacja pęknięcia wymaga najmniejszego wydatku energetycznego.



Rys. 9. Sposoby obciążenia materiału: typ I – rozwieranie pęknięcia, typ II – ścinanie wzdłużne, typ III – ścinanie poprzeczne (German, 2018)

Do głównych zagadnień mechaniki pękania należą: koncentracja naprężeń, intensywność naprężeń oraz odporność materiału na kruche pękanie (Kłysz, 2007).

Pojęcie koncentracji naprężenia zostało wprowadzone w 1913 r. przez Inglisa (Inglis, 1913). W swojej pracy analizował on naprężenia generowane w materiale sprężystym osłabionym otworem eliptycznym, poddawanym procesowi jednoosiowego rozciągania (rys. 10).



Rys. 10. Schemat rozciąganego pasma sprężystego z otworem eliptycznym (German, 2018)

Inglis wykazał, że w wierzchołku szczeliny o osiach 2*b* i 2*l*, dla $b \neq 0$, wartość naprężenia rozciągającego σ_y można obliczyć z zależności:

$$\sigma_y = \sigma \left(1 + 2\frac{l}{b} \right),\tag{1}$$

gdzie σ jest naprężeniem zewnętrznym, zaś stosunek σ_y/σ nazywa się współczynnikiem koncentracji naprężeń C.

Z zależności (1) wynika, że naprężenie skumulowane w wierzchołku szczeliny będzie tym wyższe, im mniejszy będzie wymiar *b*. W przypadku, gdy otwór będzie miał postać płaskiej szczeliny (b = 0), wówczas w wierzchołku pęknięcia naprężenia są osobliwe ($\sigma \rightarrow \infty$). Jest to wynikiem dwóch przyjętych założeń: rozpatrywany materiał jest zawsze liniowo-sprężysty, a promień w wierzchołku szczeliny jest równy zeru. W rzeczywistych materiałach poddawanych obciążeniom przekraczającym naprężenie krytyczne, powstaje strefa odkształceń nieliniowych. W tym obszarze dochodzi do relaksacji naprężeń oraz dyssypacji części energii wewnętrznej (Neimitz, 1998). Opis mechanizmu dekohezji przedstawiony przez Inglisa nie pozwala na wyprowadzenie zależności mechanicznych. Zgodnie z zaproponowanym modelem, naprężenie wygenerowane w wierzchołku pęknięcia jest niezależne od skali pęknięcia – dla szczelin o różnych wielkościach, ale jednakowym stosunku (*l/b*), dekohezja materiału powinna nastąpić po przyłożeniu takiego samego naprężenia zewnętrznego (German, 2018; Olszyna, 2004).

W oparciu o analizę Inglisa, określenia korelacji pomiędzy rozmiarem pęknięcia i wytrzymałością materiału dokonał Griffith. W swoich rozważaniach posłużył się bilansem energetycznym w czasie procesu kruchego pękania. Griffith zauważył, że krytyczny warunek dekohezji materiału odpowiada krytycznemu stanowi równowagi energetycznej (Griffith, 1921).

W sytuacji, gdy szczelina w materiale jest stacjonarna, to znaczy, że nie zmienia się jej rozmiar, w myśl pierwszej zasady termodynamiki bilans energetyczny układu można zapisać następująco (Neimitz, 1998):

$$W(t) + \dot{Q}(t) = \dot{E}_w(t) + \dot{E}_k(t),$$
 (2)

gdzie:

 $\dot{W}(t)$ – pochodna pracy sił zewnętrznych po czasie,

 $\dot{Q}(t)$ – pochodna ilości ciepła dostarczonego do układu po czasie,

 $\dot{E_w}(t)$ – pochodna energii wewnętrznej po czasie,

 $\dot{E}_k(t)$ – pochodna energii kinetycznej po czasie.

W przypadku wzrostu szczeliny, w równaniu (2) należy uwzględnić także energię powierzchniową (Γ), bowiem energia utworzenia dwóch nowych powierzchni rozdziału również musi być zrównoważona:

$$\dot{W}(t) + \dot{Q}(t) = \dot{E}_{w}(t) + \dot{E}_{k}(t) + \dot{\Gamma}(t).$$
(3)

W celu określenia warunków niekontrolowanej propagacji pęknięcia, Griffith przyjął kilka założeń: powolnemu wzrostowi szczeliny nie towarzyszą efekty cieplne, zmiana energii kinetycznej jest pomijalnie mała, zaś energię wewnętrzną E_w można utożsamić z energią odkształcenia sprężystego E_{os} , gdyż przedmiot rozważań stanowi materiał sprężysty. Mając na uwadze fakt, że wraz ze zmianą energii w czasie $\left(\frac{\partial}{\partial t}\right)$ następuje także zmiana pola powierzchni A szczeliny $\left(\dot{A} \frac{\partial}{\partial A}\right)$, a także uwzględniając przytoczone założenia, uzyskuje się równanie:

$$\frac{\partial}{\partial A}(W - E_{os} - \Gamma) = 0. \tag{4}$$

Wyrażenie w nawiasie oznacza *całkowitą energię potencjalną układu* U_T . Z tą energią związane jest kryterium Griffitha, zgodnie z którym samoistna propagacja pęknięcia następuje, gdy spełniony jest warunek:

$$\frac{\partial^2}{\partial A^2}(W - E_{os} - \Gamma) < 0.$$
⁽⁵⁾

Mając na uwadze fakt, że *energię potencjalną sił zewnętrznych* Π można określić jako $\Pi = W - E_{os}$, Griffith wprowadził także pojęcie *współczynnika uwalniania energii* G', będącego pochodną $\frac{\partial \Pi}{\partial A}$ i stanowiące kryterium energetyczne o charakterze globalnym:

$$G' = \frac{\partial}{\partial A} \Gamma = 2\gamma, \tag{6}$$

gdzie γ – energia powierzchniowa na jednostkę powierzchni; wielkość 2γ jest stałą materiałową charakteryzującą odporność materiału na pękanie.

Zależności rozważanych energii w funkcji powierzchni pęknięcia przedstawiono na rysunku 11.



Rys. 11. Bilans energetyczny propagacji pęknięcia wg Griffitha (Olszyna, 2004)

Griffith wyznaczył także wzór pozwalający obliczyć wartość krytycznego obciążenia σ_{kr} dla szczeliny o długości *l* (dla płaskiego stanu odkształcenia):

$$\sigma_{kr} = \sqrt{\frac{2E\gamma}{\pi l(1-\nu^2)}},\tag{7}$$

gdzie:

E – moduł Younga,

v – współczynnik Poissona; dla płaskiego stanu naprężenia, we wzorze (7) należy pominąć mnożnik (1 – v^2).

Kryterium Griffitha pozwala powiązać wytrzymałość materiału na pękanie nie tylko z wielkością obecnego w nim defektu (szczeliny), lecz także ze stałymi materiałowymi: modułem sprężystości E, energią powierzchniową γ oraz liczbą Poissona v.

Jeśli materiał pęka, do stworzenia nowej powierzchni potrzebna jest energia. W ceramice polikrystalicznej pękanie jest skomplikowanym, bardzo złożonym procesem. Wyznaczone doświadczalnie wartości energii pękania materiałów ceramicznych o budowie polikrystalicznej są zazwyczaj od 3- do 10-krotnie większe od energii pękania monokryształów (Marinescu *et al.*, 2015; Olszyna, 2004). Zdaniem Rice'a (Rice, 1977) i Davidge'a (Davidge, 1979) rozbieżności wynikają z następujących przyczyn:

 powierzchnia pęknięcia wykorzystywana do obliczenia wartości energii pękania (powierzchnia rzutu pęknięcia) jest mniejsza od rzeczywistej powierzchni pęknięcia polikryształu, obecność mechanizmów rozpraszających energię, m.in.: mikroskopijne odchylanie pęknięć, powstawanie dodatkowych spękań (rozgałęzień), powstawanie ośrodków mikroplastyczności na skutek działania lokalnych naprężeń, występowanie przemian fazowych, wytwarzanie dźwięku, ciepła lub światła i inne.

Z tego powodu prowadzono pojęcie *efektywnej powierzchniowej energii pękania* γ_{ef} , uwzględniającej dodatkowy wydatek energetyczny (Olszyna, 2004):

$$\gamma' = \gamma_{ef} = \gamma_{pl} + \gamma_r + \gamma_m + \gamma_{pf} + \gamma_i + \dots, \tag{8}$$

gdzie:

 γ' – rzeczywista energia powierzchniowa,

 γ_{pl} – energia pochłaniana na odkształcenie plastyczne,

 γ_r – energia pochłaniana przy rozgałęzieniu się pęknięć lub tworzeniu się sieci mikropęknięć,

 γ_m – energia pochłaniana w wyniku mostkowania pęknięć,

 γ_{pf} – energia pochłaniana w wyniku występowania przemian fazowych, wywołanych przez naprężenie mechaniczne,

 γ_i – energia pochłaniana przez inne procesy towarzyszące pękaniu materiału.

2.3.2. Propagacja pęknięć w ziarnie ściernym

Ziarna ścierne Al₂O₃, zarówno elektrokorund jak i mikrokrystaliczny korund spiekany, należą do grupy ceramik polikrystalicznych. Liczne badania tej grupy materiałów wykazały, iż istnieje powiązanie makroskopowego zachowania się materiału z jego mikrostrukturą, m.in. rozmiar i kształt ziaren, budowa granicy międzyziarnowej, porowatość, wtrącenia innych faz. Spośród wymienionych czynników, w największym stopniu o wytrzymałości materiału polikrystalicznego decyduje wytrzymałość granic międzyziarnowych (Sadowski, 1997). Na obniżenie wytrzymałości materiału, co zostało omówione w poprzedniej sekcji, wpływają też mikrodefekty.

Propagację pęknięć w materiałach ceramicznych można podzielić na następujące fazy (Sadowski, 1997):

- nukleacja mikropęknięć naturalnym następstwem procesu technologicznego otrzymywania ceramik jest obecność w materiale mikropęknięć, które są inicjowane z lokalnych koncentracji naprężeń (m.in. naprężenia resztkowe wynikające z rozszerzalności termicznej ziaren, generowane w czasie studzenia materiału);
- rozwój mikropęknięć wzdłuż granic ziaren badania wykazały, że spontaniczne mikropękanie wzdłuż granic międzyziarnowych zależy od wymiarów kryształów;

powstawanie dominującego pęknięcia, którego wzrost prowadzi do dekohezji materiału.

W przypadku polikryształów można wyróżnić dwa mechanizmy pękania kruchego. Pierwszym z nich, najczęściej obserwowanym, jest pękanie transkrystaliczne, nazywane także łupliwym. W tym przypadku front pęknięcia przecina ziarna, przemieszczając się po płaszczyznach łupliwości (płaszczyznach krystalograficznych o gęstym upakowaniu atomów) wewnątrz ziaren. Podczas pękania kruchego wzdłuż płaszczyzn łupliwości dekohezja następuje na skutek zrywania wiązań atomowych (Neimitz, 1998). Schemat pękania o charakterze transkrystalicznym przedstawiono na rysunku 12a. Drugi mechanizm pękania kruchego, zwany mechanizmem międzykrystalicznym, polega na przemieszczaniu się frontu szczeliny wzdłuż granic ziaren. Pękanie o charakterze międzykrystalicznym występuje zazwyczaj w warunkach podwyższonej temperatury (co wpływa na tworzenie się pustek wzdłuż granic ziaren) lub w warunkach korozyjnych. Schemat pękania międzykrystalicznego przedstawiono na rysunku 12b.



Rys. 12. Schemat pękania transkrystalicznego (a) oraz międzykrystalicznego (b) (Neimitz, 1998)

2.3.3. Propagacja pęknięć w ceramicznych mostkach wiążących

Podstawową rolą spoiwa ceramicznego jest wiązanie ziarna ściernego w taki sposób, aby umożliwić skuteczny proces obróbki ściernej. Niezwykle ważnym jest, aby destrukcja mostków wiążących zachodziła stopniowo, co zapewni dłuższą żywotność narzędzia – wytrzymałość mechaniczna ściernicy głównie zależy od wytrzymałości mostków wiążących. Ponadto taki sposób destrukcji spoiwa pozwoli w większym stopniu wykorzystać potencjał skrawny ziaren ściernych.

Rodzaj spoiwa ceramicznego istotnie determinuje sposób propagacji pęknięć w mostkach wiążących. Spoiwa szklane, ze względu na budowę amorficzną, nie posiadają żadnych barier mikrostrukturalnych, przez co pęknięcia rozprzestrzeniają się "gładko" i rzadko ulegają rozgałęzianiu. Najistotniejszym etapem procesu destrukcji jest
w tym przypadku zarodkowanie pęknięcia. Ze względu na brak czynników hamujących propagację pęknięcia, bardzo często szkła ulegają katastroficznemu zniszczeniu przy naprężeniu, przy którym pęknięcie zostało zainicjowane. Najważniejszym czynnikiem decydującym o wytrzymałości szkła jest zatem stan oraz wytrzymałość jego warstwy powierzchniowej. Wytrzymałość szkieł stosowanych jako spoiwo w ściernicach mają niski stopień wytrzymałości (40-70 MPa) oraz niską odporność na kruche pękanie (ok. 1 MPa·m^{1/2}) (Herman, 1995, Herman, 2003).

Pomimo izotropii właściwości szkieł wykorzystywanych do wiązania ziaren ściernych, zachowanie się ściernic w ujęciu mechanicznym jest bardzo złożone – wynika to bezpośrednio ze złożoności budowy narzędzia, składającego się z kruchych komponentów (ziarno ścierne, spoiwo ceramiczne) oraz porów. Sposób propagacji pęknięć w ściernicy o porowatości V_p ok. 40%, w której udział objętościowy ziarna ściernego i spoiwa wynosi odpowiednio $V_z \sim 48\%$ oraz $V_{s} \sim 11\%$, wykonanej ze spiekanych ziaren Al₂O₃ (wielkość ziarna ~ 100 µm, średni wymiar krystalitu ~ 0,1 µm) oraz spoiwa szklanego został przebadany przez Alliche i Le Bourhis (Alliche i Le Bourhis, 2000). Na podstawie przeprowadzonego eksperymentu, autorzy wyszczególnili trzy scenariusze propagacji pęknięć w ściernicy ze spoiwem szklanym (rys. 13).



Rys. 13. Główne scenariusze pęknięć wywnioskowane z obserwacji SEM bocznej strony próbki po kontrolowanej propagacji pęknięcia oraz powierzchni pęknięcia po zniszczeniu: a) pęknięcie przecinające mostek szklany, b) pęknięcie przecinające ziarno oblepione spoiwem, c) pęknięcie przecinające różne ziarna oblepione spoiwem (Alliche i Le Bourhis, 2000)

Zgodnie z przeprowadzonymi obserwacjami mikroskopowymi, główne scenariusze propagacji pęknięcia w ściernicach ceramicznych są następujące:

- a) pęknięcie przebiega wyłącznie w mostku szklanym, generując w przekroju powierzchnie szklane,
- b) pęknięcie przecina ziarno ścierne, generując powierzchnię Al₂O₃ oblepioną spoiwem,
- c) pęknięcie propagując od porów do porów przecina różne ziarna ścierne oblepione spoiwem.

Z analizy obrazów powierzchni pęknięcia wynika, że stosunek pola powierzchni ziaren Al₂O₃ i fazy szklanej jest zbliżony do udziału powierzchni tych faz w wypolerowanej próbce referencyjnej, zatem nie można wskazać scenariusza preferencyjnego spośród omówionych wyżej wariantów.

W celu podwyższenia energii pękania izotropowego materiału jednofazowego, osnowę amorficzną można wzmocnić drobnodyspersyjnie cząstkami, krótkimi włóknami lub wiskerami – czyli włoskowatymi monokryształami. Przykładem takiego rozwiązania są spoiwa szklanokrystaliczne (wzmocnienie drobnodyspersyjne) (Carman, 1994; Clark i Reed, 1986; Herman, 1998; Valenti *et al.*, 1992) lub celowe wprowadzanie do spoiw szklanych np. włókien mullitowych (Zhao *et al.*, 2013) czy wiskerów (Yin *et al.*, 2018). Obecność rozproszonej fazy krystalicznej, czy to drobnodyspersyjnej czy w postaci włókien/wiskerów, istotnie wpływa na właściwości, m.in. mechaniczne, spoiw ceramicznych.

W przypadku spoiw szklanokrystalicznych, podstawowym mechanizmem podwyższającym energię pękania może być wzmocnienie wynikające z korzystnego rozkładu naprężeń resztkowych. Stan naprężeń szczątkowych w elemencie szklano-ceramicznym składa się z superpozycji makro- i mikronaprężeń szczątkowych. Makronaprężenia szczątkowe, określane również jako naprężenia termiczne odpuszczające (Pinto *et al.*, 2007), wynikają z gradientów temperatury podczas produkcji. Mikronaprężenia szczątkowe pochodzą od inkluzji i generowane są na skutek zmian gęstości w wyniku procesu krystalizacji (Möller *et al.*, 1998; Schmelzer *et al.*, 2004) oraz naprężeń wynikających z różnic we właściwościach termicznych i sprężystych pomiędzy fazą krystaliczną i fazą amorficzną podczas stygnięcia do temperatury pokojowej (Serbena *et al.*, 2011).

Oceny stanu naprężeń szczątkowych można dokonywać w oparciu o szereg modeli, z których najczęściej stosowanym jest zmodyfikowany przez Selsinga (Selsing, 1961) model Eshelbiego (Eshelby, 1957), który uwzględnia geometrię inkluzji i własności tensoryczne inkluzji i osnowy. Model ten jest uważany za jeden z najprostszych i zakłada, że kryształy

(inkluzje) są kuliste i izotropowe, a otaczające je pola naprężęń nie zachodzą na siebie, co według autora ma miejsce w przypadku małej objętości skrystalizowanej frakcji, poniżej 15%. Model ten został pomyślnie przetestowany przez Mastelaro i Zanotto (Mastelaro i Zanotto, 1996). Słuszność modelu Selsinga potwierdzają badania ceramiki ze zróżnicowanym stopniem krystaliczności przeprowadzone przez Peitl i wsp. (Peitl *et al.*, 2012). Z ich badań wynika, że wytrzymałość na zginanie wzrastała do udziału frakcji (udziału objętościowego) do około 30%.

Zgodnie z modelem Selsinga, naprężenia szczątkowe są rozciągające w inkluzjach, gdy wartość współczynnika rozszerzalności termicznej inkluzji (cząstki, ang. *particle*) α_p jest wyższa od wartości współczynnika rozszerzalności termicznej matrycy (ang. *matrix*) α_m , czyli gdy: $\alpha_p > \alpha_m$; temu stanowi towarzyszą rozciągające naprężenia promieniowe i ściskające naprężenia styczne w osnowie. W sytuacji odwrotnej, gdy: $\alpha_p < \alpha_m$, naprężenia szczątkowe ściskają cząstki, a w matrycy występują ściskające naprężenia promieniowe i rozciągające naprężenia styczne (Serbena i Zanotto, 2012).

Z punktu widzenia wytrzymałości mostka szklanokrystalicznego, korzystniejszy jest pierwszy z omówionych stanów naprężeń szczątkowych ($\alpha_p > \alpha_m$), gdyż najsłabsza mechanicznie faza amorficzna znajduje się pod wpływem działania naprężeń ściskających, a rozwój pęknięcia w fazie poddanej takim naprężeniom wymaga większego wydatku energetycznego. W tej sytuacji, propagujące pęknięcie będzie odchylane na inkluzjach, co przekłada się na wydłużenie ścieżki propagacji, tworzącej w przekroju linię zygzakowatą (rys. 14a). Dla drugiego z omawianych stanów naprężeń, gdy: $\alpha_p < \alpha_m$, rozwijające się pęknięcie będzie skierowane w kierunku wydzieleń w matrycy i może następować pękanie inkluzji (rys. 14b).



Rys. 14. Schematyczny przebieg pęknięć w przypadku, gdy (a) rozszerzalność cieplna inkluzji α_p jest wyższa od rozszerzalności cieplnej matrycy α_m lub (b) rozszerzalność cieplna inkluzji α_p jest niższa niż w przypadku matrycy α_m (Serbena i Zanotto, 2012)

Odchylanie pęknięć, będące kolejnym mechanizmem podwyższającym energię pękania materiału, zachodzi nie tylko w obszarach występowania lokalnych naprężeń resztkowych, ale także w miejscach o niskiej energii pękania: na granicach ziaren czy granicach międzyfazowych (Olszyna, 2004). Poza odchylaniem czy skręcaniem pęknięć, może też nastąpić ich rozgałęzianie, a nawet zahamowanie propagacji. Schemat propagacji pęknięć w mostku amorficznym i szklanokrystalicznym przedstawiono na rysunku 15.



Rys. 15. Porównanie sposobu propagacji pęknięcia w mostku szklanym (a) i szklanokrystalicznym (b) oraz odpowiadające im widoki mikroskopowe (c, d) (Nadolny, 2012a na podstawie materiałów D. Herman)

W przypadku, gdy wytrzymałość mechaniczna inkluzji jest wyższa od wytrzymałości matrycy szklanej, faza krystaliczna może pełnić rolę mostkującą pęknięcie, tzn. stanowić połączenie pomiędzy nowoutworzonymi powierzchniami pęknięcia (rys. 16).



Rys. 16. Mechanizm wzmocnienia mostkowego przez wytrzymałe ziarna (Olszyna, 2004)

Wpływ na pracę pękania w mechanizmie wzmocnienia mostkowego mają czynniki takie jak parametry mikrostruktury (wielkość oraz kształt inkluzji), stan naprężeń resztkowych w kompozycie czy współczynnik tarcia ślizgowego między mostkiem a matrycą (Olszyna, 2004).

Drugi z omawianych typów modyfikacji mikrostruktury mostków szklanych w ściernicach polega na wykorzystaniu wiskerów bądź krótkich włókien ceramicznych. Zastosowanie tego rodzaju materiałów jako fazy zbrojeniowej, nie tylko w narzędziach ściernych ale i w różnego rodzaju kompozytach ceramicznych, wynika z ich unikalnych właściwości, głównie wysokiej wytrzymałości mechanicznej i wysokiego modułu sprężystości, zbliżonych do wartości teoretycznych. Jest to następstwem specyficznej budowy, czyli małego stosunku powierzchni do objętości danego włókna, co z kolei przekłada się na znaczne ograniczenie ilości występowania defektów struktury, stanowiących koncentratory naprężeń. Zależność ta jest tym silniejsza, im mniejsza jest średnica włókna, zatem włókna cieńsze mogą przenosić większe obciążenie. Z kolei z punktu widzenia rozkładu naprężeń W pojedynczym włóknie, wytrzymałość wiskerów rośnie wraz ze zwiększaniem się ich długości.

Istotnym aspektem mającym wpływ na wytrzymałość kompozytu wzmocnionego wiskerami czy krótkimi włóknami jest sposób ich rozmieszczenia w matrycy. W przypadku, gdy orientacja osi włókien jest jednakowa, wytrzymałość kompozytu będzie zależna od kierunku działających naprężeń, osiągając maksimum gdy naprężenia działają w kierunku równoległym do osi włókien. Rozmieszczenie wiskerów w sposób losowy w objętości kompozytu będzie skutkowało niższą wytrzymałością kompozytu, jednakże przestanie ona być zależna od kierunku działania naprężeń zewnętrznych (Pampuch, 1977).

Zastosowanie krótkich włókien w matrycach ceramicznych i szklanych zostało wdrożone przez Sambell i wsp. w 1972 r. (Sambell *et al.*, 1972). Badania eksperymentalne i modele oparte na koncepcjach mechaniki pękania wskazują, że w kompozytach ceramicznych wzmacnianych wiskerami może działać pięć mechanizmów umocnienia: poprzez mikropęknięcia w osnowie, wygięcie pęknięcia, mostkowanie pęknięć przez wiskery, odchylenie pęknięcia oraz wyciąganie wiskerów z matrycy (Bengisu, 1994). Spośród wymienionych mechanizmów najistotniejsze są trzy ostatnie.

Na skutek działania termicznych naprężeń resztkowych w matrycy ceramicznej z rozproszoną fazą wiskerową mogą powstawać mikropęknięcia. Ich obecność może ograniczać propagację pęknięcia na dwa sposoby. Pierwszy wynika ze zmniejszenia modułu sprężystości materiału przy mikropęknięciach, zaś drugi i ważniejszy typ wynika z dylatacji spowodowanej mikropęknięciami. Należy podkreślić, iż ten mechanizm nie jest znaczący – nie gwarantuje on podwyższenia właściwości wytrzymałościowych jeżeli w kompozycie nie są obecne cząstki ZnO (Bengisu, 1994).

Teoria na temat mechanizmu wygięcia pęknięć (ang. *crack bowing*) nie jest w pełni opracowana, a badania eksperymentalne związane z tą teorią są nieliczne. Wygięcie pęknięcia może nastąpić, gdy propagujące pęknięcie napotka na swej ścieżce wytrzymałą inkluzję (Bengisu, 2001) – w tym przypadku wisker/włókno. W efekcie dojdzie do podwyższenia energii pękania na skutek wydłużenia ścieżki pęknięcia – omijania przeszkody. Według Fabera i Evansa (Faber i Evans, 1983), należy rozróżniać wygięcie i odchylanie pęknięć. W sytuacji gdy pęknięcie jest odchylane, płaszczyzna propagującego pęknięcia jest nieplanarna, zaś w przypadku wygięcia pęknięcia – front pęknięcia jest nieliniowy.

Mechanizm mostkowania pęknięć przez wiskery jest analogiczny do mechanizmu mostkowania przez wytrzymałe ziarno (inkluzje), omówiony dla materiałów szklanokrystalicznych. W tym wypadku wisker będzie pełnił rolę mostu, łącząc ze sobą dwie nowoutworzone powierzchnie pęknięcia. Podwyższenie energii pękania jest realizowane poprzez dwa zjawiska: tarciowego zablokowania powierzchni pęknięcia oraz konieczność pokonania przeszkody – złamania wiskera (mostka) w celu dalszej propagacji pęknięcia.

Odchylanie pęknięć na wiskerach będzie następować przy takich samych warunkach jak na inkluzjach izometrycznych – będzie zależne od stanu naprężeń resztkowych w kompozycie. Odchylaniu pęknięć towarzyszą zwykle inne mechanizmy, jak mostkowanie, który z kolei może płynnie przejść w mechanizm wyciągania włókien. W przypadku propagacji pęknięcia, zablokowane w osnowie włókno mostkujące poddawane jest działaniu naprężenia rozciągającego – następuje odkształcenie sprężyste mostka. Dalsza propagacja frontu szczeliny może spowodować zerwanie mostka lub wyciąganie włókna z osnowy. Mechanizm wyciągania wiskerów można zatem uznać za mechanizm najefektywniej podwyższający energię pękania kompozytu, gdyż łączy wiele zjawisk wymagających wydatku energetycznego: proces mostkowania, odkształcenia sprężystego oraz tarcia na granicy faz wisker/osnowa w końcowym etapie.

Mechanizmy podwyższające wytrzymałość matrycy szklanej wzmocnionej wiskerami zestawiono na rysunku 17.

42



Rys. 17. Schemat przedstawiający mechanizmy wzmacniające występujące w kompozytach ceramicznych zbrojonych wiskerami (Bengisu, 2001)

Dotychczas w literaturze światowej znane są tylko nieliczne doniesienia nad zastosowaniem wiskerów czy krótkich włókien ceramicznych jako wzmocnienia spoiw amorficznych w narzędziach ściernych. Prace te dotyczą badań przeprowadzonych w warunkach statycznych kompozytów ściernych na bazie ziaren supertwardych i skupione są na efekcie wzrostu wytrzymałości mechanicznej. Zespół Zhao (Zhao *et al.*, 2013) badał wpływ dodatku polikrystalicznych włókien mullitowych na właściwości spoiwa amorficznego oraz kompozytów ściernych z ich udziałem na bazie ziaren CBN. W pracy udokumentowali zjawiska podwyższające wytrzymałość kompozytów, m.in. wyciąganie włókien z osnowy czy mostkowanie (rys. 18). Z kolei przedmiotem badań zespołu Yin (Yin *et al.*, 2018) były kompozyty diamentowe ze spoiwem szklanym wzmacnianym wiskerami SiCw@SiO₂. Badacze również dowiedli, że wprowadzenie tego typu zbrojenia podwyższających energię pękania (rys. 19).



Rys. 18. Różne stany włókien wzmacniających mostki szklane w ściernicy z CBN: wyciągnięte włókno (a), zerwane włókno (b), mostkujące włókno oblepione szkłem (c), włókno mostkujące (d) (Zhao *et al.*, 2013)



Rys. 19. Widoki mikroskopowe kompozytów diamentowych o spoiwie szklanym z różną zawartością wiskerów SiCw@SiO₂: 2% wag (a-b), 4% wag (c-e) (Yin *et al.*, 2018)

2.4. Teoretyczne podstawy modułu Younga porowatych kompozytów ceramicznych

Jednymi z podstawowych parametrów opisujących właściwości mechaniczne materiałów ceramicznych są stałe sprężystości, spośród których najistotniejszy jest moduł Younga. W oparciu o jego wartość wykonuje się takie operacje jak projektowanie wyrobów ceramicznych, ocena ich jakości czy określanie innych, bardziej złożonych parametrów jak m.in. wytrzymałość teoretyczna czy odporność na pękanie. Moduł Younga może też służyć jako kryterium oceny jakości wyrobów ściernych (Słowiński, 2004). Pomimo tak dużej istotności i zarazem łatwości zmierzenia wartości modułu sprężystości wzdłużnej (Phani i Sanyal, 2008), poziom wiedzy teoretycznej wiążącej ze sobą zależność między mikrostrukturą a właściwościami materiału jest znacznie niższy niż w odniesieniu do mniej istotnych dla inżynierów modułów sprężystości poprzecznej czy objętościowej (Pabst i Gregorová, 2014).

Ze względu na złożoność budowy ściernic ceramicznych – porowatych brył, których komponenty składają się z faz zarówno o charakterze krystalicznym jak i amorficznym (rys. 20), własności sprężyste tego typu narzędzi są opisywane jedynie przy zastosowaniu uproszczeń dotyczących ich wewnętrznej budowy.



Rys. 20. Model ściernicy ceramicznej jako porowatego kompozytu (Słowiński, 2004)

W pierwszym przybliżeniu, w celu określenia właściwości sprężystych ściernic, można rozpatrywać je jako materiał dwufazowy składający się z ziaren ściernych i spoiwa, zaś pominąć wpływ udziału porów, gdyż cechują się one brakiem sprężystości (Słowiński, 2004).

Na przestrzeni lat zostało opracowanych wiele modeli teoretycznych służących do opisywania i przewidywania właściwości sprężystych materiałów dwufazowych. Modele te wychodzą z założenia, że materiał dwufazowy, składający się z fazy ciągłej

i rozproszonych w niej inkluzji, jest jednorodny w skali znacznie większej niż rozmiar wtrąceń, oraz że przemieszczenia i trakcje na interfejsie pomiędzy dwoma fazami są ciągłe. Wśród tych modeli teoretycznych, wiele z nich zawiera jedną lub dwie arbitralne zmienne, które muszą być określone doświadczalnie. Większość modeli może przewidzieć właściwości sprężyste materiałów dwufazowych po prostu znając właściwości sprężyste każdego składnika (Hsieh *et al.*, 2004).

Model ściernicy jako materiału dwufazowego zaprezentował Pampuch (Pampuch, 1971). Dla rozpatrywanych faz – ziaren ściernych o module Younga E_z oraz mostków spoiwa o module Younga E_s – zostały uwzględnione dwa graniczne przypadki ułożenia faz względem działającego obciążenia (rys. 21): układ równoległy oraz układ szeregowy.



Rys. 21. Model ściernicy jako materiału dwufazowego: układ równoległy (a), układ szeregowy (b) (Słowiński, 2004)

Oszacowanie wartości modułu E_R dla układu równoległego, czyli dla zaproponowanego przez Voigta stanu zakładającego jednakowe odkształcenie obu faz kompozytu, można dokonać za pomocą równania:

$$E_R = E_Z V_Z + E_S V_S , (9)$$

przy czym $V_z + V_s = 1$, gdzie V_z i V_s są odpowiednio ułamkami objętościowymi faz ziarna i spoiwa.

Przy założeniu równomiernego naprężenia (układ szeregowy) zaproponowanego przez Reussa, moduł sprężystości E_{SZ} materiału dwufazowego może być wyrażony jako:

$$E_{SZ} = \frac{E_Z E_S}{E_Z V_Z + E_S V_S}.$$
(10)

Według Pampucha, zachowanie się kompozytu, którego faza ciągła charakteryzuje się wyższą wartością modułu *E*, lepiej opisuje układ równoległy. Jeżeli faza ciągła ma niższą wartość modułu *E* w porównaniu do wtrąceń drugiej fazy – lepszy opis właściwości sprężystych uzyska się przy zastosowaniu układu szeregowego. Dla rzeczywistych materiałów dwufazowych wartość modułu Younga kompozytu będzie się znajdować pomiędzy tymi granicznymi wartościami.

Porowatość jest bardzo istotną cechą ceramicznych narzędzi ściernych – udział objętościowy porów w narzędziu może wynosić około 50%, zatem omówiony model nie może służyć do rzetelnego opisu właściwości sprężystych rzeczywistych ściernic.

Powszechnie wiadomym jest, że wraz ze wzrostem porowatości materiału maleją jego cechy użytkowe, w tym wartość modułu Younga. Na tę zależność ma wpływ nie tylko udział objętościowy porów, a przede wszystkim ich kształt. Powiązanie tej zależności z efektem kształtu porów jest niezwykle trudne, dlatego też w ujęciu analitycznym najczęściej spotykane jest uproszczenie w postaci modelu ciała zawierającego jedynie kuliste pory. Chociaż pory sferoidalne występują w materiałach ceramicznych sporadycznie, model ten jest najbardziej znany i użyteczny (Pabst i Gregorová, 2014), a jego rozwiązanie sięga czasów Eshelby'ego (Eshelby, 1957) i Wu (Wu, 1966). W literaturze znany jest też przykład adaptacji modelu dwufazowego (rys. 22) do określania właściwości sprężystych materiałów porowatych (Hirata *et al.*, 2017).



Rys. 22. a) Model struktury materiału zawierającego kubiczne inkluzje, b) cechy geometryczne komórki elementarnej w układzie równoległym, c) cechy geometryczne komórki elementarnej w układzie szeregowym; E – moduł Younga, β – współczynnik rozszerzalności cieplnej (Hirata *et al.*, 2017)

Model ten zakłada, że inkluzje o kształcie sześcianów rozpatruje się jako pory – zatem wartość modułu $E_{inkluzji}$ (E_1) jest traktowana jako wartość $E_{porów}$, czyli $E_1 = 0$ GPa. Równania pozwalające określić wartości E materiałów porowatych według tego modelu są następujące:

- dla układu równoległego:

$$E_p = E_2(1 - V_p^{2/3}), (11)$$

dla układu szeregowego:

$$\frac{1}{E_p} = \frac{V_p^{1/3} + (1 - V_p^{1/3})(1 - V_p^{2/3})}{E_2(1 - V_p^{2/3})},$$
(12)

gdzie:

 E_p – moduł *E* ceramiki porowatej,

 E_2 – moduł *E* ceramiki litej,

 V_p – porowatość.

Podczas procesu szlifowania, na skutek działania sił skrawania, aktywne ziarna ściernicy są poddawane obciążeniu, które to jest rozprowadzanie na całe narzędzie przez sieć mostków spoiwa. Jeśli pod wpływem działania obciążenia dojdzie do zaburzeń mikrostrukturalnych powodującej wzrost mikropęknięć i ostatecznie dekohezji materiału, do opisu stanu narzędzia stosuje się model stanowiący rozwinięcie modelu Griffitha (Neimitz, 1998), natomiast w przypadku gdy odkształcenie ściernicy następuje z zachowaniem ciągłości ośrodka – można zastosować model sprężystego kontinuum (Karpiński i Słowiński, 1985). Do najistotniejszych czynników mających wpływ na właściwości sprężyste ściernicy ceramicznej w modelu sprężystego kontinuum należą: siła wiązania ziaren mostkami spoiwa oraz upakowanie ziaren w narzędziu.

Zagadnienie modułu Younga ściernic ceramicznych od dawna było przedmiotem pracy wielu badaczy, gdyż odkształcenia sprężyste aktywnych ziaren ściernych mocno wpływają na efekty procesu szlifowania, szczególnie przy szlifowaniu precyzyjnym. Nakayama i wsp. (Nakayama *et al.*, 1971) na podstawie wyników badań eksperymentalnych opracowali model, który pozwala na ocenę zarówno ugięcia środka pojedynczego ziarna jak i odkształcenia w strefie kontaktu między ziarnem a materiałem obrabianym. Seria testów wykazała, że całkowite odkształcenie lokalne jest bardzo zbliżone do teorii Hertza dla sprężystego kontaktu pomiędzy kulą a płaską powierzchnią lub, bardziej ogólnie, pomiędzy kulami. Autorzy stwierdzili, że odkształcenie strefy kontaktu jest ok. dwukrotnie większe niż ugięcie środka ziarna. Zespół Kingery (Kingery *et al.*, 1963) przyjął, że strukturę ściernicy można aproksymować strukturą sześcienną, ponieważ ziarna ścierne stanowią tylko około 50%

objętości ściernicy. Analiza procesu spiekania przeprowadzona przez Breckera (Brecker, 1967) z wykorzystaniem tego modelu wykazała, że ziarna ścierne w zeszklonej ściernicy są w bezpośrednim kontakcie. Tak więc, obciążenie ściskające przyłożone do pojedynczego ziarna na powierzchni ściernicy zostanie w dużej mierze zaabsorbowane przez odkształcenia hertzowskie strefy kontaktu pomiędzy ziarnami znajdującymi się bezpośrednio pod obciążonym ziarnem (ziarna 4 i 5 na rys. 23). Ponieważ moduł sprężystości ziarna tlenku glinu (E = 350 GPa) jest znacznie większy niż moduł sprężystości spoiwa szklanego (E = 70 GPa), ziarno to przeniesie prawie całe obciążenie. Część obciążenia zostanie przeniesiona na bocznie przylegające ziarna (ziarna 2 i 3 na rys. 23) przez siły ścinające w spoiwie. Jednak procent obciążenia przeniesionego w ten sposób na bok jest niewielki (Nakayama *et al.*, 1971).



Rys. 23. Przekrój ściernicy ze spoiwem ceramicznym z obciążeniem *P* przyłożonym do powierzchni ziarna (Nakayama *et al.*, 1971)

Moduł sprężystości ściernicy odzwierciedla wpływ większości mikroskopowych elementów ściernicy i wpływa znacząco na stan interfejsu między ściernicą a szlifowaną powierzchnią. Wartość modułu *E* może zaspokoić potrzeby zarówno producentów, którzy powinni wskazać zachowanie się swoich produktów, jak i użytkowników, którzy powinni dobrać odpowiednią ściernicę do swoich operacji szlifowania. Na przestrzeni lat stwierdzono, że moduł sprężystości ściernic jest złożoną funkcją wielu czynników: temperatury *T*, ciężaru właściwego komponentów ρ , stopnia twardości h_g , koncentracji *c*, gradacji ziarna G_z , całkowitej objętości pozornej *V*, objętości ziaren V_z , objętości spoiwa V_s , objętości porów V_p , typu ziarna t_z , typu spoiwa t_s i średniego rozmiaru ziaren *d*:

$$E = f(T, \rho, h_g, c, G_z, V, V_z, V_s, V_p, t_z, t_s, d),$$
(13)

zatem dość trudno jest jednoznacznie ujawnić zależność *E* od tych czynników (Zhang *et al.*, 1993).

2.5. Mechanizmy zużycia ziaren ściernych i spoiw ceramicznych

Ściernice ze spoiwem ceramicznym są powszechnie stosowane w operacjach szlifowania precyzyjnego, wymagających usunięcia dużej objętości przedmiotu obrabianego. Oczekiwane jest także to, że to samo narzędzie posłuży zarówno do obróbki zgrubnej jak i wykańczającej. Aby spełnić powyższe wymaganie, konieczne jest aby ściernica odmiennie reagowała na warunki panujące w różnych rodzajach obróbki.

Dążenie do uzyskiwania wysokiej wydajności procesu szlifowania wiąże się ze spełnieniem kolejnych wymagań: czynna powierzchnia ściernicy (CPS) powinna być stale ostra, a samo narzędzie ścierne musi mieć zdolność do chwilowego magazynowania i usuwania ze strefy kontaktu z przedmiotem obrabianym dużej ilości wiórów metalowych. Dlatego też istotna jest porowatość narzędzia, która w przypadku ściernic ceramicznych może być regulowana w szerokim zakresie. Ponadto narzędzie musi wytrzymać duże obciążenia generowane w czasie szlifowania, które są nakładane na ziarna ścierne i na mostki wiążące. Kluczową rolę będzie tutaj odgrywać interfejs ziarno-spoiwo, a przede wszystkim system wiążący – w celu zachowania integralności ściernicy, spoiwo powinno różnie reagować na siły działające w poszczególnych mostkach wiążących.

Procesowi szlifowania towarzyszy zużycie ściernicy, a szybkość tego zużycia odgrywa ważną rolę w określeniu efektywności szlifowania i jakości obrabianego przedmiotu. Krabacher (Krabacher, 1959) zwrócił uwagę, że mechanizmy zużycia w ściernicach wydają się być podobne do tych, jakie występują w przypadku jednopunktowych narzędzi skrawających, a jedyną różnicą jest wielkość generowanych wiórów. Chociaż zużycie ściernic jest procesem bardzo złożonym, w okresie trwałości ściernicy można wyszczególnić trzy etapy zużycia narzędzia (rys. 24).



Rys. 24. Typowy przebieg zużycia ściernicy: a) etap początkowy tuż po obciągnięciu ściernicy, b) etap wygładzania powierzchni aktywnych ziaren, c) etap końcowy – utracenie zdolności skrawnej (Godino *et al.*, 2018)

Pierwszy z nich (rys. 24a), następujący bezpośrednio po obciąganiu ściernicy, wyróżnia się wysokim zużyciem początkowym i spowodowany jest wykruszaniem się fragmentów ziarna ściernego. W drugim stadium (rys. 24b) zużycie ziaren przebiega z ustabilizowaną intensywnością; w etapie tym następuje ścieranie się wierzchołków aktywnych ziaren oraz ich

wykruszanie. Etap ten stanowi przeważający okres pracy narzędzia. Faza końcowa (rys. 24c) to tzw. przyspieszone zużycie, wskazujące zwykle na katastrofalne zużycie ściernicy – w zależności od warunków szlifowania objawia się gwałtownym wykruszaniem się ziaren ze spoiwa lub utratą zdolności skrawnej. Zwykle oznacza to, że ściernica będzie musiała zostać poddana procesowi obciągania w celu ponownego naostrzenia. Temu rodzajowi zużycia często towarzyszy termiczne uszkodzenie powierzchni szlifowanego przedmiotu.

Wskaźnikiem wydajności używanym do charakteryzowania odporności ściernic na zużycie jest współczynnik szlifowania, nazywany współczynnikiem G (ang. G-ratio) i jest on wyrażony jako stosunek zmiany objętości szlifowanego przedmiotu ΔV_w do zmiany objętości ściernicy ΔV_{s} , a więc:

$$G = \frac{\Delta V_w}{\Delta V_{\pm}}.$$
 (14)

Na przestrzeni wielu lat podejmowano próby opisu zużycia ziaren ściernych w ujęciu teorii kruchego pękania. Jednakże mnogość różnych i wzajemnie oddziaływujących zjawisk zachodzących w obrębie aktywnych ziaren ściernych (m.in.: odkształcenia plastyczne, krucha fragmentacja, nagrzewanie, utlenianie, chemiczne oddziaływanie z wierzchnią warstwą materiału obrabianego) powoduje, że proces zużycia ziaren jest zbyt skomplikowany, aby można go było wyjaśnić za pomocą jednego modelu teoretycznego. Dodatkowo zużycie ściernicy uwarunkowane jest również zachowaniem się spoiwa pod wpływem działających obciążeń w trakcie procesu szlifowania. W związku z powyższym, do opisu zużycia ściernic wykorzystuje się następujące procesy zużycia:

- a) zużycie ścierne ziaren ściernych,
- b) zużycie wytrzymałościowe ziaren ściernych,
- c) wykruszanie spoiwa i pękanie mostków wiążących.

Schematy powyższych mechanizmów zilustrowano na rysunku 25. Obrazy SEM ilustrujące różne mechanizmy zużycia ściernic przedstawiono na rysunku 26.



Rys. 25. Schemat mechanizmu zużycia ściernic ceramicznych: a) zużycie ścierne ziaren, b) zużycie wytrzymałościowe ziaren, c) pękanie mostków spoiwa (Liu *et al.*, 2007)



Rys. 26. Mechanizmy zużycia ściernicy: (1) zużycie ścierne: (A) wygładzona powierzchnia ziarna; (2) pęknięcie mostka wiążącego: (A) ziarno ścierne, (B) warstwa międzyfazowa, (c) mostek wiążący; (3) pęknięcie ziarna ściernego: (A) pęknięcie ziarna przez płaszczyznę podstawową (0001); (4) pęknięcie interfejsu między ziarnem ściernym a mostkiem wiążącym (Jackson i Mills, 2004)

Dokładniejszy opis wymienionych mechanizmów zużycia zawarto w kolejnych podrozdziałach.

2.5.1. Zużycie ścierne ziaren ściernych

Zużycie ścierne przez mechaniczne ścieranie wierzchołków aktywnych ziaren jest podstawowym procesem zużycia narzędzi ściernych wykorzystywanych w obróbce wykańczającej. Gdy ten typ zużycia ściernicy jest dominujący, wskaźnik szlifowania *G* osiąga wysoką wartość, a główną przyczyną ubytku masy ściernicy jest proces obciągania.

Zagadnieniu zużycia ściernego ziaren ściernych poświęcono wiele prac badawczych, jednakże nie udało się ustalić jednej głównej przyczyny spłaszczania powierzchni ziaren. Do źródeł zużycia ściernego zalicza się takie procesy, jak: tarcie pomiędzy ziarnem a przedmiotem obrabianym, odkształcenia i płynięcie plastyczne ziarna, mikrowykruszanie ziaren ściernych czy reakcje chemiczne zachodzące pomiędzy ziarnem a materiałem obrabianym w warunkach wysokiej temperatury i obecności płynu chłodząco-smarującego. Ten ostatni proces może zmniejszyć odporność ziarna ściernego na inne mechanizmy zużycia.

Stępienie ziarna ściernego prowadzi do zwiększenia powierzchni kontaktu i oddziaływań ciernych między ziarnem ściernym a przedmiotem obrabianym. W momencie

stępienia ziarna ściernego, w obszarze styku występuje bardzo wysoka temperatura. Z tego względu zużyciu ściernemu ziaren zwykle towarzyszą fizyko-chemiczne procesy zużycia, przez co procesy te rozpatrywane są łącznie. Kluczowe są tutaj właściwości fizyko-mechaniczne i aktywność chemiczna stykających się ze sobą materiałów, gdyż głównymi czynnikami wywołującymi wspomniane procesy zużycia są znaczne naciski boczne oraz wysoka temperatura w strefie skrawania. Wykazano doświadczalnie (Goepfert i Williams, 1959), że powinowactwo chemiczne pomiędzy ziarnem ściernym a materiałem obrabianym może być wykorzystywane jako kryterium doboru ściernic.

Procesy zużycia fizyko-chemicznego można podzielić na procesy zużycia adhezyjnego i dyfuzyjnego. Zużycie adhezyjne ziaren ściernych polega na usuwaniu cząsteczek materiału ściernego na skutek ścinania, złuszczenia i odrywania spojeń adhezyjnych powstałych na powierzchni styku ziarno-przedmiot obrabiany. Zjawisko to zachodzi w sytuacji, gdy wytrzymałość jednego ze stykających się materiałów jest mniejsza niż wytrzymałość powstałego spojenia; wzajemny ruch stykających się materiałów spowoduje wyrwanie cząsteczki materiału, tym samym wywołując jego zużycie. Do zużycia dyfuzyjnego zaliczają się nie tylko procesy dyfuzyjne (ruch cząsteczek chemicznych), ale także zjawiska związane z dyfuzją, jak: zmniejszenie twardości na skutek przemian fazowych, zmniejszenie wytrzymałości na granicy ziaren i faz, odkształcenie plastyczne stykających się ze sobą faz, które zostały osłabione procesami dyfuzyjnymi (Borkowski, 1990).

Jeśli podczas szlifowania nie dojdzie do pęknięcia ziarna i mostka wiążącego, wówczas poszerza się obszar plateau na ziarnie i wzrasta tempo zużycia. Jeżeli pęknięcie jest dalej opóźniane, jak w przypadku ściernic twardych, to powierzchnia robocza ściernicy ulega zeszkleniu, a przedmiot obrabiany zostaje termicznie uszkodzony.

2.5.2. Zużycie wytrzymałościowe ziaren ściernych

Wytrzymałościowe zużycie ziaren ściernych polega na wykruszaniu cząsteczek materiału ściernego warstw wierzchnich ziaren, a także na całkowitym ich pękaniu i wypadaniu z powierzchni roboczej narzędzia ściernego. Właściwości fizyczne ziarna mają istotny wpływ na intensywność wykruszania się cząsteczek ściernych, co prowadzi do odsłonięcia nowych, ostrych krawędzi skrawających w ziarnach. Prawdopodobieństwo pęknięć i wykruszeń wzrasta wraz ze wzrostem kruchości ziarna. Wytrzymałość mechaniczna i odporność ziarna ściernego na kruche pękanie decyduje o intensywności procesu zużycia w etapie zużycia doraźnego. Wówczas, zgodnie z teorią kruchego pękania, pęknięcie będzie rozwijane, gdy działające obciążenie osiągnie wartość krytyczną.

Charakter zużycia wytrzymałościowego ziarna zależy także od czasu trwania stanu naprężenia, a do wykruszeń ziarna może dochodzić przy wielokrotnie mniejszym obciążeniu w porównaniu do naprężeń powodujących zużycie doraźne. Jest to możliwe w przypadku zużycia zmęczeniowego, czyli wykruszaniu cząstek materiału ściernego lub całkowite jego pękanie pod wpływem cyklicznego oddziaływania obciążeń mechanicznych. W procesie szlifowania czas skrawania poszczególnym ziarnem wynosi zazwyczaj od kilkunastu do kilkudziesięciu mikrosekund, lecz ciągłe następowanie po sobie mikroskrawania spowoduje powstawanie w ziarnie mikropęknięć. Zmęczeniowy proces zużycia ziaren w warunkach szlifowania jest dodatkowo wspomagany przez występujące termonaprężenia. Zużycie termozmęczeniowe wydaje się być najbardziej prawdopodobnym mechanizmem zużycia ziaren ściernych, ze względu na specyfikę procesu szlifowania, przebiegającego przy stosunkowo dużych prędkościach skrawania. W efekcie w strefie obróbki dochodzi do gwałtownego przyrostu temperatury, a cyklicznie zmienny charakter obciążenia cieplnego powoduje pękanie warstw wierzchnich ziarna ściernego i jego wykruszanie się (Borkowski, 1990).

Mnogość kombinacji cech opisujących proces szlifowania, tak ich jak m.in. grubość wióra czy szlifowalność materiału obrabianego, decyduje o efektywnej twardości ściernicy, a zatem żadna pojedyncza cecha procesu szlifowania nie może być wykorzystana do przewidywania przebiegu pękania ściernicy z wyprzedzeniem. Trudność w określeniu zużycia ściernicy spowodowanego pęknięciem i wykruszaniem do konkretnych warunków szlifowania wynika z braku wiedzy na temat obciążeń działających na ziarna ścierne i ich mostki łączące oraz ich reakcji na te obciążenia. Tarasov (Tarasov, 1963) sugeruje, że pęknięcie ziarna ściernego następuje w wyniku działania obciążenia mechanicznego, z powodu tworzenia się wiórów lub szoku termicznego, wywołanego przez chwilowo wysoką temperaturę. Hahn (Hahn, 1962) zaproponował hipotezę stresu termicznego, aby wyjaśnić pękanie ziaren ściernego w wyniku pęknięcia przy użyciu mikroskopu elektronowego. Stwierdzili, że nie są w stanie rozróżnić łuszczenia się ziarna ściernego w wyniku naprężeń termicznych od fragmentacji ziarna ściernego. Swoje wyniki wyjaśnili jednak w kategoriach hipotezy szoku termicznego Hahna.

Najsilniejszym dowodem na poparcie koncepcji pękania w wyniku obciążenia mechanicznego jest fakt, że pęknięcie następuje w pewnej odległości od krawędzi skrawającej (Jackson, 2002). Stwierdzono, że ciepło generowane podczas skrawania nie ma wpływu na pękanie ziarna ściernego, ponieważ maksymalna temperatura ziarna ściernego występuje

na powierzchni ziarna w kontakcie z przedmiotem obrabianym, gdzie pęknięcie jest inicjowane podczas chłodzenia, zgodnie z hipotezą stresu termicznego. Hipoteza ta nie uwzględnia różnicy współczynnika rozszerzalności cieplnej między ziarnem ściernym a mostkami spoiwa, a także wpływu szoków termicznych na działanie hartujące cieczy obróbkowych na ziarno ścierne opuszczające strefę skrawania. Stwierdzono, że naprężenia termiczne w ziarnie ściernym wywołane pulsującym źródłem ciepła wykazują, że wielkość maksymalnych naprężeń rozciągających nie jest na tyle duża, aby spowodować pęknięcie ziarna.

To, który typ zużycia ziaren ściernych – wytrzymałościowy czy ścierny – będzie dominujący, zależy od obciążeń mechanicznych i termicznych działających na ziarna aktywne (Marinescu *et al.*, 2007). Charakter zmian mechanizmu zużycia wraz ze zmianą warunków pracy ściernicy ilustruje rysunek 27.



Rys. 27. Dominujący charakter zużycia ziaren ściernych w zależności od działających na nie obciążeń podczas szlifowania (Uhlmann i Stark, 1997)

2.5.3. Pękanie mostków spoiwa

Pękanie mostków spoiwa jest najbardziej niekorzystną formą zużycia ściernicy, gdyż prowadzi do znacznej utraty objętości ziaren ściernych – najczęściej powoduje uwalnianie całych ziaren ściernych. Ten sposób zużycia powinien być ograniczany, w szczególności w procesach, w których wykorzystywane są ściernice wykonane z ziaren ściernych o wysokim potencjale skrawnym.

W czasie procesu szlifowania, opory skrawania z jakimi stykają się ziarna ścierne oddziałują także na mostki wiążące. Pęknięcie mostka spoiwa i wypadnięcie ziarna ze ściernicy następuje, gdy obciążenie działające na mostki spoiwa przekroczy jego granicę wytrzymałości. Oddziaływania mechaniczne są główną przyczyną uszkodzenia mostków ceramicznych, zaś inne zjawiska elementarne, w tym oddziaływania termiczne, mają pomijalnie mały wpływ na ten proces. Wytłumaczyć to można w następujący sposób: źródło ciepła zlokalizowane jest na wierzchołku aktywnie skrawającego ziarna – biorąc pod uwagę fakt, iż strefa oddziaływania cieplnego jest stosunkowo niewielka, a mostki spoiwa wiążącego ziarno są zwykle odległe od tego źródła o około kilkadziesiąt mikrometrów, wpływ oddziaływań cieplnych nie ma większego wpływu na trwałość mostków spoiwa.

Intensywność wykruszania mostków zależna jest od jakości i ilości użytego spoiwa ceramicznego, czyli od twardości ściernicy, oraz od warunków obróbki. Podczas szlifowania ściernica co prawda ulega znacznym deformacjom na skutek występowania odkształceń sprężystych, jednakże pękanie mostków spoiwa ma charakter pękania czysto kruchego. Badania eksperymentalne przeprowadzone przez Malkin'a i Cook'a (Malkin i Cook, 1971b) wykazały, że udział mechanizmu zużycia ściernic poprzez wykruszanie spoiwa zmniejsza się wraz ze wzrostem twardości ściernicy: udział tego typu zużycia dla ściernicy o twardości G autorzy określili jako ok. 85% ogólnego zużycia, zaś dla ściernicy o twardości K udział ten zmniejszył się do ok. 55%. Podobnie Stetiu i Lal (Stetiu i Lal, 1974) badali wpływ twardości ściernic Al₂O₃ o średniej strukturze na mechanizm zużycia narzędzi. Wśród przebadanych ściernic o twardości J, K, M, zużycie poprzez pękanie mostków wiążących zaobserwowano tylko w przypadku ściernicy o najniższej twardości (J).

Procesy zużycia spoiwa ceramicznego rozpatrywane są równocześnie z procesami zużycia wytrzymałościowego ziaren ściernych ze względu na podobieństwa tych mechanizmów. Pękanie ziaren jak i mostków wiążących jest tej samej natury – w obu przypadkach do opisu procesu pękania można zastosować teorię kruchego pękania, a procesy wykruszania następują pod wpływem cyklicznego działania przyłożonego obciążenia, gdyż opory skrawania, z jakimi stykają się ziarna ścierne w czasie obróbki, oddziałują także na mostki spoiwa. Po drugie, procesy te zachodzą jednocześnie i są tak samo powiązane z procesem obciągania ściernicy. Ponadto nie zawsze można obliczyć względne ilości zużycia mostków wiążących i ziarna ściernego.

Mimo, że pękanie mostków spoiwa i zużycie wytrzymałościowe ziaren ściernych są podobnymi mechanizmami, to mają odmienny wpływ na ekonomikę procesu szlifowania. Pierwszy mechanizm powoduje szybki ubytek ściernicy, natomiast drugi mechanizm generuje ostre krawędzie skrawające i jest znany jako efekt samoostrzenia (Jackson *et al.*, 2003). Dowiedziono (Decneut *et al.*, 1970), że ściernice ceramiczne o wysokim module Younga ulegają zużyciu raczej poprzez mechanizm wykruszania ziaren niż poprzez mechanizm

pękania mostków wiążących. Wraz ze wzrostem wartości modułu sprężystości ściernicy tracona jest zdolność samoostrzenia ściernicy, ponieważ utrudnione jest uwalnianie ziaren ściernych z matrycy ceramicznej.

Jeżeli dominującym mechanizmem zużycia ściernicy są mechanizmy oparte na kruchym pękaniu ziaren, a w szczególności mostków spoiwa, wówczas wskaźnik szlifowania *G* osiąga niską wartość. Jednakże pomimo stosunkowo dużej utraty masy narzędzia, okres trwałości ściernicy wydłuża się, gdyż dzięki procesom wykruszania ściernica zachowuje wysoką zdolność skrawającą bez konieczności przeprowadzania procesu obciągania (Stetiu i Lal, 1974).

2.5.4. Mechanizmy zużycia ściernic Al₂O₃

Zachowanie się ściernic w warunkach skrawania zależy między innymi od rodzaju ziarna ściernego. Jak to opisano w rozdziale 2.1, chociaż ziarna elektrokorundu i mikrokrystalicznego korundu spiekanego zbudowane są z α -Al₂O₃, ziarna te różnią się mikrostrukturą i właściwościami, co istotnie wpływa na ich mechanizm zużycia. Schematyczne zestawienie scenariuszy zużycia ściernic elektrokorundowych (polikrystalicznych) i wykonanych z mikrokrystalicznego tlenku glinu przedstawiono na rysunku 28.



Rys. 28. Formy zużycia czynnej powierzchni ściernicy z ziarnami polikrystalicznego (a-c) i mikrokrystalicznego (d-f) tlenku glinu ((Nadolny, 2012b) na podstawie rysunków Rappold Winterthur Group)

Wielu naukowców prowadziło badania dotyczące zużycia ziaren ściernych oraz ściernic ceramicznych z tlenku glinu. Jackson i Mills (Jackson i Mills, 2004) badali m.in. ściernice wykonane z elektrokorundu szlachetnego o różnej zawartości spoiwa ceramicznego. Autorzy zaobserwowali, że ściernice o niskim udziale spoiwa zużywały się głównie na drodze pękania mostków wiążących (rys. 28a). Wraz ze wzrostem twardości ściernicy, jako główny mechanizm zużycia wskazano zużycie wytrzymałościowe ziaren ściernych (rys. 28b). Nie stwierdzono natomiast zjawiska pękania interfejsu ziarno-spoiwo.

Wytłumaczono to w następujący sposób: na skutek rozpuszczania Na₂O pochodzącego z obecnej w ziarnie elektrokorundu szlachetnego fazy β -Al₂O₃, na powierzchni ziarna ściernego powstają wolne przestrzenie w postaci rowków (rys. 29). Lokalny wzrost zawartości Na₂O w spoiwie zwiększa jego płynność, co pozwala na penetrację spoiwa w powierzchnię ziarna ściernego, tym samym podwyższając odporność na ścinanie.



Rys. 29. Ziarno elektrokorundu szlachetnego z wytrawionymi termicznie kanalikami fazy β -Al₂O₃ (Jackson i Mills, 2004)

Zużycie wytrzymałościowe ziaren elektrokorundowych powoduje znaczną utratę masy ziarna. Wynika to z jego struktury polikrystalicznej z uprzywilejowanymi płaszczyznami krystalograficznymi – zatem pękanie tego typu materiału zachodzi równolegle do tych płaszczyzn. Procesowi makroodłupywania może sprzyjać również obecność defektów w ziarnie ściernym.

Po wdrożeniu do przemysłu ściernego ziaren mikrokrystalicznego tlenku glinu, większość opisów zużycia tego typu ziaren odnosiła się głównie do zjawiska samoostrzenia – mikrowykruszania fragmentów ziarna (rys. 28d) i odsłanianie dużej liczby ostrych naroży.

Szczegółowy opis zużycia ziaren mikrokrystalicznego tlenku glinu został dokonany przez zespoły Klocke (Klocke *et al.*, 2002) oraz Mayer (Mayer *et al.*, 2006). W sposób eksperymentalny dowiedziono, że doskonałe właściwości skrawne tego typu ziaren ściernych są powiązane z właściwościami trybologicznymi powierzchni spłaszczonych wierzchołków

aktywnych ziaren. Struktura wygładzonej powierzchni ziarna mikrokrystalicznego tlenku glinu po testach trybologicznych została przedstawiona na rysunku 30.



Rys. 30. Struktura wygładzonej powierzchni mikrokrystalicznego α-Al₂O₃: a) schemat (Mayer *et al.*, 2006),
b) obraz TEM przekroju poprzecznego ziarna po testach trybologicznych (Klocke *et al.*, 2002)

Zgodnie z przedstawionym w podrozdziale 2.5.1. mechanizmem zużycia ściernego, na skutek działających obciążeń, ziarna ścierne ulegają deformacji plastycznej. Poziom odkształcenia plastycznego powierzchni ziarna ściernego jest tak wysoki, że rekrystalizacja prowadzi do powstania drobnoziarnistej teksturowanej warstwy składającej się głównie z tlenku glinu alfa. Uplastyczniona warstwa ziarna ściernego charakteryzuje się wygładzoną powierzchnią, przez co zwiększa się powierzchnia kontaktu między ziarnem a przedmiotem obrabianym. Następstwem tego zjawiska jest lokalny wzrost temperatury w strefie kontaktu i nadtapianie cienkiej warstwy powierzchniowej przedmiotu obrabianego. W przypadku szlifowania stali łożyskowej, w takich warunkach powstaje płynna warstwa FeO, której obecność skutkuje zmniejszeniem zużycia oraz obniżeniem wartości współczynnika tarcia w strefie kontaktu. Dość niski współczynnik tarcia stwierdzony w eksperymentach wskazuje, że taki scenariusz nie jest tylko lokalny, ale rozciąga się na dużych obszarach wzdłuż strefy kontaktu. Ciekła warstwa tlenku żelaza, pomimo dużej lepkości, wydaje się bardzo dobrze zwilżać ziarna tlenku glinu. Gdy tylko strefa kontaktu zostanie rozdzielona na dwie wolne powierzchnie, na wygładzonym ziarnie Al₂O₃ tworzy się płaska nanokrystaliczna warstwa FeO.

Badacze zaobserwowali także obecność podpowierzchniowych pęknięć biegnących równolegle do interfejsu, które są często mostkowane lub odchylane przez płytki magnetoplumbitu (MgLaAl₁₁O₁₉). Zmiany ścieżki propagacji oraz rozgałęzienia pęknięć wyraźnie sugerują, że wtrącenia drugiej fazy (magnetoplumbitu) bardzo skutecznie zwiększają odporność na pękanie materiału, pomimo tego, że faza ta jest znacznie bardziej miękka niż osnowa α -Al₂O₃. Na rysunku 30b można zauważyć, że płytki magnetoplumbitu są losowo zorientowane w osnowie, co dodatkowo pozytywnie wpływa na efekt podwyższenia

odporności na kruche pękanie. Układy pęknięć, które przebiegają równolegle i blisko powierzchni obciążonej trybologicznie, są najprawdopodobniej odpowiedzialne za prawie stałą szybkość zużycia ziarna pod rosnącym obciążeniem w teście ślizgowym. Efekty mostkowania i odchylania pęknięć na inkluzjach magnetoplumbitu minimalizują ryzyko propagacji układów pęknięć w głąb ziarna ściernego, co mogłoby doprowadzić do makrowykruszeń fragmentów ziarna.

W pracy (Klocke *et al.*, 2002) przeprowadzono także testy rysy pojedynczym ziarnem elektrokorundu szlachetnego oraz mikrokrystalicznego tlenku glinu. Jako przeciwpróbkę zastosowano stal łożyskową 52100, która jest odpowiednikiem stali 100Cr6. Wyniki badań wykazały, iż zużycie ziarna otrzymanego metodą zol-żel było o około 50% niższe w porównaniu do zużycia ziarna konwencjonalnego tlenku glinu. Potwierdzono zarazem, że ziarno elektrokorundu uległo zużyciu głównie na skutek transkrystalicznego pękania ziarna wzdłuż płaszczyzn łupliwości (rys. 31a), zaś powierzchnia ziarna mikrokrystalicznego wyraźnie uległa spłaszczeniu na skutek deformacji plastycznych (rys. 31b).



Rys. 31. Obrazy SEM powierzchni ziaren ściernych po testach skrawania pojedynczym ziarnem: a) elektrokorund szlachetny, b) mikrokrystaliczny tlenek glinu (Klocke *et al.*, 2002)

Oba materiały ścierne charakteryzują się lokalnym oblepieniem krawędzi ziarna materiałem pochodzącym z powierzchni przedmiotu obrabianego. Różnice kontrastu na obrazie SEM zużytego ziarna typu zol-żel sugerują, iż na powierzchni zaszły reakcje tribochemiczne. Potwierdzono to badaniami składu chemicznego z wykorzystaniem spektroskopii rentgenowskiej z dyspersją energii (EDS), które wykazały obecność w tej warstwie pierwiastków takich jak: Fe, Cr, Si i Mn.

Cytowane powyżej prace odnosiły się do badań trybologicznych, opierających się o metodę *pin on disk* oraz test rysy. Pierwsze prace związane z badaniem zużycia ściernic procesie szlifowania, zarówno w ujęciu zużycia ściernego jak i na drodze kruchego pękania, zostały opublikowane przez Malkina, Cook'a i Kannappana (Kannappan i Malkin, 1972; Malkin i Cook, 1971a, Malkin i Cook 1971b). Do badań użyto ceramicznych ściernic monokorundowych, zaś materiałem obrabianym była m.in. stal łożyskowa 52100. Wyniki wykazały, że procentowy udział płaskiej powierzchni zużytych ziaren ściernych wzrasta wraz z twardością ściernicy. W badaniu, w którym materiałem obrabianym była stal 52100 (100Cr6), dominującym składnikiem warstwy adhezyjnej na powierzchni ziarna monokorundowego był spinel FeAl₂O₄. Pomimo skojarzenia tej samej pary materiałów: stali łożyskowej 100Cr6 oraz ziarna Al₂O₃, skład chemiczny tej warstwy różnił się od tego uzyskanego przez Klocke, gdzie głównym składnikiem był tlenek żelaza FeO (Klocke *et al.*, 2002). Jest to wynikiem różnic temperatur osiąganych w strefie kontaktu narzędzie-przedmiot obrabiany, gdyż temperatura ma wpływ na przebiegające w tej strefie reakcje chemiczne. W badaniach przeprowadzonych przez Klocke temperatura na granicy Al₂O₃-stal mogła być wyższa z dwóch powodów: w metodzie *pin on disk* ziarno SG miało ciągły kontakt z przeciwpróbką, a w porównaniu do konwencjonalnych ziaren Al₂O₃, ziarno mikrokrystaliczne charakteryzuje się mniejszym współczynnikiem przewodnictwa cieplnego.

Badaniem zużycia ściernic wykonanych z mikrokrystalicznego ziarna tlenku glinu SG ze spoiwem szklanokrystalicznym w rzeczywistych warunkach szlifowania stali 100Cr6 zajmował się również Nadolny (Nadolny, 2015). Badane ściernice miały tę samą strukturę (7), różniły się natomiast udziałem procentowym spoiwa (twardość K, L, M). Nadolny ustalił, że w obszarze styku ziaren SG występuje łączne działanie zużycia ściernego, plastycznego płynięcia, termozużycia i mikrowykruszeń (rys. 32). Dla dużego udziału procentowego spoiwa, zużycie ścierne i plastyczne płynięcie Al₂O₃ są głównymi zjawiskami zużycia, prowadzącymi do powstawania wygładzonych powierzchni aktywnych ziaren ściernych w ściernicach SG. Nadmierna siła wiązania ziaren przez mostki wiążące nie pozwalała na odnowienie zdolności skrawnej ściernicy, a tym samym na samoostrzenie wierzchołków ziaren ściernych. Nadolny zaobserwował również, że na wygładzonych powierzchniach aktywnych wierzchołków skrawających okresowo występuje zjawisko złuszczania warstwy wierzchniej (rys. 32c). Proces ten spowodowany jest zużyciem wytrzymałościowym (głównie zmęczeniowym i termozmęczeniowym), w wyniku którego odsłaniane są ostre krawędzie kryształów, znajdujące się poniżej plastycznie odkształconej warstwy wierzchniej. Jego praca potwierdziła również, że odkształcenia plastyczne następują w wyniku poślizgu i późniejszej adhezji mikrokryształów. Zarówno wielkość mikrokryształów, jak i poziom odkształcenia, mają wpływ na odkształcenia plastyczne mikrokrystalicznego korundu SG.



Rys. 32. Obrazy SEM ilustrujące różne typy zużycia powierzchni ziarna mikrokrystalicznego tlenku glinu: a) mikrowykruszanie fragmentów ziarna ściernego, b) zużycie ścierne i plastyczne płynięcie, c) zużycie zmęczeniowe i termozmęczeniowe (Nadolny, 2012a)

Szczegółowy opis przebiegu zużycia ściernego ziaren ściernych tlenku glinu, zarówno elektrokorundowych jak i mikrokrystalicznych, został opublikowany przez Godino i wsp. (Godino *et al.*, 2018). Badacze odizolowali ten konkretny mechanizm zużycia dzięki zastosowaniu ściernic o wysokiej twardości (R) oraz dobraniu parametrów obróbki sprzyjających zużyciu ściernemu. Rezultaty przeprowadzonych testów pozwalają na wysnucie wniosków będących spójnymi z dotychczas przytoczonymi wynikami badań innych autorów, m.in.:

- struktura krystaliczna ziarna ściernego ma wpływ na proces zużycia ściernego aktywnych ziaren: struktura mikrokrystaliczna SG wykazuje większą skłonność do wygładzania powierzchni ziarna w porównaniu do polikrystalicznej struktury ziarna elektrokorundowego (rys. 33); jest to zgodne z pracami (Klocke *et al.*, 2002; Mayer *et al.*, 2006);
- tendencja do tworzenia się płaskich powierzchni wzrasta wraz ze wzrostem twardości ściernicy, co jest zgodne z pracami (Jackson i Mills, 2004; Malkin i Cook, 1971a);
- w porównaniu do elektrokorundu, zużyte powierzchnie ziaren SG mają bardzo jednorodny wygląd oraz większą ilość zalepień (rys. 34). Wynika to z faktu, że przewodność cieplna SG jest niższa, zatem w strefie kontaktu z materiałem obrabianym panuje wyższa temperatura, co przyspiesza reakcje chemiczne i lokalnie modyfikuje spoiwo. Zalepienia przylegają zarówno do płaskich ziaren ściernych, jak i do spoiwa.



Rys. 33. Obrazy SEM zużytej czynnej powierzchni ściernicy z zaznaczoną powierzchnią wygładzonych ziaren: a) ściernica elektrokorundowa, b) ściernica SG (Godino *et al.*, 2018)



Rys. 34. Identyfikacja analizowanych stref na zużytych ściernicach elektrokorundowych (a) i SG (b). A – spoiwo; B – ziarno ścierne, C i D – zalepienia (Godino *et al.*, 2018)

Na podstawie uzyskanych wyników, Godino i in.(Godino *et al.*, 2020) opracowali także numeryczny model mechanizmu zużycia ściernego ziaren Al₂O₃.

2.6. Wnioski

Na podstawie analizy materiałów źródłowych w zakresie ujętym tematem pracy sformułowano szereg wniosków zamieszczonych poniżej.

- Tlenek glinu jest w dalszym ciągu jednym z najważniejszych surowców stosowanych do produkcji ziaren ściernych.
- Ze względu na metodę otrzymywania, ziarna ścierne z tlenku glinu dzieli się na ziarna elektrokorundowe, otrzymywane w wyniku topienia surowców bogatych w Al₂O₃, oraz na ziarna mikrokrystalicznego korundu spiekanego, otrzymywane metodą zol-żel.
- Właściwości korundowych ziaren ściernych zależą od ich stopnia czystości (procentowej zawartości Al₂O₃), rodzaju ewentualnych dodatków stopowych, a przede wszystkim od mikrostruktury ziaren.

- 4. Za pomocą metody zol-żel możliwe jest uzyskanie ziaren ściernych o budowie mikroa nawet nanokrystalicznej. Dzięki znacznie drobniejszej mikrostrukturze tego typu ziarna ścierne wykazują m.in. wyższą twardość, odporność na kruche pękanie oraz odporność na zużycie, w porównaniu do ziaren elektrokorundowych.
- 5. Spoiwa ceramiczne są powszechnie używane do produkcji narzędzi ściernych ich popularność wynika z szeregu zalet, m.in. wysokiej odporności na zużycie, możliwości wytwarzania porowatych narzędzi z jednoczesną możliwością regulacji struktury oraz łatwością odnowienia CPS w procesie obciągania; spoiwa ceramiczne są także odporne na działanie czynników chemicznych, co ma istotne znaczenie w procesach szlifowania z wykorzystaniem cieczy chłodząco-smarujących.
- 6. Podstawowym typem spoiw ceramicznych stosowanych do wytwarzania ściernic na bazie ziaren Al₂O₃ są spoiwa szklane, jednakże ze względu na ograniczenia wynikające z ich niskiej odporności na kruche pękanie i niską wytrzymałość mechaniczną, coraz częściej do produkcji ściernic wykorzystuje się spoiwa szklanokrystaliczne.
- 7. Spoiwa ceramiczne projektowane są w taki sposób, aby zapewnić dobrą zwilżalność ziaren ściernych, gwarantującą wytworzenie w narzędziu prawidłowej sieci mostków wiążących. Dodatkowo, w przypadku spoiw szklanokrystalicznych, skład chemiczny powinien być tak dobrany, aby umożliwić krystalizację faz podwyższających odporność na kruche pękanie oraz pozwalających na dopasowanie tempa zużycia mostków do tempa zużywania się ziaren ściernych w ściernicy.
- Materiały ceramiczne są szczególnie narażone na zjawisko kruchego pękania. Najniebezpieczniejszym typem obciążenia materiału jest rozciąganie, gdyż propagacja pęknięcia w tym wariancie obciążenia wymaga najmniejszego wydatku energetycznego.
- 9. W materiałach polikrystalicznych, do których zaliczane są ziarna ścierne Al₂O₃, najczęściej obserwowanym mechanizmem pękania kruchego jest pękanie transkrystaliczne (po granicach ziaren). Katastroficzne pękanie mostków szklanych, ze względu na brak czynników hamujących propagację pęknięcia, bardzo często następuje przy naprężeniu przy którym zostało zainicjowane pęknięcie.
- 10. W przypadku mostków szklanokrystalicznych, obecność drobnodyspersyjnych inkluzji wpływa na właściwości wytrzymałościowe na drodze uruchomienia mechanizmów pochłaniających energię pękania, m.in. poprzez odchylanie, rozgałęzianie czy mostkowanie pęknięć.

- 11. Interesującym sposobem na podwyższenie energii pękania mostków szklanych jest zastosowanie wzmocnienia w postaci wiskerów lub krótkich włókien. Dotychczasowe badania nad tego typu modyfikacją skupione są wokół narzędzi supertwardych, badanych w warunkach statycznych. Nie został natomiast zbadany wpływ tego rodzaju wzmocnienia mostków ceramicznych na mechanizm zużycia i właściwości eksploatacyjne ściernic.
- 12. Ważnym parametrem opisującym właściwości mechaniczne ściernic jest moduł Younga, który może stanowić kryterium oceny jakości wyrobów ściernych. Moduł sprężystości ściernicy wpływa znacząco na stan interfejsu między narzędziem a powierzchnią szlifowaną.
- 13. Na charakter zużycia ściernic ma wpływ wiele czynników, m.in. mikrostruktura ziaren ściernych i mostków wiążących, twardość ściernicy (udział objętościowy spoiwa w narzędziu V_s) oraz obciążenia mechaniczne i termiczne działające na aktywne ziarna ścierne.
- 14. Do głównych mechanizmów zużycia ściernic ceramicznych na bazie ziaren elektrokorundu zalicza się zużycie polegające na wyłupywaniu całych ziaren aktywnych, makrowykruszanie fragmentów ziaren oraz zużycie ścierne i plastyczne płynięcie, objawiające się spłaszczeniem powierzchni ziaren aktywnych.
- 15. Główne mechanizmy zużycia ściernic na bazie ziaren mikrokrystalicznych to mikrowykruszanie fragmentów ziaren ściernych, zużycie ścierne oraz zużycie zmęczeniowe i termozmęczeniowe.
- 16. Zużycie ziaren na drodze mikrowykruszania jest pożądanym typem zużycia ściernic, gdyż zapewnia odsłanianie dużej liczby ostrych naroży, czyli tzw. samoostrzenie ściernicy.

3. CEL, HIPOTEZY, PROBLEMY BADAWCZE I ZAKRES PRACY

3.1. Cel pracy

Ceramicznym narzędziom ściernym stawia się coraz wyższe wymagania wynikające z rosnących oczekiwań przemysłu w zakresie wydajności i dokładności wykonania obrabianych powierzchni części maszyn i narzędzi. Jest to inspiracją do opracowywania nowych rodzajów materiałów ściernych i ceramicznych spoiw, przy czym niewątpliwie prężniej rozwijane są technologie pozwalające uzyskać ziarna ścierne o coraz lepszych właściwościach skrawnych, a także o coraz drobniejszej mikrostrukturze. W celu maksymalnego wykorzystania potencjału ziaren ściernych konieczne jest udoskonalanie systemów wiążących, bowiem właściwości spoiw w istotny sposób wpływają na mechanizm zużycia i okres trwałości narzędzia. Jednym ze sposobów podwyższania trwałości ściernic jest modyfikacja mikrostruktury ceramicznych mostków wiążących, polegajaca na generowaniu i/lub wprowadzaniu w sposób mechaniczny wzmocnienia szklanej matrycy w postaci wysokowytrzymałych faz krystalicznych, np. w postaci wiskerów. Wnikliwy przegląd literatury światowej dotyczącej powyższego zagadnienia pozwolił na wskazanie luki badawczej, bowiem publikacje na temat tego typu modyfikacji - wprowadzania w sposób mechaniczny do osnowy szklanej wiskerów lub włókien ceramicznych – skupione sa wokół narzędzi supertwardych, wykonanych z ziaren diamentowych i cBN, nie są natomiast znane przykłady prac dotyczących ściernic wykonanych z tlenku glinu, mimo iż tego typu ziarno ścierne, m.in. ze względów ekonomicznych, nadal jest powszechnie wykorzystywane w przemyśle obróbczym.

Innowacyjność narzędzi ściernych będących przedmiotem badań autorki wynika zastosowania dwóch Z równoczesnego typów wzmocnień osnowy amorficznej (drobnodyspersyjna faza gahnitowa oraz wiskery glinoborowe), które są generowane w jednym, ciągłym procesie technologicznym. Niniejsza praca stanowi kontynuację badań zrealizowanych w ramach realizacji pracy magisterskiej autorki oraz prac badawczych prowadzonych w Zakładzie Podstaw Nauki o Materiałach i Ceramiki Technicznej Politechniki Koszalińskiej. W pracach (Herman et al., 2015; Herman i Kminikowska, 2017; Kminikowska, 2015) wykazano, iż obecność wiskerów glinoborowych w mostkach wiążących wpływa na wytrzymałość mechaniczną ściernic z tlenku glinu. Prace te dotyczą tylko kompozytów ściernych z mikrokrystalicznego tlenku glinu badanych w warunkach statycznych i skupione są głównie, z punktu widzenia aplikacji, na kompozycjach

wykazujących najwyższą wytrzymałość mechaniczną. Nie było natomiast wiadomym, jak taka modyfikacja wpłynie na właściwości ściernic badanych w warunkach dynamicznych oraz czy tego typu modyfikacja sprawdzi się również w narzędziach ściernych wykonanych z konwencjonalnych ziaren elektrokorundowych. Weryfikacji również wymagało zagadnienie dotyczące ilości dodawanego prekursora, bowiem wzrost wytrzymałości mechanicznej nie jest równoznaczny z poprawą osiągów ściernic w warunkach eksploatacyjnych.

W związku z powyższym, głównym **celem pracy** jest zbadanie w warunkach laboratoryjnych wpływu udziału wiskerów glinoborowych na zmianę mikrostruktury spoiwa szklanokrystalicznego i właściwości mechanicznych narzędzi ściernych z mikrokrystalicznego oraz konwencjonalnego tlenku glinu oraz ocena wpływu mikrostruktury spoiwa szklanokrystalicznego i budowy granicy fazowej ziarno-spoiwo na mechanizm zużycia oraz wybrane wskaźniki właściwości eksploatacyjnych ściernic z tlenku glinu.

3.2. Hipotezy pracy

Na podstawie wniosków z analizy literatury w zakresie ujętym w temacie pracy, a także badań i analiz własnych oraz dotychczas przeprowadzonych prac badawczych w Zakładzie Podstaw Nauki o Materiałach i Ceramiki Technicznej Politechniki Koszalińskiej, postawiono następujące **hipotezy badawcze**:

- Należy oczekiwać, że istnieje możliwość sterowania właściwościami mechanicznymi narzędzi ściernych z tlenku glinu poprzez modyfikację mikrostruktury spoiwa szklanokrystalicznego wiskerami glinoborowymi generowanymi *in situ*.
- Należy przypuszczać, że możliwe jest uzyskanie narzędzi ściernych z tlenku glinu ze spoiwem szklanokrystalicznym wzmocnionym wiskerami glinoborowymi o korzystnych właściwościach eksploatacyjnych.

3.3. Problemy badawcze

- W jaki sposób udział wiskerów glinoborowych wpływa na zmianę mikrostruktury spoiwa szklanokrystalicznego i właściwości mechanicznych narzędzi ściernych z mikrokrystalicznego oraz konwencjonalnego tlenku glinu?
- 2. W jaki sposób mikrostruktura spoiwa szklanokrystalicznego i budowa granicy fazowej ziarno-spoiwo wpływa na mechanizm zużycia oraz wybrane wskaźniki właściwości eksploatacyjnych ściernic z tlenku glinu?

3.4. Zakres pracy

W celu weryfikacji postawionych hipotez oraz realizacji założonych celów pracy, podjęte zostały następujące prace badawcze:

- analiza literatury określonej tematem pracy,
- zdefiniowanie problemów badawczych, celu oraz hipotez badawczych pracy,
- wyznaczenie parametrów obróbki cieplnej ściernic na bazie ziaren elektrokorundowych oraz ziaren mikrokrystalicznego tlenku glinu ze spoiwem szklanokrystalicznym z układu szkłotwórczego CaO-MgO-ZnO-Al₂O₃-B₂O₃-SiO₂,
- określenie wpływu ilości prekursora dodawanego do masy ściernej na wytrzymałość mechaniczną na rozciąganie oraz moduł Younga ściernic z tlenku glinu,
- przeprowadzenie badań strukturalnych dla wytypowanych próbek ściernic o różnym udziale wiskerów glinoborowych, uzupełnionych o obserwacje mikroskopowe i analizy składu chemicznego w mikroobszarach,
- przeprowadzenie badań właściwości eksploatacyjnych ściernic z tlenku glinu o różnym udziale wiskerów glinoborowych i różnym udziale objętościowym spoiwa w ściernicy,
- badanie stanu czynnej powierzchni ściernic z tlenku glinu z bazowym spoiwem szklanokrystalicznym oraz ze spoiwem szklanokrystalicznym modyfikowanym wiskerami glinoborowymi po przeprowadzonych badaniach właściwości eksploatacyjnych,
- analiza uzyskanych wyników badań i sformułowanie wniosków.

4. METODYKA BADAŃ

4.1. Plan badań

Do przygotowania ściernic będących przedmiotem badań wytypowano następujące materiały:

- dwa rodzaje ziaren ściernych z tlenku glinu: mikrokrystaliczne ziarno Cubitron oraz konwencjonalne ziarno elektrokorundowe 99A,
- spoiwo ceramiczne dedykowane do wiązania ziaren ściernych z tlenku glinu,
- prekursor wiskerów wzbogacający masę ścierną w bor.

Na podstawie analizy tekstów źródłowych z branży obróbki ściernej wytypowano do badań wstępne charakterystyki ściernic. Początkowy etap badań dotyczył głównie badań zwilżalności, dla ustalenia parametrów obróbki termicznej projektowanych narzędzi ściernych, gdyż docelowa temperatura wypalania narzędzi ceramicznych powinna być dobrana w taki sposób, aby zapewnić warunki tworzenia prawidłowej sieci mostków wiążących, a także w przypadku spoiw szklanokrystalicznych – krystalizację projektowanych inkluzji.

W drugim etapie badań dokonano oceny wpływu udziału wiskerów na wytrzymałość kompozytów ściernych z następujących rodzajów ziaren ściernych z tlenku glinu: ziarna mikrokrystalicznego Cubitron i ziarna elektrokorundu szlachetnego 99A. Badaniom poddano szereg próbek ściernic o zróżnicowanym udziale prekursora wiskerów. Na podstawie uzyskanych wyników wytypowano próbki do badań strukturalnych, obserwacji mikroskopowych oraz analizy składu chemicznego w mikroobszarach w celu potwierdzenia obecności projektowanych elementów mikrostruktury mostków wiążących, ich wpływu na ścieżkę propagacji pęknięć oraz dokonania analizy zjawisk zachodzących w strefie złącza ziarno-spoiwo.

Na podstawie uzyskanych wyników badań wytrzymałości mechanicznej w warunkach statycznych oraz badań strukturalnych i mikroanalizy składu chemicznego interfejsu ziarnospoiwo, wyselekcjonowano składy ściernic (ilość dodawanego prekursora wiskerów) do badań w warunkach dynamicznych. Etap ten obejmował badanie modułu Younga metodą rezonansową oraz badania właściwości eksploatacyjnych – szlifowanie wgłębne powierzchni wewnętrznych pierścieni łożysk tocznych. Narzędzia o najkorzystniejszych wskaźnikach eksploatacyjnych poddano badaniom morfologii powierzchni czynnej powierzchni ściernic (CPS) w celu określenia dominujących mechanizmów zużycia badanych narzędzi.

Schemat ilustrujący kolejne etapy badań przedstawiono na rysunku 35.



Rys. 35. Schemat badań eksperymentalnych

4.2. Charakterystyka materiałów wykorzystanych do przygotowania badanych ściernic z tlenku glinu

Przedmiot badań stanowiły ściernice ceramiczne wykonane z ziaren ściernych mikrokrystalicznego tlenku glinu CubitronTM 321 (oznaczenie C) oraz z ziaren ściernych elektrokorundu szlachetnego 99A (oznaczenie A) o numerze ziarna 80 w standardzie FEPA, co dopowiada charakterystycznemu wymiarowi ziarna 212-180 µm. W końcowym etapie prac, w trakcie badań właściwości eksploatacyjnych, wykorzystano także ziarno ścierne o numerze ziarna 46 (425-355 µm).

Jako spoiwo ceramiczne zastosowano tworzywo szklanokrystaliczne z układu szkłotwórczego CaO-MgO-ZnO-Al₂O₃-B₂O₃-SiO₂, w którym w trakcie obróbki termicznej krystalizuje faza w postaci gahnitu ZnAl₂O₄. Skład chemiczny spoiwa jest chroniony patentem (Herman, 2006). Badania (Kminikowska *et al.*, 2019) wykazały, iż obecność drobnodyspersyjnej fazy spinelowej ZnAl₂O₄ korzystnie wpływa na właściwości mechaniczne spoiw wiążących, gdyż gahnit dzięki wysokiej twardości, wynoszącej 7,5 w skali twardości Mohsa (Escardino *et al.*, 2000), stanowi barierę mikrostrukturalną i energetyczną dla propagującego pęknięcia, a także wpływa na podwyższenie odporności na zużycie ścierne (Herman *et al.*, 2011).

Surowce do wytopienia fryty szklanej poddano procesowi topienia w temperaturze 1350°C i gwałtownie chłodzono w wodzie. Uzyskaną frytę szklaną mielono w młynie kulowym przez 20 godzin, po czym przesiano przez sito o wymiarze oczka 63 µm. W celu wygenerowania fazy wiskerowej w czasie obróbki cieplnej narzędzi, do mas ściernych dodawano prekursor wiskerów glinoborowych, mający za zadanie wzbogacić masę ścierną w bor. Ilość dodanego prekursora stanowiła od 0 do 45% wag. udziału spoiwa w danej próbce (oznaczenie liczbowe 0-45 w skróconych nazwach próbek).

Wiskery glinoborowe są z powodzeniem stosowane jako wzmocnienie kompozytów na osnowie metalu z aluminium lub magnezu, jednakże znane są też przykłady ich zastosowań jako wzmocnienie matryc szklanych i szklanokrystalicznych (Cao *et al.*, 2021; Lee *et al.*, 2010; Zhou *et al.*, 2020). Zainteresowanie tym materiałem wynika z jego pożądanych właściwości fizycznych, takich jak: niska gęstość (2,94 g/cm³), wysoka twardość (7 w skali Mohsa), wysoki moduł Younga (400 GPa). Boran glinu, zgodnie z diagramem fazowym (rys. 36a) podanym przez Gielisse'a i Fostera (Gielisse i Foster, 1962), występuje w postaci dwóch głównych faz krystalicznych: Al₄B₂O₉ (2Al₂O₃·B₂O₃) i Al₁₈B₄O₃₃ (9Al₂O₃·2B₂O₃) (rys. 36b-c). Fazy te wykazują silną tendencję do krystalizacji w formie igieł,

jednakże faza $Al_4B_2O_9$ jest niestabilna i może przekształcać się w $Al_{18}B_4O_{33}$ w wysokich temperaturach (zgodnie z rysunkiem 36a – powyżej 1035°C).

Jako tymczasowe lepiszcze zastosowano wodny roztwór dekstryny. Charakterystykę materiałów przedstawiono w tabeli 1.



Rys. 36. a) Schemat równowagi fazowej Al₂O₃ – B₂O₃ (Gielisse i Foster, 1962), b) komórka elementarna Al₁₈B₄O₃₃, c) komórka elementarna Al₄B₂O₉ (Hoffmann *et al.*, 2016)

Tab. 1. C	Charakterystyka	badanych materiałów	(Kminikowska et al.	, 2023)
-----------	-----------------	---------------------	---------------------	---------

	99A	Cubitron [™] 321	Spoiwo szklanokrystaliczne
Skład chemiczny	$\begin{array}{c} Al_2O_3: 99,7\%\\ SiO_2: 0,01\%\\ Fe_2O_3: 0,02\%\\ Na_2O: 0,16\%\\ CaO+MgO: 0,02\% \end{array}$	Al ₂ O ₃ : 94-96% MgO: 0,9-1,5% Y ₂ O ₃ : 0,9-1,5% La ₂ O ₃ +Nd ₂ O ₃ : 1,9-2,9% śladowe ilości: TiO ₂ , SiO ₂ , CaO, CoO, Fe	Proszek szklany: układ szkłotwórczy CaO-MgO-ZnO-Al ₂ O ₃ -B ₂ O ₃ -SiO ₂
Gęstość ρ (g/cm ³)	3,96	3,87	2,74
Współczynnik odporności na kruche pękanie K_{IC} (MPa·m ^{1/2})	2,7	3,5 - 4,3	1,8
Współczynnik rozszerzalności termicznej α (°C ⁻¹)	Al ₂ O ₃ : 8,9·10 ⁻⁶	Al ₂ O ₃ : 8,9·10 ⁻⁶	$ZnAl_2O_4: 7,0\cdot 10^{-6}$ Pozostałość szklista: 5,1\cdot 10^{-6}Wiskery glinoborowe: 4,5 \cdot 10^{-6} (osiowy), 1,9 \cdot 10^{-6} (promieniowy)
Moduł Younga <i>E</i> (GPa)	Al ₂ O ₃ : 400	350	ZnAl ₂ O ₄ : 290 Szkło: 70 Wiskery glinoborowe: 400
4.3. Formowanie i obróbka cieplna narzędzi ściernych

W zależności od przeznaczenia, próbki ściernic różniły się kształtem i wymiarami (rys. 37):

- do badań wytrzymałości na rozciąganie próbki formowano w kształcie dysków o wymiarach \$\overline{15}\$ mm \$\times\$ 10 mm;



Rys. 37. Kształty próbek do badań: wytrzymałości mechanicznej na rozciąganie (a), modułu Younga E (b), badań właściwości eksploatacyjnych (c)

Obróbkę termiczną próbek przeprowadzono w piecu komorowym PK-4 w atmosferze powietrza. Zastosowano następujący program obróbki termicznej:

- prędkość grzania: 5°C/min,
- czas przetrzymania w temperaturze docelowej: 3 godziny,
- chłodzenie swobodne w piecu.

4.4. Metody badawcze

4.4.1. Badanie zwilżalności ziaren ściernych

Do badań zwilżalności ziaren ściernych spoiwem szklanokrystalicznym wykorzystano mikroskop wysokotemperaturowy firmy Leitz. Badanie polega na umieszczeniu w komorze pieca uchwytu zawierającego podłoże z ziarna ściernego i ustawioną na nim próbkę spoiwa o kształcie walca o wymiarach ϕ 3 mm × 3 mm, a następnie obserwacji i rejestracji obrazu zmiany konturu próbki w funkcji temperatury. Na podstawie zarejestrowanych obrazów możliwe jest określenie charakterystycznych dla tworzyw szklanych temperatur, m.in. temperaturę spiekania T_s (temperatura, w której badana próbka zmniejsza swe wymiary przy jednoczesnym zachowaniu ostrości krawędzi), temperaturę mięknięcia T_m (temperatura, w której obserwuje się zmianę kształtu próbki polegającą na wyraźnym zaokrągleniu jej konturów) czy temperaturę topnienia T_p (temperatura, w której badana próbka przybiera kształt półkuli). Badanie przeprowadzono dla zakresu temperatur 20-1060°C, stosując stałą prędkość grzania.

4.4.2. Badanie wytrzymałości mechanicznej na rozciąganie – metoda DCT

Badania wytrzymałości mechanicznej na rozciąganie metodą DCT (ang. *Diametral Compression Test*) przeprowadzono na maszynie wytrzymałościowej tensometr typ W firmy Monstanto. Stanowisko wyposażone jest w czujnik siły o dokładności \pm 1 N oraz czujnik przemieszczenia o dokładności pomiarowej \pm 1 mm. Szybkość przesuwu szczęk wynosiła 1,6 mm/min. Rejestracji przebiegu eksperymentu dokonano przy pomocy komputera PC w programie PME Assistant 3.0.107.

Metoda DCT, zwana także jako *Splitting Test* lub *Brasilian Test*, polega na umieszczeniu cylindrycznej próbki pomiędzy dwoma płaskimi powierzchniami szczęk maszyny wytrzymałościowej (rys. 38a). Pękanie następuje wzdłuż obciążonej średnicy próbki – jest to efekt rosnącego wzdłuż osi x (rys. 38b) naprężenia rozciągającego na skutek zbliżania się do siebie płaszczyzn szczęk maszyny (Jianhong *et al.*, 2009; Owens *et al.*, 1968).





Zalety metody DCT to prostota wykonania, krótki czas badania oraz nieskomplikowana aparatura pomiarowa. Metoda ta jest przeznaczona do badań jednorodnych materiałów liniowo-sprężystych oraz izotropowo sprężystych, których wytrzymałość na ściskanie i ścinanie jest wyższa niż na rozciąganie. Zgodnie z teorią sprężystości liniowej, maksymalne naprężenie rozciągające σ_r generowane jest wzdłuż średnicy próbki, którego wartość oblicza się za pomocą wzoru (15):

$$\sigma_r = \frac{2F}{\pi Dh},\tag{15}$$

gdzie:

F – wartość siły niszczącej,

D -średnica próbki,

h – wysokość próbki.

4.4.3. Identyfikacja faz krystalicznych w badanych ściernicach z wykorzystaniem rentgenowskiej analizy fazowej jakościowej i ilościowej

Do identyfikacji faz krystalicznych w badanych próbkach ściernic wykorzystano metodę dyfrakcji rentgenowskiej (XRD, z ang. *X-ray diffraction*) w układzie Bragg-Brentano na dyfraktometrze Bruker-AXS D8 DAVINCI wyposażonym w lampę z anodą miedzianą. Dyfraktogramy zostały zarejestrowane przy użyciu promieniowania w zakresie kątowym od 10° do 140° 2θ (Cu Kα), krok pomiarowy 0,01° oraz czas pomiaru: 1 s/krok. Układ optyczny dyfraktometru składa się ze szczeliny dywergencji 0,3°, szczeliny przeciw rozproszeniowej 1,5°, dwóch szczelin Sollera 2,5°, filtra Ni oraz detektora paskowego LynxEye o polu widzenia 2,94°. Identyfikacji faz dokonano poprzez porównanie zarejestrowanych dyfraktogramów z wzorcami znajdującymi się w bazie ICDD PDF-2 i PDF-4+ 2013 przy użyciu programu DIFFRACplus EVA-SEARCH. Ilościową analizę rentgenowską przeprowadzono metodą Rietvelda w programie Topas v5.0 w oparciu o opublikowane struktury krystaliczne (COD oraz PDF+ 2013 w tym ICSD).

Badania XRD zostały wykonane w oparciu o metodę proszkową. Preparaty do badań zostały wykonane poprzez sprasowanie materiału próbek ściernic rozdrobnionych w młynku wykonanym z węglika wolframu.

4.4.4. Badania morfologii powierzchni próbek ściernic z wykorzystaniem skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM)

Obserwacji mikrostruktury powierzchni próbek ściernic dokonano za pomocą skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM, z ang. *Scanning Electron Microscopy*) przy użyciu następującej aparatury: elektronowy mikroskop skaningowy firmy JEOL typ JSM-5500LV, elektronowy mikroskop skaningowy Hitachi SU8020 oraz elektronowy mikroskop skaningowy Quanta 200 Mark II. Jako źródło elektronów pierwotnych wykorzystano katodę wolframową. Ze względu na nieprzewodzący charakter preparatów, badania przeprowadzono w warunkach niskiej próżni (LV, z ang. *low vacuum*), a w razie

konieczności powierzchnię próbek pokrywano cienką warstwą przewodnika (złota) przy pomocy naparowywarki próżniowej firmy JEOL, typ JEE 4B.

4.4.5. Badanie składu chemicznego w mikroobszarach próbek ściernic z wykorzystaniem spektroskopii rentgenowskiej z dyspersją energii (EDS)

Badania składu chemicznego w mikroobszarach wykonano przy użyciu analizatorów typu EDS (ang. *Energy Dispersive Spectroscopy*) sprzężonych z mikroskopem Hitachi SU8020, Quanta 200 Mark II oraz JEOL JSM-5500LV. Badanie polega na analizie charakterystycznego promieniowania rentgenowskiego, które wzbudzane jest w próbce przez wiązkę elektronową. Na podstawie uzyskanego widma ilości zliczeń w funkcji energii fotonów trafiających do okienka detektora EDS, możliwa jest identyfikacja pierwiastków, zarówno w mikroobszarach powierzchni badanego materiału jak i w wybranych punktach.

4.4.6. Badanie składu chemicznego w mikroobszarach próbek ściernic z wykorzystaniem spektroskopii rentgenowskiej z dyspersją długości fali (WDS)

Do dokładniejszego prześledzenia zmian składu chemicznego narzędzi ściernych w obszarze granicy fazowej ziarno ścierne-spoiwo przeprowadzono mikroanalizę chemiczną przy użyciu mikroskopu FEI Nova Nano SEM 200 wyposażonego w detektor WDS (z ang. *Wavelength Dispersive Spectroscopy*) oraz mikroskopu skaningowego z emisją polową SU-70 firmy Hitachi wyposażonym w system mikroanalityczny (EDS/WDS/EBSD) Noran 7 firmy Thermo Fisher Scientific. W porównaniu do badań EDS, metoda WDS charakteryzuje się lepszym progiem detekcji (< 0,1 % w.), a dużo wyższa rozdzielczość energetyczna umożliwia rozdzielenie większości przekrywających się linii rentgenowskich. Przygotowanie próbek do badań WDS obejmowało zatopienie fragmentu ściernicy w żywicy chemoutwardzalnej, a następnie polerowanie i napylenie węglem lub złotem powierzchni preparatu.

4.4.7. Badanie modułu Younga ściernic metodą rezonansową

Moduł sprężystości badanych ściernic wyznaczono za pomocą metody rezonansowej przy użyciu urządzenia typu ZWUK-107, służącego do pomiaru częstotliwości drgań własnych ściernic małogabarytowych. Metoda rezonansowa wyznaczania modułu sprężystości polega na porównywaniu częstotliwości drgań wzbudzonych w badanej próbce z generowanymi w urządzeniu pomiarowym i znalezieniu częstotliwości rezonansowej. Znając częstotliwość rezonansową oraz gęstość badanego materiału, wartość modułu Younga można wyznaczyć przekształcając wzór:

$$f = k \cdot \sqrt{\frac{E}{\rho}},\tag{16}$$

gdzie:

- f częstotliwość rezonansowa,
- k współczynnik kształtu (dla geometrii badanych próbek wynosi 8,65),
- *E* moduł sprężystości próbki,
- ρ gęstość próbki.

4.4.8. Badania właściwości eksploatacyjnych ściernic ze spoiwem szklanokrystalicznym oraz ściernic ze spoiwem szklanokrystalicznym modyfikowanym wiskerami glinoborowymi

Badania właściwości eksploatacyjnych ściernic zrealizowano w procesie szlifowania wgłębnego wewnętrznych powierzchni pierścieni łożysk tocznych. Badania procesu szlifowania zrealizowano na stanowisku wyposażonym w szlifierkę uniwersalną RUP produkcji Zakładów Mechanicznych Tarnów SA.

Dla każdej badanej ściernicy zaplanowano przeprowadzenie eksperymentu polegającego na przeszlifowaniu 15 pierścieni. Procesu szlifowania nie kontynuowano w przypadkach:

- deformacji lub uszkodzenia ściernicy,
- zalepienia czynnej powierzchni ściernicy (CPS),
- przeciążenia obrabiarki, objawiającego się wysokim przyrostem mocy szlifowania ΔP ; za wartość krytyczną przyjęto $\Delta P = 900$ W wartość ta została wytypowana na podstawie uzyskanych wyników w trakcie realizacji niniejszego etapu badań doświadczalnych.

Wytypowane ściernice na bazie ziaren z tlenku glinu o oznaczeniach technicznych:

- 1A-35×10×10-SG80K7C
- 1A-35×10×10-SG80L7C
- 1A-35×10×10-SG80M7C
- 1A-35×10×10-SG46G7C
- 1A-35×10×10-SG46I7C
- 1A-35×10×10-SG46K7C

o różnym udziale prekursora wiskerów dodawanego do mas ściernych (0%, 20%, 30%, 40%) obciągano przy użyciu jednoziarnistego obciągacza diamentowego, a następnie szlifowano nimi wgłębnie zabielone powierzchnie wewnętrzne pierścieni łożysk o wymiarach: średnica

wewnętrzna przedmiotu obrabianego $d_w = 40$ mm, długość $b_w = 18$ mm, wykonanych ze stali 100Cr6 o twardości 63 ± 2 HRC. Ponieważ celem badań nie był dobór parametrów szlifowania, badanie właściwości eksploatacyjnych przeprowadzono przy parametrach przyjętych do badań tego typu narzędzi testowanych w pracach wdrożeniowych (Nadolny, 2019). Zastosowano więc konsekwentnie następujące parametry szlifowania: prędkość obwodowa ściernicy $v_s = 50$ m/s, prędkość obwodowa przedmiotu obrabianego $v_w = 0,83$ m/s, prędkość posuwu osiowego stołu $v_{fa} = 20$ mm/s, głębokość szlifowania $a_e = 0,2$ mm, czas szlifowania t = 130 s. Do strefy szlifowania metodą zalewową podawano płyn chłodzącosmarujący w postaci 3% wodnego roztworu oleju Castrol Syntilo RHS. W eksperymencie przyjęto wydatek płynu chłodząco-smarującego $Q_{PCS} = 4$ l/min.

Przed każdym procesem szlifowania dokonywano pomiarów średnicy wewnętrznej przedmiotu obrabianego oraz średnicy zewnętrznej ściernicy, korzystając odpowiednio z średnicówki czujnikowej Links Brand 50-160 o dokładności pomiarowej \pm 0,01 mm oraz mikrometru VIS mmZb 25-50 o dokładności pomiarowej \pm 0,01 mm. W trakcie badań rejestrowano moc prądu elektrowrzeciona ściernicy *P* (W). Po każdej zakończonej próbie szlifowania dokonywano pomiaru parametru chropowatości powierzchni przedmiotu obrabianego *Ra* za pomocą profilometru Hommel-Tester T8000 firmy Hommerlwerke GmbH. Parametr *Ra* jest to średnia arytmetyczna wartość bezwzględnych odchyleń profilu *y* od linii średniej *m* w przedziale odcinka elementarnego *l_e* i obliczana jest za pomocą wzoru:

$$Ra = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} |y_i|$$
(17)

Po zakończeniu szlifowania ponownie dokonywano pomiaru średnicy zewnętrznej ściernicy oraz średnicy wewnętrznej obrobionego pierścienia w celu wyznaczenia wartości wskaźnika szlifowania *G*, obliczanego zgodnie z zależnością (14).

Po zakończonych badaniach właściwości eksploatacyjnych dokonano pomiarów okrągłości wybranych ściernic przy użyciu współrzędnościowej maszyny pomiarowej MITUTOYO Crysta Apex V544 o rozdzielczości pomiarowej 0,1 μm. Na podstawie uzyskanych danych wyznaczono:

- średni okrąg ściernicy wyznaczony metodą najmniejszych kwadratów,
- odchyłki okrągłości ściernic względem średniego okręgu ściernicy $\Delta(P+V)$,
- średnie odchylenie kwadratowe od okręgu średniego rms (ang. root-mean-square deviation of the profile).

Odchyłka kształtu $\Delta(P + V)$ jest równa sumie bezwzględnych wartości największych różnoimiennych odległości punktów elementu rzeczywistego (leżących po przeciwnych stronach elementu średniego) od elementu średniego:

$$\Delta = P + V, \tag{18}$$

gdzie:

P - maksymalna wysokość wzniesienia obserwowanego zarysu (profile peak height),

V – maksymalna głębokość wgłębienia obserwowanego zarysu (profile valley depth).

Średnie odchylenie kwadratowe od okręgu średniego *rms* zdefiniowane w normach ISO określone jest wzorem:

$$rms = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} r_i^2}$$
(19)

gdzie:

 r_i – odchylenie i-tego punktu zarysu,

n – liczba punktów podziału odcinka pomiarowego (badanie wykonano dla n = 800).

4.4.9. Badania morfologii CPS po szlifowaniu

Ostatni etap – badania morfologii powierzchni CPS (ściernicy z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym oraz ściernicy ze spoiwem szklanokrystalicznym modyfikowanym wiskerami glinoborowymi) po procesie szlifowania – obejmował badania mikroskopowe i analizę składu chemicznego wybranych mikroobszarów CPS. Rejestrację obrazu czynnej powierzchni ściernicy w celu oceny stanu zalepienia materiałem obrabianym dokonano przy pomocy mikroskopu optycznego Nikon MM 200 wyposażonego w cyfrową kamerę DS-2MV i oprogramowaniem NIS Elements. Z kolei obserwacje mikroskopowe SEM wraz z analizą EDS mikroobszarów powierzchni czynnej ściernic po szlifowaniu posłużyły do oceny mechanizmu zużycia badanych ściernic.

5. WYNIKI BADAŃ I ICH DYSKUSJA

5.1. Wyznaczenie parametrów obróbki cieplnej ściernic na bazie ziaren mikrokrystalicznego tlenku glinu i ziaren elektrokorundowych

W celu wyznaczenia parametrów obróbki cieplnej ściernic przeprowadzono badania zwilżalności ziaren ściernych Cubitron oraz ziaren 99A przez spoiwo ceramiczne z układu szkłotwórczego CaO-MgO-ZnO-Al₂O₃-B₂O₃-SiO₂ przy pomocy mikroskopu wysokotemperaturowego Leitz. Uzyskane obrazy przedstawiające zmianę konturu próbki spoiwa na podłożu z ziaren Cubitron (rys. 39) zestawiono z wynikami badań tego samego spoiwa na podłożu z ziaren 99A (rys. 40).



Rys. 39. Zmiana konturu próbki badanego spoiwa na podłożu z ziarna Cubitron



Rys. 40. Zmiana konturu próbki badanego spoiwa na podłożu z ziarna elektrokorundu szlachetnego 99A

Przeprowadzone obserwacje mikroskopowe w zakresie temperatur 20-1060°C potwierdziły, że próbki spoiwa stopniowo ulegają procesowi spiekania, a następnie mięknięcia. Spoiwo charakteryzuje się dobrą zwilżalnością ziaren Cubitron oraz 99A. Na podstawie uzyskanych wyników badań wyznaczono temperaturę 1050°C jako docelową temperaturę obróbki cieplnej ściernic na bazie obu rodzajów ziaren tlenku glinu. Zgodnie ze schematem równowagi fazowej Al₂O₃-B₂O₃ (rys. 36a), wytypowana temperatura zapewni wystarczające warunki do krystalizacji wiskerów glinoborowych Al₁₈B₄O₃₃.

Wśród danych literaturowych dotyczących syntezy wiskerów glinoborowych można znaleźć wiele wariantów czasu przetrzymania próbek w temperaturze docelowej, przykładowo w pracy (Cao *et al.*, 2021) zastosowano aż osiem modeli obróbki termicznej z czasem przetrzymania wynoszącym od 0 do 8 godzin. Autorzy ustalili, że dla procesu krystalizacji *in situ* wiskerów glinoborowych na podłożu elektrokorundu cyrkonowego optymalny czas przetrzymania wynosi 2-6 h. W niniejszej pracy w modelu obróbki termicznej zastosowano czas przetrzymania 3 h.

5.2. Określenie wpływu modyfikacji spoiwa szklanokrystalicznego wiskerami glinoborowymi na wytrzymałość mechaniczną na rozciąganie próbek ściernic z tlenku glinu

W celu zbadania korelacji pomiędzy ilością wprowadzanego prekursora wiskerów a wytrzymałością mechaniczną na rozciąganie kompozytów z tlenku glinu, zarówno na bazie ziaren Cubitron (oznaczenie C) jak i ziaren elektrokorundu szlachetnego 99A (oznaczenie A), wykonano po 10 serii próbek różniących się ilością dodawanego prekursora, odpowiednio 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 i 45% wag. udziału spoiwa. Udział prekursora jest oznaczeniem liczbowym w skróconej nazwie próbki (tab. 2). Wybrano charakterystykę K7, której odpowiadają następujące udziały poszczególnych składników ściernicy: objętość ziarna ściernego $V_z = 48\%$, objętość spoiwa $V_s = 11,5\%$, objętość porów $V_p = 40,5\%$. Jest to charakterystyka o średniej twardości i średnim stopniu otwartości struktury ściernicy. Narzędzia o takich parametrach są powszechnie używane w wielu różnych operacjach szlifierskich. Wyniki badań DCT zestawiono na rysunku 41.

Udział prekursora, %wag	0	5	10	15	20	25	30	35	40	45
Ściernica z ziarnem Cubitron	C0	C5	C10	C15	C20	C25	C30	C35	C40	C45
Ściernica z ziarnem 99A	A0	A5	A10	A15	A20	A25	A30	A35	A40	A45

Tab. 2.Wykaz skróconych nazw badanych próbek ściernic





Wyniki badań DCT dowodzą, iż w pewnym zakresie udziału wiskerów możliwe jest uzyskanie efektu wzrostu wytrzymałości mechanicznej obu rodzajów próbek ścienic. Efekt wzmocnienia wytrzymałości mechanicznej na rozciąganie dla próbek ściernic typu A (z ziarnem 99A) zauważa się dla udziału prekursora wiskerów w przedziale 5-25% wag., gdzie maksimum przypada dla składu A10 (wzrost wytrzymałości z 12,6 \pm 0,7 MPa do 17,3 \pm 0,4 MPa). W przypadku próbek ściernic typu C (z ziarnem Cubitron) istotną różnicę zauważa się w przedziale 25-40% wag, maksimum przypada dla składu C35 (wzrost wytrzymałości z 16,8 \pm 0,5 MPa do 23,0 \pm 1,2 MPa).

Wzrost wytrzymałości mechanicznej próbek ściernic w tych zakresach, o około 36%, wynika z obecności wygenerowanych *in situ* wiskerów glinoborowych, uruchamiających dodatkowe mechanizmy podwyższające energię pękania, które zostały omówione w rozdziale 2.3.3. Taką wstępną konkluzję sformułowano na podstawie porównania przebiegu krzywych zarejestrowanych podczas próby DCT dla próbki z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym C0 oraz próbki ze spoiwem szklanokrystalicznym modyfikowanym wiskerami z serii C35, dla której odnotowano największy wzrost wytrzymałości na rozciąganie (rys. 42). Oba wykresy przedstawiają typowy dla materiałów kruchych przebieg generowanego w próbce naprężenia rozciągającego σ_r względem odkształcenia ε w próbie wytrzymałościowej, jednakże dla próbki C35 widoczne są charakterystyczne obszary umocnienia (zaznaczone kółkami). Strefy te sugerują zaistnienie dodatkowych zjawisk rozpraszania energii w czasie pękania materiału.



Rys. 42. Porównanie przebiegu krzywej naprężenie-odkształcenie próbki C0 z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym oraz próbki C35 ze spoiwem szklanokrystalicznym modyfikowanym wiskerami

Na podstawie uzyskanych danych określających wpływ udziału prekursora na wytrzymałość mechaniczną na rozciąganie w warunkach statycznych, wytypowano kompozycje próbek ściernic do badań strukturalnych. Dla narzędzi na bazie ziaren ściernych Cubitron były to odpowiednio próbki o oznaczeniu C0, C15, C35 oraz C45, zaś dla narzędzi na bazie ziaren 99A próbki o oznaczeniu A0, A5, A15, A35.

5.3. Określenie wpływu dodatku prekursora wiskerów na ewolucję mikrostruktury spoiwa w ściernicach na bazie ziaren Al₂O₃

Identyfikacji faz krystalicznych w wytypowanych próbkach ściernic dokonano na podstawie uzyskanych wyników badań XRD (tab. 3, rys. 43). W próbkach bez dodatku prekursora wiskerów potwierdzono obecność projektowanej fazy gahnitowej, zaś w przypadku próbek z dodatkiem prekursora wiskerów, oprócz fazy gahnitowej zidentyfikowano obecność fazy glinoborowej wygenerowanej w spoiwie w trakcie obróbki termicznej narzędzi.

Dyfraktogramy analizowanych próbek przedstawiono na rysunku 43, zaś wyniki badań analizy ilościowej badanych ściernic zestawiono w tabeli 3.

Faza	A0	A5	A15	A35	C0	C15	C35	C45
a-Al ₂ O ₃	93,0±0,8	92,8±0,8	$93,3 \pm 0,7$	92,1 ± 0,7	72,8 ± 0,6	86,2 ± 0,3	86,7 ± 0,3	87,1 ± 0,2
ZnAl ₂ O ₄	$6,6 \pm 0,2$	$6,7\pm0,2$	$6,3 \pm 0,2$	3,4 ± 0,2	$8,9 \pm 0,2$	$7,1\pm0,1$	3,2 ± 0,1	$2,2 \pm 0,1$
$Al_4B_2O_9$	NW	NW	NW	4,1±0,2	NW	NW	NW	NW
$Al_{18}B_4O_{33}$	NW	NW	NW	NW	NW	$0,8 \pm 0,2$	6,1 ± 0,2	$6,7 \pm 0,2$
MgLaAl ₁₁ O ₁₉	NW	NW	NW	NW	18,4 ± 0,2	$5,9 \pm 0,2$	4,1 ± 0,2	$4,0 \pm 0,1$
${\rm La}_{0.497}{\rm Al}_{11}{\rm O}_{17}^{\ \ *}$	$0,4 \pm 0,1$	$0,5 \pm 0,1$	$0,4 \pm 0,1$	$0,4 \pm 0,1$	NW	NW	NW	NW

Tab. 3.Zawartość poszczególnych faz krystalicznych w badanych próbkach [%wag.]; NW – nie wykryto;
*lub związek o zbliżonym składzie chemicznym



Rys. 43. Dyfraktogramy badanych próbek ściernic: seria A z ziarnem elektrokorundowym 99A (a), seria C z ziarnem Cubitron (b)

W zależności od rodzaju ziarna ściernego, oprócz fazy α-Al₂O₃, stwierdzono także obecność charakterystycznych dla danego typu ziarna korundowego związków występujących w postaci inkluzji. W próbkach elektrokorundowych zidentyfikowano fazę beta-tlenku glinowego, zaś w próbkach z ziarnem Cubitron – fazę magnetoplumbitu. Jak podają źródła literaturowe, magnetoplumbit (MgLaAl₁₁O₁₉) jest fazą krystalizującą w postaci submikronowych igieł lub płytek w objętości ziarna ściernego Al₂O₃ otrzymywanego metodą zol-żel na skutek obecności modyfikatorów używanych w procesie produkcji tego typu

ziaren. Chociaż MgLaAl₁₁O₁₉ jest fazą mniej wytrzymałą od α -Al₂O₃, dowiedziono, że jej obecność w ziarnie mikrokrystalicznego tlenku glinu powoduje podwyższenie odporności na kruche pękanie (dla elektrokorundu szlachetnego: $K_{IC} = 2,2$ MPa·m^{1/2}, dla ziarna Cubitron: $K_{IC} = 3,8$ MPa·m^{1/2}), przy jednoczesnym zachowaniu wysokiej twardości (Krell *et al.*, 1996; Wood *et al.*, 1989).

Obecność azotku krzemu (rys. 43) jest wynikiem zanieczyszczenia preparatów fragmentami zużytego materiału wyścielającego młynek, który był wykorzystywany na etapie rozdrabniania próbek do badań.

Zmiany procentowego udziału wygenerowanych kryształów gahnitu w osnowie amorficznej w próbkach ściernic typu C są większe w porównaniu do składu próbek ściernic typu A. Zawartość ZnAl₂O₄ w próbkach typu A i C bez dodatku prekursora wynosi odpowiednio $6,6\% \pm 0,2\%$ i $8,9\% \pm 0,2\%$. Dodatek 35% prekursora przyczynia się do wygenerowania fazy wiskerowej w ilości $4,1\% \pm 0,2\%$ (A35) oraz $6,1\% \pm 0,2\%$ (C35) oraz zmniejszenia ilości gahnitu w tych kompozycjach, odpowiednio o 48% i 75% . Przyczyn tej zależności należy doszukiwać się w różnicach składu chemicznego ziaren 99A i Cubitron. Wyjaśnienie zaobserwowanych różnic udziałów faz krystalicznych zostało przedstawione w dalszej części pracy w podrozdziale 5.3.

Zarejestrowane obrazy przełomów próbek wybranych ściernic obserwowanych przy pomocy skaningowego mikroskopu elektronowego (rys. 44) zestawiono w taki sposób, by możliwe było porównanie wytworzonej sieci mostków wiążących w próbkach z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym (A0 i C0) oraz w próbkach zbrojonych wiskerami glinoborowymi (A35 i C35). Zauważalna jest różnica w sposobie rozmieszczenia spoiwa w narzędziach bez dodatku prekursora wiskerów (rys. 44a i rys. 44c) oraz w narzędziach modyfikowanych dodatkowym zbrojeniem w postaci wiskerów (rys. 44b i rys. 44d). W porównaniu do próbek wyjściowych, w próbkach z dodatkiem prekursora wiskerów wszystkie ziarna ścierne są dokładnie pokryte cienką warstwą spoiwa z wyraźnie widocznymi wiązkami wiskerów. Na tej podstawie można stwierdzić, że dodatek prekursora powoduje spadek lepkości zastosowanego spoiwa ceramicznego, co zostało dokładniej przeanalizowane w dalszej części pracy.



Rys. 44. Obrazy mikroskopowe przełomów próbek ściernic: A0 (a), A35 (b), C0 (c), C35 (d)

W celu usunięcia fazy amorficznej i tym samym ujawnienia mikrostruktury fazy wiążącej, próbki trawiono w roztworze kwasu fluorowodorowego. Na rysunku 45 zestawiono fragmenty przełomów próbek z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym (A0 i C0) oraz próbek zbrojonych wiskerami, dla których uzyskano najwyższy wzrost wytrzymałości na rozciąganie (odpowiednio A10 i C35). W próbkach bez dodatku prekursora wiskerów (A0 i C0) zaobserwowano koncentrację gahnitu na granicy faz ziarno-spoiwo, w postaci ściśle przylegającej warstwy o różnej grubości, będącej efektem zachodzącej krystalizacji gahnitu na powierzchni ziaren ściernych. Jest ona widoczna jako jasna otoczka ziaren ściernych (rys. 45a, rys. 45c). Na przełomie próbki A10 (rys. 45b) zauważyć można, iż wygenerowane wiskery Al₄B₂O₉ zlokalizowane są przy powierzchni ziarna 99A. Występują one lokalnie, zaś główną fazą wzmacniającą spoiwo są spinele ZnAl₂O₄. Wiskery w tej próbce występują w postaci krótkich igieł o długości około 10 μm (rys. 45e). Z kolei na przełomie próbki C35 (rys. 45d) zaobserwowano dużą ilość wiskerów o różnej długości (ok. 10-60 μm), rozmieszczonych w charakterystycznych, promienistych skupiskach (rys. 45e).



Rys. 45. Obrazy mikroskopowe próbek po wytrawieniu fazy amorficznej: A0 (a), A10 (b), C0 (c), C35 (d), wiskery wygenerowane w próbce A10 (e), wiskery wygenerowane w próbce C35 (f)

Szczególną uwagę poświęcono obserwacjom granicy złącza w badanych próbkach z bazowym spoiwem szklanokrystalicznym. Na zarejestrowanych obrazach mikroskopowych budowy interfejsu ziarno-spoiwo (rys. 46) nie zauważono wyraźnie przerośniętych kryształów gahnitu. W obu rodzajach próbek (z ziarnem 99A i z ziarnem Cubitron) średnia wielkość wygenerowanych spineli ZnAl₂O₄ nie przekracza 1 µm. Niezależnie od zwiększonego stopnia krystalizacji gahnitu przy powierzchni ziaren ściernych, obserwuje się również równomiernie rozmieszczoną fazę gahnitu w mostkach wiążących.



Rys. 46. Budowa granicy złącza ziarno-spoiwo w próbkach z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym: próbka A0 (a), próbka C0 (b)

Analiza składu pierwiastkowego w mikroobszarach strefy złącza w próbkach bez dodatku prekursora wiskerów (rys. 47) potwierdziła zwiększoną koncentrację Zn w warstwie przylegającej do ziaren ściernych. Zwiększona koncentracja gahnitu w tej strefie utrudnia równomierne usytuowanie spoiwa na powierzchni ziaren ściernych w trakcie obróbki cieplnej narzędzi, stąd na rysunku 44a i rysunku 44c zauważyć można fragmenty ziaren ściernych niepokrytych warstwą spoiwa.



Rys. 47. Wyniki analizy EDS obszaru złącza ziarno-spoiwo w badanych próbkach ściernic: a) obraz mikroskopowy strefy złącza w próbce A0, b) wyniki analizy składu pierwiastków dla zaznaczonych punktów z rysunku 47a, c) obraz mikroskopowy strefy złącza w próbce C0, d) wyniki analizy składu pierwiastków dla zaznaczonych punktów z rysunku 47c

W celu określenia wpływu dodatku prekursora wiskerów na budowę granicy złącza w próbkach ściernic zawierającej wiskery glinoborowe do obserwacji mikroskopowych wytypowano próbki ściernic zawierające 35% udziału prekursora. Obrazy mikroskopowe przedstawiające interfejs ziarno-spoiwo próbek A35 oraz C35 z uwzględnieniem morfologii wygenerowanych wiskerów glinoborowych zestawiono na rysunku 48. Przeprowadzone badania wykazały, że ze wzrostem udziału dodawanego prekursora, z czym wiąże się wzrost udziału wiskerów, w narzędziach ściernych w strefie ziarna Cubitron warstwa spinelowa zanika (rys. 48c-d), maleje także jej udział w mostkach wiążących.



Rys. 48. Budowa granicy złącza ziarno-spoiwo w próbkach modyfikowanych A35 (a-b) i C35 (c-d) oraz morfologia powierzchni wiskera w próce A35 (e) i w próce C35 (f)

Zwiększenie dodatku prekursora do 35% powoduje także zmianę morfologii wiskerów w próbce typu A. Na rysunkach 48a-b i rysunku 48e można zauważyć włókna o gładkiej powierzchni, losowo zorientowanych w spoiwie oraz zróżnicowanej wielkości przekroju poprzecznego. Analiza obrazów SEM próbek A35 sugeruje, że w przeciwieństwie do próbki bez dodatku prekursora wiskerów A0 (rys. 46a) warstwa gahnitu nie przylega ściśle do powierzchni ziarna ściernego. Możliwe, że w szczelinach widocznych na rysunkach 48 a-b znajdowała się faza amorficzna, która została wytrawiona za pomocą roztworu kwasu HF.

Wiskery glinoborowe zaobserwowane w próbce C35 są różnej długości: krótsze (do ok. 20 μ m, rys. 48d) zorientowane są losowo, zaś dłuższe (powyżej 60 μ m) często aglomerują w postaci wiązek (rys. 48c). Podobną mikrostrukturę uzyskał zespół S. Peng (Peng *et al.*, 2013) – wytłumaczeniem powstawania długich wiskerów jest odpowiednie nasycenie matrycy w czasie obróbki cieplnej stopionego B₂O₃, co stwarza sprzyjające warunki do krystalizacji wiskerów Al₁₈B₄O₃₃ w jednym kierunku. Wiskery mają zbliżoną geometrię oraz krystalizują z powierzchni ziarna ściernego, a w pobliżu wiskerów nie widać przy powierzchni ziarna Cubitron kryształów gahnitu (rys. 48c-d). Powierzchnia wiskerów pokryta jest nanokrystaliczną warstwą (rys. 48f). Wyniki analizy EDS wykazały w tej warstwie obecność dużej ilości La (8,07% at) (rys. 49, tab. 4).

Tab. 4.Wyniki analizy EDS składu pierwiastkowego w mikroobszarach wiskerów wygenerowanych
w próbce A35 i C35 zgodnie z punktami zaznaczonymi na rysunku 49

Pierwiastek		В	0	Na	Mg	Al	Si	К	Ca	Zn	Fe	Y	La
Ildziek stemenzy 0/	A35	18,56	55,89	0,38	0,56	20,38	1,59	0,48	1,03	0,57	0,54	0,00	0,00
Ouziai atomowy, %	C35	26,15	36,56	0,34	1,97	19,77	1,05	1,32	2,54	0,68	0,00	1,56	8,07



Rys. 49. Obszar mikroanalizy EDS przekroju wiskera w próbce A35 (a) oraz fazy na powierzchni wiskera w próbce C35 (b)

W narzędziach ściernych będących przedmiotem badań niniejszej pracy, bor jest kluczowym pierwiastkiem – celowo wprowadzany do mas ściernych pełni rolę modyfikatora mikrostruktury spoiwa szklanokrystalicznego. Dlatego też dokładnie prześledzono zmiany koncentracji poszczególnych pierwiastków w mikroobszarach złącza ziarno-spoiwo za pomocą metody WDS (rys. 50). Przeprowadzone analizy składu chemicznego próbek z zachowaną matrycą amorficzną posłużą do analizy zjawisk przebudowy struktury mostków wiążących badanych narzędzi.



87. W		Udział masowy, %									
Pierwiastek	A0-1	A0-2	A0-3	A0-4	A0-5	A0-6	A0-7	A0-8			
AL	63,11	62,20	44,34	27,97	12,34	7,93	8,04	8,48			
0	36,50	37,50	28,40	28,70	36,00	39,10	38,50	38,20			
в	0,33	0,30	0,26	0,89	3,05	2,99	2,61	3,11			
Zn	0,00	0,00	23,36	22,14	6,64	0,00	0,00	0,00			
Si	0,00	0,00	0,00	14,60	33,63	40,32	40,83	40,53			
Na	0,00	0,00	3,64	4,86	4,69	3,65	3,65	3,76			
Mg	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,87	0,83	0,88			
Ca	0,06	0,00	0,00	0,07	2,31	3,36	3,59	3,23			
к	0,00	0,00	0,00	0,77	1,34	1.79	1,94	1,82			





Distant Street of				Udział m	asowy, %	e.										
Pierwiastek	A35-1	A35-2	A35-3	A35-4	A35-5	A35-6	A35-7	A35-8								
AL	63,98	50,53	36,87	31,90	11,50	14,10	30,46	66,25								
0	35,80	42,50	32,40	48,80	45,40	40,30	16,40	33,30								
В	0,22	4,09	1,88	13,00	7.27	2,40	0,15	0,18								
Zn	0,00	1,18	27,14	0,00	0,00	0,00	14,02	0,00								
Si	0,00	1,66	1,58	4,13	30,24	35,87	32,55	0,00								
Na	0,00	0,05	0,00	2,10	1,85	2,12	3,00	0,00								
Mg	0,00	0,00	0,00	0,00	0,48	0,49	0,00	0,07								
Ca	0,00	0,00	0,07	0,08	2,75	3,44	2,17	0,13								
К	0,00	0,00	0,07	0,00	0,66	1,43	1,25	0,07								

n.				Udział m	asowy, %	0		
Pierwiastek	C0-1	C0-2	C0-3	C0-4	C0-5	C0-6	C0-7	C0-8
Al	51,02	\$0,96	44,87	11,71	15,08	10,42	51,64	51,21
0	45,09	45,31	40,72	45,29	42,98	47,25	45,56	45,82
в	<0.5	<0,5	<0,5	0,89	0,93	0,58	<0,5	<0,5
Zn	0,06	0,12	7,26	11,68	14,51	9,85	0,08	0,02
Si	0,02	0,03	0,71	20,50	17,04	22,51	0,03	0,03
Na	0,01	0,00	2,18	3,37	4,08	3,07	0,00	0,00
Mg	0,29	0,32	0,59	0,47	0,44	0,53	0,29	0,29
Ca	0,00	0,00	0,04	1.94	1,52	2,16	0,00	0,00
Y	0,97	0,83	0,74	0,00	0,00	0,00	1.07	1,07
La	1,68	1,72	1.81	0,26	0,27	0,23	1,86	1.76



		Udział masowy, %									
Pierwiastek	C35-1	C35-2	C35-3	C35-4	C35-5	C35-6	C35-7	C35-8			
Al	50,20	49,92	47,86	48,34	10,77	12,97	48,30	51,25			
0	45,08	45,83	46,39	47,11	50,92	52,74	47,11	44,96			
в	1,08	<0,5	1,01	<0,5	12,77	10,65	<0,5	<0,5			
Zn	0,12	0,33	0,75	0,84	3,25	2,98	0,84	0,48			
Si	0,06	0,34	1,12	0,64	11,54	11,27	0,64	0,16			
Na	0,00	0,01	0,15	0,11	0,76	0,81	0,11	0,06			
Mg	0,32	0,13	0,48	0,33	1,35	1,34	0,33	0,13			
Ca	0,01	0,04	0,23	0,08	1,25	1,25	0,08	0,04			
Y	1,24	0,72	0,65	0,79	2,35	1,51	0,79	0,79			
La	1,89	2.24	1,36	1,56	5,02	4,47	1,56	1,77			

Rys. 50. Analiza WDS badanych próbek ściernic: a) zgład próbki A0, b) wyniki analizy WDS dla zaznaczonych punktów z rys. 50a, c) zgład próbki A35, d) wyniki analizy WDS dla zaznaczonych punktów z rys. 50c, e) zgład próbki C0, f) wyniki analizy WDS dla zaznaczonych punktów z rys. 50e, g) zgład próbki C35, h) wyniki analizy WDS dla zaznaczonych punktów z rys. 50g

Zmiany w mikrostrukturze spoiwa w próbkach ściernic typu C sa konsekwencja rozkładu spinelu. Część jonów Zn²⁺, powstających z rozkładu gahnitu, może uczestniczyć także w tworzeniu sieci w strukturze szkła borokrzemianowego, co może mieć wpływ na przebudowe jednostek [BO₄] na [BO₃] w spoiwie (Gaafar et al., 2009; Kajinami et al., 1999), a dominacja jednostek [BO₃] w pozostałości amorficznej wpływa na obniżenie lepkości spoiwa i ułatwienie procesu dyfuzji. Na skutek interdyfuzji pomiędzy spoiwem a ziarnem Cubitronu i rozpuszczania się tlenku glinu, zawartość cząstek Al³⁺ w strefie przyziarnowej wzrasta. Należy nadmienić, że w spoiwie zawierającym alkalia preferowany bedzie Zn²⁺ w koordynacji tetraedrycznej z kationami alkalicznymi kompensującymi ładunek ujemny. Te czworościenne ZnO₄ tworzą sieć z SiO₄ i tym samym stabilizują strukturę szkła (Smedskjaer et al., 2013). Zgodnie z badaniami przeprowadzonymi przez S. Centinkaya Colak (Cetinkaya Colak et al., 2016), Zn może w tym przypadku pełnić podwójną rolę może występować jako modyfikator lub uczestniczyć w tworzeniu więźby. Zmiana tych ról będzie uzależniona od stężenia jonów modyfikatorów oraz ich siły pola. W próbkach z udziałem wiskerów znaczny spadek udziału fazy magnetoplumbitu (obecnego w ziarnie Cubitron, tab. 3) sugeruje dyfuzję La i Y do matrycy szkanokrystalicznej, co potwierdzono badaniami EDS (tab. 4, rys. 49), oraz WDS (rys. 50). Przyłączane do kompozycji szklanej takie kationy odgrywają podobną rolę do kationów modyfikatorów w strukturze szkła. Stopień tej modyfikacji zależy od natężenia pola kationu (Ojha et al., 2015). Kationy o wyższej sile pola jak La (0,53) (Sasmal et al., 2014) silniej będą mogły modyfikować sieć borokrzemianową niż Zn (0,45) (Weigel et al., 2016) oraz ze względu na duże rozmiary mają relatywnie wyższą liczbę koordynacyjną (sześć lub więcej), zatem w więźbie szklanej wzrasta udział tlenu niemostkowego (NBO - ang. non-brigding oxygen). Stwierdzono, że La (do 4% mol La₂O₃) ze względu na dużą siłę pola jest przyczyną tłumienia krystalizacji, ponieważ duża siła pola ogranicza przegrupowania strukturalne (Sasmal et al., 2014). Ponadto Zn²⁺ może być koordynowany z tlenem niemostkowym, co powoduje obniżenie lepkości (Dittmer et al., 2011; S. F. Wang et al., 2013). W związku z powyższym, przy określonym stosunku Al/B, a także łatwiejszego rozpuszczania się fazy magnetoplumbitu obecnej w ziarnie Cubitronu (tab. 3) oraz ze wzrostu B₂O₃ wprowadzanego przy użyciu prekursora, możliwy jest wzrost wiskerów Al₁₈B₄O₃₃. Zatem przy niższym stosunku Al/B, w przypadku próbek typu A, krystalizuje wyłącznie $Al_4B_2O_9$.

Dla próbek typu A charakterystyczny jest rozkład pierwiastka Zn, który skoncentorwany jest w fazie gahnitowej zlokalizowanej w strefie bezpośredniego sąsiedztwa z powierzchnią ziarna ściernego oraz w mostku wiążącym (rys. 47). Podobną zależność

można zauważyć w przypadku próbek typu C. W próbce C0 zawartość Zn w mostku wiążącym wynosi nawet 14,51% wag (rys. 50f), zaś w próbce z wiskerami C35 zawartość ta spada do ok. 3% wag (rys. 50h). Ponadto należy zwrócić uwagę na migrację pierwiastków ziem rzadkich – Y i La – z ziarna Cubitron do spoiwa (rys. 50f, rys. 50h). W próbce C0 Y zlokalizowany jest jedynie w ziarnie Cubitron (~1 % wag), zaś w próbce C35 w badaniu WDS Y wkryto także w spoiwie w ilości 1,5-2,35% wag. Podobnie zauważa się wzrost koncentracji La do ~5% wag w spoiwie w próbce z wiskerami (C35) w porównaniu do próbki bez wiskerów C0 (~0,25% wag).

5.4. Interpretacja wpływu inkluzji drobnodyspersyjnych i wiskerowych w spoiwie ceramicznym na właściwości mechaniczne ściernic z tlenku glinu

Narzędzia ścierne będące przedmiotem badań w niniejszej pracy są przykładem bardzo złożonego układu fazowego i mikrostrukturalnego, wynikającego z umocowania ziaren ściernych w matrycy szklano-ceramicznej, w której inkluzje o różnym kształcie rozproszone są w pozostałości amorficznej. Właściwości takich kompozytów zależą od stanu naprężeń szczątkowych, powstających podczas chłodzenia z powodu niedopasowania termicznego i elastycznego pomiędzy składnikami kompozytu. Jak to zostało omówione w rozdziale 2.3.3, stan naprężeń szczątkowych w rozpatrywanym układzie szklanokrystalicznym składa się z superpozycji makro- i mikronaprężeń szczątkowych. W celu zminimalizowania makronaprężeń, wynikających z gradientu temperatury podczas wypalania ściernic, w modelu obróbki termicznej próbek zastosowano chłodzenie swobodne w komorze pieca. W związku z powyższym, na różnice właściwości narzędzi istotnie będą wpływać mikronaprężenia szczątkowe.

Wśród wielu czynników kontrolujących wytrzymałość mechaniczną kompozytów ceramicznych, najczęściej brane są pod uwagę: ułamek objętościowy fazy krystalicznej, współczynniki rozszerzalności termicznej α dwóch faz i właściwości sprężyste *E* obu faz (Davidge, 1979). Aspekty te zostaną kolejno opisane poniżej.

Według Eshelby'ego (Eshelby, 1957), pola naprężeń wokół inkluzji nie nakładają się w przypadku małej objętości skrystalizowanej frakcji – poniżej 15%. Jednakże badania Peitl ceramiki o różnym stopniu krystaliczności (Peitl *et al.*, 2012) wykazały wzrost wytrzymałości na zginanie aż do udziału frakcji około 30%. W niniejszej pracy, udział frakcji drobnodyspersyjnej w narzędziach z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym wynosił 25% (Herman *et al.*, 2014). Jest to układ, w którym pola naprężeń wokół inkluzji nie

zachodzą na siebie. Zostało to potwierdzone w trakcie obserwacji pęknięć powstałych w badanych narzędziach po próbie wytrzymałościowej (rys. 51).

Dla próbek z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym (bez udziału prekursora – A0 oraz C0) mechanizmem podwyższającym energie pekania w czasie działania naprężeń, jest obecność w spoiwie drobnodyspersyjnej fazy gahnitowej w osnowie amorficznej. W myśl modelu Selsinga, porównując współczynniki rozszerzalności cieplnej poszczególnych elementów mikrostrukturalnych tych kompozytów (tab. 1): pozostałość amorficzna $(\alpha_m = 5, 1 \cdot 10^{-6} \circ \text{C}^{-1})$, gahnit $(\alpha_{ZnAl_2O_4} = 7, 0 \cdot 10^{-6} \circ \text{C}^{-1})$, tlenek glinu $(\alpha_{Al_2O_3} = 8, 9 \cdot 10^{-6} \circ \text{C}^{-1})$, najsłabsza mechanicznie pozostałość szklista znajduje się w stanie naprężeń ściskających (wartość współczynnika rozszerzalności termicznej inkluzji α_p jest większa od współczynnika rozszerzalności termicznej matrycy α_m : $\alpha_p > \alpha_m$). Z tego powodu drobnodyspersyjna faza gahnitu o właściwościach izotropowych jest w stanie naprężeń rozciągających . Naprężenia te powinny zanikać wraz ze wzrostem odległości pomiędzy inkluzjami. Przeprowadzone obserwacje SEM pęknięć powstałych w próbkach z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym A0 i C0 po badaniach wytrzymałości na rozciąganie (rys. 51) ujawniły meandryczny charakter ścieżki pęknięcia. Pozwala to przypuszczać, że wielkość naprężeń promieniowych rozciągających, które tworzą się w tym układzie, nie powoduje interreakcji z sąsiednim obszarem procesowym. Pola naprężeń wokół każdej cząstki nie zachodzą na siebie, a dominują ściskające naprężenia styczne w matrycy szklanej. Taki stan naprężeń korzystnie wpływa na wytrzymałość całego kompozytu, gdyż w tym układzie pęknięcie będzie odchylane na wtrąceniach krystalicznych, co jest zgodne z badaniami innych autorów (Serbena i Zanotto, 2012).



Rys. 51. Ścieżki propagacji pęknięć w próbkach ściernic ze spoiwem szklanokrystalicznym: próbka A0 (a), próbka C0 (b)

Stan naprężeń resztkowych może istotnie ulec zmianie w obu typach kompozytów w wyniku krystalizacji wiskerów. Pozostałe możliwe scenariusze stanu naprężeń, a w następstwie przebieg propagacji pęknięć w kompozycie, są następujące (Telle, 2015):

a) w przypadku, gdy $\alpha_p < \alpha_m$:

- inkluzje znajdują się w stanie naprężeń ściskających, a propagacja pęknięcia zwykle przebiega normalnie do działającego naprężenia rozciągającego,
- front pęknięcia zmierza w kierunku inkluzji i spędza krótki czas normalnie do interfejsu inkluzja/matryca,
- jeśli cząstka nie może zostać rozszczepiona przez pęknięcie, musi nastąpić zwiększenie wydatku energetycznego, aby pęknięcie mogło ominąć cząstkę;
- b) w przypadku, gdy $\alpha_p = \alpha_m$:
- na granicy faz cząstka/matryca nie ma naprężeń, jednakże interfejs działa jako deflektor pęknięć ze względu na różnicę modułów sprężystości tych faz,
- gdy wartość modułu Younga matrycy E_m jest niższa od modułu Younga inkluzji E_p ($E_m < E_p$), odkształcenie sprężyste jest większe w matrycy niż w cząstce, zatem naprężenie rozciągające jest przenoszone na cząstkę,
- w konsekwencji naprężenia rozciągające są skoncentrowane na granicy faz cząstka/matryca, co z kolei może prowadzić do odchylenia pęknięć.

Z drugiej strony, niezależnie od powyższych rozważań należy zauważyć, że matryca ma zbliżoną wartość współczynnika rozszerzalności termicznej $\alpha_m = 5,1 \cdot 10^{-6} \, {}^{\circ}\mathrm{C}^{-1}$ do wartości współczynnika rozszerzalności termicznej w kierunku osiowym wiskerów glinoborowych $\alpha_p = 4,5 \cdot 10^{-6} \, {}^{\circ}\mathrm{C}^{-1}$ (tab. 1). Jednakże biorąc pod uwagę niską wartość α_p w kierunku promieniowym $(1,9 \cdot 10^{-6} \, {}^{\circ}\mathrm{C}^{-1})$ i zbliżone α_p w kierunku osiowym, matryca może być poddawana naprężeniom resztkowym. Wielkość tych naprężeń powinna być w przyszłości oszacowana eksperymentalnie, a także dokonana analiza z uwzględnieniem np. modelu Eshelby'ego. Tym bardziej niewykluczone jest, że na interfejsie zmienia się skład spoiwa, a co za tym idzie – zmianie może również ulegać współczynnik rozszerzalności termicznej pozostałości amorficznej.

Jak wspomniano w rozdziale 5.2, wyniki badań wytrzymałości na rozciąganie narzędzi z tlenku glinu (rys. 41) dowodzą, iż w pewnym zakresie udziału wiskerów możliwe jest uzyskanie efektu wzrostu wytrzymałości mechanicznej ściernic. Badania XRD (tab. 3, rys. 43) potwierdziły obecność wiskerów glinoborowych w obu rodzajach narzędzi

z dodatkiem 35% prekursora wiskerów, jednakże kompozycje te znacznie różnią się wytrzymałością mechaniczną na rozciąganie. Badania SEM powierzchni przełomów próbek A35 i C35 pozwoliły wyjaśnić rozbieżności w trendach wzrostu wytrzymałości narzędzi modyfikowanych.

W badanych próbkach ściernic typu A obecność prekursora wiskerów istotnie wpływa na proces krystalizacji gahnitu przy powierzchni ziarna ściernego, zaburzając proces formowania wytrzymałego połączenia między ziarnem elektrokorundu szlachetnego i spoiwem. Zgodnie z teorią mechaniki pękania, wszelkie defekty (nieciągłości) materiału, do których zaliczane są m.in. szczeliny - obecne w strefie złącza ziarno 99A-spoiwo (rys. 48a-b) stanowią koncentratory naprężeń, w których propagacja pęknięcia może następować niskim kosztem energetycznym. Zakładając, że wspomniane szczeliny były wypełnione fazą amorficzną, zainicjowane pęknięcie w tej strefie może zostać uwięzione pomiędzy dwoma wytrzymałymi fazami (ziarno Al₂O₃ i gahnit), zatem w próbce A35 katastroficzne pękanie zachodzić może wzdłuż granicy faz ziarno-warstwa gahnitu (rys. 52a). Ponadto, w kompozycie A35 w matrycy szklanej zaobserwowano także pustki po wyciąganiu wiskerów oraz pęknięcia, których ścieżki propagacji ilustrują mechanizm rozgałęziania i zmiany kierunku propagacji – odchylanie pęknięcia na wtrąceniach krystalicznych (rys. 52b). Jednak ze względu na osłabione połączenie ziarno-spoiwo, potencjał zaistnienia tych zjawisk nie jest efektywnie wykorzystywany i prawdopodobnie efekty te nie są dominujące.



Rys. 52. Ścieżki propagacji pęknięć w próbce A35: pęknięcie wzdłuż interfejsu gahnit-ziarno ścierne (a), ścieżka pęknięcia świadcząca o zachodzeniu mechanizmów podwyższających energię pękania: wyciąganie wiskerów, odchylanie i rozgałęzianie pęknięć (b)

W próbkach ściernic typu C nie zauważono nieprawidłowości w formowaniu mostków wiążących ziarna ścierne. Przypuszczenia wysnute na podstawie zarejestrowanego przebiegu

krzywej naprężenie-odkształcenie w trakcie badania DCT (rys. 42) zostały potwierdzone zarejestrowanymi obrazami mikroskopowymi ścieżek propagacji pęknięć obecnych w próbce C35. Obecność wiskerów umożliwiła uruchomienie dodatkowych mechanizmów podwyższania energii pękania poprzez m.in.: propagację pęknięcia wzdłuż wiązki wiskerów (rys. 53a) czy wyciąganie wiskerów z osnowy amorficznej i omijanie wiskerów (rys. 53b). Efekt ten podyktowany jest różnicą E wiskerów (400 GPa) i E matrycy (ok. 70 GPa). W przypadku, gdy propagacja pęknięcia następuje prostopadle do wiązki wiskerów (rys. 53a), możliwe jest wyhamowanie pęknięcia poprzez mechanizm mostkujący bądź przekierowanie pęknięcia w kierunku równoległym do osi włókien. Jednym z najkorzystniejszych efektów podnoszących wytrzymałość kompozytu jest wyciąganie wiskerów z osnowy amorficznej, w którym energia pękania jest rozpraszana w wyniku połączenia efektów mechanizmu mostkującego, zachodzącego w początkowej fazie propagacji pekniecia, efektu odkształcenia sprężystego obciążonego wiskera oraz zjawiska tarcia na granicy faz włókno-osnowa (Changan et al., 1999). W tym wypadku istotną rolę może odgrywać faza na powierzchni wiskerów (rys. 48f), która może znacznie utrudniać, lub nawet uniemożliwiać, wyślizgiwanie się wiskerów z osnowy na skutek zmiany siły łączenia włókna z matrycą, czy też większe opory ruchu wynikające z większego rozwinięcia powierzchni wiskerów (rys. 48f, rys. 49b).



Rys. 53. Ścieżki propagacji pęknięć w próbce C35: propagacja pęknięcia wzdłuż wiskerów (a), pęknięcie omijające wiskery (b)

Efekt spadku wytrzymałości może być podyktowany różnymi czynnikami. W literaturze znane są doniesienia o spadku wytrzymałości kompozytów ceramicznych wzmacnianych wiskerami/włóknami dla kompozycji zawierających większą ilość wiskerów od kompozycji optymalnej (Abdullah *et al.*, 2012; Mei *et al.*, 2014). Jako wyjaśnienie tego zjawiska autorzy powołują się na wyniki badań gęstości i porowatości – wraz ze zwiększaniem udziału wiskerów/włókien, odnotowywano wzrost porowatości przy jednoczesnym spadku gęstości

próbek oraz lokalnym spadkom gęstości próbek w miejscach aglomeracji wiskerów, co przekłada się na osłabienie struktury kompozytu.

Na podstawie wyników badań DCT (rys. 41) oraz analizy XRD (tab. 3, rys. 43) serii narzędzi o różnym udziale prekursora wiskerów, do dalszych badań o charakterze dynamicznym wykonano próbki z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym (bez wiskerów) i próbki modyfikowane wiskerami o następujących udziałach dodatku prekursora wiskerów: 20%, 30% oraz 40%. Kompozycje te odpowiadają skrajnym oraz środkowej wartości przedziału udziału prekursora, dla których odnotowano wzrost wytrzymałości mechanicznej na rozciąganie narzędzi na bazie ziarna Cubitron. Pomimo odnotowania wzrostu wytrzymałości mechanicznej narzędzi z ziarnem elektrokorundowym o mniejszej zawartości dodatku prekursora, do dalszych badań przyjęto te same proporcje składników mas ściernych jak w przypadku narzędzi Cubitron. Wybór ten został podyktowany kilkoma czynnikami. Badania strukturalne wykazały, że krystalizacja wiskerów w narzędziach typu A jest utrudniona - ze względu na niższy stosunek Al/B, w badanym układzie krystalizują wiskery typu $Al_4B_2O_9$. Dla małych ilości dodawanego prekursora (5-15%)na dyfraktogramach nie zarejestrowano wyraźnych pików charakterystycznych dla kryształów glinoborowych, jednakże obecność nielicznych wiskerów w tych narzędziach potwierdzono w trakcie badań mikroskopowych SEM (rys. 45b). Zaobserwowana faza wiskerowa była zlokalizowana na powierzchni ziaren elektrokorundu, zaś fazę wzmacniającą matrycę szklaną w mostach wiążących stanowił gahnit. Mając na uwadze fakt, że jeden z celów rozprawy dotyczy określenia wpływu modyfikacji spoiwa ceramicznego wiskerami glinoborowymi na właściwości mechaniczne narzędzi ściernych z tlenku glinu, zdecydowano się na przyjęcie jednakowych ilości dodawanego prekursora dla ściernic na bazie elektrokorundu szlachetnego.

Zgodnie z przyjętym planem, wytypowane kompozycje narzędzi ściernych przebadano pod kątem właściwości sprężystych – moduł Younga ściernic zbadano przy wykorzystaniu metody rezonansowej. Na podstawie uzyskanych wyników badań potwierdzono, że efekt umocnienia wiskerami przekłada się także na wzrost wartości modułu Younga badanych ściernic z tlenku glinu (rys. 54).



Rys. 54. Wyniki badań modułu Younga ściernic z tlenku glinu metodą rezonansową

Wyznaczona wartość *E* ściernic niemodyfikowanych wynosi $61,1 \pm 1,0$ GPa (A0) oraz $55,1 \pm 2,1$ GPa (C0). Dla wszystkich próbek modyfikowanych, zawierających 20/30/40% wag prekursora wiskerów, zarejestrowano wzrost wartości *E* względem kompozycji bez dodatku prekursora wiskerów, odpowiednio dla ściernic typu A: 28% (78,1 ± 0,6 GPa), 33% (81,5 ± 0,1 GPa) i 45% (88,3 ± 0,6 GPa), dla ściernic typu C: 24% (68,1 ± 0,8 GPa), 23% (67,7 ± 0,5 GPa) oraz 52% (83,6 ± 0,6 GPa).

Zaobserwowany efekt wzrostu wartości modułu Younga jest zgodny z pracą opublikowaną przez Hirata i wsp. (Hirata *et al.*, 2017). Moduł Younga jest stałą materiałową szczególnie ważną przy projektowaniu kompozytów ceramicznych. Należy podkreślić, że stan wiedzy dotyczący modułu Younga ściernic jest ograniczony. Wynika to m.in. z faktu, iż *E* ceramicznych narzędzi ściernych jest bardzo złożoną funkcją dużej liczby składników, takich jak: temperatura spiekania ściernicy, ciężar właściwy ziaren i spoiwa, koncentracja ziaren, średni wymiar ziarna, gradacja ziarna, typ ziarna, typ spoiwa, objętość narzędzia, udział objętościowy ziarna i spoiwa, objętość por (Zhang *et al.*, 1993).

Dodatkowo metodą rezonansową przebadano także ściernice z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym oraz ściernice z dodatkiem 30% prekursora wiskerów o charakterystykach L7 i M7 na bazie ziarna Cubitron. Tutaj także odnotowano trend wzrostu wartości E dla narzędzi ze spoiwem szklanokrystalicznym modyfikowanym wiskerami glinoborowymi (rys. 55).



Rys. 55. Wyniki badań modułu Younga ściernic z ziarnem Cubitron #80

5.5. Badania właściwości eksploatacyjnych

Do badań eksploatacyjnych, ze względu na korzystniejsze właściwości mechaniczne, wytypowano narzędzia z ziarnem mikrokrystalicznym Cubitron o numerze ziarna 80. Wykonano ściernicę z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym o charakterystyce K7 oraz ściernice z dodatkiem 30% prekursora wiskerów o charakterystyce K7, L7 i M7. Wskazana struktura (7) mieści się w kategorii narzędzi o średnio zwartej strukturze, a oznaczenia K, L, M przynależą do grupy ściernic o średniej twardości. Zgodnie z zaleceniami producentów ceramicznych narzędzi ściernych, tego typu narzędzia są najczęściej stosowane w procesach obróbki powierzchni wewnętrznych. Oznaczenia techniczne ściernic poddanych badaniom właściwości eksploatacyjnych są następujące:

- 1A-35×10×10-SG80K7C,
- 1A-35×10×10-SG80K7C30%,
- 1A-35×10×10-SG80L7C30%,
- 1A-35×10×10-SG80M7C30%.

Zestawienie skróconych oznaczeń narzędzi oraz odpowiadające im procentowe udziały objętościowe ziarna V_z , porów V_p i spoiwa V_s przedstawiono w tabeli 5.

Oznaczenie Udział Objetość ziarna Objętość porów Objętość spoiwa Typ ziarna ściernicy ściernego prekursora V_s V_p V_s 80K7-0 Cubitron #80 48% 40,5% 11,5% 0% 80K7-30 Cubitron #80 30% 48% 40,5% 11,5% 80L7-30 Cubitron #80 30% 48% 39% 13% 80M7-30 Cubitron #80 30% 48% 37,5% 14,5%

Tab. 5. Wykaz skróconych oznaczeń badanych narzędzi ściernych na bazie ziarna Cubitron #80

Wyniki pierwszej serii badań właściwości eksploatacyjnych (tab. 6) wykazały, że w procesie szlifowania wgłębnego wewnętrznych powierzchni łożysk tocznych korzystniejszy jest układ, w którym spoiwo wiążące zawiera tylko inkluzje gahnitu. Okres trwałości ściernicy referencyjnej był dłuższy niż przyjęte w eksperymencie przeszlifowanie 15 pierścieni. Dla przyjętych warunków obróbki, okres trwałości wszystkich ściernic modyfikowanych o twardości K, L, M, zakończył się odpowiednio po przeszlifowaniu 5., 8. i 1. pierścienia.

Obliczone wartości wskaźników szlifowania *G* (ang. *G-ratio*) wskazują, że manipulacja strukturą ściernicy, polegająca na zwiększaniu udziału spoiwa, skutkuje skróceniem zarówno okresu trwałości ściernic modyfikowanych, jak i zmniejszeniem wartości wskaźnika *G*, w porównaniu do ściernicy K7 bez dodatku prekursora wiskerów.

Oznaczenie ściernicy	Okres trwałości T, liczba przeszlifowanych pierścieni	Wskaźnik szlifowania G
80K7-0	15	317
80K7-30	5	81
80L7-30	8	161
80M7-30	1	41

Tab. 6. Okres trwałości ściernic T oraz wskaźnik szlifowania G ściernic z ziarnem Cubirton #80

Śledząc przebieg zmian wartości maksymalnego przyrostu mocy szlifowania (rys. 56), w procesie szlifowania ściernicą z bazowym spoiwem szklanokrystalicznym zauważyć można pewną powtarzalność. Wartości ΔP oscylują pomiędzy 210 W a 480 W. Dla pierwszych kilku procesów szlifowania następował stopniowy wzrost, a następnie spadek wartości przyrostu mocy szlifowania, którego lokalne minimum przypada na co około szósty cykl pracy. Tendencja ta sugeruje regularne zachodzenie procesu regeneracji (samoostrzenia) czynnej powierzchni ściernicy jako skutek mechanizmu mikrowykruszania powierzchni ziaren aktywnych i/lub uwalniania ich większych fragmentów. Zgodnie z omówionymi w podrozdziale 2.5.4. źródłami literaturowymi (Klocke *et al.*, 2002; Mayer *et al.*, 2006), zużycie ziaren mikrokrystalicznego tlenku glinu na skutek odkształceń plastycznych objawia się spłaszczeniem powierzchni aktywnych ziaren ściernych. Dodatkowo, w wyniku działania wysokiej temperatury w strefie kontaktu z materiałem obrabianym wykonanym ze stali, na powierzchni ziarna tworzy się warstwa FeO. Obecność tej warstwy wpływa na obniżenie współczynnika tarcia między ściernicą a obrabianym pierścieniem. Zjawisko to tłumaczy zmniejszenie wartości ΔP . Ponowny wzrost wartości mocy szlifowania świadczyć może o złuszczeniu się powstałej warstwy FeO oraz zdeformowanych, płaskich fragmentów ziarna ściernego i odsłonięciu nowych, ostrych naroży Al₂O₃. Weryfikacja omawianego powyżej mechanizmu zużycia badanych ściernic z wykorzystaniem badań SEM/EDS znajduje się w dalszej części niniejszej rozprawy (podrozdział 5.6).



Rys. 56. Zmiany wartości przyrostu mocy szlifowania *∆P* dla badanych narzędzi na bazie ziarna Cubitron #80

Uzyskane wyniki badań dowodzą, że rodzaj inkluzji w spoiwie wiążącym ma istotny wpływ na właściwości eksploatacyjne badanych ściernic. Wyraźnie korzystniejszym jest rodzaj inkluzji drobnodyspersyjnych ze względu na izotropowość właściwości ściernicy. Zaproponowana technologia wytwarzania ściernic z fazą wiskerową generowaną *in situ* obniża istotnie izotropowość ściernicy ze względu na tendencję tworzenia się skupisk wiskerów. Pomimo tego ściernice te charakteryzują wysoką wytrzymałością mechaniczną na rozciąganie oraz wysoką wartością modułu sprężystości wzdłużnej *E*, w związku z tym zachodzi możliwość obniżenia udziału spoiwa w narzędziu ściernym.

W związku z powyższym wyznaczono nowy kierunek badań – wykonano ściernice o tej samej strukturze (7), ale o niższej twardości, odpowiadającej oznaczeniom literowym G, I, K. Zmniejszony udział spoiwa w narzędziu będzie bezpośrednio przekładać się na bardziej otwartą strukturę. Dodatkowo, w celu uzyskania porów o większych rozmiarach, do wytworzenia ściernic wykorzystano ścierniwo o większym rozmiarze ziaren – zamiast ziaren Cubitron o numerze ziarna 80 (zakres wymiarowy 212-180 µm) zastosowano ziarna o numerze 46 (zakres wymiarowy 425-355 µm).

Dla każdej charakterystyki narzędzi o oznaczeniach technicznych:

- 1A-35×10×10-SG46G7C,
- 1A-35×10×10-SG46I7C,
- 1A-35×10×10-SG46K7C,

wykonano ściernice z następującymi udziałami dodatku prekursora wiskerów: 0%, 20%, 30%, 40%. Należy podkreślić, iż charakterystyka G7, zgodnie z tablicami Nortona, znajduje się na granicy formowalności ściernic, a udział objętościowy spoiwa ceramicznego V_s wynosi zaledwie 5,5%. Zestawienie oznaczeń narzędzi wraz z udziałem objętościowym poszczególnych składników ściernicy zawarto w tabeli 7.

Oznaczenie ściernicy	Typ ziarna ściernego	Udział prekursora	Objętość ziarna V_z	Objętość porów V_p	Objętość spoiwa V _s
46G7-0	Cubitron #46	0%	48%	46,5%	5,5%
46G7-20	Cubitron #46	20%	48%	46,5%	5,5%
46G7-30	Cubitron #46	30%	48%	46,5%	5,5%
46G7-40	Cubitron #46	40%	48%	46,5%	5,5%
4617-0	Cubitron #46	0%	48%	43,5%	8,5%
4617-20	Cubitron #46	20%	48%	43,5%	8,5%
4617-30	Cubitron #46	30%	48%	43,5%	8,5%
4617-40	Cubitron #46	40%	48%	43,5%	8,5%
46K7-0	Cubitron #46	0%	48%	40,5%	11,5%
46K7-20	Cubitron #46	20%	48%	40,5%	11,5%
46K7-30	Cubitron #46	30%	48%	40,5%	11,5%
46K7-40	Cubitron #46	40%	48%	40,5%	11,5%

Tab. 7. Oznaczenie badanych narzędzi ściernych na bazie ziarna Cubitron #46

Spośród przygotowanego zestawu liczącego 12 ściernic, cztery narzędzia zostały pominięte w ocenie właściwości eksploatacyjnych. Ściernice bez zbrojenia wiskerami o charakterystyce G7 (46G7-0) i I7 (46I7-0) uległy rozerwaniu w trakcie rozbiegu wrzeciona obrabiarki. Świadczyć to może o niedostatecznej sile wiązania ziaren ściernych przez bazowe spoiwo szklanokrystaliczne w ściernicach zawierających 5,5% i 8,5% spoiwa dla przyjętych w eksperymencie parametrów szlifowania. Ściernica 46K7-30 (z 30% udziałem prekursora) pękła podczas szlifowania pierwszego pierścienia. W przypadku ściernicy 46K7-40 już

w czasie szlifowania pierwszego otworu została przekroczona krytyczna wartość przyrostu mocy szlifowania, dlatego też nie kontynuowano badań z udziałem tego narzędzia.

Zbrojenie wiskerami glinoborowymi umożliwiło zastosowanie narzędzi zawierających zaledwie 5,5% i 8,5% udziału objętościowego spoiwa w jednej z najtrudniejszych operacji szlifierskich, jaką jest szlifowanie wgłębne wewnętrznych powierzchni walcowych. Pomyślne przeprowadzenie procesu szlifowania za pomocą modyfikowanych narzędzi G7 i I7, oprócz badań DCT, stanowi kolejne potwierdzenie, że dla wytypowanego przedziału (20-40%) ilości prekursora dodawanego do masy ściernej został osiągnięty wzrost wytrzymałości mechanicznej na rozciąganie w odniesieniu do narzędzi z wyjściowym spoiwem szklanokrystalicznym. Wygenerowane na skutek działania siły odśrodkowej naprężenie rozciągające jest głównym typem obciążenia mechanicznego działającego na wirującą ściernicę.

Przeprowadzenie zaplanowanych w badaniach 15 prób szlifowania nie doprowadziło do zakończenia okresu trwałości ściernic o oznaczeniu 46G7-30 oraz 46K7-0. Za pomocą tych narzędzi usunięto ogółem 6958 mm³ materiału obrabianego (ściernica 46G7-30) i 6907 mm³ (ściernica 46K7-0). Dla pozostałych ściernic na bazie ziarna Cubitron #46 wyznaczona wartość okresu trwałości narzędzia mieściła się w przedziale 4-15 przeszlifowanych pierścieni (tab. 8).

Twardość i struktura	Udział prekursora wiskerów						
ściernicy	0%	20%	30%	40%			
G7	0	13	15	7			
Ι7	0	5	15	4			
K7	15	13	0	0			

Tab. 8. Okres trwałości (liczba przeszlifowanych pierścieni) ściernic na bazie ziarna Cubitron #46

Spośród badanych ściernic na bazie ziarna Cubitron #46, najwyższą wartość wskaźnika szlifowania (G = 317) odnotowano dla ściernicy z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym 46K7-0 (rys. 57). Spośród ściernic modyfikowanych wiskerami glinoborowymi, najwyższą wartość wskaźnika *G* uzyskano dla ściernic 46G7-30 (G = 256) oraz 46I7-30 (G = 245), co stanowi około 80% wartości wskaźnika *G* ściernicy bez wiskerów 46K7-0.



Rys. 57. Wartości wskaźnika szlifowania G badanych narzędzi ściernych na bazie ziarna Cubitron #46 z różnym udziałem prekursora wiskerów

Głównym celem operacji szlifierskich jest uzyskanie powierzchni o niskiej chropowatości. Za wartość graniczną chropowatości powierzchni dla obróbki szlifowaniem przyjmuje się $Ra = 0,63 \mu m$, odpowiadającej 8 klasie chropowatości wg Polskiej Normy PN-58/M-04252 (szlifowanie dokładne). Niezależnie od typu zastosowanego narzędzia ściernego: jego twardości (G, I, K) czy ilości prekursora wiskerów (0%, 20%, 30%, 40%) chropowatość wszystkich ukształtowanych powierzchni, wyrażona parametrem Ra, nie przekroczyła wartości 0,63 μm (rys. 58-60). Dla większości przeprowadzonych procesów szlifowania, chropowatość obrobionej powierzchni nie przekroczyła wartości $Ra = 0,32 \mu m$, będącej górną granicą 9 klasy chropowatości wg PN-58/M-04252 (szlifowanie wykończeniowe).



Rys. 58. Zmiany wartości średniego arytmetycznego odchylenia profilu chropowatości *Ra* powierzchni obrobionej ściernicami o charakterystyce G7



Rys. 59. Zmiany wartości średniego arytmetycznego odchylenia profilu chropowatości *Ra* powierzchni obrobionej ściernicami o charakterystyce I7



Rys. 60. Zmiany wartości średniego arytmetycznego odchylenia profilu chropowatości *Ra* powierzchni obrobionej ściernicami o charakterystyce K7

Porównując wartości średnie parametru Ra_{sr} wszystkich obrobionych powierzchni (rys. 61), najniższą wartość $Ra_{sr} = 0.22 \pm 0.02 \ \mu$ m uzyskano dla powierzchni szlifowanej ściernicą o oznaczeniu 46K7-0. Nieco wyższe wartości Ra_{sr} uzyskano dla powierzchni obrabianych ściernicami 46G7-40, 46I7-30, 46I7-20 i 46K7-20, odpowiednio Ra_{sr} wraz z odchyleniem standardowym σ wynosi kolejno $0.24 \pm 0.03 \ \mu$ m, $0.25 \pm 0.05 \ \mu$ m, $0.26 \pm 0.02 \ \mu$ m, $0.26 \pm 0.07 \ \mu$ m. Na tle omówionych już wyników dotyczących parametru Ra, chropowatość powierzchni pierścienia nr 15 po obróbce za pomocą ściernicy 46G7-30, jest dosyć wysoka ($Ra = 0.42 \ \mu$ m) w porównaniu do chropowatości powierzchni pierścienia nr 15 obrobionej ściernicą 46K7-0 ($Ra = 0.24 \ \mu$ m). Chociaż dla ściernicy tej, spośród przebadanych modyfikowanych narzędzi na bazie ziarna Cubitron #46, uzyskano najwyższą wartość wskaźnika G = 256 (rys. 57), to średnia wartość Ra_{sr} obrobionej powierzchni wynosi $0.31 \pm 0.07 \ \mu$ m. a dla pierwszych 6 pierścieni Ra_{sr} i odchylenie standardowe wynosi $Ra_{sr} = 0.23 \pm 0.03 \ \mu$ m.

Największą chropowatością charakteryzowały się powierzchnie pierścieni szlifowanych za pomocą ściernicy 46G7-20. Dla wszystkich obrobionych powierzchni pierścieni wartość parametru *Ra* mieściła się w przedziale 0,34 - 0,43 µm.


Rys. 61. Wartość średnia Ra_{sr} powierzchni przedmiotów obrobionych ściernicami na bazie ziarna Cubitron 46 o różnym udziale prekursora wiskerów wraz z odchyleniem standardowym σ

Zmiany wartości przyrostu mocy szlifowania ΔP w trakcie obróbki kolejnych pierścieni ściernicami o twardości G, I, K o różnym udziale prekursora wiskerów zestawiono Najniższe wartości przyrostu na rysunkach 62-64. mocy szlifowania odnotowano dla procesów szlifowania ściernicami o twardości K: dla ściernicy 46K7-0 $\Delta P_{sr} = 410$ W, dla ściernicy 46K7-20 ΔP_{sr} = 425 W, a wartość odchylenia standardowego σ wynosi odpowiednio 63 W oraz 81 W. Wartości rozrzutu stanowią kolejno 15,3% oraz 19,1% średniej wartości przyrostu mocy szlifowania. Największe wartości ΔP_{sr} zarejestrowano w trakcie szlifowania $(\Delta P_{\acute{s}r} = 644 \text{ W} \pm 99 \text{ W})$ ściernicami o oznaczeniach 46G7-30 oraz 46I7-30 $(\Delta P_{sr} = 630 \text{ W} \pm 167 \text{ W})$. Ściernicami tymi przeszlifowano zakładaną w eksperymencie maksymalną liczbę przedmiotów obrabianych liczącą 15 pierścieni. Należy zwrócić uwagę na wartości odchylenia standardowego, która w przypadku szlifowania ściernicą I7 z 30% dodatkiem prekursora wiskerów, stanowi aż 24,9% wartości ΔP_{sr} . Dla procesu szlifowania ściernicą G7 z 30% dodatkiem prekursora wiskerów, wartość σ stanowi 15,3% wartości ΔP_{sr} , podobnie jak w przypadku szlifowania ściernicą 46K7-0.



Rys. 62. Zmiany wartości przyrostu mocy szlifowania ΔP dla ściernic G7 o różnym udziale prekursora wiskerów



Rys. 63. Zmiany wartości przyrostu mocy szlifowania AP dla ściernic I7 o różnym udziale prekursora wiskerów



Rys. 64. Zmiany wartości przyrostu mocy szlifowania *AP* dla ściernic K7 o różnym udziale prekursora wiskerów

Gdyby wziąć pod uwagę dane zebrane z pierwszych sześciu procesów szlifowania, średnia wartość przyrostu mocy szlifowania ściernicą 46G7-30 $\Delta P_{sr} = 560 \text{ W} \pm 59 \text{ W}$. Podobnie jak w przypadku wzrostu chropowatości powierzchni kolejnych przeszlifowanych pierścieni za pomocą ściernic modyfikowanych z 30% udziałem prekursora wiskerów, zarówno ściernicą G7 jak i I7, zauważalna jest także tendencja wzrostu wartości przyrostu mocy szlifowania wraz ze wzrostem liczby przeszlifowanych pierścieni. Uniknięcie tych niekorzystnych zmian dla przyjętych w pracy parametrów szlifowania wymagać będzie w przyszłości zastosowania procesu obciągania ściernic ze spoiwem wzmacnianym wiskerami glinoborowymi. Z dotychczasowych badań wynika, że odnowienie CPS powinno się realizować po przeszlifowaniu 5-6 pierścieni. Zatem biorąc pod uwagę dane zebrane dla pierwszych pięciu procesów szlifowania, ściernica 46G7-30 dorównuje osiągom ściernicy z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym 46K7-0 pod kątem wskaźnika szlifowania *G* (rys. 65) oraz podobnej jakości powierzchni obrobionej wyrażonej parametrem *Ra* (rys. 66).



Rys. 65. Wartości wskaźnika szlifowania G obliczone na podstawie danych zarejestrowanych po przeszlifowaniu pierwszych 5. pierścieni (dla ściernicy 46I7-40 uwzględniono dane z 4 procesów szlifowania)



Rys. 66. Wartości *Ra* powierzchni szlifowanej kolejnych przedmiotów obrabianych ściernicami 46K7-0 oraz 46G7-30.

Uzyskane wyniki dowodza, iż dzięki umocnieniu w postaci wiskerów, możliwe jest wytworzenie ściernic o bardziej otwartej strukturze (G7), osiągających porównywalne wskaźniki eksploatacyjne do typowych narzędzi bez takiego zbrojenia (ściernica 46K7-0). Znaczące zwiększenie porowatości narzędzia przy jednoczesnym zachowaniu wysokiej wytrzymałości pozwoli na aplikację ściernic spoiwem szklanokrystalicznym ze wzmacnianym wiskerami glinoborowymi m.in. W procesach obróbki materiałów trudnoskrawalnych – np. szlifowanie stali wysokostopowych, stopów tytanu, niklu, kobaltu. Ściernice o wysokiej porowatości są szczególnie zalecane do tego typu operacji szlifierskich, ze względu na bardzo często występujące problemy dotyczące nadmiernego zalepiania CPS wiórami materiału przedmiotu obrabianego. Problem ten wynika zarówno z właściwości materiału obrabianego (m.in. duża ciągliwość) jak i z cech ściernicy (ograniczona przestrzeń międzyziarnowa, w której tymczasowo mogą gromadzić się wióry). Bardziej otwarta struktura narzędzia ułatwia penetrację PCS zarówno do strefy kontaktu z przedmiotem obrabianym jak i w głab ściernicy, co wpływa na wydajność usuwania wiórów materiału obrabianego.

5.6. Analiza mechanizmu zużycia ściernicy ze spoiwem szklanokrystalicznym oraz ściernicy modyfikowanej wiskerami glinoborowymi

Ocenę wpływu obecności wiskerów glinoborowych na mechanizm zużycia ściernic ceramicznych na bazie tlenku glinu przeprowadzono w oparciu o analizę i interpretację wyników badań ściernic 46K7-0 oraz 46G7-30.

Zastosowane w eksperymencie parametry szlifowania odpowiadają warunkom pracy przyjętych do badań tego typu narzędzi (ze spoiwem szklanokrystalicznym) testowanych w pracach wdrożeniowych. Uzyskane dane eksperymentalne (przebieg zmian wartości ΔP

oraz *Ra* powierzchni obrobionej) potwierdzają, że zastosowane parametry szlifowania pozwoliły na realizację procesu w warunkach umożliwiających samoostrzenie ściernicy ze spoiwem szklanokrystalicznym (z drobnodyspersyjną fazą gahnitu).

Na proces zużycia narzędzia w istotny sposób wpływają warunki termiczne panujące w strefie roboczej, a także czynniki związane m.in. z właściwościami ziarna ściernego, spoiwa i strukturą narzędzia. Zgodnie z przeprowadzoną analizą literatury, czynniki mające wpływ na mechanizm zużycia ściernicy często są ze sobą powiązane, zatem interpretacja zjawisk zużycia wymaga analizy wyników badań właściwości eksploatacyjnych podpartych badaniami z zakresu inżynierii materiałowej. Zasadnym jest zatem w pierwszej kolejności podsumowanie i uporządkowanie stanu wiedzy dotyczącej materiałów, z których wytworzono badane narzędzia ścierne z tlenku glinu.

Do wytworzenia ściernic porównywanych w niniejszym rozdziale wykorzystano ten sam rodzaj mikrokrystalicznego ziarna ściernego – Cubitron – o numerze ziarna 46. Zatem można by przypuszczać, że czynnik ten nie powinien mieć wpływu na mechanizm zużycia ściernic 46K7-0 oraz 46G7-30, gdyż różnica w procesie technologicznym wytwarzania narzędzi ściernych polegała na modyfikacji spoiwa szklanokrystalicznego. Jednakże wyniki badań XRD (tab. 3) oraz SEM/EDS (rys. 48-49, tab. 4) dowiodły, że wprowadzenie do masy ściernej prekursora wiskerów skutkuje wygenerowaniem w objętości spoiwa dodatkowej fazy krystalicznej w postaci wiskerów glinoborowych, czemu towarzyszy spadek zawartości fazy magnetoplumbitu MgLaAl11O19, stanowiącego inkluzje w ziarnie Cubitron. Porównując obrazy mikroskopowe powierzchni zgładów próbek ściernic na bazie ziarna Cubitron przygotowanych do badań WDS (rys. 50e i rys. 50g), zanik tej fazy następuje głównie w strefie złącza ziarno-spoiwo na skutek procesów dyfuzyjnych zachodzących w trakcie spiekania. Zostało to potwierdzone badaniami składu chemicznego w mikroobszarach z wykorzystaniem metody WDS (rys. 50e-h), świadczącymi o migracji lantanu z ziarna ściernego do spoiwa szklanokrystalicznego, a także o lokalnym zmniejszeniu zawartości magnezu w ziarnie ściernym. Częściowy zanik manetoplubitu może w znaczący sposób przełożyć się na mechanizm zużycia ściernic ze spoiwem szklanokrystalicznym modyfikowanym fazą wiskerową. Klocke oraz Mayer (Klocke et al., 2002; Mayer et al., 2006) w swoich publikacjach dowiedli, że magnetoplumbit, chociaż jest fazą o niższej wytrzymałości i twardości w porównaniu z α-Al₂O₃, przyczynia się do podwyższenia odporności na kruche pękanie ziarna Cubitron. Dzięki losowej orientacji inkluzji magnetoplumbitu w objętości ziarna ściernego, obecność tych wtrąceń powoduje odchylanie podpowierzchniowych pęknięć lub ich mostkowanie, a także zapobiega propagacji pęknięć

w głąb ziarna ściernego, zapobiegając tym samym procesowi makrowykruszania fragmentów ziarna ściernego w trakcie procesu szlifowania.

Mając na uwadze fakt, iż właściwości tworzyw szklanokrystalicznych stanowią swego rodzaju wypadkową właściwości matrycy amorficznej i rozproszonych w niej inkluzji krystalicznych, obecność wiskerów glinoborowych ma wpływ także na zmianę właściwości podstawowego spoiwa ceramicznego. Krystalizacja wiskerów glinoborowych została wywołana celowo, ze względu na ich doskonałe właściwości mechaniczne, głównie wysoką wytrzymałość oraz moduł Younga. Zarówno wyniki badań DCT jak i badań właściwości eksploatacyjnych wykazały, iż dzięki obecności w badanych narzędziach wiskerów Al₁₈B₄O₃₃ możliwe jest podwyższenie wytrzymałości mechanicznej na rozciąganie narzędzi ściernych z Al₂O₃. Zwiększona wytrzymałość fazy wiążącej pozwoliła na wytworzenie ściernic o znacznie mniejszym udziale spoiwa (dla ściernicy G7 $V_s = 5,5\%$; dla porównania w ściernicy K7 udział spowia $V_s = 11,5\%$) możliwych do realizacji bardzo wymagających operacji szlifierskich, do których zaliczane jest szlifowanie wgłębne wewnętrznych powierzchni walcowych.

Zmniejszenie udziału spoiwa w ściernicy zmniejsza tym samym prawdopodobieństwo udziału fazy wiążącej w procesie skrawania. Jest to sytuacja korzystna, gdyż do pełnienia roli ostrzy skrawających w ściernicy wykorzystywane są jedynie ziarna ścierne. Obrazy mikroskopowe przedstawiające mostki spoiwa w porównywanych ściernicach (46K7-0 i 46G7-30) przedstawiono na rysunku 67.



Rys. 67. Mostek spoiwa w ściernicy bez wiskerów 46K7-0 (a) i w ściernicy z wiskerami 46G7-30 (b)

Mniejsza ilość spoiwa ceramicznego w ściernicy bezpośrednio przekłada się także na zwiększenie porowatości narzędzia. Pory stanowią wolne przestrzenie, w których tymczasowo mogą być magazynowane wióry, które następnie mogą być wypłukiwane przez ciecz chłodząco-smarującą. Zestawienie obrazów mikroskopowych czynnej powierzchni ściernicy z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym oraz ściernicy ze spoiwem szklanokrystalicznym modyfikowanym wiskerami po procesie szlifowania otworów w stali 100Cr6 przedstawiono na rysunku 68.



Rys. 68. Obrazy mikroskopowe czynnej powierzchni ściernicy bez wiskerów 46K7-0 (a, c) oraz zbrojonej wiskerami glinoborowymi 46G7-30 (b, d) po procesie szlifowania powierzchni wewnętrznych pierścieni łożysk tocznych ze stali 100Cr6

Na załączonych obrazach (rys. 68) można zauważyć, że wióry materiału obrabianego gromadzą się zarówno w porach ściernicy ze spoiwem szklanokrystalicznym jak i w porach ściernicy zbrojonej wiskerami. Na szczególną uwagę zasługuje jednak różnica w zalepianiu CPS obu narzędzi. Podczas obserwacji mikroskopowych odnotowano, że do powierzchni ziaren ściernych w ściernicy 46G7-30 przywierała mniejsza ilość wiórów w porównaniu do ściernicy 46K7-0. Może to wynikać z większej porowatości narzędzia, a tym samym z lepszej skuteczności docierania płynu chłodząco-smarującego do strefy obróbki oraz usuwania z niej produktów szlifowania.

Wysoka porowatość jest cechą szczególnie pożądaną w przypadku operacji szlifowania z udziałem chłodziwa, gdyż zwiększa się w ten sposób zdolność penetracji PCS w głąb narzędzia, ułatwiając tym samym odprowadzanie ciepła ze strefy kontaktu z przedmiotem obrabianym. Proponowana modyfikacja spoiwa umożliwia zwiększenie porowatości ściernicy przy jednoczesnym zapewnieniu wysokiej wytrzymałości mechanicznej, jednakże wiskery glinoborowe charakteryzują się stosunkowo niskim przewodnictwem cieplnym. Zatem to rozwiązanie niesie ze sobą w pewnym sensie przeciwstawne efekty. Ocena warunków termicznych procesu szlifowania ściernicami zbrojonymi wiskerami glinoborowymi stanowi jeden z dalszych kierunków badań, która umożliwiłaby rozstrzygnięcie, który z efektów ma większy wpływ zdolność odprowadzania ciepła ze strefy roboczej.

Oszacowanie zużycia ściernicy można dokonać na podstawie jej pomiarów geometrycznych. Oprócz pomiarów średnicy ściernicy po kolejnych etapach realizacji procesów szlifowania kolejnych pierścieni, po zakończeniu badań właściwości eksploatacyjnych dokonano pomiarów okrągłości ściernic 46K7-0 oraz 46G7-30 (rys. 69). W porównaniu do ściernicy 46K7-0 z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym, ściernicę wzmacnianą wiskerami 46G7-30 charakteryzuje wyższa wartość odchyłki okrągłości $\Delta(P+V)$ oraz średniego odchylenia kwadratowego od okręgu średniego rms. W odniesieniu do ściernicy ze spoiwem szklanokrystalicznym, uzyskane wartości tych parametrów sa większe odpowiednio o 26% i 24% W wyniku większego błędu kształtu narzędzia rzeczywisty kontakt ściernicy z przedmiotem obrabianym zostaje zmniejszony, czego następstwem jest m.in. zalepianie CPS oraz wzrost chropowatości powierzchni przedmiotu obrobionego. Stąd też dla pierścienia nr 15 wartość parametru Ra powierzchni obrobionej ściernicą 46G7-30 jest wyższa od wartości Ra powierzchni pierścienia nr 15 obrobionej ściernicą niemodyfikowaną 46K7-0 (rys. 66). Wprowadzenie do planu obróbki procesu obciągania ściernic ze spoiwem modyfikowanym wiskerami zapewniłoby zarówno odnowienie CPS jak i korekcję błędów kształtu narzędzia.



Ściernica: 46K7-0

Średni okrąg ściernicy: 34,583 mm

Odchyłka okrągłości $\Delta(P+V) = 0,169 \text{ mm}$

Średnie odchylenie kwadratowe od okręgu średniego rms = 0,107 mm

a)



Ściernica: 46G7-30

Średni okrąg ściernicy: 34,583 mm

Odchyłka okrągłości $\Delta(P+V) = 0,213 \text{ mm}$

Średnie odchylenie kwadratowe od okręgu średniego rms = 0,135 mm

b)

Rys. 69. Profile okrągłości ściernic po procesie szlifowania: 46K7-0 (a), 46G7-30 (b)

Niezależnie od oceny zużycia ściernicy opartej na pomiarach wymiarów geometrycznych ściernicy po przeprowadzonych badaniach właściwości eksploatacyjnych, niezbędne jest przeprowadzenie obserwacji mikroskopowych mikrostruktury CPS. Wyniki obserwacji SEM czynnej powierzchni ściernic 46K7-0 i 46G7-30 wraz z wynikami składu chemicznego w charakterystycznych mikroobszarach z wykorzystaniem mikroanalizatora EDS zestawiono na rysunkach 70-76.

Zestawienie ogólnych widoków mikroskopowych czynnej powierzchni ściernic (CPS) 46K7-0 i 46G7-30 ukazano na rysunku 70. Chociaż narzędzia te przeszlifowały taką samą liczbę przedmiotów obrabianych, mikrostruktura ziaren ściernych znajdujących się na czynnej powierzchni ściernicy z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym znacznie się różni od mikrostruktury ziaren aktywnych w ściernicy ze spoiwem szklanokrystalicznym modyfikowanym wiskerami.





Rys. 70. Obrazy mikroskopowe CPS po procesie szlifowania: ściernica bez wiskerów (a, c), ściernica zbrojona wiskerami (b, d)

W przypadku ściernicy bez wiskerów, na zarejestrowanych obrazach CPS, topografia powierzchni ziaren ściernych odpowiada klasycznemu zużyciu wytrzymałościowemu, gdyż zdecydowana większość ziaren aktywnych ma widoczne ostre krawędzie. Na powierzchni ziaren zaobserwowano przylegające niewielkie fragmenty wiórów materiału obrabianego, na obrazie mikroskopowym widoczne jako jasne obszary. Obserwacje te potwierdzają wyniki analizy składu chemicznego w mikroobszarach zużytego ziarna ściernego w ściernicy 46K7-0 (rys. 71).

and the second	1.45	Pierwiastek	Udział atomowy, %
1 1. 1. 1. 1. 1. 1. 1.			Spectrum 1
		0	70,88
Spectrum 1	1. 1. 22	Mg	0,57
	to de	Al	22,49
	1. 1. 1. 1. 1.	Si	2,20
10	3 23	К	0,11
and the second second	1 2 2 4	Ca	0,10
Braches & I	1 1. State.	Fe	0,56
(a)	60 µm b)) Zn	3,10

Rys. 71. Obraz mikroskopowy ziarna Cubitron zużytego na skutek zużycia wytrzymałościowego w ściernicy 46K7-0 (a), wyniki analizy składu pierwiastków wykonanych metodą EDS na CPS dla zaznaczonego obszaru z rysunku 71a (b)

Oprócz zarejestrowanych obrazów ziaren o topografii powierzchni ilustrującej mechanizm mikrowykruszania, zaobserwowano także ziarna o spłaszczonej powierzchni ziaren aktywnych (rys. 72). Uzyskane obrazy oraz wyniki analizy składu chemicznego w mikroobszarach zużytego ziarna ściernego (rys. 73) odpowiadają mechanizmowi zużycia polegającemu na zużyciu ściernym i plastycznym płynięciu.



Rys. 72. Zarejestrowane obrazy mikroskopowe CPS ściernicy 46K7-0 ilustrujące zużycie powierzchni ziarna ściernego na skutek zużycia ściernego i plastycznego płynięcia

SILX INSA	Pinningtal	Udział atomowy, %	
Spectrum 2	Pierwiastek	Spectrum 1	Spectrum 2
La contra	0	52,22	54,01
	Al	26,95	40,88
	Si	5,56	3,47
Spectrum 1	La	0,13	0,34
Stor -	Cr	2,91	0,01
	Fe	11,87	0,55
(a) <u>20 µm</u>	b) ^{Zn}	0,37	0,74

Rys. 73. Obraz mikroskopowy ziarna Cubitron zużytego na skutek zużycia ściernego i plastycznego płynięcia w ściernicy 46K7-0 (a), wyniki analizy składu pierwiastków wykonanych metodą EDS na CPS dla zaznaczonych obszarów z rysunku 73a (b)

Zaobserwowany mechanizm zużycia ziaren ściernych jest zgodny z obserwacjami przeprowadzonymi przez Klocke i Mayer'a. Wyraźny efekt samoostrzenia obserwuje się dla ściernicy 46K7-0, dla której zanotowano cykliczne zmiany wartości przyrostu mocy szlifowania. Przed przystąpieniem do procesu szlifowania wszystkie ściernice były obciągane, tak więc początkowo ziarna na czynnej powierzchni ściernicy były ostre. Podczas szlifowania, na skutek działających obciążeń, zarówno mechanicznych jak i termicznych, ziarna ścierne ulegają deformacji plastycznej, co skutkuje wygładzeniem powierzchni ziaren aktywnych (rys. 72 i rys. 73a). Następstwem tego stanu jest zwiększenie powierzchni kontaktu między narzędziem a przedmiotem obrabianym, przez co rośnie także temperatura w strefie kontaktu. W takich warunkach następuje nadtapianie cienkiej warstwy powierzchniowej przedmiotu obrabianego. Płynna warstwa FeO zmniejsza współczynnik tarcia między ściernicą a stalą 100Cr6, co wyjaśnia spadek przyrostu mocy szlifowania w trakcie badań eksploatacyjnych. Warstwa FeO osadza się także na powierzchni spłaszczonego ziarna Cubitron. Potwierdzają to wyniki analizy EDS, świadczące o znacznej zawartości żelaza na odkształconej plastycznie powierzchni ziarna (rys. 73b - Spectrum 1), w porównaniu do składu chemicznego mikroobszaru ziarna nieodkształconego plastycznie (rys. 73b – Spectrum 2). Jak podaje Marinescu (Marinescu et al., 2007) charakter zużycia ziarna ściernego może się zmieniać w zależności od warunków termicznych panujących w strefie kontaktu z przedmiotem obrabianym oraz wielkości sił działających na aktywne ziarno ścierne w ściernicy (ang. single grain force). Zatem wraz ze zmianą warunków

panujących w strefie roboczej możliwe jest odnowienie powierzchni spłaszczonych ziaren. Badania eksploatacyjne i obserwacje SEM wykazały, podobnie jak w pracy Nadolnego (Nadolny, 2012a), że w trakcie eksperymentu następowało cykliczne odsłanianie nowych ostrych naroży ziarna ściernego (rys. 71a) na skutek złuszczania plastycznie odkształconej warstwy ziarna Cubitron. Mechanizm zużycia ziarna ściernego w drodze mikrowykruszania jest wysoce pożądany, gdyż dzięki niemu narzędzia ścierne osiągają wysokie wartości wskaźnika szlifowania *G*, a także mechanizm ten zapewnia zachowanie ostrości narzędzia bez konieczności stosowania zabiegu obciągania ściernicy. Omówiony mechanizm jest spójny z uzyskanymi wynikami badań wybranych wskaźników eksploatacyjnych ściernicy 46K7-0, dla której też uzyskano najwyższą wartość wskaźnika szlifowania *G* (rys. 57).

Natomiast wyraźną tendencję do tworzenia się dużej ilości płaskich powierzchni ziaren na CPS zauważa się dla ściernicy modyfikowanej wiskerami glinoborowymi 46G7-30. Należy podkreślić, że wygląd odkształconych plastycznie zużytych ziaren (rys. 70d) znacznie się różni się od zdeformowanych ziaren zaobserwowanych na powierzchni ściernicy 46K7-0 (rys. 70 c). Na powierzchni spłaszczonych ziaren ściernicy 46G7-30 (rys. 74a) zaobserwowano liczne obszary, w których nastąpiło złuszczenie wierzchniej warstwy odkształconego ziarna. Złuszczanie to nie następowało jednak na całej powierzchni ziaren aktywnych – nie zaobserwowano bowiem ziaren o topografii powierzchni ilustrującej mechanizm mikrowykruszania. Odsłanianie nowej powierzchni mikrokrystalicznego ziarna Al₂O₃ jest utrudnione przez dużą siłę wiązania ziaren ściernych zastosowanym spoiwem szklanokrystalicznym wzmacnianym wiskerami glinoborowymi. Istotny jest także fakt, iż w narzędziach modyfikowanych stwierdzono mniejszy udział fazy magnetoplumbitu (tab. 3). Zgodnie z badaniami Klocke i Mayer'a (Klocke et al., 2016; Mayer et al., 2006) obecność magnetoplumbitu w ziarnie Cubitron zmniejsza ryzyko występowania makrowykruszeń, tym samym sprzyjając procesowi samoostrzenia ziaren ściernych na drodze mechanizmu mikrowykruszania. Zgodnie z danymi literaturowymi, zjawisko złuszczania warstwy wierzchniej ziarna ściernego następuje na skutek zużycia zmęczeniowego i termozmęczeniowego. W efekcie odsłaniane są ostre krawędzie kryształów α-Al₂O₃, znajdujące się poniżej plastycznie odkształconej warstwy wierzchniej. Z obserwacji SEM wynika, że te nowo odsłonięte powierzchnie zalepiane są materiałem pochodzącym z powierzchni przedmiotu obrabianego, co potwierdzono badaniami EDS (rys. 74b). W efekcie zalepienia te tworzą na powierzchni ziarna wzór przypominających rybią łuskę (rys. 70d i rys. 74a).

		Pierwiastek	Udział atomowy, %			
	Pier		Spectrum 1	Spectrum 2	Spectrum 3	
And a main		0	62,62	64,60	63,40	
Spectrum 2		Al	33,51	0,29	5,56	
a man and the second		Mg	0,43	31,76	10,53	
Spectrum 1		Si	1,57	1,19	0,33	
Com not the n	3	Cr	0,49	0,51	8,62	
Spectrum 2		Mn	0,23	0,17	4,51	
(a) <u>60 μm</u>	b)	Fe	1,15	1,47	6,83	

Rys. 74. Obraz mikroskopowy ziarna Cubitron zużytego na skutek zużycia zmęczeniowego i termozmęczeniowego w ściernicy 46G7-30 (a), wyniki analizy składu pierwiastków wykonanych metodą EDS na CPS dla zaznaczonych punktów z rysunku 74a (b)

Słuszność przedstawionej interpretacji mechanizmów zużycia ściernic z Al₂O₃ różniących się obecnością zbrojenia spoiwa ceramicznego w postaci wiskerów glinoborowych potwierdzają także wyniki badań SEM/EDS powierzchni aktywnych ziaren ściernych z perspektywy rzutu bocznego (rys. 75). Widok mikroskopowy profilu CPS obu narzędzi znacznie się od siebie różni. Ziarna aktywne w ściernicy 46K7-0 (rys. 75a) mają nieregularny, spiczasty kształt, a w strefie roboczej narzędzia zauważyć można luki, powstałe najprawdopodobniej na skutek wyrwania z powierzchni ścienicy zużytych ziaren Cubitron. Widok ten bardzo dobrze ilustruje mechanizm zużycia wytrzymałościowego. Z kolei profil CPS ściernicy zbrojonej wiskerami (rys. 75b) jest wyraźnie wygładzony – ziarna aktywne są spłaszczone, a w strefie roboczej narzędzia ściernego nie odnotowano obecności luk mogących świadczyć o wyrwaniu z CPS stępionych ziaren ściernych.



Rys. 75. Obrazy mikroskopowe ściernic po badaniach właściwości eksploatacyjnych: a) ściernica bez wiskerów,
b) ściernica z wiskerami

Na powierzchni ziaren aktywnych w ściernicy 46K7-0 (rys. 76a) odnotowano obecność żelaza, jednakże jego udział atomowy w zarejestrowanych widmach EDS (rys. 76b) jest niewielki (poniżej 1%). Wykryte pierwiastki w badanych mikroobszarach odpowiadają głównie składowi chemicznemu użytego ziarna ściernego oraz spoiwa szklanokrystalicznego.

		D ¹	Udział atomowy (%)	
- and the second		Pierwiastek	Spectrum 1	Spectrum 2
Spectrum 2 Spectru	m 1	0	58,80	58,54
	Ce the	Al	13,50	16,98
		Si	20,84	16,80
	1 10 10	К	1,17	0,74
		Ca	0,84	0,64
		Fe	0,34	0,65
(a)	10 µm b) Zn	4,51	5,65

Rys. 76. Obraz mikroskopowy ziarna aktywnego ściernicy bez wiskerów (a), wyniki analizy składu pierwiastków wykonanych metodą EDS na CPS dla zaznaczonych punktów z rysunku 76a (b)

Z kolei na powierzchni ziaren aktywnych w ściernicy 46G7-30 (rys. 77a) zaobserwowano rozległe zalepienia materiałem pochodzącym od przedmiotu obrabianego. Wyniki analizy EDS wykazały znaczną zawartość żelaza w tym obszarze (rys. 77b, Spectrum 1) w porównaniu do wyników analizy składu chemicznego niezalepionej powierzchni ziarna Cubitron (rys. 77b, Spectrum 2).

5 / C	D. I	Udział atomowy, %	
Spectrum 1	Pierwiastek	Spectrum 1	Spectrum 2
and the second s	о	36,53	52,30
	Al	50,71	45,34
(a) Spectrum 2 10 μm b)	Fe	12,77	2,35

Rys. 77. Obraz mikroskopowy ziarna aktywnego ściernicy zbrojonej wiskerami glinoborowymi (a), wyniki analizy składu pierwiastków wykonanych metodą EDS na CPS dla zaznaczonych punktów z rysunku 77a (b)

6. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

W niniejszej pracy podjęto próbę modyfikacji spoiwa szklanokrystalicznego wiskerami glinoborowymi oraz ocenę ich wpływu na ewolucję mikrostruktury, właściwości mechaniczne oraz mechanizm zużywania się narzędzi ściernych z tlenku glinu. Analiza stanu wiedzy w zakresie ujętym w temacie rozprawy obejmowała przegląd literatury dotyczącej następujących zagadnień:

- budowy i właściwości komponentów ściernic ceramicznych na bazie tlenku glinu: ziaren ściernych elektrokorundowych i mikrokrystalicznych oraz tworzyw ceramicznych stosowanych jako spoiw do tego typu ziaren ściernych;
- podstaw mechaniki pękania materiałów kruchych, w tym zagadnienie propagacji pęknięć w ziarnie ściernym i mostkach wiążących oraz mechanizmy podwyższające odporność na kruche pękanie tworzyw szklanokrystalicznych zawierających inkluzje w postaci drobnodyspersyjnej oraz włókien/wiskerów;
- podstaw teoretycznych modułu Younga porowatych kompozytów ceramicznych,
- mechanizmów zużycia ściernic na bazie ziaren Al₂O₃.

W badaniach wykorzystano dwa rodzaje ziaren ściernych z tlenku glinu: ziarna elektrokorundu szlachetnego (99A) oraz ziarna mikrokrystaliczne (Cubitron). Bazowe spoiwo ceramiczne stanowił układ szkłotwórczy z układu CMAS, w którym w czasie obróbki termicznej narzędzi ściernych generowana jest faza gahnitu (ZnAl₂O₄) wzmacniającą więźbę szklaną. Modyfikację spoiwa szklanokrystalicznego wiskermi glinoborowymi realizowano techniką *in situ* poprzez dodawanie do mas ściernych prekursora wiskerów, w wyniku czego faza wiskerowa krystalizowała w spoiwie w trakcie obróbki termicznej narzędzi ściernych.

Na podstawie dokonanego przeglądu literatury w zakresie ujętym w temacie pracy oraz dotychczas uzyskanych przez autorkę wyników badań w zakresie projektowania właściwości narzędzi ściernych z tlenku glinu, postawiono hipotezy badawcze, zakładające że poprzez modyfikację mikrostruktury spoiwa szklanokrystalicznego wiskerami glinoborowymi można sterować właściwościami mechanicznymi narzędzi ściernych z tlenku glinu, a także możliwe jest wytworzenie narzędzi ściernych na bazie tlenku glinu wzmacnianych wiskerami glinoborowymi o korzystnych właściwościach eksploatacyjnych.

W celu weryfikacji przedstawionych hipotez zaplanowano i przeprowadzono wieloetapowe prace badawcze. W pierwszej kolejności wytypowane zostały warunki obróbki termicznej badanych narzędzi ściernych. Temperaturę wypalania ściernic wyznaczono

na podstawie wyników badań zwilżalności ziaren ściernych elektrokorundu szlachetnego (99A) oraz mikrokrystalicznego tlenku glinu (Cubitron) przez wytypowane spoiwo szklanokrystaliczne oraz w oparciu o wykres równowagi fazowej Al₂O₃-B₂O₃. Czas przetrzymania ściernic w temperaturze docelowej dobrano zgodnie z danymi literaturowymi dotyczącymi krystalizacji *in situ* wiskerów glinoborowych na podłożu Al₂O₃.

W celu zbadania wpływu modyfikacji spoiwa szklanokrystalicznego wiskerami glinoborowymi na wytrzymałość mechaniczną próbek ściernic na bazie ziarna Al_2O_3 , przygotowano 10 wariantów próbek ściernic na bazie ziarna 99A i Cubitron o różnej zawartości prekursora dodawanego do mas ściernych (0-45% udziału objętościowego spoiwa V_s), a następnie poddano je próbie wytrzymałości na rozciąganie metodą DCT. Wyniki badań potwierdziły, że dla pewnych przedziałów ilości prekursora dodawanego do mas ściernych, możliwe jest podwyższenie wytrzymałości na rozciąganie kompozytów ściernych modyfikowanych fazą wiskerową w porównaniu do kompozytów z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym.

Na podstawie uzyskanych wyników, wytypowano próbki bez wiskerów oraz próbki ściernic o różnym udziale prekursora, dla których odnotowano wzrost wytrzymałości na rozciąganie. Celem tego etapu było określenie wpływu dodatku prekursora wiskerów na ewolucję mikrostruktury badanych narzędzi ściernych z tlenku glinu. Uzyskane wyniki analizy jakościowej i ilościowej XRD potwierdziły obecność projektowanych faz krystalicznych (gahnit, gahnit i wiskery glinoborowe) wzmacniających matrycę szklaną mostków wiążących w badanych narzędziach ściernych. Odnotowano także, że wraz ze wzrostem ilości dodawanego prekursora do mas ściernych, udział poszczególnych faz krystalicznych w narzędziach ściernych ulega zmianie. W trakcie obserwacji SEM przełomów ściernic zauważono, że dodatek prekursora wiskerów wpływa na poprawę zwilżalności ziaren ściernych przez spoiwo szklanokrystaliczne. Obserwacje SEM wraz z przeprowadzonymi badaniami EDS mikroobszarów ściernic wytrawionych w roztworze HF dostarczyły cennych informacji na temat ewolucji mikrostruktury badanych narzędzi. Dopełnieniem badań strukturalnych była analiza WDS, dzięki której dokładnie prześledzono zmiany koncentracji poszczególnych pierwiastków w obrębie obszaru ziarno ścierne - granica międzyfazowa spoiwo. Badania te pozwoliły na dokonanie interpretacji zjawisk dyfuzyjnych w strefie złącza budowe ziarno-spoiwo, mającej ogromny wpływ na mikrostrukturalna granicy międzyfazowej, co z kolei przekłada się na właściwości wytrzymałościowe mostków wiążących oraz siłę mocowania ziaren ściernych w ściernicy.

Do oceny właściwości mechanicznych badanych ściernic o różnej zawartości wiskerów glinoborowych posłużono się wynikami badań z poprzednich etapów, które zostały uzupełnione obrazami mikroskopowymi ścieżek pęknięć powstałych w przełomach ściernic po próbie rozciągania. Uzyskane wyniki potwierdziły zachodzenie opisywanych w literaturze mechanizmów podwyższających odporność na kruche pękanie tworzyw szklano-krystalicznych zawierających inkluzje drobnodyspersyjne oraz w postaci wiskerów. Wyniki badań modułu Younga ściernic o różnej zawartości wiskerów potwierdziły, że obecność wiskerów glinoborowych w ściernicach wpływa także na wzrost wartości modułu sprężystości narzędzi, co jest zgodne z wynikami badań innych autorów. Uzyskane wyniki badań potwierdzają słuszność pierwszej hipotezy.

Badanie wytypowanych ściernic z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym oraz ściernic ze spoiwem szklanokrystalicznym modyfikowanym wiskerami glinoborowymi w warunkach eksploatacyjnych realizowano poprzez szlifowanie wgłębne powierzchni wewnętrznych pierścieni łożysk tocznych wykonanych ze stali 100Cr6. Zastosowane w eksperymencie parametry szlifowania odpowiadają warunkom pracy przyjętych do badań ściernic ze spoiwem szklanokrystalicznym testowanych w pracach wdrożeniowych. W trakcie eksperymentu rejestrowano dane pozwalające na wyznaczenie wybranych wskaźników eksploatacyjnych (wskaźnik szlifowania G, Ra przedmiotu obrobionego, moc szlifowania P). W pierwszej kolejności przebadano ściernice na bazie ziarna Cubitron o strukturze 7 i twardości K, L, M, jako typowych charakterystyk narzędzi zalecanych przez producentów do tego typu operacji szlifierskich (szlifowanie powierzchni wewnętrznych). Wyniki badań wykazały, że przyjęte warunki szlifowania nie są odpowiednie dla badanych ściernic ze spoiwem szklanokrystalicznym modyfikowanym wiskerami glinoborowymi. Okres trwałości ściernic modyfikowanych, ze względu na ich wysoką twardość i moduł E, był znacznie krótszy w odniesieniu do ściernicy bez udziału wiskerów. Ze względu na wysoki wzrost wartości modułu E ściernic z dodatkiem wiskerów, do dalszych badań przygotowano ściernice o tej samej strukturze, ale o niższej twardości, tj. G, I, K. Spośród przebadanych ściernic modyfikowanych fazą wiskerową najkorzystniejsze wskaźniki eksploatacyjne uzyskano dla narzędzia G7 z dodatkiem 30% prekursora wiskerów. Główne kryteria wyboru stanowiły okres trwałości ściernicy T oraz wartość wskaźnika szlifowania G. W przypadku ściernic z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym, badania w warunkach eksploatacyjnych udało się przeprowadzić jedynie dla ściernicy 46K7-0 o największym udziale spoiwa ($V_s = 11,5\%$). Ściernice o mniejszym udziale spoiwa ($V_s = 5,5\%$ dla ściernicy o twardości G, $V_s = 8,5\%$ dla twardości I) uległy zniszczeniu w trakcie rozbiegu wrzeciona lub w trakcie szlifowania pierwszego pierścienia. Opierając się o dotychczas uzyskane wyniki badań właściwości eksploatacyjnych ściernicy G7 zbrojonej wiskerami można uznać, że druga postawiona hipoteza również jest słuszna. Przemawia za tym fakt, że obecność wiskerów w spoiwie pozwala na wytwarzanie narzędzi o znacznie mniejszym udziale spoiwa (i tym samym większej porowatości) charakteryzujących się wysoką wytrzymałością mechaniczną, zdolnych do realizacji procesu szlifowania wgłębnego wewnętrznych powierzchni walcowych, przy zachowaniu dobrych wskaźników eksploatacyjnych. Dalszy kierunek badań, skupiony na doborze parametrów szlifowania ściernicami zbrojonymi wiskerami, pozwoli na ustalenie warunków pracy zapewniających obniżenie wartości mocy szlifowania.

Analizę wpływu modyfikacji wiskerami glinoborowymi na mechanizm zużycia narzędzi ściernych z tlenku glinu przeprowadzono na przykładzie ściernic na bazie ziarna Cubitron: K7-0 z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym oraz ściernicy ze spoiwem wzmacnianym wiskerami glinoborowymi G7 z 30% dodatkiem prekursora wiskerów. Obserwacje mikroskopowe CPS po procesie szlifowania oraz wyniki badań EDS przeprowadzonych w mikroobszarach ziaren aktywnych wykazały odmienny charakter zużycia obu narzędzi. Dla ściernicy ze spoiwem szklanokrystalicznym dominującym mechanizmem zużycia jest zużycie wytrzymałościowe, zaś w przypadku ściernicy wzmacnianej wiskerami ziarna aktywne zużywają się głównie w wyniku zużycia zmęczeniowego i termozmęczeniowego.

Kompleksowa analiza uzyskanych wyników badań ściernic z ziarnem elektrokorundowym oraz mikrokrystalicznym o różnej zawartości wiskerów glinoborowych, przeprowadzonych w warunkach statycznych i dynamicznych, pozwala na wyciągnięcie **wniosków poznawczych** zestawionych poniżej.

- Zastosowana technologia umożliwia wytwarzanie narzędzi ściernych z ziaren Al₂O₃ ze spoiwem szklanokrystalicznym wzmocnionym wiskerami w jednym ciągłym procesie obróbki termicznej.
- 2. Zmiana składu chemicznego spoiwa, wynikająca z wprowadzenia prekursora wiskerów, wpływa na poprawę zwilżalności ziaren ściernych przez spoiwo.
- 3. Wraz ze wzrostem udziału procentowego dodawanego prekursora wiskerów zmienia się udział poszczególnych faz krystalicznych w narzędziu: maleje ilość fazy gahnitowej kosztem zwiększającego się udziału wiskerów glinoborowych; w przypadku ściernic na bazie ziarna Cubitron zmniejsza się też udział fazy magnetoplumbitu, stanowiącego inkluzje ziarna ściernego.

- 4. Rodzaj wygenerowanych *in situ* wiskerów uzależniony jest od składu chemicznego ziarna ściernego z Al₂O₃. W ściernicach z czystszym chemicznie ziarnem Al₂O₃ (99A) stwierdzono obecność wiskerów Al₄B₂O₉. W ściernicach z ziarnem Cubitron rozpuszczanie fazy magnetoplumbitu prowadzi do wzrostu koncentracji Y⁺³ i La⁺³ oraz Al⁺³ w spoiwie. Wzbogacanie spoiwa w Al⁺³ następuje także poprzez rozkład gahnitu ze strefy granicznej ziarna i spoiwa. W następstwie tych zjawisk uzyskuje się stosunek Al/B sprzyjający krystalizacji wiskerów Al₁₈B₄O₃₃.
- 5. Jednoczesna obecność w spoiwie różnych rodzajów faz krystalicznych (drobnodyspersyjnej i wiskerowej) zapewnia większy wachlarz mechanizmów ograniczających propagację pęknięć, m.in. odchylanie pęknięć, omijanie wiązek wiskerów, propagacja wzdłuż wiązki wiskerów, wyciąganie wiskerów, co ma wpływ na podwyższenie wytrzymałości mechanicznej badanych ściernic.
- 6. W przypadku narzędzi z ziarnem elektrokorundowym, dodatek prekursora wiskerów istotnie wpływa na proces krystalizacji gahnitu przy powierzchni ziarna ściernego, zaburzając proces formowania wytrzymałego połączenia między ziarnem i spoiwem. W narzędziach tych katastroficzne pękanie może zachodzić wzdłuż granicy faz ziarno-warstwa gahnitu, z pominięciem potencjalnych efektów wzmocnienia wynikających z obecności wiskerów w mostkach wiążących.
- Zastosowana technologia wytwarzania ściernic z tlenku glinu wzmacnianych wiskerami glinoborowymi jest bardzo obiecująca w przypadku narzędzi z ziaren Al₂O₃ o strukturze mikrokrystalicznej.
- 8. Poprzez wprowadzenie do mas ściernych prekursora wiskerów możliwe jest uzyskanie wzrostu wytrzymałości mechanicznej na rozciąganie narzędzi ściernych z tlenku glinu nawet o ok. 37% w porównaniu do wytrzymałości mechanicznej na rozciąganie próbek ściernic z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym. Ilość dodanego prekursora zapewniającego ten efekt zależy od rodzaju użytego ziarna ściernego.
- 9. Możliwe jest sterowanie wartością modułu E w obrębie jednej charakterystyki narzędzia ściernego poprzez dopasowanie ilości wygenerowanej fazy wiskerowej. Dodatek prekursora w ilości 40%wag. zapewnił wzrost wartości modułu E, w porównaniu do ściernicy z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym, odpowiednio o 44,5% dla ściernic na bazie ziarna 99A oraz o 51,7% dla ściernic na bazie ziarna Cubitron o charakterystyce K7.

- Obecność wiskerów w narzędziu ściernym ma wpływ na mechanizm zużycia ściernic z ziarnem Cubitron.
- 11. Ściernica z bazowym spoiwem szklanokrystalicznym zużywa się głównie w wyniku mechanizmu zużycia wytrzymałościowego. W trakcie procesu szlifowania następuje samoostrzenie ściernicy, w czasie którego odkształcone plastycznie powierzchnie ziaren aktywnych ulegają mikrowykruszeniu, dzięki czemu odsłaniane są nowe, ostre powierzchnie ziarna mikrokrystalicznego.
- 12. Zbrojenie spoiwa w postaci wiskerów wpływa na wzrost wytrzymałości mocowania ziaren ściernych przez spoiwo, tym samym utrudniając zachodzenie mechanizmów zużycia wytrzymałościowego. Zużycie ściernicy modyfikowanej przebiega głównie w wyniku mechanizmu zużycia zmęczeniowego i termozmęczeniowego. Odsłanianie nowych powierzchni ziarna może być też utrudnione przez zmniejszoną ilość magnetoplubmitu w przypowierzchniowej strefie ziarna ściernego.

Analiza problematyki oraz uzyskane wyniki badań pozwoliły także sformułować następujące wnioski utylitarne:

- Zastosowana technologia wytwarzania ściernic zbrojonych wiskerami pozwala oszczędzić czas i ograniczyć koszty produkcji – eliminuje konieczność zakupu wiskerów od producentów czy uprzedniego przeprowadzania procesu syntezy wiskerów (procesy wysokotemperaturowe, czasochłonne, wieloetapowe) oraz ich mechanicznego wprowadzania do spoiw.
- 2. Modyfikacja spoiwa wiążącego wiskerami glinoborowymi pozwala na wytworzenie narzędzi ściernych na bazie ziarna Cubitron do szlifowania wgłębnego wewnętrznych powierzchni walcowych o znacznie mniejszym udziale spoiwa ($V_s = 5,5\%$) w porównaniu do typowych charakterystyk ściernic zalecanych przez producentów do tego typu operacji szlifierskiej ($V_s = 11,5-14,5\%$). Mniejszy udział spoiwa w objętości ściernicy przekłada się na zwiększenie porowatości, co przy zachowaniu jego wysokich właściwości mechanicznych umożliwia aplikację tego typu ściernic np. w procesach szlifowania materiałów trudnoobrabialnych, do których szczególnie zalecane są ściernice o wysokiej porowatości. Do korzyści wynikających z bardziej otwartej struktury ściernicy zaliczyć można m.in.:
 - ograniczenie udziału spoiwa w procesie skrawania,
 - skuteczniejsze usuwanie wiórów ze strefy obróbki,
 - łatwiejsze doprowadzanie PCS do strefy obróbki.

Wnioski dotyczące dalszych badań

- Badane narzędzia ścierne są przykładem bardzo złożonego układu fazowego i mikrostrukturalnego, dlatego też bardziej szczegółowych badań wymaga zagadnienie dotyczące analizy naprężeń szczątkowych.
- Ponieważ ściernice wzmacniane fazą wiskerową były po raz pierwszy badane pod kątem właściwości eksploatacyjnych, dalsze badania powinny zmierzać w kierunku doboru parametrów szlifowania narzędziami wzmacnianymi wiskerami.

7. BIBLIOGRAFIA

- Abdullah, M., Ahmad, J., Mehmood, M. (2012). Influence of Al₂O₃ whisker concentration on flexural strength of Al₂O₃(W)-ZrO₂ (TZ-3Y) composite. *Ceramics International*, *38*(8), 6517-6523.
- 2. Alliche, A., Le Bourhis, E. (2000). Controlled crack propagation in alumina ceramic grinding wheel. *Materials Science & Engineering A*, 278, 255-260.
- Arnault, L., Gerland, M., Rivière, A. (2000). Microstructural study of two LAStype glass-ceramics and their parent glass. *Journal of Materials Science*, 35(9), 2331-2345.
- Ben Fathallah, B., Ben Fredj, N., Sidhom, H., Braham, C., Ichida, Y. (2009). Effects of abrasive type cooling mode and peripheral grinding wheel speed on the AISI D2 steel ground surface integrity. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 49(3-4), 261-272.
- Bengisu, M. (1994). Whisker Toughening of Ceramics: Toughening Mechanisms, Fabrication, and Composite Properties. *Annual Reviews of Materials Science*, 24, 83-124.
- 6. Bengisu, M. (2001). *Engineering Ceramics*. Springer Berlin Heidelberg.
- Borkowski, J. (1990). Zużycie i trwałość ściernic. Państwowe Wydawnictwo Naukowe.
- 8. Brecker, J. N. (1967). *Elastic effects in grinding*. Carnegie Institute of Technology.
- Cao, J., He, Z., Guo, W., Li, C., Gai, L., Qi, J. (2021). Joining of Al₂O₃ to ZTA using a B₂O₃-Al₂O₃-SiO₂ glass with in-situ precipitated whiskers. *Ceramics International*, 47(18), 25541-25550.
- Cao, J., Yang, B., Li, C., Si, X., Wang, Z., Lin, T., Su, S., Qi, J., Feng, J. (2021). Surface synthesis of aluminum borate whiskers on the ZTA ceramics and its application to joining. *Ceramics International*, 47(8), 11269-11275.
- Carman, L. A. (1994). Glass-Ceramic Bonded Abrasive Articles, United States Patent (19) (Patent No. 5318605).
- Casasola, R., Rincon, J. M., Romero, M. (2012). Glass-ceramic glazes for ceramic tiles: a review. *Journal of Materials Science*, 47, 553-582.
- 13. Cetinkaya Colak, S., Akyuz, I., Atay, F. (2016). On the dual role of ZnO in zincborate glasses. *Journal of Non-Crystalline Solids*, *432*, 406-412.

- Chang-an, W., Yong, H., Hongxiang, Z. (1999). The Effect of Whisker Orientation in SiC Whisker-reinforced Si₃N₄ Ceramic Matrix Composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 19, 1903-1909.
- 15. Clark, T. J., Reed, J. (1986). A novel technique for producing a glass ceramic bond in alumina abrasives. *Am. Ceram. Soc. Bull*, 65, 1506-1512.
- Cui, L., Hao, X., Hu, X., Lu, A. (2015). Effects of Y₂O₃ addition on structure and properties of LZAS vitrified bond for CBN grinding tools application. *Ceramics International*, 41(8), 9916-9922.
- Dai, Y., Li, Y., Xu, X., Zhu, Q., Yan, W., Jin, S., Harmuth, H. (2019). Fracture behaviour of magnesia refractory materials in tension with the Brazilian test. *Journal of the European Ceramic Society*, 39(16), 5433-5441.
- Davidge, R. W. (1979). *Mechanical Behaviour of Ceramics*. Cambridge University Press.
- Decneut, A., Snoeys, R., Peters, J. (1970). Sonic testing of grinding wheels (Report MC 36).
- Deubener, J., Allix, M., Davis, M. J., Duran, A., Höche, T., Honma, T., Komatsu, T., Krüger, S., Mitra, I., Müller, R., Nakane, S., Pascual, M. J., Schmelzer, J. W. P., Zanotto, E. D., Zhou, S. (2018). Updated definition of glass-ceramics. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 501(January), 3-10.
- Dittmer, M., Yamamoto, C. F., Bocker, C., Rüssel, C. (2011). Crystallization and mechanical properties of MgO/Al₂O₃/SiO₂/ZrO₂ glass-ceramics with and without the addition of yttria. *Solid State Sciences*, *13*(12), 2146-2153.
- 22. Dobrzyński, S., Żołędziowski, W. (1978). *Materiałoznawstwo szklarskie i ceramiczne*. Wydawnictwa Szkolne i Pedagogiczne.
- Escardino, A., Amorós, J. L., Gozalbo, A., Orts, M. J., Moreno, A. (2000). Gahnite devitrification in ceramic frits: mechanism and process kinetics. *Journal of the American Ceramic Society*, 83(12), 2938-2944.
- Eshelby, J. D. (1957). The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proceedings of the Royal Society A*, 241(1226), 376-396.
- Faber, K. T., Evans, A. G. (1983). Crack deflection processes-I. Theory. Acta Metallurgica, 31(4), 565-576.
- 26. Gaafar, M. S., El-Aal, N. S. A., Gerges, O. W., El-Amir, G. (2009). Elastic properties and structural studies on some zinc-borate glasses derived from

ultrasonic, FT-IR and X-ray techniques. Journal of Alloys and Compounds, 475(1-2), 535-542.

- German, J. (2018). Wprowadzenie do mechaniki pękania. Wydawnictwo Politechniki Krakowskiej.
- 28. Gibas, T. (1971). Korund i jego zastosowanie w technice. Wydawnictwo Śląsk.
- Gielisse, P. J. M., Foster, W. R. (1962). The System Al₂O₃-B₂O₃. *Nature*, 195, 69-70.
- 30. Godino, L., Pombo, I., Girardot, J., Sanchez, J. A., Iordanoff, I. (2020). Modelling the wear evolution of a single alumina abrasive grain : Analyzing the influence of crystalline structure. *Journal of Materials Processing Tech.*, 277, 116464.
- Godino, L., Pombo, I., Sanchez, J. A., Alvarez, J. (2018). On the development and evolution of wear flats in microcrystalline sintered alumina grinding wheels. *Journal of Manufacturing Processes*, 32, 494-505.
- Godino, L., Pombo, I., Sanchez, J. A., Izquierdo, B. (2021). Characterization of vitrified alumina grinding wheel topography using 3D roughness parameters: influence of the crystalline structure of abrasive grains. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 113(5-6), 1673-1684.
- Goepfert, G. J., Williams, J. L. (1959). The wear of abrasives in grinding. *Mechanical Engineering*, 81(69-73).
- 34. Görlich, E. (1983). Szkło tworzywo znane i nieznane. Ossolineum.
- 35. Griffith, A. A. (1921). The phenomena of rupture and flow in solids. *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 221(582-593), 163-198.
- Hahn, R. S. (1962). On the nature of the grinding process. Proceedings of the 3rd International Machine Tool Design an Reaserch Conference, 129-154.
- Handke, M. (2005). *Krystalochemia krzemianów*. AGH Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne.
- 38. Harper, C. A. (2001). Handbook of Ceramics, Glasses and Diamonds. McGraw-Hill.
- Herman, D. (1995). Budowa i właściwości ceramicznych narzędzi ściernych z udziałem krzemianowych spoiw szklanych i szklanokrystalicznych. Wydawnictwo Uczelniane Wyższej Szkoły Inżynierskiej.

- Herman, D. (1998). Glass and Glass-Ceramic Binder Obtained from Waste Material for Binding Alundum Abrasive Grains into Grinding Wheels. *Ceramics International*, 24(7), 515-520.
- Herman, D. (2003). Podstawy wytwarzania i zastosowań nowych spoiw ceramicznych w narzędziach ściernych z tlenku glinu. Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Koszalińskiej.
- 42. Herman, D. (2006). Patent *Sposób wytwarzania ceramicznych narzędzi ściernych*, nr PL 199 690 B1.
- 43. Herman, D., Bobryk, E., Walkowiak, W. (2015). Efekt wzmocnienia kompozytów ściernych z tlenku glinu wiskerami Al₄B₂O₉. *Materiały Ceramiczne*, 67(1), 37-42.
- 44. Herman, D., Kminikowska, K. (2017). Ewolucja mikrostruktury i budowy granicy fazowej Al₂O₃ osnowa ceramiczna w kompozytach z udziałem wiskerów Al₁₈B₄O₃₃. *Materiały Ceramiczne*, 69(4), 304-309.
- 45. Herman, D., Markul, J. (2004). Influence of microstructures of binder and abrasive grain on selected operational properties of ceramic grinding wheels made of alumina. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 44(5), 511-522.
- Herman, D., Okupski, T., Walkowiak, W. (2011). Wear resistance glass-ceramics with a gahnite phase obtained in CaO-MgO-ZnO-Al₂O₃-B₂O₃-SiO₂ system. *Journal* of the European Ceramic Society, 31(4), 485-492.
- 47. Herman, D., Plichta, J., Karpiński, T. (1997). Effect of glass-crystalline and amorphous binder application to abrasive tools made of microcrystalline alumina grains type SG. *Wear*, 209(1-2), 213-218.
- 48. Herman, D., Walkowiak, W., Okupski, T., Nadolny, K. (2014). Patent Sposób wytwarzania narzędzi ściernych, nr. PL 217 186 B1.
- Herman, D., Węgrzyk, S. (2019). Effect of nano-AlN addition on thermal diffusivity and mechanical strength of porous Al₂O₃ ceramic composites. *Ceramics International*, 45, 12773-12779.
- Hernández, M. F., Suárez, G., Cipollone, M., Aglietti, E. F., Rendtorff, N. M. (2017). Mechanical behavior and microstructure of porous needle: Aluminum borate (Al₁₈B₄O₃₃) and Al₂O₃-Al₁₈B₄O₃₃ composites. *Ceramics International*, *43*(15), 11759-11765.
- 51. Hernández, M. F., Suárez, G., Cipollone, M., Conconi, M. S., Aglietti, E. F., Rendtorff, N. M. (2017). Formation, microstructure and properties of aluminum

borate ceramics obtained from alumina and boric acid. *Ceramics International*, 43(2), 2188-2195.

- Hirata, Y., Takehara, K., Shimonosono, T. (2017). Analyses of Young's modulus and thermal expansion coefficient of sintered porous alumina compacts. *Ceramics International*, 43(15), 12321-12327.
- Hoffmann, K., Hooper, T. J. N., Murshed, M. M., Dolotko, O., Révay, Z., Senyshyn, A., Schneider, H., Hanna, J. V, Gesing, T. M., Fischer, R. X. (2016). Formation, stability and crystal structure of mullite-type Al₆-xBxO₉. *Journal of Solid State Chemistry*, 243, 124-135.
- Hou, Z. X., Wang, S. H., Xue, Z. L., Lu, H. R., Niu, C. L., Wang, H., Sun, B., Su, C. (2010). Crystallization and microstructural characterization of B₂O₃-Al₂O₃-SiO₂ glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 356(4-5), 201-207.
- 55. Hsieh, C. L., Tuan, W. H., Wu, T. T. (2004). Elastic behaviour of a model twophase material. *Journal of the European Ceramic Society*, 24(15-16), 3789 – 3793.
- Hu, A. M., Li, M., Dali, D. L. M., Liang, K. M. (2005). Crystallization and properties of a spodumene-willemite glass ceramic. *Thermochimica Acta*, 437(1-2), 110-113.
- Hu, X., Cui, L., Liu, T., Zheng, Z., Tang, Y., Lu, A. (2015). Crystallization and properties of B₂O₃ doped LZAS vitrified bond for diamond grinding tools. *Journal* of Non-Crystalline Solids, 427, 69-75.
- 58. Inglis, C. E. (1913). Stress in a plate due to the presence of cracks and sharp corners. In *Spring Meetings of the Fifty-fourth Session of the Institution of Naval Architects*, 219-241.
- Jackson, M. J. (2002). Wear of perfectly sharp abrasive grinding wheels. *Transactions of North American Manufacturing Research Institution of SME*, 30, 287-294.
- 60. Jackson, M. J., Davim, J. P. (2011). Machining with abrasives. w *Machining with Abrasives*.
- 61. Jackson, M. J., Hitchiner, M. P. (2013). *High Performance Grinding and Advanced Cutting Tools*. Springer.
- Jackson, M. J., Mills, B. (2000a). Interfacial bonding between corundum and glass. Journal of Materials Science Letters, 19(10), 915-917.

- Jackson, M. J., Mills, B. (2000b). Materials selection applied to vitrified alumina & CBN grinding wheels. *Journal of Materials Processing Technology*, 108(1), 114-124.
- Jackson, M. J., & Mills, B. (2004). Microscale wear of vitrified abrasive materials. *Journal of Materials Science*, 9, 2131-2143.
- 65. Jackson, M. J., Mills, B., Hitchiner, M. P. (2003). Controlled wear of vitrified abrasive materials for precision grinding applications. *Sadhana*, *28*, 897-914.
- 66. Jankowski, E. (1960). Materiały i narzędzia ścierne. PWT.
- 67. Jankowski, E., Skupiński, S. (1971). *Materiały i wyroby ścierne*. Wydawnictwa Naukowo-Techniczne.
- Jianhong, Y., Wu, F. Q., Sun, J. Z. (2009). Estimation of the tensile elastic modulus using Brazilian disc by applying diametrically opposed concentrated loads. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*, 46(3), 568-576.
- 69. Kaczmarek, J. (1971). *Podstawy Obróbki wiórowej, ściernej i erozyjnej*. Wydawnictwa Naukowo-Techniczne.
- Kajinami, A., Harada, Y., Inoue, S., Deki, S., Umesaki, N. (1999). The Structural Analysis of Zinc Borate Glass by Laboratory EXAFS and X-Ray Diffraction Measurements. *Japanese Journal of Applied Physics*, 38(S1), 132.
- 71. Kannappan, S., Malkin, S. (1972). Effects of Grain Size and Operating Parameters on the Mechanics of Grinding. *Journal of Engineering for Industry*, *94*, 833-842.
- Karpiński, T., Słowiński, B. (1985). Primienienije eniergii mechaniczeskich kolebanii dlja issledowanii twardosti abraziwnogo instrumenta. In V Kongres Mechaniki "Teorietyczna i pirłozna miechanika" T. 4, 371-376.
- 73. Kingery, W. D., Sidhwa, A. P., Waugh, A. (1963). Structure and properties of vitrified bonded abrasives. *CeramicBulletin*, 42(5), 297-303.
- 74. Klocke, F. (2009). Manufacturing processes 2 grinding, honing, lapping.
 Springer Berlin, Heidelberg.
- Klocke, F., Engelhorn, R., Mayer, J., Weirich, T. (2002). Micro-analysis of the contact zone of tribologically loaded second-phase reinforced sol-gel-abrasives. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 51(1), 245-250.
- Klocke, F., Wrobel, C., Rasim, M., Mattfeld, P. (2016). Approach of characterization of the grinding wheel topography as a contribution to the energy modelling of grinding processes. *Procedia CIRP*, 46, 631-635.

- Kłysz, S. (2007). Podstawy mechaniki pękania. w J. Lewitowicz (red.), *Podstawy* eksploatacji statków powietrznych (t. 4). Wydawnictwo Instytutu Technicznego Wojsk Lotniczych.
- Kminikowska, K. (2015). Wpływ udziału wiskerów ceramicznych w spoiwie szklanokrystalicznym na wytrzymałość mechaniczną ściernic z tlenku glinu. Politechnika Koszalińska.
- 79. Kminikowska, K., Herman, D., Latocha, A. (2019). Ścieżka możliwości podwyższenia odporności na zużycie ścierne szkalnokrystalicznych spoiw do narzędzi ściernych. w B. Bałasz, J. Chydy, W. Kapłonek, W. Kuczyński, K. Nadolny, P. Sutowski (red.), *Innowacyjne metody i technologie w badaniach inżynierskich*, 143-152. Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Koszalińskiej.
- 80. Kminikowska, K., Herman, D., Pander, A. (2023). Effect of Al₄B₂O₉ and Al₁₈B₄O₃₃ whiskers synthesized in situ on the evolution of microstructure and mechanical properties of white fused alumina and Cubitron glass-ceramic composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 2564-2577.
- 81. Komatsu, T. (2015). Design and control of crystallization in oxide glasses. *Journal* of Non-Crystalline Solids, 428, 156-175.
- Korn, D. (2011). Reducing Fastener Grinding Costs Using Advanced Abrasives. Modern Machine Shop, 11(11).
- Krabacher, E. J. (1959). Factors Influencing the Performance of Grinding Wheels. Journal of Engineering for Industry, 81(3), 187-199.
- Krell, A., Blank, P. (1995). Grain Size Dependence of Hardness in Dense Submicrometer Alumina. *Journal of the American Ceramic Society*, 78, 1118-1120.
- Krell, A., Blank, P., Wagner, E., Bartels, G. (1996). Advances in the Grinding Efficiency of Sintered Alumina Abrasives. *Journal of the American Ceramic Society*, 79(3), 763-769.
- Lee, H. K., Zerbetto, S., Colombo, P., Pantano, C. G. (2010). Glass-ceramics and composites containing aluminum borate whiskers. *Ceramics International*, 36(5), 1589-1596.
- 87. Lee, W. E. (2000). Refractories. w A. Kelly, C. Zweben (red.), *Comprehensive Composite Materials*. Elsevier.
- 88. Li, Z., Li, Z., Zhang, A., Zhu, Y. (2009a). Synergistic effect of α -Al₂O₃ and (NH₄)₃AlF₆ co-doped seed on phase transformation, microstructure, and mechanical

properties of nanocrystalline alumina abrasive. *Journal of Alloys and Compounds*, 476(1–2), 276-281.

- Li, Z., Li, Z., Zhang, A., Zhu, Y. (2009b). Synthesis and two-step sintering behavior of sol-gel derived nanocrystalline corundum abrasives. *Journal of the European Ceramic Society*, 29(8), 1337-1345.
- 90. Linke, B. (2016). Manufacturing and sustainability of bonding systems for grinding tools. *Production Engineering*, *10*(3), 265-276.
- Liu, J. H., Pei, Z. J., Fisher, G. R. (2007). Grinding wheels for manufacturing of silicon wafers : A literature review. *Journal of Machine Tools & Manufacture*, 47, 1-13.
- 92. Magham, H. S. R., Vijayaraghavan, L., Sankaran, S., & Arunachalam, N. (2020). Grindability studies of thermomechanically processed advanced high strength steel using sol-gel and fused alumina grain-based grinding wheels. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture.*
- 93. Malkin, S., Cook, N. H. (1971a). The Wear of Grinding Wheels. Part 1: attritious wear. *Journal of Engineering for Industry*, 93, 1120-1128.
- 94. Malkin, S., Cook, N. H. (1971b). The Wear of Grinding Wheels. Part 2: fracture wear. *Journal of Engineering for Industry*, *93*, 1129-1133.
- 95. Manfredini, T., Pellacanti, G. C., Rincon, J. M. (1997). *Glass-ceramic materials, fundmentals and applications*. Mucchi Editore, Modena.
- 96. Marinescu, I. D., Doi, T. K., Uhlmann, E. (2015). *Handbook of Ceramics Grinding and Polishing*. William Andrew Publishing.
- 97. Marinescu, I. D., Hitchiner, M. P., Uhlmann, E., Rowe, W. B., Inasaki, I. (red.). (2007). *Handbook of Machining with Grinding Wheels*. CRC Press.
- 98. Marinescu, I. D., Rowe, W. B., Dimitrov, B., Inasaki, I. (2004). *Tribology of Abrasive Machining Processes*. William Andrew Publishing.
- 99. Mastelaro, V. R., Zanotto, E. D. (1996). Residual stresses in a soda-lime-silica glass-ceramic. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 194, 297-304.
- Mayer, J., Engelhorn, R., Bot, R., Weirich, T., Herwartz, C., Klocke, F. (2006).
 Wear characteristics of second-phase-reinforced sol-gel corundum abrasives. *Acta Materialia*, 54(13), 3605-3615.
- 101. Mei, H., Wang, H., Ding, H., Zhang, N., Wang, Y., Xiao, S., Bai, Q., Cheng, L. (2014). Strength and toughness improvement in a C/SiC composite reinforced with slurry-prone SiC whiskers. *Ceramics International*, 40 (9 PART A), 14099-14104.

- 102. Miao, Q., Ding, W., Gu, Y., Xu, J. (2019). Comparative investigation on wear behavior of brown alumina and microcrystalline alumina abrasive wheels during creep feed grinding of different nickel-based superalloys. *Wear*, 426-427, 1624-1634.
- Möller, J., Schmelzer, J., Gutzow, I. (1998). Elastic stress effects on critical cluster shapes. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 240, 131-143.
- 104. Moseley, D., Briggs, K. A., Lewis, M. H. (1989). Interfacial cohesion in Vitreousbonded corundum grinding materials. *British Ceramic Transactions Nad Journal*, 80, 41-44.
- 105. Nadolny, K. (2012a). Podstawy budowy i eksploatacji modyfikowanych ściernic z ziarnami mikrokrystalicznego korundu spiekanego w procesach szlifowania otworów. Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Koszalińskiej.
- 106. Nadolny, K. (2012b). Wytwarzanie, właściwości i zastosowanie ziaren ściernych z mikrokrystalicznego korundu spiekanego. *Mechanik*, 10(85), 850-857.
- 107. Nadolny, K. (2015). Wear phenomena of grinding wheels with sol-gel alumina abrasive grains and glass-ceramic vitrified bond during internal cylindrical traverse grinding of 100Cr6 steel. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 77, 83-98.
- 108. Nadolny, K. (2019). Innowacyjne metody chłodzenia i smarowania w procesach szlifowania walcowych powierzchni wewnętrznych. Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Koszalińskiej.
- 109. Nakayama, K., Brecker, J., Shaw, M. C. (1971). Grinding Wheel Elasticity. *Journal* of Engineering for Industry, 93(2), 609-613.
- 110. Neimitz, A. (1998). Mechanika pękania. Wydawnictwo Naukowe PWN.
- 111. Niżankowski, C. (2013). Technologia i eksploatacja ściernic z korundów spiekanych stosowanych w procesach szlifowania płaszczyzn. Wydawnictwo Politechniki Krakowskiej.
- 112. Norton Saint-Gobain. (2014). Norton Vitrium3 White Paper. https://www.nortonabrasives.com/en-us/resources/expertise/norton-vitrium3-whitepaper
- 113. Oczoś, K., Porzycki, J. (1986). Szlifowanie podstawy i technika. WNT.
- Ojha, P. K., Rath, S. K., Sharma, S. K., Sudarshan, K., Pujari, P. K., Chongdar, T. K., Gokhale, N. M. (2015). Free volume of mixed cation borosilicate glass sealants

elucidated by positron annihilation lifetime spectroscopy and its correlation with glass properties. *Journal of Power Sources*, 273, 937-944.

- 115. Olszyna, A. R. (2004). *Twardość a kruchość tworzyw ceramicznych*. Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej.
- 116. Mordfin, L., Kerper, M. J. (1968). Strength Testing of Ceramics A Survey w Owens, J. S., Mardulier, F. J., Richmond, J. C., Bersch, C. S., Schneider, S. J., Kirby, R. K., Flynn, D. R., Wachtman, J. B., de Macedo, P. B., Spriggs, R. M., Hollox, G. E., Wiederhorn, S. M., Mordfin, L., Kerper, M. J.(red.) *Mechanical and Thermal Properties of Ceramics*, 243-262.
- 117. Pabst, W., Gregorová, E. (2014). Young's modulus of isotropic porous materials with spheroidal pores. *Journal of the European Ceramic Society*, 34(13), 3195-3207.
- 118. Pampuch, R. (1971). Podstawy inżynierii materiałów ceramicznych. PWN.
- 119. Pampuch, R. (1977). Zarys nauki o materiałach materiały ceramiczne. PWN.
- Peitl, O., Zanotto, E. D., Serbena, F. C., Hench, L. L. (2012). Compositional and microstructural design of highly bioactive P₂O₅-Na₂O-CaO-SiO₂ glass-ceramics. *Acta Biomaterialia*, 8, 321-332.
- Peng, S., Jinwen, H., Wenwei, W., Xuehang, W. (2013). Preparation of aluminum borate whiskers by the molten salt synthesis method. *Ceramics International*, *39*(6), 7263-7267.
- 122. Phani, K. K., Sanyal, D. (2008). The relations between the shear modulus, the bulk modulus and Young's modulus for porous isotropic ceramic materials. *Materials Science and Engineering A*, 490(1-2), 305-312.
- 123. Pinto, H., Ito, L., Crovace, M., Ferreira, E. B., Fauth, F., Wroblewski, T., Zanotto, E. D., Pyzalla, A. R. (2007). Surface and bulk residual stresses in Li₂O·2SiO₂ glass--ceramics. *Journal of Non-Crystalline Solids*, *353*, 2307-2317.
- 124. Popov, A. I. (2018). What is glass? Journal of Non-Crystalline Solids, 502, 249-250.
- 125. Rice, R. W. (1977). Microstructure Dependence of Mechanical Behavior of Ceramics. w Maccrone, R. K. (red.): *Treatise on materials and technology: Properties and microstructure*, (Vol. 11). ACADEMIC PRESS, INC.
- 126. Sadowski, T. (1997). *Analiza zagadnień pękania polikrystalicznych materiałów ceramicznych*. Wydawnictwa Uczelniane Politechniki Lubelskiej.

- 127. Sambell, R. A. J., Bowen, D. H., Phillips, D. C. (1972). Carbon fibre composites with ceramic and glass matrices. Part 1 Discontinuous fibres. *Journal of Materials Science*, 7, 663 – 675.
- 128. Sasmal, N., Garai, M., Molla, A. R., Tarafder, A., Singh, S. P., Karmakar, B. (2014). Effects of lanthanum oxide on the properties of barium-free alkaline-earth borosilicate sealant glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 387, 62-70.
- 129. Schmelzer, J. W. P., Potapov, O. V., Fokin, V. M., Muller, R., Reinsch, S. (2004). The effect of elastic stress and relaxation on crystal nucleation in lithium disilicate glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 333, 150-160.
- Selsing, J. (1961). Internal Stresses in Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 44, 419.
- Serbena, F. C., Soares, V. O., Peitl, O., Pinto, H., Muccillo, R., Zanotto, E. D. (2011). Internal Residual Stresses in Sintered and Commercial Low Expansion Li₂O-Al₂O₃-SiO₂ Glass-Ceramics. 94(4), 1206-1214.
- Serbena, F. C., Zanotto, E. D. (2012). Internal residual stresses in glass-ceramics: A review. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 358(6-7), 975-984.
- Sheldon, D. A., Lundberg, R. S., Li, X. (1996). Sol-Gel Alumina Abrasive Grinding Wheel with Improved Corner Holding (Patent No. 5573561).
- 134. Shi, J., He, F., Han, J., Xie, J., Mei, S., Jin, M. (2016). Influence of Al₂O₃ on the structure and the physical properties of low-temperature ceramic vitrified bond. *Materials Science and Engineering A*, 673, 587-594.
- 135. Shi, J., He, F., Xie, J., Liu, X., Yang, H. (2019). Effect of heat treatments on the Li₂O-Al₂O₃-SiO₂-B₂O₃-BaO glass-ceramic bond and the glass-ceramic bond cBN grinding tools. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 78, 201-209.
- 136. Słowiński, B. (2004). Systemowa ocena jakości ściernic ceramicznych.Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Koszalińskiej.
- 137. Smedskjaer, M. M., Youngman, R. E., Mauro, J. C. (2013). Impact of ZnO on the structure and properties of sodium aluminosilicate glasses: Comparison with alkaline earth oxides. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 381, 58-64.
- 138. Stetiu, G., Lal, G. K. (1974). Wear of grinding wheels. Wear, 30, 229-236.
- 139. Stookey, S. D. (1958). History of the Development of Pyroceram. *Research Management*, 1(3), 155-163.
- 140. Strand, Z. (1986). Glass-ceramic materials. Elsevier.

- 141. Szymański, A. (1971). Mineralogiczno-petralogiczna analiza wiązania elektrokorundowej ściernicy ceramicznej. *Ceramika*, *15*(83).
- 142. Szymański, A. (1997). Mineralogia techniczna. Wydawnictwo Naukowe PWN.
- Telle, R. (2015). Properties of Ceramics. w Handbook of Ceramics Grinding and Polishing (Second Edition), 1-49. Elsevier Inc.
- 144. Valenti, A., Petrovič, P., Drofenik, M. (1992). Glass-ceramic bonding in alumina/CBN abrasive systems. *Journal of Materials Science*, 27(15), 4145-4150.
- Wang, J., Ning, G., Lin, Y. (2008). Chemical synthesis of Al₁₈B₄O₃₃ whiskers via a combustion method. *Materials Letters*, 62(16), 2447-2449.
- 146. Wang, J., Sha, J., Yang, Q., Wang, Y., Yang, D. (2005). Synthesis of aluminium borate nanowires by sol-gel method. *Materials Research Bulletin*, 40(9), 1551-1557.
- 147. Wang, P., Li, Z., Zhu, Y. (2008). Effect of CaO on the surface morphology and strength of water soaked Na₂O-B₂O₃-Al₂O₃-SiO₂ vitrified bond. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 354(26), 3019-3024.
- 148. Wang, S. F., Hsu, Y. F., Cheng, C. S., Hsieh, Y. C. (2013). SiO₂-Al₂O₃-Y₂O₃-ZnO glass sealants for intermediate temperature solid oxide fuel cell applications. *International Journal of Hydrogen Energy*, 38(34), 14779-14790.
- Webster, J., Tricard, M. (2004). Innovations in Abrasive Products for Precision Grinding. CIRP Annals - Manufacturing Technology, 53(2), 597-617.
- 150. Węgrzyk, S., Herman, D., & Pancielejko, M. (2022). High-strength glass-ceramic from ZABS system modified with transition metal oxide. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 582
- 151. Weigel, C., Le Losq, C., Vialla, R., Dupas, C., Clément, S., Neuville, D. R., Rufflé, B. (2016). Elastic moduli of XAlSiO₄ aluminosilicate glasses: Effects of charge-balancing cations. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 447, 267-272.
- 152. Wood, W. P., Monroe, L. P., Conwell, S. L. (1989). Abrasive grits formed of ceramic containing oxides of aluminum and rare earth metal, method of making and products made therewith United States Patent (Patent No. 4,881,951).
- 153. Woźniak, K. (2022). Materiały ścierne i polerskie. Wydawnictwo Naukowe PWN.
- 154. Wu, T. Te. (1966). The effect of inclusion shape on the elastic moduli of a twophase material. *International Journal of Solids and Structures*, 2(1), 1-8.

- 155. Xia, P., Jiang, R., Li, Z., Zhu, Y., Zhai, C., Feng, D., Sun, P. (2014). Effect of Y₂O₃ on the properties of vitrified bond and vitrified diamond composites. *Composites Part B: Engineering*, 67, 515 520.
- 156. Yin, Y., Fang, J., Qin, Z., Liu, K., Yang, R. (2018). Toughening effect and mechanical behaviour of SiC@SiO₂ whisker-reinforced vitrified diamond composites. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 71, 190 – 197.
- 157. Zhang, L. C., Suto, T., Noguchi, H., Waida, T. (1993). Applied mechanics in grinding part II: Modelling of elastic modulus of wheels and interface forces. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 33(2), 245 – 255.
- Zhao, B., Li, Z., Zhu, Y. (2013). Effect of polycrystalline mullite fibers on the properties of vitrified bond and vitrified CBN composites. *Ceramics International*, 39(3), 2863–2868.
- 159. Zhou, M., Sui, Y., Jiang, Y. (2020). Growth behavior of aluminum borate whiskers on zirconia toughened alumina (ZTA) particle surface. *Ceramics International*, 46(7), 8839 – 8844.

Spis rysunków

Rys. 1.	Ziarna ścierne elektrokorundu szlachetnego (Jackson i Hitchiner, 2013)17							
Rys. 2.	Ziarna ścierne elektrokorundu zwykłego (a) i półszlachetnego (b)18							
Rys. 3.	Schemat procesu wytwarzania ziaren ściernych z tlenku glinu metodą zol-żel (Nadolny, 2012a)							
Rys. 4.	Porównanie mikrostruktury ziarna Al_2O_3 otrzymanego metodą zol-żel (a) (Korn, 2011) oraz ziarna elektrokorundu szlachetnego (b) (Lee, 2000)21							
Rys. 5.	Wpływ rozmiaru krystalitów na twardość ziaren Al ₂ O ₃ (Webster i Tricard, 2004) 21							
Rys. 6.	Przebieg krzywych nukleacji K_v i wzrostu kryształów K_g w funkcji temperatury – opracowanie na podstawie (Casasola <i>et al.</i> , 2012)							
Rys. 7.	Schemat krystalizacji szkła na drodze krystalizacji objętościowej oraz spiekania proszku szklanego (Casasola <i>et al.</i> , 2012)							
Rys. 8.	Szlifowanie z udziałem spoiwa (a) i bez udziału spoiwa (b) (Norton Saint-Gobain, 2014)							
Rys. 9.	Sposoby obciążenia materiału: typ I – rozwieranie pęknięcia, typ II – wzdłużne ścinanie, typ III – ścinanie poprzeczne (German, 2018)							
Rys. 10.	Schemat rozciąganego pasma sprężystego z otworem eliptycznym (German, 2018)31							
Rys. 11.	Bilans energetyczny propagacji pęknięcia wg Griffitha (Olszyna, 2004)34							
Rys. 12.	Schemat pękania transkrystalicznego (a) oraz międzykrystalicznego (b) (Neimitz, 1998)							
Rys. 13.	Główne scenariusze pęknięć wywnioskowane z obserwacji SEM bocznej strony próbki po kontrolowanej propagacji pęknięcia oraz powierzchni pęknięcia po zniszczeniu: a) pęknięcie przecinające mostek szklany, b) pęknięcie przecinające ziarno oblepione spoiwem, c) pęknięcie przecinające różne ziarna oblepione spoiwem (Alliche i Le Bourhis, 2000)							
Rys. 14.	Schematyczny przebieg pęknięć w przypadku, gdy (a) rozszerzalność cieplna inkluzji α_p jest wyższa od rozszerzalności cieplnej matrycy α_m lub (b) rozszerzalność cieplna inkluzji α_p jest niższa niż w przypadku matrycy α_m (Serbena i Zanotto, 2012) 							
Rys. 15.	Porównanie sposobu propagacji pęknięcia w mostku szklanym (a) i szklanokrystalicznym (b) oraz odpowiadające im widoki mikroskopowe (c, d) (Nadolny, 2012a na podstawie materiałów D. Herman)40							
Rys. 16.	Mechanizm wzmocnienia mostkowego przez wytrzymałe ziarna (Olszyna, 2004)40							
Rys. 17.	Schemat przedstawiający mechanizmy wzmacniające występujące w kompozytach ceramicznych zbrojonych wiskerami (Bengisu, 2001)							
Rys. 18.	Różne stany włókien wzmacniających mostki szklane w ściernicy z CBN: wyciągnięte włókno (a), zerwane włókno (b), mostkujące włókno oblepione szkłem (c), włókno mostkujące (d) (Zhao <i>et al.</i> , 2013)44							
Rys. 19.	Widoki mikroskopowe kompozytów diamentowych o spoiwie szklanym z różną zawartością wiskerów SiCw@SiO ₂ : 2% wag (a-b), 4% wag (c-e) (Yin <i>et al.</i> , 2018).44							
Rys. 20.	Model ściernicy ceramicznej jako porowatego kompozytu (Słowiński, 2004)45							
Rys. 21. Model	ściernicy	jako	materiału	dwufazowego:	układ	równoległy	(a),	układ
----------------	-------------	--------	-----------	--------------	-------	------------	------	-------
szerego	wy (b) (Sło	owińsk	ti, 2004)					46

- Rys. 25. Schemat mechanizmu zużycia ściernic ceramicznych: a) zużycie ścierne ziaren, b) zużycie wytrzymałościowe ziaren, c) pękanie mostków spoiwa (Liu *et al.*, 2007)...51

- Rys. 31. Obrazy SEM powierzchni ziaren ściernych po testach skrawania pojedynczym ziarnem: a) elektrokorund szlachetny, b) mikrokrystaliczny tlenek glinu (Klocke *et al.*, 2002)......60
- Rys. 33. Obrazy SEM zużytej czynnej powierzchni ściernicy z zaznaczoną powierzchnią wygładzonych ziaren: a) ściernica elektrokorundowa, b) ściernica SG (Godino *et al.*, 2018) 63
- Rys. 34. Identyfikacja analizowanych stref na zużytych ściernicach elektrokorundowych (a) i SG (b). A – spoiwo; B – ziarno ścierne, C i D – zalepienia (Godino *et al.*, 2018).63
- Rys. 35. Schemat badań eksperymentalnych......70
- Rys. 36. a) Schemat równowagi fazowej Al₂O₃ B₂O₃ (Gielisse i Foster, 1962), b) komórka elementarna Al₁₈B₄O₃₃, c) komórka elementarna Al₄B₂O₉ (Hoffmann *et al.*, 2016).72

Rys. 37.	Kształty próbek do badań: wytrzymałości mechanicznej na rozciąganie (a), modułu Younga <i>E</i> (b), badań właściwości eksploatacyjnych (c)73
Rys. 38.	Pęknięta próbka po badaniu DCT (a), schemat rozkładu naprężeń w próbce (Dai et al., 2019) (b)
Rys. 39.	Zmiana konturu próbki badanego spoiwa na podłożu z ziarna Cubitron80
Rys. 40.	Zmiana konturu próbki badanego spoiwa na podłożu z ziarna elektrokorundu szlachetnego 99A
Rys. 41.	Zestawienie wyników badań DCT próbek ściernic o różnym udziale prekursora wiskerów
Rys. 42.	Porównanie przebiegu krzywej naprężenie-odkształcenie próbki C0 z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym oraz próbki C35 ze spoiwem szklanokrystalicznym modyfikowanym wiskerami
Rys. 43.	Dyfraktogramy badanych próbek ściernic: seria A z ziarnem elektrokorundowym 99A (a), seria C z ziarnem Cubitron (b)
Rys. 44.	Obrazy mikroskopowe przełomów próbek ściernic: A0 (a), A35 (b), C0 (c), C35 (d)
Rys. 45.	Obrazy mikroskopowe próbek po wytrawieniu fazy amorficznej: A0 (a), A10 (b), C0 (c), C35 (d), wiskery wygenerowane w próbce A10 (e), wiskery wygenerowane w próbce C35 (f)
Rys. 46.	Budowa granicy złącza ziarno-spoiwo w próbkach z podstawowym spoiwem szklanokrystalicznym: próbka A0 (a), próbka C0 (b)
Rys. 47.	Wyniki analizy EDS obszaru złącza ziarno-spoiwo w badanych próbkach ściernic: a) obraz mikroskopowy strefy złącza w próbce A0, b) wyniki analizy składu pierwiastków dla zaznaczonych punktów z rysunku 47a, c) obraz mikroskopowy strefy złącza w próbce C0, d) wyniki analizy składu pierwiastków dla zaznaczonych punktów z rysunku 47c
Rys. 48.	Budowa granicy złącza ziarno-spoiwo w próbkach modyfikowanych A35 (a-b) i C35 (c-d) oraz morfologia powierzchni wiskera w próce A35 (e) i w próce C35 (f)90
Rys. 49.	Obszar mikroanalizy EDS przekroju wiskera w próbce A35 (a) oraz fazy na powierzchni wiskera w próbce C35 (b)91
Rys. 50.	Analiza WDS badanych próbek ściernic: a) zgład próbki A0, b) wyniki analizy WDS dla zaznaczonych punktów z rys. 50a, c) zgład próbki A35, d) wyniki analizy WDS dla zaznaczonych punktów z rys.50c, e) zgład próbki C0, f) wyniki analizy WDS dla zaznaczonych punktów z rys. 50e, g) zgład próbki C35, h) wyniki analizy WDS dla zaznaczonych punktów z rys. 50g
Rys. 51.	Ścieżki propagacji pęknięć w próbkach ściernic ze spoiwem szklanokrystalicznym: próbka A0 (a), próbka C0 (b)95
Rys. 52.	Ścieżki propagacji pęknięć w próbce A35: pęknięcie wzdłuż interfejsu gahnit-ziarno ścierne (a), ścieżka pęknięcia świadcząca o zachodzeniu mechanizmów podwyższających energię pękania: wyciąganie wiskerów, odchylanie i rozgałęzianie pęknięć (b)
Rys. 53.	Ścieżki propagacji pęknięć w próbce C35: propagacja pęknięcia wzdłuż wiskerów (a), pęknięcie omijające wiskery (b)
Rys. 54.	Wyniki badań modułu Younga ściernic z tlenku glinu metodą rezonansową 100

Rys. 55. Wyniki badań modułu Younga ściernic z ziarnem Cubitron #80101
Rys. 56. Zmiany wartości przyrostu mocy szlifowania ΔP dla badanych narzędzi na bazie ziarna Cubitron #80
Rys. 57. Wartości wskaźnika szlifowania <i>G</i> badanych narzędzi ściernych na bazie ziarna Cubitron #46 z różnym udziałem prekursora wiskerów
Rys. 58. Zmiany wartości średniego arytmetycznego odchylenia profilu chropowatości <i>Ra</i> powierzchni obrobionej ściernicami o charakterystyce G7107
Rys. 59. Zmiany wartości średniego arytmetycznego odchylenia profilu chropowatości <i>Ra</i> powierzchni obrobionej ściernicami o charakterystyce I7
Rys. 60. Zmiany wartości średniego arytmetycznego odchylenia profilu chropowatości <i>Ra</i> powierzchni obrobionej ściernicami o charakterystyce K7108
Rys. 61. Wartość średnia Ra_{sr} powierzchni przedmiotów obrobionych ściernicami na bazie ziarna Cubitron 46 o różnym udziale prekursora wiskerów wraz z odchyleniem standardowym σ
Rys. 62. Zmiany wartości przyrostu mocy szlifowania ⊿P dla ściernic G7 o różnym udziale prekursora wiskerów
Rys. 63. Zmiany wartości przyrostu mocy szlifowania ΔP dla ściernic I7 o różnym udziale prekursora wiskerów
Rys. 64. Zmiany wartości przyrostu mocy szlifowania ⊿P dla ściernic K7 o różnym udziale prekursora wiskerów
Rys. 65. Wartości wskaźnika szlifowania <i>G</i> obliczone na podstawie danych zarejestrowanych po przeszlifowaniu pierwszych 5. pierścieni (dla ściernicy 4617-40 uwzględniono dane z 4 procesów szlifowania)
Rys. 66. Wartości <i>Ra</i> powierzchni szlifowanej kolejnych przedmiotów obrabianych ściernicami 46K7-0 oraz 46G7-30
Rys. 67. Mostek spoiwa w ściernicy bez wiskerów 46K7-0 (a) i w ściernicy z wiskerami 46G7-30 (b)
Rys. 68. Obrazy mikroskopowe czynnej powierzchni ściernicy bez wiskerów 46K7-0 (a, c) oraz zbrojonej wiskerami glinoborowymi 46G7-30 (b, d) po procesie szlifowania powierzchni wewnętrznych pierścieni łożysk tocznych ze stali 100Cr6115
Rys. 69. Profile okrągłości ściernic po procesie szlifowania: 46K7-0 (a), 46G7-30 (b) 117
Rys. 70. Obrazy mikroskopowe CPS po procesie szlifowania: ściernica bez wiskerów (a, c), ściernica zbrojona wiskerami (b, d)
Rys. 71. Obraz mikroskopowy ziarna Cubitron zużytego na skutek zużycia wytrzymałościowego w ściernicy 46K7-0 (a), wyniki analizy składu pierwiastków wykonanych metodą EDS na CPS dla zaznaczonego obszaru z rysunku 71a (b)119
Rys. 72. Zarejestrowane obrazy mikroskopowe CPS ściernicy 46K7-0 ilustrujące zużycie powierzchni ziarna ściernego na skutek zużycia ściernego i plastycznego płynięcia 119
Rys. 73. Obraz mikroskopowy ziarna Cubitron zużytego na skutek zużycia ściernego i plastycznego płynięcia w ściernicy 46K7-0 (a), wyniki analizy składu pierwiastków wykonanych metodą EDS na CPS dla zaznaczonych obszarów z rysunku 73a (b). 120

Spis tabel

Tab. 1.	Charakterystyka badanych materiałów (Kminikowska et al., 2023)72
Tab. 2.	Wykaz skróconych nazw badanych próbek ściernic81
Tab. 3.	Zawartość poszczególnych faz krystalicznych w badanych próbkach [%wag.]; NW – nie wykryto; *lub związek o zbliżonym składzie chemicznym
Tab. 4.	Wyniki analizy EDS składu pierwiastkowego w mikroobszarach wiskerów wygenerowanych w próbce A35 i C35 zgodnie z punktami zaznaczonymi na rysunku 4991
Tab. 5.	Wykaz skróconych oznaczeń badanych narzędzi ściernych na bazie ziarna Cubitron #80101
Tab. 6.	Okres trwałości ściernic T oraz wskaźnik szlifowania G ściernic z ziarnem Cubirton #80102
Tab. 7.	Oznaczenie badanych narzędzi ściernych na bazie ziarna Cubitron #46104
Tab. 8.	Okres trwałości (liczba przeszlifowanych pierścieni) ściernic na bazie ziarna Cubitron #46