



**UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI PADOVA**

**FACOLTA' DI INGEGNERIA  
DIPARTIMENTO DI TECNICA E GESTIONE DEI SISTEMI INDUSTRIALI**

**TESI DI LAUREA TRIENNALE IN INGEGNERIA MECCANICA  
MECCATRONICA: CURRICULUM MECCANICO**

**MATERIALI CERAMICI PER UTENSILI DA  
TAGLIO**

Relatore: Prof. Enrico Bernardo

Laureando: Rasia Gabriele

Anno Accademico 2014-2015







# Indice

<b>Introduzione.....</b>	<b>1</b>
<b>1. Analisi generale sul taglio.....</b>	<b>2</b>
1.1 Usura.....	2
1.1.1. Labbro di usura.....	2
1.1.2. Cratere di usura.....	3
1.1.3. Scheggiatura.....	3
1.1.4. Tagliante di riporto.....	3
1.1.5. Monitoraggio diretto.....	4
1.1.6. Monitoraggio indiretto.....	4
1.2. Finitura e integrità superficiali.....	4
1.3. Lavorabilità per asportazione.....	5
1.3.1. Lavorabilità per asportazione degli acciai.....	5
1.3.2. Lavorabilità per asportazione di altri metalli.....	6
1.3.3. Lavorabilità per asportazione di altri materiali.....	6
1.4. Materiali per utensili da taglio.....	7
1.5. Tornitura.....	8
1.5.1. Lavorazioni di tornitura.....	8
1.5.2. Tornio.....	9
1.5.3. Utensili per la tornitura e scelta.....	10
<b>2. Sviluppo storico e proprietà dei materiali ceramici.....</b>	<b>11</b>
2.1. Sviluppo storico dei materiali ceramici.....	11
2.2. Composizione e proprietà dei ceramici.....	11
2.3. Legami chimici.....	12
2.4. Struttura cristallina.....	13
2.5. Non conduttività.....	15
2.6. Fragilità.....	16
2.7. Trasformazione in polvere.....	17
2.8. Presentazione di alcuni materiali ceramici.....	18
2.8.1. Allumina.....	18
2.8.2. Nitruro di silicio.....	18
2.8.3. Allumina-carburo di titanio.....	18

2.8.4. Ceramici rinforzati con whiskers.....	19
2.8.5. Cell-Fiber.....	19
2.8.6. Rivestimenti.....	19
<b>3. Utensili ceramici con matrice a base di allumina.....</b>	<b>21</b>
3.1. Taglio di utensili di allumina pura.....	22
3.2. Compositi a base di allumina.....	22
3.2.1. $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{TiC-Co}$ .....	23
3.2.2. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiCN}$ .....	23
3.2.3. Whiskers $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiC}$ .....	24
3.2.4. $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{TiCN} / \text{Y}_2\text{O}_3$ .....	25
3.2.5. $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2$ .....	25
3.2.6. $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiB}$ .....	26
3.2.7. $\text{Al}_2\text{O}_3/ \text{TiB}_2/\text{SiCw}$ .....	27
3.3. Produzione e proprietà di alcuni utensili da taglio in ceramico con matrice di allumina.....	27
3.3.1. Fabbricazione e proprietà di un composito a base di $\text{Al}_2\text{O}_3$ e di TiC.....	27
3.3.1.1. Procedure sperimentali.....	29
3.3.1.2. Microstruttura.....	29
3.3.1.3. Proprietà meccaniche.....	30
3.3.1.4. Meccanismo di tempra.....	30
3.3.1.5. Prestazioni di taglio.....	31
3.3.2. Proprietà meccaniche dell' $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiC} - \text{TiN}$ .....	33
3.3.2.1. Gli effetti del contenuto di TiN sulle proprietà meccaniche.....	34
3.3.2.2. Gli effetti della temperatura di sinterizzazione sulle proprietà meccaniche... ..	36
3.3.2.3. Effetti della durata di sinterizzazione sulle proprietà meccaniche.....	38
3.3.3. Proprietà meccaniche dell' $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$ alle alte temperature.....	39
3.3.3.1. Effetti del cobalto sulle proprietà meccaniche e microstruttura.....	39
3.3.3.2. Resistenza alla flessione e tenacità alle alte temperature.....	43
<b>4. Produzione e proprietà di altri utensili in ceramico avanzato.....</b>	<b>45</b>
4.1. Microstruttura e proprietà meccaniche del $\text{TiB}_2 - \text{SiC}$ prodotto tramite pressatura a caldo... ..	45
4.1.1. Microstruttura e proprietà meccaniche a temperatura ambiente.....	46

4.1.2.	Resistenza ad alta temperatura e alla flessione.....	48
4.2.	Effetti degli additivi $Al_2O_3$ e NbC sulle proprietà microstrutturali e meccaniche degli utensili in $TiB_2$ -TiC.....	51
4.2.1.	Microstruttura.....	52
4.2.2.	Proprietà meccaniche.....	53
4.3.	Sviluppo di un utensile da taglio in ossido di ittrio.....	56
4.4.	Studio sullo sviluppo di un utensile in ceramico composito in $ZrO_2 / (W, Ti) C$ e la sua capacità di taglio.....	59
4.4.1.	L'effetto del $(W, Ti) C$ sulle dimensioni del grano.....	61
4.4.2.	L'effetto di $(W, Ti) C$ sulla transizione di fase dei nuovi materiali ceramici.....	62
4.4.3.	Proprietà meccaniche.....	62
4.4.4.	Resistenza all'usura nella lavorazione.....	64
5.	<b>Utensili in ceramico innovativo</b> .....	65
5.1.	SiAlON.....	65
5.1.1.	Produzione del SiAlON dalle scorie di alluminio.....	65
5.1.1.1.	Effetti delle composizioni delle materie prime.....	66
5.1.1.2.	Effetti della temperatura di sintesi e tempo di mantenimento.....	66
5.1.1.3.	Analisi della superficie di frattura.....	68
5.1.1.4.	Discussione del meccanismo di reazione.....	68
5.1.2.	Fabbricazione di SiAlON e $Si_3N_4$ nano-compositi tramite la tecnica stampaggio a caldo.....	70
5.1.2.1.	Proprietà meccaniche e microstruttura.....	71
5.1.2.1.1.	Effetto del rapporto di spessore.....	71
5.1.2.1.2.	Effetto della temperatura di sinterizzazione.....	73
5.1.2.1.3.	Effetto del tempo di mantenimento.....	75
5.1.2.2.	Meccanismi di tenacizzazione e di rafforzamento.....	78
5.1.3.	Realizzazione di polveri miste di $\alpha/\beta$ -SiAlON attraverso una sintesi di combustione assistita con Sali.....	79
5.1.3.1.	Risultati e discussione.....	80
5.2.	Nitruro di Boro Cubico.....	85
5.2.1.	Rivestimenti CBN sugli utensili da taglio.....	85
5.2.1.1.	Rivestimenti in CBN su silicio e substrati di carburo cementato.....	86

5.2.1.2.	Comportamento all'usura.....	87
5.2.1.3.	Taglio ad alta velocità.....	90
5.2.1.4.	Lavorazione di acciai temprati.....	90
<b>6.</b>	<b>Confronto fra utensili da taglio metallici e ceramici.....</b>	<b>93</b>
6.1.	Utensili metallici.....	93
6.1.1.	Acciai non legati.....	93
6.1.2.	Acciai speciali.....	93
6.1.3.	Acciai autotempranti.....	93
6.1.4.	Acciai rapidi.....	93
6.1.5.	Stelliti.....	94
6.1.6.	Utensili in placchette di carburi.....	94
6.2.	Confronto delle proprietà.....	94
<b>7.</b>	<b>Conclusioni.....</b>	<b>99</b>
	<b>Bibliografia.....</b>	<b>101</b>







## ***Introduzione***

*Molti tipi di materiali per utensili, sono utilizzati come strumenti da taglio, quindi è importante essere consapevoli del fatto che esistono differenze tra loro, quali sono queste differenze, e la corretta applicazione per ciascun tipo di materiale. Lo strumento migliore è quello che è stato scelto con cura per ottenere un lavoro fatto rapidamente, efficientemente, ed economicamente. Per produrre componenti di qualità gli utensili da taglio devono avere durezza, tenacità e resistenza all'usura. In questo elaborato vengono analizzate le caratteristiche, gli usi e le potenzialità degli inserti ceramici per il taglio che vengono sempre più utilizzati nelle lavorazioni. Negli ultimi anni c'è stato un incremento nell'uso di materiali ceramici per utensili con una ricerca delle caratteristiche migliori, tuttavia a seconda del tipo di materiale usato cambiano sì le proprietà dell'inserto e ciò che può tagliare ma allo stesso tempo cambiano anche i costi: maggiori prestazioni implicano spese più elevate. Vengono analizzati quindi sia i materiali ceramici comuni per il taglio di materiali con attenzione alla produzione, proprietà e usi, sia materiali ceramici più avanzati come il SiAlON per usi più specifici e prestazionali. Dopo questa trattazione verranno analizzate soluzioni metalliche per poi confrontarle con quelle dei ceramici studiate in precedenza per visualizzare quale materiale sia migliore a seconda dei casi di utilizzo e del materiale da lavorare (tenero o duro, ferroso oppure no) e quindi trovare l'inserto specifico e migliore per ogni caso analizzato per ottenere le migliori prestazioni. Viene inoltre analizzato in maniera generale il taglio con utensili e le varie problematiche che possono sorgere come l'usura dell'inserto. Inoltre verrà fatto un accenno alla tornitura e al tornio dal momento che la maggior parte degli utensili analizzati sono inserti per questa particolare tipologia di lavorazione.*

# Capitolo 1

---

## 1. Analisi generale sul taglio

Le lavorazioni con utensili da taglio sono operazioni di asportazione di materiale attraverso l'uso di utensili a uno o più taglienti. Questi processi sono consigliati o si rendono necessari per ottenere maggiore accuratezza dimensionale, avere caratteristiche geometriche interne ed esterne che non possono essere prodotte mediante deformazione (spigoli vivi, filettature interne...), attuare operazioni aggiuntive di finitura su pezzi trattati termicamente (correzione di eventuali distorsioni geometriche e modifiche superficiali), ottenere caratteristiche geometriche della superficie o tessiture particolari che non possono essere realizzate con altri metodi e, inoltre, queste lavorazioni possono rappresentare il metodo più economico per produrre un componente rispetto ad altri processi in particolare se il numero di pezzi è contenuto. Tuttavia ci sono anche delle limitazioni dovute a un utilizzo meno efficiente del materiale (richiesta maggiore energia e manodopera), richiede più tempo rispetto ad altri processi e se le lavorazioni per asportazione non sono effettuate correttamente possono avere effetti negativi sull'integrità superficiale del prodotto.

### 1.1 Usura

Gli utensili da taglio sono soggetti a forze, temperature elevate e a sfregamento che inducono l'usura degli strumenti. L'usura degli utensili è uno degli aspetti più importanti nel taglio ed è influenzata da diversi fattori, compresi i materiali dell'utensile e del pezzo da lavorare (proprietà fisiche, meccaniche e chimiche), la geometria dell'utensile, i fluidi lubrificanti (se impiegati) e i parametri di processo come la velocità di taglio, l'avanzamento e la profondità di passata. Le varie zone di usura sono identificate come labbro di usura, cratere di usura e scheggiatura del tagliente. L'usura è in genere un processo graduale mentre la scheggiatura dell'utensile solitamente è improvvisa e porta rapidamente al cedimento dello strumento. Oltre a questi fattori si possono presentare deformazioni plastiche dell'utensile in particolare quando è esposto a temperature elevate e inizia a perdere resistenza e durezza. Tutti queste alterazioni dell'utensile vanno a modificare il profilo del tagliente con conseguente influenza sui risultati della lavorazione.

#### 1.1.1 Labbro di usura

Si forma sul fianco dell'utensile e in genere è attribuito a:

- Sfregamento dell'utensile sulla superficie lavorata, con conseguente usura adesiva e/o abrasiva in funzione dei materiali coinvolti;

- Innalzamento della temperatura che comporta effetti negativi sulle proprietà dell'utensile.

### 1.1.2 Cratere di usura

È causato dagli stessi fattori che danno luogo al labbro di usura sul fianco dell'utensile, tuttavia è dovuto soprattutto alla temperatura e all'affinità chimica tra utensile e pezzo poiché il petto dell'utensile, dove si forma il cratere, è il punto più soggetto a tensioni e temperature elevate e a sfregamento con il truciolo a velocità relativamente alte.

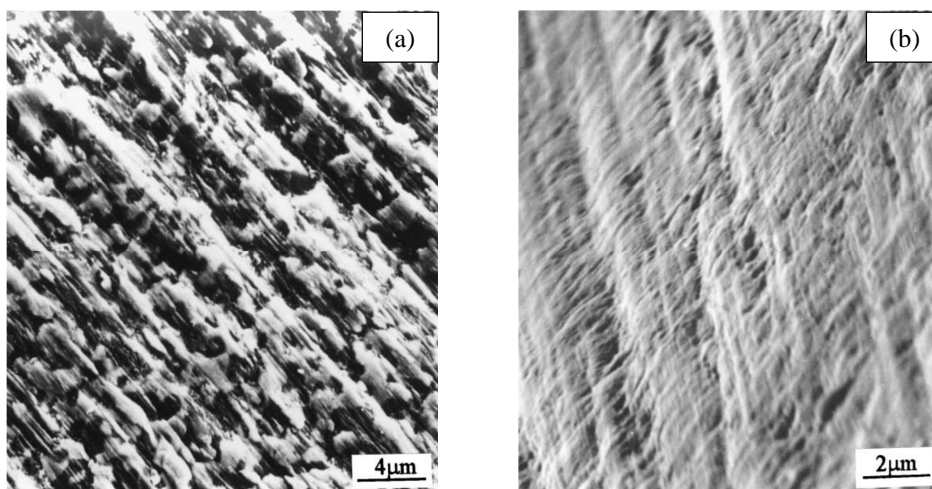


Figura 1.1: cratere di usura (a) e usura sul fianco (b)

### 1.1.3 Scheggiatura

È un fenomeno che produce una perdita improvvisa di materiale dall'utensile dovuta a urto meccanico e fatica termica. La scheggiatura a urto meccanico può verificarsi in una zona dell'utensile in cui è già presente una cricca o un difetto. La scheggiatura può essere anche facilitata da angoli di spoglia fortemente positivi, a causa dell'angolo di taglio ridotto della punta dell'utensile, e dal cratere di usura che assottiglia la punta dell'utensile e la indebolisce. Le microfessurazioni termiche, in genere perpendicolari al tagliente, sono di solito causate dai cicli termici a cui è soggetto l'utensile.

### 1.1.4 Tagliente di riporto

Il tagliente di riporto si può formare sulla punta dell'utensile durante la lavorazione e consiste in strati di materiale incrudito che si depositano gradualmente sulla punta dell'utensile. Esso a un certo punto diventa instabile e si rompe e la parte superiore del tagliente viene trascinata dal truciolo sul petto dell'utensile mentre la parte inferiore viene depositata in modo casuale

# Capitolo 1

---

sul pezzo lavorato andando a minarne l'integrità e la finitura superficiale. Con il largo uso di macchine utensili a controllo numerico e lavorazioni fortemente automatizzate, le prestazioni degli utensili da taglio è divenuta di grande importanza poiché le macchine, lavorando in modo autonomo, una volta programmate richiedono una minima supervisione diretta. Si rende quindi necessario un monitoraggio dello stato dell'utensile che può essere diretto e indiretto.

## 1.1.5 Monitoraggio diretto

Metodo che comprende la misurazione ottica periodica dell'usura attraverso anche tecniche tradizionali come l'osservazione con un microscopio da officina. Tuttavia questo comporta un arresto della lavorazione e quindi sono stati ideati nuovi sistemi di visione artificiale per effettuare il controllo a bordo macchina.

## 1.1.6 Monitoraggio indiretto

Metodo che prevede la correlazione dello stato dell'utensile con alcune variabili di processo (forza, potenza, innalzamento della temperatura, finitura superficiale e vibrazione) attraverso l'uso di trasduttori oppure di un'emissione acustica per visualizzare eventuali variazioni.

## 1.2 Finitura e integrità superficiali

La finitura superficiale influenza sia l'accuratezza dimensionale dei pezzi lavorati sia le loro proprietà, soprattutto la resistenza a fatica. La finitura superficiale descrive la geometria della superficie mentre l'integrità superficiale le sue proprietà, come la durata a fatica, la resistenza a corrosione fortemente influenzate dalle condizioni dello stato esterno. Quest'ultima è influenzata da diversi fattori:

- Temperature generate durante la lavorazione;
- Tensioni residue;
- Trasformazioni metallurgiche;
- Deformazioni plastiche, strappi e cricche superficiali.

Un altro aspetto che condiziona molto la superficie del pezzo nelle lavorazioni per asportazione è la presenza del tagliente di riporto (BUE: built-up edge) che si può formare sulla punta dell'utensile durante la lavorazione. Esso è formato da strati di materiale del pezzo lavorato che si depositano sull'utensile. Questo fenomeno può essere positivo se il tagliente di riporto è stabile, sottile e funge da protezione all'utensile stesso mentre è negativo quando, a causa dell'incrudimento e della stratificazione successiva di materiale, aumenta notevolmente

la sua durezza e va ad aumentare il raggio di raccordo del tagliente dell'utensile provocando una scarsa finitura superficiale e inoltre va a influire negativamente sull'integrità superficiale del pezzo. Gli utensili in materiale ceramico e in diamante solitamente producono una migliore finitura superficiale poiché hanno la tendenza a non sviluppare il tagliente di riporto. Se l'utensile utilizzato non è accuratamente affilato si possono verificare sfregamenti con il pezzo lavorato senza avere asportazione di materiale e quindi formazione di truciolo che danno luogo a un innalzamento di temperatura all'interfaccia pezzo-utensile per attrito causando tensioni residue che comportano difetti, strappi e cricche. Per avere una lavorazione ottimale è opportuno avere sempre una profondità di passata maggiore del raggio del tagliente. In una lavorazione per tornitura, ad esempio, si possono avere delle rugosità  $Ra$  che tipicamente variano tra valori di  $0,4\div 6,3\ \mu\text{m}$  e meno frequentemente tra  $0,05$  e  $25\ \mu\text{m}$ .

### 1.3 Lavorabilità per asportazione

La lavorabilità per asportazione è una proprietà del materiale che viene definita da finitura e integrità superficiali del pezzo lavorato, durata dell'utensile, forza e potenza richieste per eseguire l'operazione (se basse migliore lavorabilità) e tipologia di truciolo ottenuto (continuo, con tagliente di riporto, segmentato o discontinuo).

#### 1.3.1 Lavorabilità per asportazione degli acciai

Gli acciai sono i materiali ingegneristici più usati e quindi più studiati, la loro lavorabilità è stata molto migliorata soprattutto legandoli con il piombo e lo zolfo per ottenere acciai automatici e acciai lavorabili ad alta velocità (FMS, free-machining steels). La presenza di altri elementi negli acciai può avere effetti sia negativi che positivi sulla lavorabilità:

- L'alluminio e il silicio si combinano con l'ossigeno formando ossidi e silicati, composti duri e abrasivi, che all'interno dell'acciaio ne aumentano l'usura.
- A seconda della sua percentuale il carbonio ha effetti diversi sulla lavorabilità: all'aumentare del contenuto di carbonio nell'acciaio la lavorabilità diminuisce tuttavia con una percentuale inferiore allo 0,15% si può avere bassa finitura superficiale a causa del tagliente di riporto. Altri elementi che migliorano le caratteristiche dell'acciaio, generalmente ne riducono la lavorabilità.
- Gli acciai per getti sono più abrasivi.
- Gli acciai per stampi e utensili sono difficili da lavorare e solitamente richiedono una ricottura prima della lavorazione per asportazione. La loro lavorabilità può essere

# Capitolo 1

---

migliorata mediante lavorazioni a freddo precedenti che riducono la possibilità di formazione del tagliente di riporto.

- Gli acciai inossidabili austenitici sono solitamente difficili da lavorare a causa delle vibrazioni che si hanno durante la lavorazione. Quelli martensitici e quelli rafforzati per precipitazione sono duri e abrasivi e necessitano di utensili specifici mentre gli acciai inossidabili ferritici presentano buona lavorabilità.

## 1.3.2 Lavorabilità per asportazione di altri metalli

Ogni metallo si comporta in modo diverso quando è sottoposto al processo di asportazione di materiale. Di seguito vengono riportati alcuni metalli e la loro lavorabilità:

- **Alluminio:** generalmente facile da lavorare tuttavia tipologie di alluminio duttili possono presentare il problema del tagliente di riporto a basse velocità presentando quindi scarsa accuratezza superficiale. Per sopperire a questo problema si utilizzano elevate velocità di taglio.
- **Ghise grigie:** solitamente lavorabili per asportazione ma sono abrasivi e i carburi liberi nei getti ne riducono la lavorabilità e causano la frattura dell'utensile. Sono necessari quindi utensili con tenacità elevata.
- **Leghe a base di cobalto:** abrasive e altamente incrudibili e richiedono utensili appuntiti e in materiali resistenti all'abrasione; sono necessarie inoltre velocità di lavorazione e avanzamenti bassi.
- **Rame per deformazione plastica:** può essere difficile da lavorare a causa della formazione del tagliente di riporto.
- **Magnesio:** facilmente lavorabile, buona finitura superficiale ed elevata durata degli utensili, tuttavia il magnesio è caratterizzato da un'elevata velocità di ossidazione con conseguente pericolo di incendio.
- **Tungsteno:** materiale fragile, resistente e molto abrasivo, caratterizzato da bassa lavorabilità per asportazione aumentabile attraverso lavorazioni ad alta temperatura.

## 1.3.3 Lavorabilità per asportazione di altri materiali

Oltre agli acciai e agli altri metalli possono essere lavorati tramite asportazione anche non metalli. Di seguito ne vengono presentati alcuni:

- **Grafite:** materiale abrasivo che richiede utensili duri e resistenti all'abrasione.



- **Termoplastici:** materiali che presentano conducibilità termica, modulo elastico e temperatura di rammollimento bassi e quindi necessitano di utensili con angolo di spoglia superiore positivo (ridurre forze di taglio), angoli di spoglia inferiore grandi, piccoli avanzamenti, profondità di passata e velocità di taglio elevate. Gli utensili devono essere appuntiti ed è necessario un raffreddamento esterno della zona di taglio per evitare che i trucioli rammolliscano e aderiscano all'utensile.
- **Termoindurenti:** materiali fragili e sensibili ai gradienti termici che si possono avere durante la lavorazione, tuttavia hanno lavorabilità simile ai termoplastici.
- **Compositi a matrice metallica e a matrice in ceramico:** materiali che possono essere difficili da lavorare per asportazione a seconda delle proprietà dei singoli componenti.
- **Ceramici:** lavorabilità migliorata grazie allo sviluppo dei nanoceramici e con la scelta di parametri di lavorazione appropriati.

### 1.4 Materiali per utensili da taglio

La scelta dell'utensile è di fondamentale importanza poiché durante la lavorazione per asportazione lo strumento è soggetto a temperature e pressioni di contatto elevate, sfregamento all'interfaccia utensile-pezzo e scorrimento del truciolo sull'utensile. Un utensile da taglio quindi deve possedere le seguenti caratteristiche:

- **Durezza:** soprattutto alle temperature elevate presenti nella lavorazione per asportazione;
- **Tenacità:** per evitare la rottura dell'utensile durante operazioni di taglio interrotte;
- **Resistenza all'usura:** maggiore durata dell'utensile;
- **Stabilità o inerzia chimica:** evitare reazioni chimiche tra pezzo e utensile che porterebbero a usura.

Nell'ambito delle lavorazioni per asportazione si utilizzano vari materiali per gli utensili a seconda delle necessità e del pezzo da tagliare; di seguito ne sono riportati alcuni esempi: acciai al carbonio e acciai mediamente legati, acciai rapidi leghe di cobalto, carburi metallici, utensili rivestiti, ceramici a base di allumina, nitruro di boro cubico (nbc), ceramici a base di nitruro di silicio, diamante, materiali rinforzati con whisker e materiali nanocristallini.

# Capitolo 1

---

## 1.5 Tornitura

Si definisce tornitura la lavorazione per asportazione di truciolo mediante uno strumento, che permette di lavorare pezzi posti in rotazione uniforme attorno a un asse fisso imposto dal mandrino di una macchina denominata tornio. Le lavorazioni più frequenti eseguite con il tornio sono quelle di sgrossatura e di finitura.

### 1.5.1 Lavorazioni di tornitura

Con la tornitura si possono ottenere superfici cilindriche, coniche, sferiche, elicoidali e piane. Le varie operazioni di tornitura sono suddivise sia in funzione della superficie realizzata sia in funzione della direzione di avanzamento. Secondo la **superficie realizzata** le operazioni di tornitura possono essere:

- **Tornitura cilindrica esterna:** l'asse di tornitura è parallelo alla direzione di avanzamento del tagliente e ortogonale al corpo del tagliente ;
- **Tornitura cilindrica interna:** si possono eseguire lavorazioni analoghe a quelle della tornitura esterna, operando all'interno di fori preesistenti nel pezzo o ottenuti per foratura; in questo caso sia la direzione di avanzamento sia l'asse dell'utensile sono paralleli all'asse di rotazione;
- **Tornitura piana:** l'avanzamento è ortogonale all'asse di tornitura; in questo caso sia l'asse dell'utensile sia la direzione di avanzamento sono ortogonali all'asse di rotazione.

Secondo la **direzione di avanzamento** le operazioni di tornitura possono essere:

- **Tornitura longitudinale.**
- **Tornitura trasversale.**

La tornitura permette inoltre altre tipologie di lavorazione, che consentono di conferire al pezzo forme o scanalature particolari:

- **Formatura di gole (troncatura):** l'avanzamento dell'utensile nel corpo del pezzo è frontale.
- **Foratura e alesatura:** l'avanzamento dell'utensile è coincidente alla direzione dell'asse di tornitura; la foratura differisce dall'alesatura soltanto per il tipo di utensile impiegato.
- **Filettatura esterna o interna:** si ottiene combinando il moto di taglio con l'avanzamento parallelo dell'asse di tornitura di utensili con profili tali da riprodurre dei filetti.

- **zigrinatura** o **godronatura**: per tale operazione si impiegano utensili formati da due ruote zigrinate, dette *godroni*, messe a contatto con la superficie cilindrica e fatte avanzare in direzione parallela all'asse di tornitura.

### 1.5.2 Tornio

Il tornio è una delle più antiche macchine utensili. La sua caratteristica essenziale è quella di avere un moto di lavoro di rotazione intorno a un asse, che viene trasmesso generalmente al pezzo da lavorare, mentre il moto di alimentazione degli utensili è normalmente traslatorio e solo eccezionalmente rotatorio. Il tornio, a seconda delle caratteristiche costruttive, può essere di varie tipologie a seconda delle necessità di lavorazione ricercate:

- **tornio parallelo**, il più comune e diffuso nelle officine meccaniche;
- **tornio a torretta**, di largo uso per lavorazioni che comportano un certo grado di ripetibilità semiautomatica;
- **torni frontali e verticali**, per pezzi di grandi dimensioni;
- **tornio automatico**, per produzioni di serie;
- **tornio a copiare**, per pezzi di forma complessa;
- **tornio a controllo numerico**, in grado di eseguire automaticamente complessi programmi di lavoro e gestire più utensili su un'unica torretta.

Il più diffuso tipo di tornio è quindi quello parallelo; esso è costituito da un bancale sul quale è montata una testa contenente gli ingranaggi del cambio, che consente di variare la velocità di rotazione. Le leve di comando del cambio sono collocate sul fianco della testa, insieme alle leve della frizione e alle leve per regolare l'avanzamento automatico (velocità di alimentazione) dell'utensile lungo la superficie da lavorare. Sulla parte superiore del bancale vi sono due coppie di guide: in una scorre il carrello principale, nell'altra la controtesta. Il fissaggio finale del pezzo viene poi eseguito mediante la contropunta comandata a mano da un volantino. Il carrello principale sostiene un carrello trasversale e la torretta portautensile, sulla quale sono fissati i morsetti destinati a mantenere l'utensile in posizione di lavoro. Se il tornio deve eseguire una filettatura, il carrello principale è fatto avanzare dalla vite madre. Il pezzo da lavorare è tenuto fermo su di una piattaforma autocentrante (mandrino) calettata sul motore, che trasmette il moto rotatorio al pezzo. Per migliorare le prestazioni di lavoro, sul tornio è installato un serbatoio di raccolta, riciclaggio e rimessa in funzione del liquido refrigerante, utilizzato per raffreddare il pezzo e l'utensile.

# Capitolo 1

---

## 1.5.3 Utensili per la tornitura e scelta

Gli utensili per la tornitura sono del tipo monotaglienti, perché solo un tagliente, definito principale, penetra nel materiale e produce l'asportazione di truciolo. La scelta della forma e della posizione dell'utensile da tornio variano a seconda della lavorazione che si deve eseguire, della direzione di avanzamento scelta (longitudinale o trasversale), del tipo di superficie da lavorare (cilindrica, esterna, interna ecc.). Il materiale del tagliente deve avere ottime caratteristiche fisico-meccaniche e può essere di acciaio al carbonio, con grande durata di affilatura e adatto a lavorare con basse velocità di taglio, di acciaio super rapido, meno duro ma adatto a velocità di taglio molto superiori rispetto a quelli al carbonio, ceramici avanzati, di elevatissima durezza, adatti ad asportare trucioli a elevate velocità, ma molto costosi. Gli utensili da tornio sono classificati in base alle norme UNI di riferimento. Le parti principali dell'utensile sono

- lo **stelo**, che collega l'utensile agli organi di fissaggio della macchina;
- il **petto**, superficie sulla quale scorre il truciolo;
- il **tagliente principale**, che si incunea tra il pezzo e il truciolo;
- il **fianco principale**, rivolto verso la superficie da lavorare;
- il **fianco secondario**, rivolto verso la parte già lavorata;
- il **tagliente secondario**, formato dal petto e dal fianco secondario.

L'utensile è caratterizzato inoltre da tre angoli variabili per ampiezza:

- $\beta$ : angolo di taglio, che influenza la robustezza del tagliente dell'utensile;
- $\alpha$ : angolo di spoglia inferiore;
- $\gamma$ : angolo di spoglia superiore.

Un ulteriore angolo  $\lambda$  è dato dal modo di lavorare ed è chiamato angolo di inclinazione.

L'ampiezza dei tre angoli principali  $\alpha$ ,  $\beta$  e  $\gamma$  varia, ma la loro somma è sempre uguale a  $90^\circ$ .

## 2. Sviluppo storico e proprietà dei materiali ceramici

### 2.1 Sviluppo storico dei materiali ceramici

L'uso dei ceramici per gli utensili da taglio è diventata un'opzione attraente nel 1940, quando è aumentata la domanda di tungsteno (utilizzato nel taglio per materiali per utensili, acciaio ad alta velocità e carburo). L'estrema densità del tungsteno lo ha reso adatto ad applicazioni militari come le armi anti-carro e quindi le sue limitate forniture per essere utilizzato nella creazione degli utensili ha visto la necessità di trovare un materiale da taglio alternativo. I ceramici a base di allumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) erano state considerate come un materiale da taglio e la scarsità di tungsteno ha spinto il fronte di sviluppo. Questi strumenti erano una valida alternativa agli utensili da taglio a base di tungsteno, erano però ancora limitati in termini di forza meccanica. Come risultato, i ceramici potrebbero essere utilizzati solo per la lavorazione di ghise e acciai su macchine con elevata rigidità. I progressi nella tecnologia di pressatura e l'ulteriore sperimentazione di elementi in lega hanno dato origine ad una nuova razza di utensili da taglio in ceramico avanzato tra il 1960 e il 1970. La durezza e l'affidabilità del prodotto è stata ulteriormente migliorata quando i ricercatori giapponesi hanno iniziato a sperimentare l'aggiunta di carburo di titanio (TiC) alla base in allumina. L'aggiunta di TiC ha migliorato sia la conduttività termica sia la tenacità dei ceramici, consentendole di diventare più accettabile per tutta l'industria degli utensili di taglio. Nel mondo in continua evoluzione di lavorazioni a multitaglienti, i ceramici  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiC sono ancora il tipo più diffuso di utensili da taglio in ceramico avanzato. Da queste umili origini, la famiglia di utensili da taglio in ceramico avanzato è cresciuta fino a includere più classi:  $\text{Al}_2\text{O}_3$  con nitrato di silicio ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ),  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiC,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  rinforzata con whisker, e compositi Cell-Fiber. Mentre vi è una certa sovrapposizione in termini di applicazione, queste diverse classi soddisfano una varietà di esigenze per vari campi tra cui l'aerospaziale, campo medico, lavorazione dell'acciaio, fabbricazione di cuscinetti e le industrie automobilistiche.

### 2.2 Composizione e proprietà dei ceramici

Nei ceramici industriali sono comunemente classificati tutti i materiali utilizzati industrialmente che sono inorganici, solidi non metallici. Solitamente sono ossidi metallici (cioè, composti di elementi metallici e ossigeno), ma molti ceramici (soprattutto ceramici avanzati) sono composti di elementi metallici e di carbonio, azoto o zolfo. La struttura atomica presenta spesso una struttura cristallina, anche se possono contenere una combinazione di fasi vetrose e cristalline. I materiali ceramici sono caratterizzati da eccellenti

## Capitolo 2

proprietà come la resistenza meccanica nonostante la fragilità; la resistenza chimica contro gli effetti di deterioramento dovuti all'ossigeno, all'acqua, agli acidi, alle basi, ai sali, e ai solventi organici; l'elevata durezza, che contribuisce alla resistenza all'usura; la conducibilità termica ed elettrica notevolmente inferiore a quella dei metalli. Nonostante alcune eccezioni, i ceramici in genere mostrano proprietà di durezza, refrattarietà (alto punto di fusione), bassa conducibilità, e fragilità. Queste proprietà sono intimamente legate ad alcuni tipi di legame chimico e alle strutture cristalline presenti nel materiale.

### 2.3 Legami chimici

Alla base di molte delle proprietà trovate nei ceramici sono i forti legami primari che tengono insieme gli atomi e formano il materiale. Questi legami chimici sono di due tipi: sono sia di

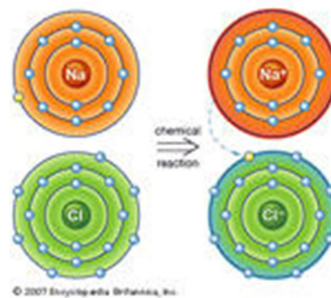


Figura 2.1: Legame ionico

carattere ionico, implicando un trasferimento di elettroni di legame da atomi elettropositivi (cationi) ad atomi elettronegativi (anioni), oppure hanno carattere covalente, coinvolgendo la

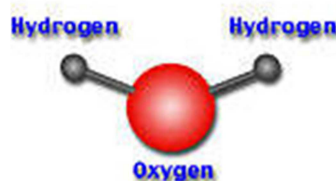


Figura 2.2: Legame covalente dell'acqua

condivisione orbitale degli elettroni tra gli atomi o ioni costituenti. I legami covalenti sono altamente direzionali in natura mentre i legami ionici non lo sono. Questa natura non direzionale permette molteplici varietà di strutture cristalline, con due limitazioni. La prima limitazione comporta la dimensione relativa degli anioni e cationi. Gli anioni sono solitamente più grandi e fortemente legati, come nei cubi (FCC). I cationi, invece, sono generalmente più piccoli, e occupano interstizi o spazi, nel reticolo cristallino tra gli anioni. La seconda limitazione è sui tipi di struttura cristallina che possono essere adottate da atomi

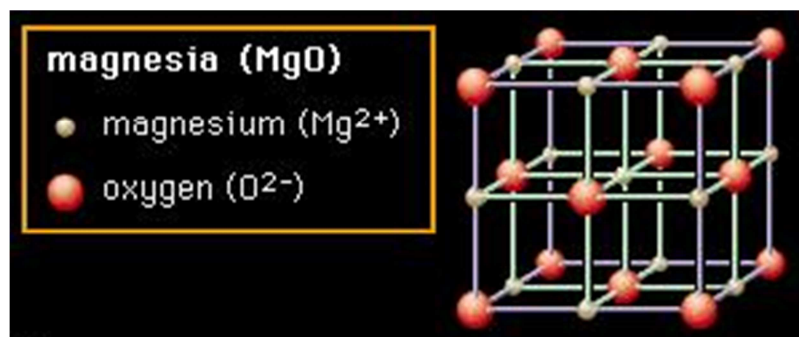
## Sviluppo storico e proprietà dei materiali ceramici

legati in modo ionico è basata sulla legge fisica che il cristallo deve rimanere elettricamente neutro.

La maggior parte dei legami chimici primari trovati nei materiali ceramici sono in realtà una miscela di legami ionici e covalenti. Maggiore è la differenza di elettronegatività tra anioni e cationi (cioè, maggiore è la differenza di potenziale di accettare o donare elettroni), più il legame è ionico (cioè, più è probabile che siano gli elettroni a trasferirsi, formando una carica positiva cationi e una carica negativa anioni). Viceversa, le piccole differenze di elettronegatività portano a una condivisione di elettroni, come si trova nei legami covalenti. I legami secondari, presenti nei ceramici, sono relativamente deboli e consentono ai piani cristallini di scorrere l'uno sull'altro. Tuttavia sono i legami primari dei ceramici che li rendono tra i più forti, più duri e più refrattari materiali conosciuti.

### 2.4 Struttura cristallina

La struttura cristallina è responsabile di molte delle proprietà dei ceramici. Ogni coppia di ioni va a comporre una “scatola complessiva” che descrive la cella unitaria di tale struttura. Questo imballaggio estremamente efficiente permette di rendere localmente neutra la carica



**Figura 2.3:** struttura cristallina dell'ossido di magnesio

elettrica e consente un incollaggio stabile. Gli ossidi che cristallizzano in questa struttura tendono ad avere punti di fusione relativamente elevati. La magnesia (MgO) presenta una struttura denominata salgemma perché il cloruro di sodio, NaCl, il comune sale da tavola, ha la stessa struttura. In questa struttura ogni ione è circondato da sei altri ioni vicini dotati di carica opposta. Questo imballaggio estremamente efficiente permette la neutralizzazione locale delle cariche e facilita l'incollaggio stabile. Gli ossidi che cristallizzano in questa struttura tendono ad avere punti di fusione relativamente elevati. (la magnesia, per esempio, è un costituente comune nei ceramici refrattari.) Un'altra struttura che presentano i ceramici è

## Capitolo 2

quella della fluorite. In questa struttura gli anioni di ossigeno sono legati solo a quattro cationi. Ossidi con questa struttura sono ben noti per la facilità con cui possono essere formate vacanze di ossigeno. Anche la zirconia (diossido di zirconio,  $ZrO_2$ ), possiede tale struttura, e si possono formare al suo interno un gran numero di vacanze dopando il materiale, o inserendo accuratamente ioni di un elemento diverso nella composizione. Queste vacanze diventano mobili ad alte temperature e il movimento degli ioni di ossigeno aumenta la conduttività del materiale e lo rende utile in alcune applicazioni elettriche. La struttura di fluorite presenta anche un notevole spazio aperto, in particolare al centro della cella elementare. La terza struttura è chiamata perovskite. Nella maggior parte dei casi la struttura della perovskite è cubica, cioè tutti i lati della cella unitaria sono uguali. Tuttavia, nel titanato di bario ( $BaTiO_3$ ), il centro cationico  $Ti_4^+$  può essere indotto a spostarsi fuori centro, portando a una simmetria non cubica e a un dipolo elettrostatico, o l'allineamento di cariche positive e negative verso le estremità opposte della struttura. Questo dipolo è responsabile delle proprietà ferroelettriche del titanato di bario, in cui i domini di dipoli sono vicini e allineati nella stessa direzione. Le enormi costanti dielettriche realizzabili con materiali come la perovskite sono alla base di molti dispositivi come i condensatori ceramici. Le variazioni non cubiche trovate nel ceramico perovskite introducono il concetto di anisotropia cioè, un

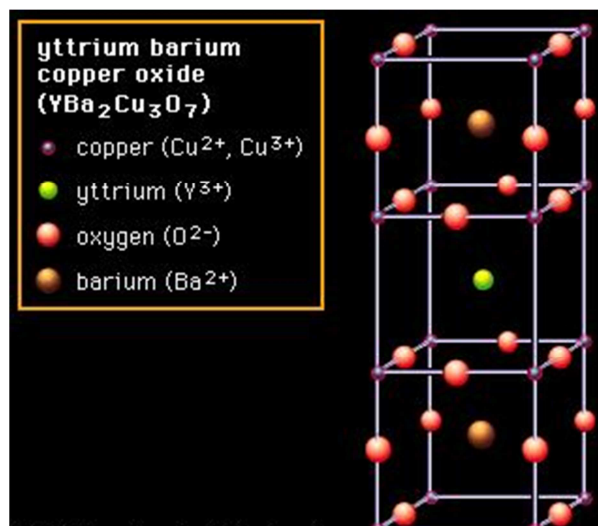


Figura 2.5: struttura cristallina dell'ossido di ittrio

accordo ionico che non è identico in tutte le direzioni. Nei materiali fortemente anisotropi non ci può essere una grande variazione di proprietà. L'ossido di ittrio, YBCO (formula chimica  $YBa_2Cu_3O_7$ ), è un ceramico superconduttivo; cioè, perde ogni resistenza alla corrente elettrica a temperature estremamente basse. La sua struttura è costituita da tre cubi, con



## Sviluppo storico e proprietà dei materiali ceramici

dell'ittrio o del bario al centro, rame agli angoli e ossigeno alla metà dei lati, con l'eccezione del cubo in mezzo, che presenta delle vacanze di ossigeno ai bordi esterni. La caratteristica fondamentale di questa struttura è la presenza di due fogli di ioni di rame-ossigeno, che si trovano sopra e sotto le vacanze dell'ossigeno, lungo il quale avviene la superconduzione.

Il trasporto di elettroni perpendicolarmente a questi fogli non è favorita, rendendo la struttura YBCO fortemente anisotropica. (Una delle sfide nella fabbricazione di ceramici YBCO cristalline in grado di passare grandi correnti è quella di allineare tutti i grani in modo tale che i loro fogli di rame-ossigeno siano allineati.)

### 2.5 Non conduttività

Di solito, i ceramici sono cattivi conduttori di elettricità e quindi possono essere utilizzati come ottimi isolanti. La non conduttività nasce dalla mancanza di elettroni "liberi". Nei ceramici con legami ionici, gli elettroni di legame sono accettati dagli elementi elettronegativi, come l'ossigeno, e donati dagli elementi elettropositivi, di solito un metallo. Il risultato è che tutti gli elettroni sono strettamente legati agli ioni nella struttura, senza lasciare elettroni liberi di condurre elettricità. Nel legame covalente, gli elettroni di legame sono similmente localizzati in orbitali direzionali tra gli atomi, e non ci sono elettroni liberi di condurre elettricità. Ci sono due metodologie per rendere i ceramici conduttori elettrici. A temperature sufficientemente elevate possono verificarsi difetti come vacanze di ossigeno, che

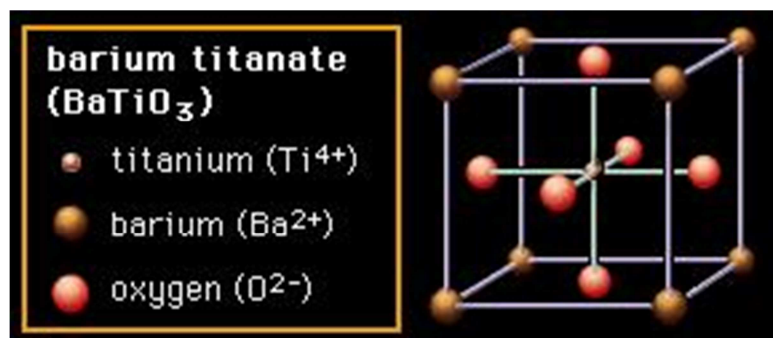


Figura 2.4: struttura cristallina del titanato di bario

portano a una conducibilità ionica. Inoltre, l'introduzione di alcuni elementi di metalli di transizione (come ferro, rame, manganese, cobalto), elementi lantanidi (come cerio), o elementi attinidi (come l'uranio) può produrre stati elettronici speciali in cui sono presenti elettroni mobili o buchi di elettroni.

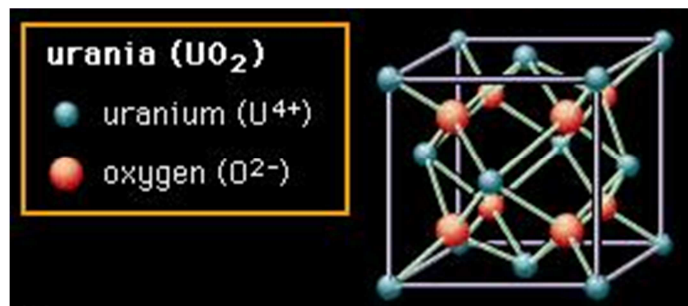


Figura 2.6: struttura cristallina dell'ossido di uranio

### 2.6 Fragilità

Diversamente dalla maggior parte dei metalli, quasi tutte i ceramici sono fragili a temperatura ambiente; cioè, se sottoposte a tensione presentano una frattura con poca o nessuna deformazione plastica e avviene istantaneamente. I metalli, d'altra parte, sono duttili (cioè, si deformano e si piegano quando sottoposti a stress), e possiedono questa struttura estremamente utile grazie alla presenza di imperfezioni chiamate dislocazioni nei loro reticoli cristallini. Esistono molti tipi di dislocazioni. In un tipo, noto come dislocazione di bordo, un piano aggiuntivo di atomi può essere generato in una struttura cristallina, tendendo il punto di rottura dei legami che tengono insieme gli atomi. Se si applicasse uno stress a questa struttura, potrebbe causare un taglio lungo un piano in cui i legami sono più deboli, e la dislocazione potrebbe slittare verso la posizione atomica più vicina, dove saranno ristabiliti i legami. Questo scivolamento in una nuova posizione è al centro di deformazione plastica. I metalli sono normalmente duttili perché le dislocazioni sono diffuse e sono normalmente facili da spostare. Nei ceramici, tuttavia, le dislocazioni non sono comuni (anche se non sono inesistenti), e sono difficili da spostare in una nuova posizione. Nei ceramici legate ionicamente alcuni piani contengono solo un tipo di ione e sono quindi sbilanciati nella loro distribuzione delle cariche. Il tentativo di inserire un semipiano tale in un ceramico non favorirebbe un legame stabile se non è stato inoltre inserito un semipiano di ioni di carica opposta. Le cariche identiche solitamente si respingono, e il movimento di dislocazione sarebbe impedito. Invece, il materiale tenderebbe a fratturare nel modo comunemente associato con la fragilità. Affinché materiali policristallini possano diventare duttili, devono possedere più di un numero minimo di sistemi indipendenti di slittamento, cioè, lungo la quale può verificarsi lo slittamento di piani oppure direzioni preferenziali di slittamento. La presenza di sistemi di scorrimento consente il trasferimento di deformazioni del cristallo da un grano all'altro. I metalli hanno tipicamente il numero di sistemi di scorrimento, anche a

## Sviluppo storico e proprietà dei materiali ceramici

temperatura ambiente. i ceramici, tuttavia, non lo fanno, e, di conseguenza, sono notoriamente fragili.

### 2.7 Trasformazione in polvere

A differenza dei metalli, che possono essere fusi e successivamente laminati, tirati o pressati in forma, i ceramici devono essere trasformati da polveri. Come indicato sopra, i ceramici sono raramente deformabili, in particolare a temperatura ambiente, e le modifiche microstrutturali raggiunte dai metalli come la ricristallizzazione e la lavorazione a freddo sono impossibili con la maggior parte dei ceramici. Invece, i ceramici di solito sono creati da polveri, che sono consolidate e densificate per sinterizzazione. La sinterizzazione è un processo in cui le particelle di legame coagulano sotto l'effetto del calore, con conseguente ritiro e riduzione di porosità. Un processo simile nella produzione del metallo è indicato come metallurgia delle polveri.

**Tabella 2.1:** confronto generale delle proprietà tra i tre tipi di materiali.

#### Confronto Generale dei Materiali

	ceramici	metallo	Polimeri
Durezza	Molto Alto	Basso	Molto basso
Modulo elastico	Molto Alto	Alto	Basso

#### Resistenza ad alta temperatura

espansione termica	Alto	Basso	Molto basso
Duttilità	Basso	Alto	Alto
La resistenza alla corrosione	Alto	Basso	Basso
Resistenza all'usura	Alto	Basso	Basso
Conducibilità elettrica	Dipende dal materiale	Alto	Basso
Densità	Basso	Alto	Molto basso
Conducibilità termica	Dipende dal materiale	Alto	Basso
Materiale magnetico	Dipende dal materiale	Alto	Molto basso

## Capitolo 2

---

### 2.8 Presentazione di alcuni materiali ceramici

#### 2.8.1 Allumina

Spesso definita come il ceramico di stampa a freddo, il ceramico avanzato di pura  $\text{Al}_2\text{O}_3$  deve ancora trovare impiego nella zona di lavorazione della ghisa. La ghisa grigia è spesso un materiale ideale da lavorare con l'allumina. Essa non produce un vero truciolo durante la lavorazione, ma essenzialmente scompone le scorie in una polvere. Il ceramico  $\text{Al}_2\text{O}_3$  possono lavorare a velocità molto più elevate della loro controparte dei carburi, offrendo enormi vantaggi in termini di produttività. La purezza di questa classe di ceramico permette un eccellere nella finitura ad alta velocità della ghisa.

#### 2.8.2 Nitruro di silicio

Mentre i ceramici in  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sono adatte per la finitura ad alta velocità di ghisa grigia, la classe  $\text{Si}_3\text{N}_4$  è la prima scelta per la tornitura grezza e la fresatura di questo materiale. Ceramici a base di  $\text{Si}_3\text{N}_4$  aumentano di poco la resistenza all'usura dell' $\text{Al}_2\text{O}_3$ , ma possono fornire enormi vantaggi nel campo della durezza. La durata extra permette a questi strumenti lavorazioni con profondità di taglio più pesanti e possono eseguire operazioni più affidabili con il liquido refrigerante. i ceramici sono naturalmente esposti al calore durante l'uso e l'introduzione di un refrigerante può creare rapidi cambiamenti di temperatura. Questa variazione le rende più inclini a subire il fenomeno di crack termico. Sebbene questa vulnerabilità può essere particolarmente vera per i ceramici a base di allumina, i nitruri di silicio sono più resistenti allo shock prodotto dal contatto con il liquido di raffreddamento. La combinazione di tenacità e resistenza all'usura rende la classe di ceramico avanzato  $\text{Si}_3\text{N}_4$  la scelta migliore per la generica lavorazione della ghisa.

#### 2.8.3 Allumina-carburo di titanio

Le industrie dell'acciaio e dei cuscinetti sono i maggiori consumatori di ceramico  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ . Questa classe di utensile da taglio in ceramico è normalmente utilizzata per il taglio di acciai con valori di durezza che vanno 45÷64 Rockwell C. A questo gamma di durezza, le forze di taglio sono generalmente il 30÷80% superiori rispetto alle forze generate durante le lavorazioni convenzionali di materiali teneri. Per tenere conto di questo aumento della forza di taglio, grande attenzione è rivolta alla preparazione dell'inserito ceramico stesso. A differenza di inserti in metallo duro, che sono disponibili in una grande varietà di forme e design gli strumenti progettati per lavorazioni dure sono più limitati.

### 2.8.4 Ceramiche rinforzate con whisker

Leghe a base di nichel sono comunemente usate nel mercato aerospaziale grazie alla loro elevata robustezza e resistenza al calore. Questa combinazione crea un prodotto che è difficilmente lavorabile con utensili convenzionali perché il materiale tende a indurirsi durante la lavorazione, il che può portare a problemi di formazione di intagli sullo strumento e, in definitiva, portare a rottura l'utensile. Il whisker è un ceramico rinforzato composto da una base di allumina con l'aggiunta di carburo di silicio (SiC) che presenta un'elevata resistenza alla trazione. Il risultato finale è un inserto ceramico che può funzionare a velocità 5-6 volte maggiori rispetto a un utensile in carburo tradizionale o inserti in materiali a base di nichel.

### 2.8.5 Cell- Fiber

La nuova categoria di ceramico avanzato moderno sono i compositi Cell-Fiber, che sono progettate per imitare la forza trovata in natura. Il substrato di un composito è costituito da tali fasci di "celle"  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{ZrO}_2$  circondati da pareti "cellulari" in  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Questo approccio è simile al disegno trovato nel muscolo umano. La durezza della "parete cellulare" in  $\text{Si}_3\text{N}_4$  fornisce una certa forza e flessibilità all'inserto, mentre il nucleo più duro in  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{ZrO}_2$  offre la resistenza all'usura necessaria all'utensile. Il risultato finale è un prodotto che può offrire caratteristiche simili a quelle di un ceramico rinforzato con whisker senza la necessità del SiC.

### 2.8.6 Rivestimenti

La tecnologia impiegata nella produzione di strumenti da taglio in ceramico è cambiata radicalmente nel corso degli ultimi 100 anni. Come molti altri settori, l'industria degli utensili da taglio ha continuato a sperimentare rivestimenti per migliorare la resistenza all'usura e prolungare la vita dei prodotti. Se correttamente applicato, un rivestimento può sostanzialmente rinforzare un inserto ceramico rendendolo più duro e resistente all'usura rispetto a un inserto simile senza il rivestimento. Quando il rivestimento viene applicato a un substrato ceramico avanzato, i miglioramenti di produttività possono essere notevoli.

## Capitolo 2

---

### 3. Utensili ceramici con matrice a base di allumina

Gli strumenti da taglio in ceramico vengono sempre più utilizzati in quanto possono soddisfare gli elevati criteri industriali. Le principali tendenze nella ricerca di materiali ceramici si stanno spostando da elevata purezza monofase dell' $Al_2O_3$  a ceramici multifase compositi e oggi gran parte della ricerca è incentrata per identificare tutte le combinazioni che soddisfino i requisiti di elevata durezza, elevata tenacità, elevata resistenza termica e inerzia nei confronti della lavorazione. C'è un assioma nella lavorazione dei metalli che sollecita l'uso dello strumento giusto per il lavoro. Selezionare il materiale corretto per lo strumento da taglio per una determinata lavorazione è il primo passo nel creare il piano di lavoro più efficace per la produzione di un pezzo. Il materiale da taglio dipende dal materiale da lavorare e dall'operazione da effettuare. Spesso, ci sono diverse possibili scelte di materiali per lo strumento che hanno successo (ma non economicamente convenienti) per produrre lo stesso pezzo. Altri fattori quindi devono essere considerati e questi includono :

- potenza della macchina, gamma di velocità, rigidità;
- richieste di produttività;
- limiti di budget utensili;
- tasso di carico della macchina utensile.

Con lo sviluppo della lavorazione ad alta velocità, i requisiti per il taglio di materiali per utensili sono diventati sempre maggiori. Negli ultimi anni, un nuovo tipo di materiale è stato ampiamente utilizzato come materiale da taglio per la sua buona resistenza all'ossidazione, durezza relativamente elevata (rispetto a quello ai materiali da taglio in carburo) e basso coefficiente di attrito con i metalli. Le principali tendenze di ricerca sui materiali ceramici si stanno spostando dalla singola fase di elevata purezza verso un ceramico composito multifase. I progressi nella tecnologia della lavorazione dei ceramici hanno portato a una nuova generazione di utensili da taglio con elevate prestazioni e con proprietà migliorate. Sono stati ottenuti notevoli miglioramenti nelle proprietà dello strumento come resistenza a flessione, tenacità, resistenza agli shock termici, durezza e resistenza all'usura incorporando uno o più componenti nel materiale base. Il componente di rinforzo è spesso nella forma di particelle o whiskers. Materiali per utensili ceramici con matrici di ossido, in particolare, allumina  $Al_2O_3$ , sono di crescente interesse, in quanto presentano elevata durezza a caldo e resistenza all'abrasione molto elevata, rendendo così il composito adatto per lavorazioni ad alta velocità. L'aggiunta di particelle dure o whiskers alla matrice  $Al_2O_3$  può migliorare notevolmente le

## Capitolo 3

---

proprietà meccaniche. Alcuni di questi materiali per utensili, come  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiB}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}$  (CN),  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WC}$ , e  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ , sono stati utilizzati in diverse applicazioni di lavorazione poiché offrono vantaggi in termini di minore attrito e usura.

### 3.1 Taglio di utensili di allumina pura

Utensili da taglio in allumina,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , vengono utilizzati fin dall'inizio del XX secolo per il taglio di acciaio con bassa durezza, ma di solito sono utilizzati per la ghisa grigia. Gli utensili da taglio in  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pura di solito vengono utilizzati nella produzione di massa, in quanto non hanno un costo elevato. I materiali per utensili da taglio in  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pura sono a grana fine, almeno 99 % (meno di 5 micron), con elevata densità, cioè contenente meno del 2 % di porosità. La durezza dell'allumina a temperatura ambiente è allo stesso livello di quella dei carburi cementati (1600 HV, 16 GPa Knoop), la durezza a caldo e la resistenza alla compressione sono più grandi rispetto ai carburi cementati. Tuttavia, la resistenza alla frattura è bassa, con un valore di 1,75 per  $4,3 \text{ MPa m}^{\frac{1}{2}}$ , molto inferiori a quello dei carburi cementati. Composti ceramici a base di  $\text{Al}_2\text{O}_3$  rinforzato con carburi refrattari sono stati sviluppati come alternativa di carburo cementato. Anche se tutti i carburi mostrano la durezza simile, WC ha caratteristiche di elevata resistenza alla frattura e maggiore modulo elastico rispetto all' $\text{NbC}$  e al  $\text{TiC}$ .

### 3.2 Compositi a base di allumina

I compositi  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$  sono costituiti da piccoli grani di carburo di titanio dispersi in una matrice di allumina, e la miscela viene pressata a caldo ed è di colore grigio scuro. La microstruttura è composta da  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a grana fine con granelli di carburo dispersi in essa e di diametro pari a pochi micron. Questi strumenti da taglio sono utilizzati principalmente per la lavorazione di ghisa grigia ad alte velocità e dovrebbe essere usato maggiormente rispetto all' $\text{Al}_2\text{O}_3$  pura, perché la sua resistenza alla frattura è aumentata mediante l'aggiunta di  $\text{TiC}$  fino a  $4,92 \text{ MPa m}^{\frac{1}{2}}$ . Quando viene aggiunto il 2% in volume di carbonio, la tenacità è circa il 20% superiore a quella del materiale ceramico corrispondente privo dell'additivo di carbonio, mentre la durezza e la resistenza a flessione non diminuiscono molto. La grafite (carbonio) con una larghezza di circa 100 nm, è distribuita nell'area di confine tra  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{TiC}$ . L'utensile in  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$  può ottenere una maggiore resistenza alla frattura, pur mantenendo una buona resistenza all'usura nella lavorazione continua e interrotta acciaio al carbonio



## Utensili ceramici con matrice a base di allumina

---

temprato poiché è stato scoperto che le micro cricche, le crepe da deformazione...possono contribuire all'aumento della resistenza alla frattura del carbonio contenuti nel materiale ceramico. Questo composto è stato ampiamente utilizzato per lavorazioni ad alta velocità di acciaio duro, superleghe o ghisa.

### 3.2.1 $\text{Al}_2\text{O}_3$ / TiC-Co

L'incorporazione di una fase duttile in ceramico in una matrice fragile come  $\text{Al}_2\text{O}_3$  è stato dimostrato essere un efficace meccanismo per irrobustire i ceramici perché l'esistenza di una fase duttile in grado di dissipare l'energia della cricca e ridurre la sua propagazione attraverso deformazione plastica, rendendo così un contributo maggiore per l'incremento della tenacità. Un film sottile di polvere di cobalto viene versato sulla superficie di  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e TiC mediante deposizione chimica prima che la miscela di polveri venga pressata a caldo formando il composito  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiC-Co (circa 70 % in peso di  $\text{Al}_2\text{O}_3$  -Co e il 30 % in peso di TiC-Co). Grazie alla presenza del film di cobalto, i ceramici presentano una resistenza alla frattura superiore a quella dell' $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiC (70 % in peso di  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e 30 % di TiC).

### 3.2.2 $\text{Al}_2\text{O}_3$ /TiCN

Utilizzando una nuova tecnica di sinterizzazione, cioè una tecnica ripetitiva di pressatura a caldo di  $\text{Al}_2\text{O}_3$ /Ti, il materiale da taglio viene fabbricato con successo. Il TiCN è molto attraente come strumento da taglio grazie al suo coefficiente di attrito minore rispetto al TiC. Il materiale ottenuto contiene il 45 % di  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , il 55 % di Ti, con Nichel + Molibdeno (4,5 %) che vengono aggiunti come leganti. Una piccola quantità di MgO (0,5 %) viene usata per limitare l'anormale la crescita dei grani di  $\text{Al}_2\text{O}_3$  durante la sinterizzazione. Questo composito ha buone proprietà meccaniche: resistenza a flessione 820 MPa, resistenza alla frattura  $7.4 \text{ MPa m}^{\frac{1}{2}}$ , durezza Vickers 20.4 GPa, particolarmente elevata tenacità a frattura rispetto ad altri materiali ceramici a base di  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . La ragione dell'incremento di durezza di questo composito è la formazione di una struttura reticolare durante la sinterizzazione. I grani di Ti circondano quasi ogni granello di  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e viceversa. Questo può essere attribuito all'esistenza del molibdeno tra le fasi principali e la fase di incollaggio, separando la fase dura dal liquido durante la sinterizzazione e impedendo così la crescita del grano della fase dura dovuto alla dissoluzione e riprecipitazione. Gli effetti combinati dei meccanismi di frattura transgranulare e del grain bridging conducono alla maggiore tenacità del composito, rispetto ai ceramici

## Capitolo 3

---

formati solo da  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Inerti di questo materiale da taglio in  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}$ , sono adatti per il taglio continuo di ghisa, acciaio temprato e in particolare per il taglio intermittente dell'acciaio temprato. Compositi simili all' $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiCN}$  sono fabbricati attraverso la sinterizzazione tramite la pressione del gas, che supera le limitazioni della pressatura a caldo. Fino ad ora, la maggior parte dei compositi in  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$  sono stati fabbricati tramite stampaggio a caldo che presenta molte limitazioni per la produzione di massa. Le proprietà meccaniche dell' $\text{Al}_2\text{O}_3$  sinterizzato tramite la pressione del gas con il 30 % in peso di TiCN hanno raggiunto una densità relativa del 99,5 %, una resistenza alla flessione di 772 MPa, una durezza di 19,6 GPa, e una resistenza alla frattura di  $5,82 \text{ MPa m}^{\frac{1}{2}}$ . La sinterizzazione tramite la pressione del gas è ormai ampiamente utilizzata per la produzione di ceramici ad alte prestazioni perché unisce i vantaggi della pressatura a caldo, sinterizzazione senza pressione e pressatura isostatica a caldo. Il TiCN è un materiale molto attraente per gli utensili da taglio a causa della suo coefficiente di attrito più basso rispetto al TiC. Le proprietà meccaniche massime per il materiale composto da  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}(\text{C}, \text{N})/\text{SiC}$  (ATS) si hanno quando la frazione di volume sia di SiC sia del Ti (C, N) è quasi il 15 %. La resistenza a flessione, la resistenza alla frattura e la durezza del materiale ceramico ATS hanno un valore rispettivamente di 721MPa,  $5. \text{ MPa m}^{\frac{1}{2}}$ e 19.0 GPa, superiori rispetto a quelli dei ceramici formata da allumina pura. Inoltre quando la lavorazione dell'acciaio temprato per utensili è a bassa velocità, lo strumento presenta principalmente usura sul fianco con lievi segni di usura crater. L'adesione tra l'utensile e pezzi è relativamente debole. Con l'aumento della velocità di taglio, la temperatura aumenta di conseguenza e come risultato, l'adesione viene intensificata sia nell'area del cratere sia sui fianchi.

### 3.2.3 Whiskers $\text{Al}_2\text{O}_3$ –TiC

Questo materiale, attraverso una crescita in loco di particelle di whiskers all'interno di una matrice, offre dei vantaggi rispetto ad altri metodi di applicazione di whiskers che sono ancora limitati da a causa di inconvenienti dovuti alla pericolosità, alla difficile dispersione, a un costo elevato, ecc. La crescita in loco di whiskers in TiC, rafforza le matrici in  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , riduce notevolmente i costi e l'inquinamento ambientale e si evitano le complicate procedure di miscelazione. La maggioranza dei whiskers sintetizzati presentano delle proporzioni ideali di 10÷30 mm di lunghezza e un diametro di 1÷3 mm. I whiskers hanno un alto modulo

## Utensili ceramici con matrice a base di allumina

---

elastico e, come additivo, possono migliorare notevolmente la resistenza alla flessione e alla frattura e la durezza dei materiali ceramici.

### 3.2.4 $\text{Al}_2\text{O}_3$ / TiCN / $\text{Y}_2\text{O}_3$

Recentemente sono state utilizzate terre rare come additivi efficaci all'interno di una matrice in ceramico composta da  $\text{Al}_2\text{O}_3$  / TiCN. Vieni utilizzato lo 0.2 % di  $\text{Y}_2\text{O}_3$  e sono fabbricati tramite sinterizzazione con stampaggio a caldo. La resistenza alla flessione, tenacità e durezza Vickers che il materiale presenta sono rispettivamente 1015 MPa,  $6.89 \text{ MPa m}^{\frac{1}{2}}$ , e 20,82 MPa fino a 1650°C. Questo tipo di materiale composito gode di una buona resistenza all'usura ed è adatto al taglio continuo di acciaio temprato, e in particolare per il taglio a intermittenza di acciaio temprato e ghisa grigia. L'aggiunta di  $\text{Y}_2\text{O}_3$  forma YAG, miscela speciale che precipita sul bordograno dell' $\text{Al}_2\text{O}_3$  durante la sinterizzazione e inibisce la crescita del cristallo. La formazione di YAG aumenta la resistenza alla flessione, frattura, la resistenza alla formazione di crepe e la resistenza alla loro diffusione. Le crepe propagate nei grani di  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sono spesso deviate dai grani di TiCN. L'utensile in  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiCN}$  con lo 0.2 % di  $\text{Y}_2\text{O}_3$  ha dato ottime prestazioni complessive di taglio, vale a dire durata dell'utensile, minore forza di taglio richiesta, minore formazione di attrito da truciolo e più elevata qualità di lavorazione.

### 3.2.5 $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{ZrO}_2$

I compositi in  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{ZrO}_2$  sono utilizzati per tagli superficiali in continuo cioè semi finiture o operazioni di finitura. Le applicazioni tipiche comprendono la tornitura di acciai al carbonio, leghe di acciai, acciai per utensili (con durezza inferiore) e ghisa grigia, ghisa nodulare o ghisa malleabile. Le particelle di TiC e  $\text{ZrO}_2$  con un diametro di circa 20 nm vengono distribuite in modo casuale nella matrice di  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . L'aggiunta di nano-particelle di  $\text{ZrO}_2$  di ridotta granulometria e la migliorata distribuzione delle diverse fasi comportano un aumento delle proprietà meccaniche fino al 10 % in peso di  $\text{ZrO}_2$ . L' $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiC con il 10 % in peso di nano-compositi  $\text{ZrO}_2$  mostra le migliori proprietà meccaniche con resistenza alla flessione di 706 MPa e resistenza alla frattura di  $6.3 \text{ MPa m}^{\frac{1}{2}}$ , che è circa il 20 % superiore a quella del composito  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiC. La modalità della frattura dell' $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiC- $\text{ZrO}_2$  è un misto di frattura intergranulare e transgranulare rispetto a una frattura principalmente intergranulare dell' $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiC. Le tensioni residue sono generate dal coefficiente di dilatazione termica e la mancata corrispondenza tra fasi differenti, che porta alla generazione di dislocazioni e micro

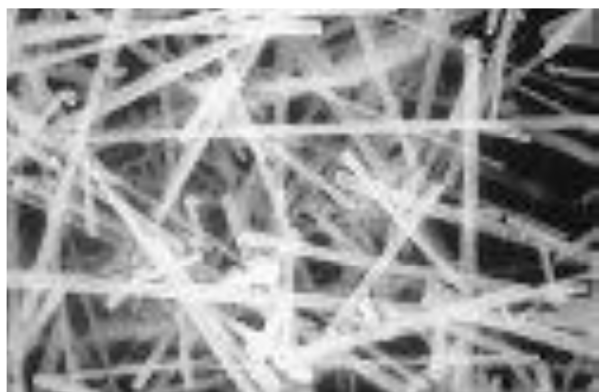
## Capitolo 3

---

fessure attorno alle nano-particelle. Gli effetti delle nano-particelle sulla propagazione, sul blocco della dislocazione e le micro fessure contribuiscono al miglioramento della forza e della tenacità dell'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC-ZrO<sub>2</sub>.

### 3.2.6 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – TiB.

Gli utensili da taglio in ceramico a base di Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiB<sub>2</sub> sono prodotti anche tramite stampaggio a caldo. Nella lavorazione con questo strumento, i tassi di usura e il coefficiente di attrito all'interfaccia truciolo-utensile si sono ridotti nella lavorazione a secco ad alta velocità dell'acciaio temprato rispetto a quelli della lavorazione a bassa velocità. I meccanismi responsabili sono la formazione di un film di ossido autolubrificante sull'interfaccia truciolo-utensile che causa le reazioni tribologiche-chimiche mediante la temperatura di taglio elevata. La formazione di questo film di ossido autolubrificante ha contribuito al miglioramento della resistenza all'usura e la diminuzione del coefficiente di attrito. Nella lavorazione di acciaio temprato a secco a bassa velocità, gli strumenti in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiB<sub>2</sub> subiscono principalmente attrito adesivo e abrasione, mentre nella lavorazione ad alta velocità a secco e taglio a temperatura molto alta presentano soprattutto usura e ossidazione degli strumenti. Inoltre, questo materiale offre una riduzione dei costi di lavorazione e la lavorazione a secco sta diventando sempre più popolare grazie alla preoccupazione per la sicurezza dell'ambiente. Recentemente, il consumo di liquidi refrigeranti per il taglio è stato ridotto considerevolmente utilizzando la lubrificazione a nebbia. Tuttavia, questo tipo di lubrificazione in ambiente industriale può avere gravi effetti sulle vie respiratorie dell'operatore. Nella lavorazione a secco, è presente più attrito e attrito



**Figura 3.1:** cristalli di SiC

adesivo tra l'utensile e il pezzo, dal momento che essi sono sottoposti a maggiori temperature.

## **Utensili ceramici con matrice a base di allumina**

---

Questo si traduce in una maggiore usura degli utensili e quindi riduzione della durata dell'utensile. Nella lavorazione ad alta velocità, la temperatura massima di taglio dell'inserto coinvolto può raggiungere più di 1000 ° C. Viceversa, il limite della velocità di taglio è funzione degli utensili di taglio utilizzati.

### **3.2.7 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiB<sub>2</sub>/SiCw.**

Alcuni utensili da taglio in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiB<sub>2</sub>/SiCw con diverse frazioni di volume di particelle di TiB<sub>2</sub> e whiskers in SiC sono stati prodotti tramite stampaggio a caldo. I risultati hanno mostrato che la tenacità e la durezza dell'utensile sono continuamente aumentati con l'aumentare del contenuto di whisker nel SiC fino al 30 % in volume, mentre la densità relativa è diminuita. La tendenza della resistenza a flessione è la stessa di quella della densità relativa. Le velocità di taglio hanno un profondo effetto sul comportamento di usura di questi strumenti. Gli strumenti in ceramico sono esposti a una relativa e piccola usura sul fianco e a una craterizzazione a velocità di taglio inferiore a 100 m/min; un ulteriore aumento della velocità di taglio aumenta notevolmente l'usura del fianco e del cratere. I materiali con un maggiore contenuto di whisker in SiC mostrano una resistenza all'usura più elevata. L'usura abrasiva è il meccanismo di usura predominante sul fianco, mentre i meccanismi responsabili dell'usura del cratere sono soprattutto dovuti all'adesione e alla diffusione dovuta alla temperatura di taglio.

## **3.3 Produzione e proprietà di alcuni utensili da taglio in ceramico con matrice di allumina**

### **3.3.1 Fabbricazione e proprietà di un composito a base di Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e di TiC**

Con lo sviluppo dei moderni materiali per utensili ceramici, essi sono sempre più largamente usati nel campo della lavorazione dei metalli poiché le loro proprietà meccaniche e prestazioni di taglio sono state notevolmente migliorate. Attualmente, gli strumenti ceramici basati su Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sono tra i più utilizzati nella pratica. Le ricerche sui ceramici a base di allumina per utensili negli anni passati si sono concentrate principalmente sull'aggiunta di una o più delle fasi di rinforzo, come TiC, TiN, TiB<sub>2</sub>, (W, Ti) C, Ti (C, N), ZrO<sub>2</sub>, SiCP, SiCW, ecc. nella matrice di Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Tuttavia, la natura fragile è una debolezza fatale anche per i moderni materiali per utensili da taglio in ceramico. Per aumentare la tenacità a frattura, molti sforzi sono stati fatti soprattutto l'aumento di whiskers in SiC e ZrO<sub>2</sub> per rinforzare il materiale. Ma,

## Capitolo 3

entrambi i materiali non possono essere notevolmente diffusi a causa degli elevati costi di produzione per il primo e le basse proprietà meccaniche ad alte temperature e scarse prestazioni di taglio per il secondo. Fino ad ora è l'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiC il materiale ceramico che ha avuto più applicazioni pratiche di successo in diverse operazioni di taglio.

**Tabella 3.1:** proprietà meccaniche di utensili da taglio con matrice di allumina

Composito	durezza HV GPa	Tenacità a frattura MPa * m <sup>1/2</sup>	resistenza a flessione MPa
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /TiC	19.1	4.9	817
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /TiC/C	18.9	5.9	782
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiC-Co	19.5	7.9	714
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /TiCN	20.4	7.4	820
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /TiCN	19.6	5.8	772
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /Ti(C,N)/SiC	19	5.4	721
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /TiCN/Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	20.8	6.9	1015
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /TiC/ ZrO <sub>2</sub>	94.4 HRA	6.3	706
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /TiB <sub>2</sub>	20.8	5.2	785
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / TiB <sub>2</sub> /SiCw	22	8.4	670
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -NbC	18		
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -WC	17.5	7	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -YSZ	1700 HV	4	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -SiC	23	3.7	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -SiC	22.2	5.2	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -SiC	21.1	4.8	

Dal 1970 è stato fatto un grande lavoro di ricerca sulla microstruttura, sulle proprietà meccaniche e sulle prestazioni ingegneristiche del composito Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiC. Questo materiale viene lavorato attraverso la sinterizzazione, con l'aggiunta di additivi come MgO, TiO<sub>2</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiH<sub>2</sub>, Ni e Mo, ecc. Ma un ulteriore utilizzo è limitato dalla sua debole resistenza alla rottura dovuta alla bassa tenacità a frattura. Pertanto, sulla base di questo tipo di materiale, un materiale ceramico avanzato con l'aggiunta di additivo al carbonio è stato sviluppato nel

## Utensili ceramici con matrice a base di allumina

presente studio. I principali problemi degli strumenti in ceramico sono usura e rottura. Di solito, la rottura da usura degli utensili è tipica della lavorazione in continuo mentre la rottura provocata da una frattura è tipica nella lavorazione intermittente.

### 3.3.1.1 Procedure sperimentali

Sono stati utilizzati  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e polveri di TiC a elevata purezza come materiali di partenza con la dimensione media rispettivamente di 0,5 e 0,8  $\mu\text{m}$ . L' $\text{Al}_2\text{O}_3$  è stato miscelato con TiC e drogato con diverse quantità di resine fenoliche per produrre campioni con diverse quantità di additivi. Il materiale con il 2 % in volume di carbonio e il corrispondente senza l'aggiunta di carbonio sono chiamati rispettivamente ATC e AT.

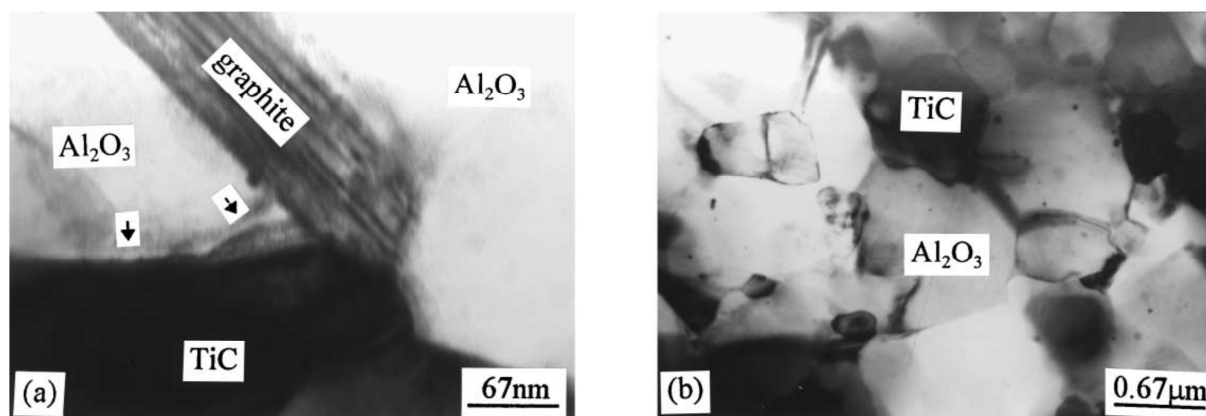


Figura 3.2: micrografia SEM della microstruttura del materiale ceramico ATC (a) e AT (b)

Tabella 3.2: proprietà meccaniche dei materiali ceramici in ATC e AT

materiale dell'utensile	resistenza a flessione (Mpa)	resistenza alla frattura ( $\text{MPa} * \text{m}^{\frac{1}{2}}$ )	durezza HV (Gpa)
ATC	782	5.89	18.9
AT	817	4.92	19.1

### 3.3.1.2 Microstruttura

Ceramici con legami ionici con, come caratteristica, una tipologia di frattura principalmente di tipo transgranulare. Come è noto, le composizioni del materiale in ceramico sono principalmente  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (circa 70 in volume %) e TiC (circa 30 in volume %). L' $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  è composto da legami ionici mentre il TiC, che presenta una struttura cristallina a reticolo cubico con facce centrate (FCC), è un composto da forti legami metallici. Pertanto, si deduce che la frattura caratteristica sia un misto di frattura intergranulare e transgranulare. Ulteriori

## Capitolo 3

---

osservazioni attraverso il SEM e il TEM mostrano che ogni fase del ceramico ATC è omogeneamente distribuito con particelle fini nella matrice di allumina e la granulometria dell' $\text{Al}_2\text{O}_3$  e del TiC si mantiene intorno a 1-2  $\mu\text{m}$ .

### 3.3.1.3 Proprietà meccaniche

Le proprietà meccaniche dei materiali per utensili ceramici dipendono in larga misura dalle composizioni. Gli esperimenti indicano che l'aggiunta di carbonio libero nel materiale (0,2÷4,0% rispetto al volume) ha effetti diversi sulle proprietà meccaniche dell' $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$ . Con l'aumento della frazione di volume di carbonio libero, la resistenza alla flessione e la durezza diminuiscono leggermente, mentre la tenacità a frattura aumenta gradualmente. Le misurazioni comparative mostrano che la resistenza alla frattura del carbonio temprato nel ceramico  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$  raggiunge i  $5.89 \text{ MPa m}^{\frac{1}{2}}$  quando il contenuto di carbonio è pari al 2% del volume. Questa resistenza è circa il 20 % superiore a quella ( $4.92 \text{ MPa m}^{\frac{1}{2}}$ ) del materiale ceramico corrispondente privo di carbonio. Confronto dettagliato delle proprietà meccaniche dei due materiali per utensili ceramici è riportata nella tabella 3.2.

### 3.3.1.4 Meccanismo di indurimento

Si osserva che si è formata spontaneamente una micro cricca durante il raffreddamento alla temperatura di sinterizzazione. La grafite è circa nastriforme (carbonio) con una larghezza di circa 100 nm, è distribuita nella zona limite dell' $\text{Al}_2\text{O}_3$  e del TiC e dei grani di  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Una micro cricca (indicato dalla freccia) esistente nell' $\text{Al}_2\text{O}_3$  e nella fase di TiC può essere osservata e sembra essersi originata alla fine della grafite. Solitamente le microfessure spontanee si trovano in prossimità della fase di grafite, mentre raramente possono essere individuate all'interno del materiale ceramico privo di carbonio libero. Una volta che il carbonio libero è incorporato, le microfessurazioni spontanee si verificano nel materiale, e la densità delle stesse aumenta con l'aumento della frazione di volume di carbonio libero. Il verificarsi di microfratture è inequivocabilmente attribuito all'esistenza della grafite. È noto che le micro cricche, lavorando come un meccanismo di indurimento efficace, possono migliorare la resistenza alla frattura dei materiali ceramici. Anche se i dati per le diverse forme di carbonio variano, l'energia di frattura riportata per interfacce di carbonio è di quasi due ordini di grandezza più debole di quella del grano o di quella della fase nei materiali ceramici. In generale, la durezza di interfaccia è di circa  $2 \text{ MPa m}^{\frac{1}{2}}$  per forti interfacce di vari



tipi di ceramico tecnico. Ma secondo i risultati di Nadeau, la tenacità sull'interfaccia per il

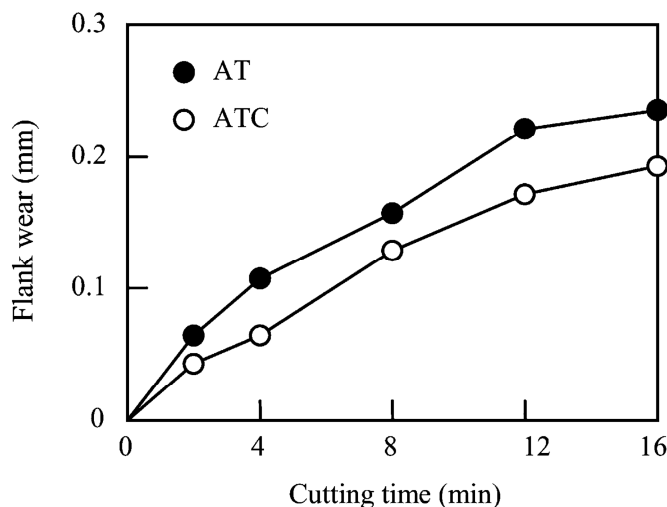


Figura 3.3: resistenza all'usura dell'AT e dell'ATC

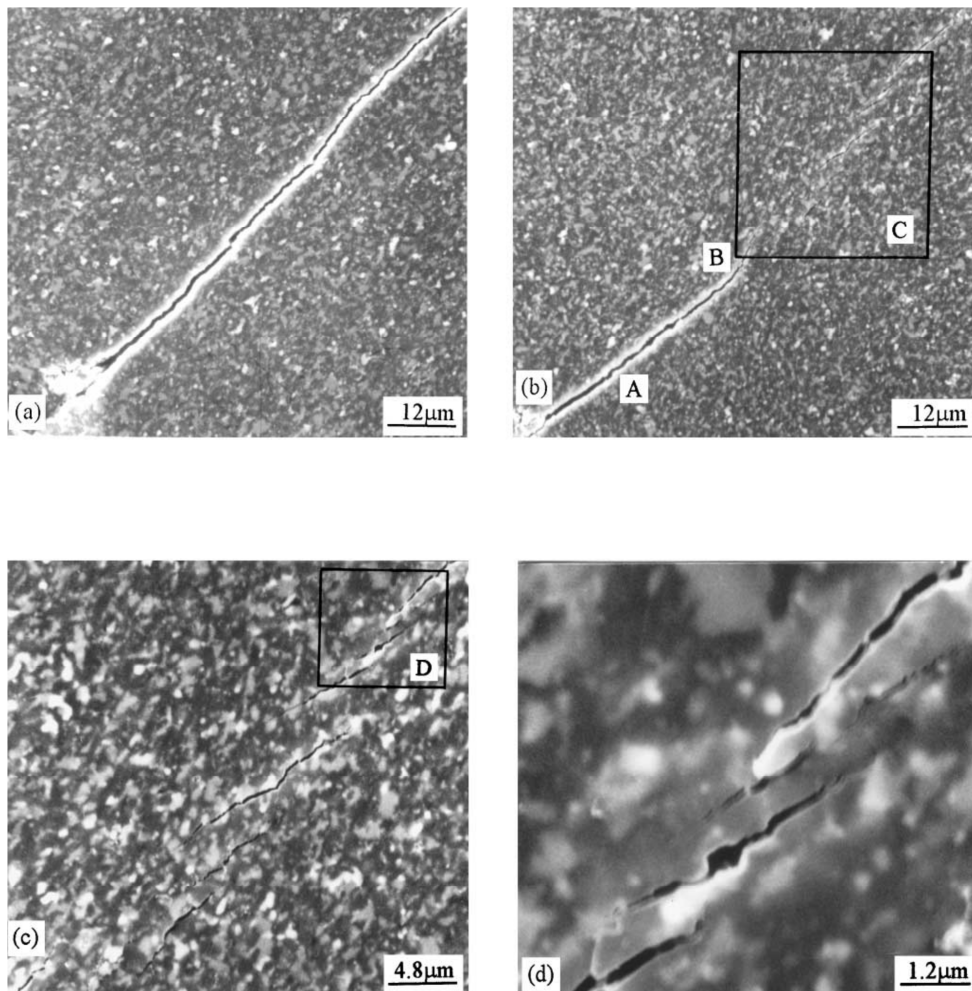
carbonio amorfo è solo di  $0.7 \text{ MPa m}^{\frac{1}{2}}$  che è circa un terzo di quella delle interfacce forti. In questo caso, le microfessurazioni inizieranno facilmente da queste interfacce indebolite di carbonio sotto l'azione delle sollecitazioni termiche residue nel materiale. Come risultato, la resistenza alla frattura del materiale ceramico ATC è notevolmente migliorata rispetto al composito AT senza alcun additivo di carbonio.

### 3.3.1.5 Prestazioni di taglio.

Nella figura 3.3 sono riportati i dati relativi all'analisi delle prestazioni di taglio dei due strumenti con velocità di taglio = 167 m/min, velocità di avanzamento  $f = 0,12$  millimetri / giro e profondità di taglio  $a_p = 0.8$  mm. Si riscontra che la resistenza all'usura dello strumento ceramico in ATC è superiore a quella dell'utensile AT senza aggiunte di carbonio. I difetti che si possono presentare sullo strumento in ceramico ATC sono principalmente dovuti a usura del cratere, usura del fianco e una leggera scheggiatura sul bordo. Nella zona in cui è presente l'usura del cratere, ci sono tracce evidenti dovute ai graffi di particelle dure e all'usura per adesione, mentre sul fianco sono presenti l'usura per adesione, solchi e fessure. Di conseguenza i meccanismi di usura dell'ATC sono principalmente usura abrasiva e usura per adesione nelle condizioni riportate precedentemente. Alcuni calcoli indicano che il coefficiente di resistenza all'usura per materiali ATC e AT è di 17.4 e 15.0, rispettivamente. Sembra che questa sia la ragione per la resistenza superiore all'usura dell'utensile in ceramico ATC nella lavorazione dell'acciaio temprato portato dal notevole aumento della resistenza alla frattura e

## Capitolo 3

dalla leggera diminuzione della durezza. Nelle condizioni sperimentali, la resistenza alla frattura dello strumento in ceramico ATC è ovviamente superiore a quella del ceramico AT. In particolare, nella condizione in cui l'inserto sopporta principalmente sollecitazioni meccaniche dovuto alla bassa velocità di taglio, alla elevata velocità di avanzamento e alla profondità di taglio, il numero medio di impatto dell'utensile ATC è del 17,5 % superiore a quello di AT. Sotto le altre due condizioni dove l'inserto è soggetto a sollecitazioni termiche e a sollecitazioni termo-meccaniche la resistenza alla frattura dell'ATC è 25,4 e 30,2 % superiore a quella dell'AT. È possibile trarre così conclusioni che lo strumento in ceramico ATC è migliore per lavorazioni interrotte come la spianatura di acciaio al carbonio indurito rispetto a inserti in AT che non contengono alcun additivo al carbonio. Nelle condizioni



**Figura 3.4:** Morfologia di una tipica cricca da indentazione nell'AT e nell'ATC con un carico di indentazione di 196 N: (a) AT; (b)-(c)-(d) ATC

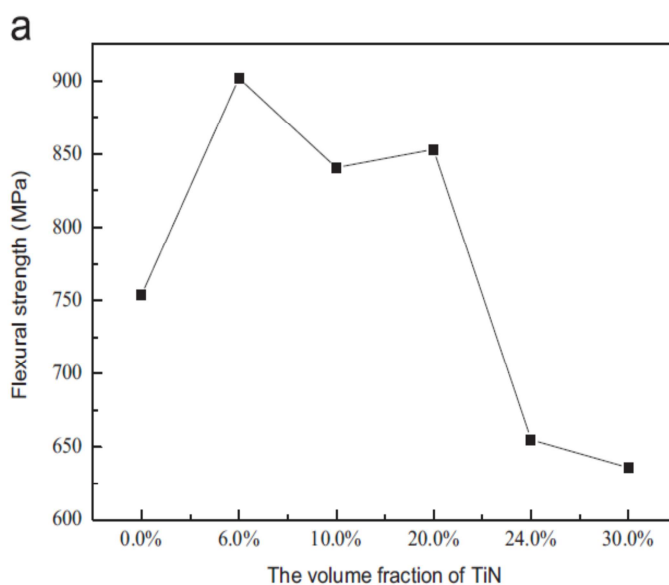
sperimentali, i modelli di frattura dello strumento in ceramico ATC comprendono principalmente scheggiatura del bordo, frattura sul fianco e gli schemi di frattura combinati.

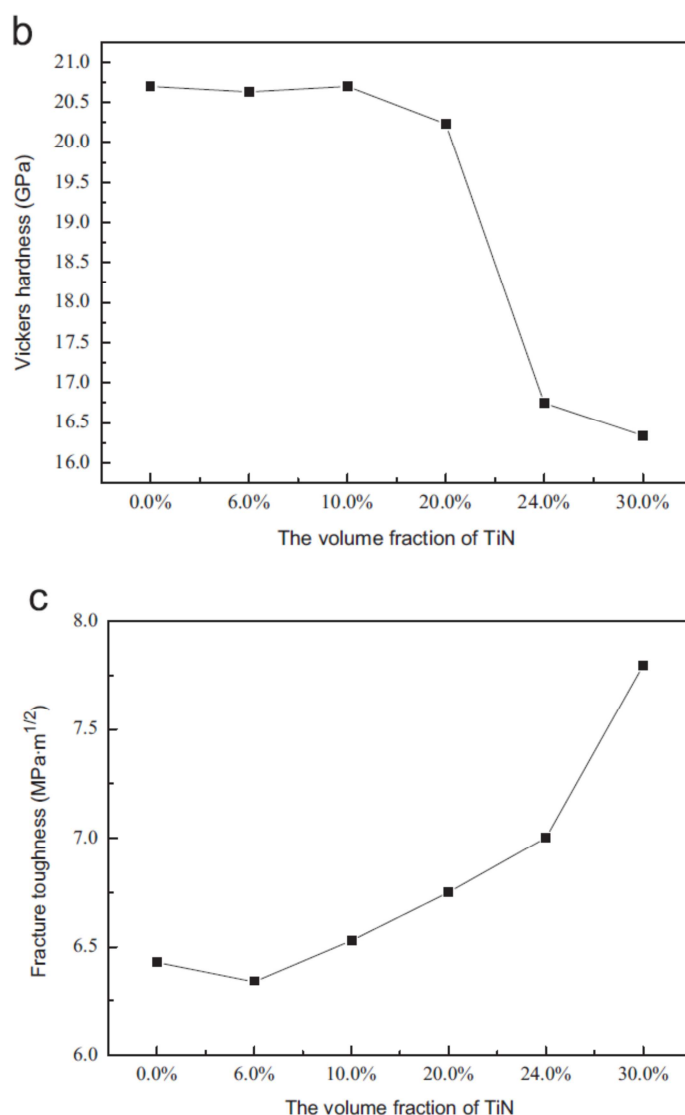
## Utensili ceramici con matrice a base di allumina

Con l'aumento della temperatura di taglio, la massima differenza di temperatura in fresatura aumenta sulla faccia dello strumento aumentando così le sollecitazioni termiche. Quando le microfessure esistenti all'interno del materiale si propagano raggiungendo lo stato critico sotto l'azione di sollecitazioni termiche e degli shock termici, si formano macro cricche che possono causare la rottura dell'utensile. Pertanto, si intuisce che lo shock termico in fresatura ad alta velocità ha un effetto estremo sulla frattura dell'utensile e le microfessurazioni termiche svolgono un ruolo importante nella rottura dell'utensile in materiale ceramico.

### 3.3.2 Proprietà meccaniche dell' $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiC-TiN

Rispetto alla lavorazione tradizionale, la lavorazione ad alta velocità è diventata la tendenza principale grazie alla sua elevata efficienza, elevata precisione e semplicità di processo. Per il taglio di acciaio bonificato ad alta velocità, gli utensili da taglio in ceramico hanno le migliori prestazioni di taglio rispetto ad altri materiali per utensili per le loro eccellenti proprietà fisiche quali la stabilità termica, elevata durezza e buona resistenza alla corrosione. Uno dei materiali più utilizzati per gli utensili da taglio in ceramico è l'allumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Anche se l'allumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) può aumentare le prestazioni di taglio, la sua fragilità insita ne ha limitato le sue applicazioni. Comparativamente, i compositi a matrice di allumina rappresentano il vantaggio di alta resistenza, alta rigidità, bassa densità e così via. In genere, i materiali ceramici in  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiC presentano una migliore resistenza, durezza e tenacità rispetto ai materiali ceramici in  $\text{Al}_2\text{O}_3$  pura. Il nitrato di titanio (TiN) è un altro forte rinforzo che può migliorare la resistenza alla frattura dei ceramici. Il TiN ha un'eccellente stabilità chimica e basso coefficiente di attrito a contatto con leghe a base di ferro e nichel e così esso può essere un potenziale candidato per i componenti resistenti all'usura e inserti per utensili da taglio.





**Figura 3.5:** proprietà meccaniche dell'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC-TiN al variare del contenuto di TiN (1650°C, 30min,32MPa).(a)resistenza a flessione,(b)durezza Vickers e (c)resistenza alla frattura.

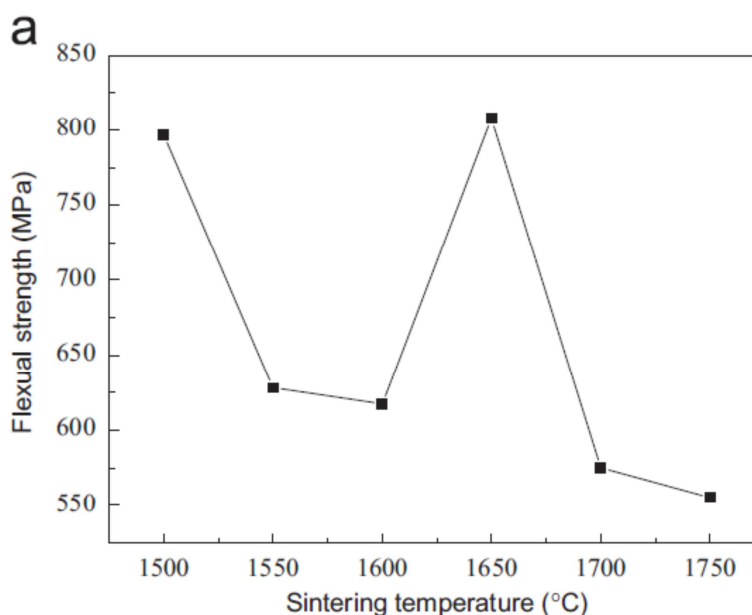
Inoltre, la buona conducibilità elettrica dei compositi Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiN rende possibile le lavorazioni per elettroerosione dei compositi a matrice di allumina.

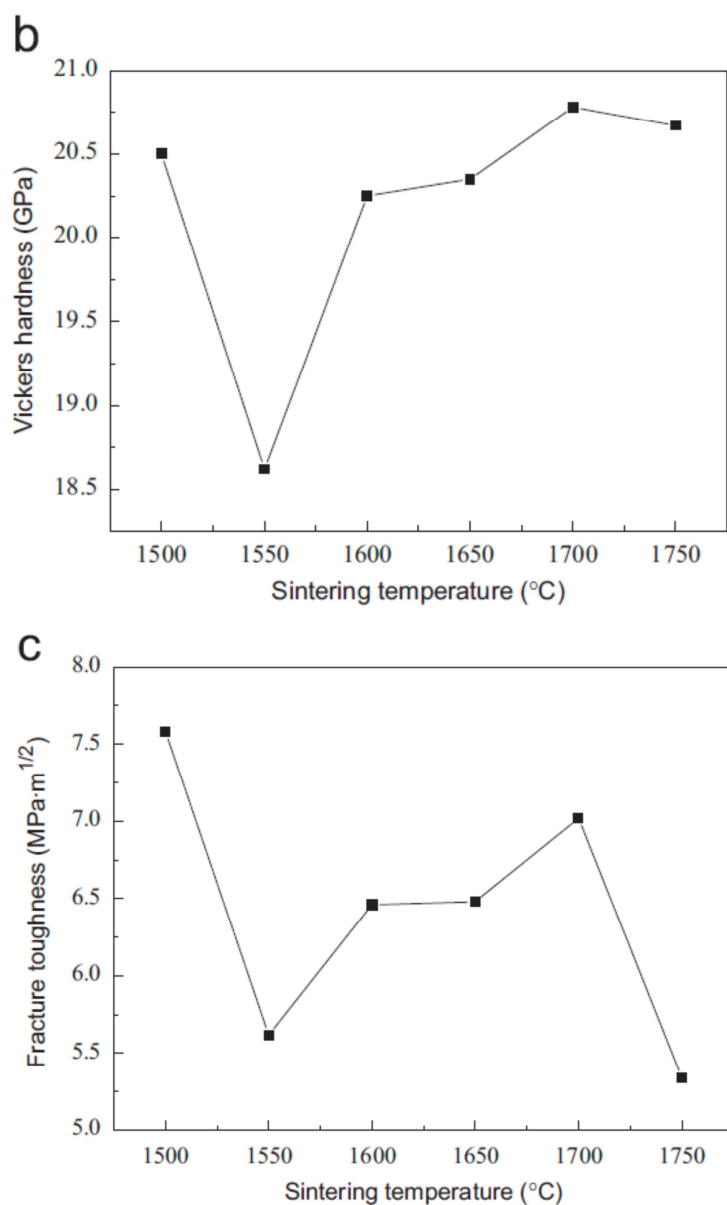
### 3.3.2.1 Gli effetti del contenuto di TiN sulle proprietà meccaniche

La figura 3.5 mostra le proprietà meccaniche del materiale per utensili in ceramico in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC-TiN rispetto al contenuto in volume del TiN. La temperatura di sinterizzazione per il materiale riportato in tabella è di 1650°C, mentre il tempo di sinterizzazione è di 30 min. Si può notare dalla tabella che la più alta resistenza alla flessione del materiale in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC-TiN è di 901,9 MPa, misurata con il 6 % in volume di TiN. Inoltre la durezza Vickers del materiale cambia leggermente quando il contenuto di TiN è inferiore al 10 % in volume.

## Utensili ceramici con matrice a base di allumina

Tuttavia, esso diminuisce continuamente quando il contenuto di TiN è superiore al 10 % in volume mentre il valore massimo di 20,7 GPa viene raggiunto per un contenuto di TiN del 10 % in volume. Questo può essere spiegato con il fatto che la durezza Vickers del TiN è inferiore a quella del TiC (la micro durezza di TiN è 20,7 GPa, mentre la micro durezza del TiC è di 32 GPa). Pertanto, quando il contenuto di TiN aumenta e il contenuto di TiC diminuisce, la durezza di  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC-TiN}$  cala. La resistenza alla frattura di  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC-TiN}$  fondamentalmente presenta una crescente tendenza con l'incremento del tenore di stagno. La massima resistenza alla frattura di  $7,80 \text{ MPa m}^{\frac{1}{2}}$  viene misurata quando il contenuto di TiN è del 30 % in volume. TiN ha un elevato modulo di elasticità a rispetto all' $\text{Al}_2\text{O}_3$  e TiC (i moduli di elasticità sono rispettivamente di 590 GPa, 400 GPa e 460 GPa per TiN, TiC  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), così il TiN può vincolare la frattura durante la propagazione della cricca, e quindi la tenacità aumenta con l'incremento del contenuto TiN. Inoltre, TiN ha un elevato coefficiente di espansione termica rispetto all' $\text{Al}_2\text{O}_3$ , che può causare trazione durante il processo di raffreddamento e, come risultato, viene innescata una microfrattura e quindi la resistenza alla rottura può essere migliorata. In considerazione globale delle proprietà meccaniche, quando la condizione di sinterizzazione è di  $1650^\circ\text{C}$ , 30 min e 32 MPa, il tenore di stagno ottimale di 20 % in volume, le proprietà meccaniche sono di 853,1 MPa, 20.23 GPa e  $6,75 \text{ MPa m}^{\frac{1}{2}}$  per rispettivamente resistenza a flessione, durezza Vickers e tenacità alla frattura.





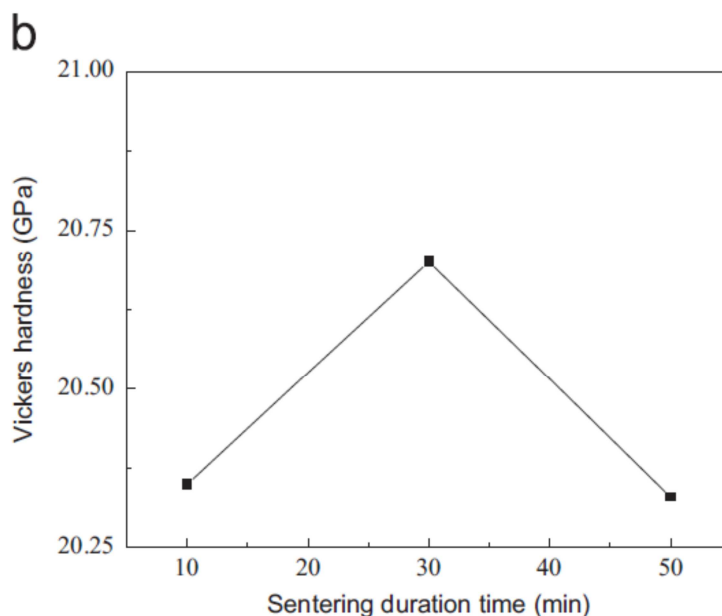
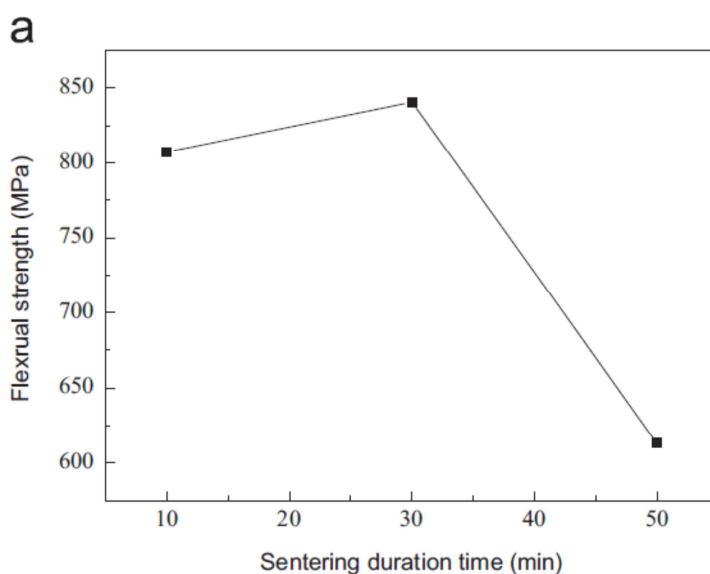
**Figura 3.6:** proprietà meccaniche dell'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-20%TiC-TiN al variare della temperatura di sinterizzazione (10min,32MPa).(a)resistenza a flessione,(b)durezza Vickers e (c)resistenza alla frattura.

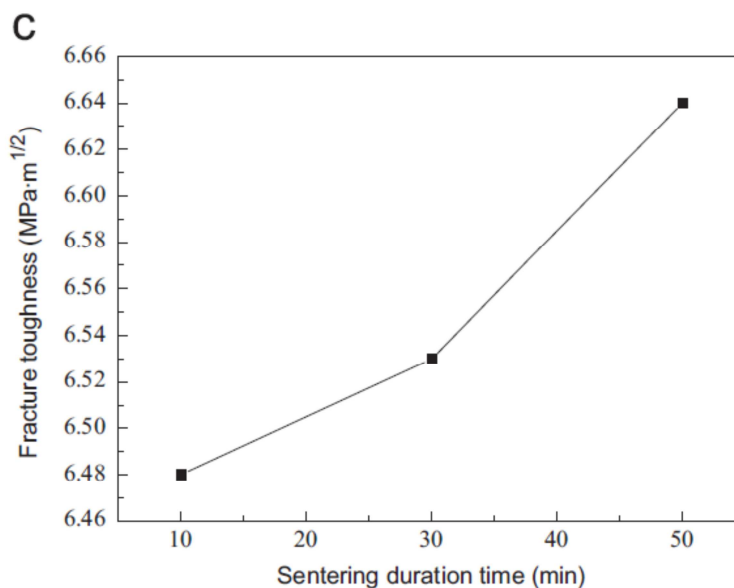
### 3.3.2.2 Gli effetti della temperatura di sinterizzazione sulle proprietà meccaniche

La figura 3.6 mostra le proprietà meccaniche del materiale per utensili in ceramico in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-20% TiC-TiN rispetto alla temperatura di sinterizzazione. All'interno di un certo intervallo di temperatura di sinterizzazione per un periodo di sinterizzazione di 10 minuti, la fase liquida e la fluidità delle polveri dei ceramici incrementano e ciò aumenta la densità della massa e le proprietà meccaniche. Tuttavia, una temperatura troppo bassa può causare sinterizzazione insufficiente mentre una temperatura troppo alta può causare la decomposizione del TiN e la

## Utensili ceramici con matrice a base di allumina

rapida crescita di grano. La massima resistenza alla flessione di 807,4 MPa viene raggiunta quando la temperatura di sinterizzazione è di 1650°C, la più alta durezza Vickers di 20,78 GPa a temperatura di sinterizzazione di 1700°C e la più alta resistenza alla flessione di 7,58 MPa m<sup>1/2</sup> si ha quando la temperatura di sinterizzazione è di 1500°C. In considerazione globale delle proprietà meccaniche, quando l'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> con il 20 % in volume di TiC-TiN viene sinterizzata per un tempo di 10 min e una pressione di 32 MPa, la temperatura ottimale di sinterizzazione è 1500°C, in cui la proprietà meccaniche sono rispettivamente di 796,6 MPa, 20,5 GPa, 7.58 MPa m<sup>1/2</sup> per resistenza a flessione, durezza Vickers e frattura.





**Figura 3.7:** proprietà meccaniche dell'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-20%TiC-TiN al variare del tempo di sinterizzazione (1650°C, 32MPa).(a)resistenza a flessione,(b)durezza Vickers e (c)resistenza alla frattura.

### 3.3.2.3 Effetti della durata di sinterizzazione sulle proprietà meccaniche

Quando il tempo di sinterizzazione varia a una temperatura di 1650°C cambiano anche le proprietà meccaniche del materiale. Per un tempo di sinterizzazione di 30 min, la resistenza alla flessione raggiunge gli 840,8 MPa e la durezza Vickers raggiunge i 20.70 GPa. La figura 3 mostra che la tenacità a frattura aumenta con l'incremento della durata della sinterizzazione e la massima resistenza alla frattura di 6,64 MPa m<sup>1/2</sup> è misurata quando la durata della sinterizzazione è di 50 min. La densità dei compositi ceramici potrebbe essere migliorata quando si aumenta correttamente la durata della sinterizzazione e quindi la resistenza alla frattura aumenta. In conclusione quando il materiale ceramico Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – con il 20 % in volume di TiC-TiN è sinterizzato a 1650°C alla pressione di sinterizzazione di 32 MPa, il tempo di durata di sinterizzazione ottimale è 30 min, che presenta le proprietà meccaniche per resistenza a flessione, durezza Vickers e resistenza alla frattura rispettivamente di 840,8 MPa, 20.70 GPa, 6.53 MPa m<sup>1/2</sup>.



## Utensili ceramici con matrice a base di allumina

### 3.3.2 Proprietà meccaniche dell'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiC alle alte temperature

I materiali per utensili ceramici a base di Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hanno grandi vantaggi nel campo della lavorazione ad alta velocità rispetto al tradizionale acciaio e al carburo cementato per utensili da taglio, a causa dell'elevata durezza, ottima resistenza all'usura e alla corrosione, così come la bassa affinità con il metallo. Possono anche lavorare acciaio temprato, leghe a base di nichel e altri materiali difficili da tagliare, quindi, i materiali per utensili in ceramico sono considerati come uno dei materiali per utensili più promettenti e competitivi. Tuttavia, la fragilità e la scarsa tolleranza al danno hanno limitato l'ampia applicazione dei ceramici in allumina. Fino ad oggi, sono stati fatti molti sforzi per migliorare la resistenza e la durezza dei materiali ceramici.

**Tabella 3.3:** composizione dei vari compositi (% volume)

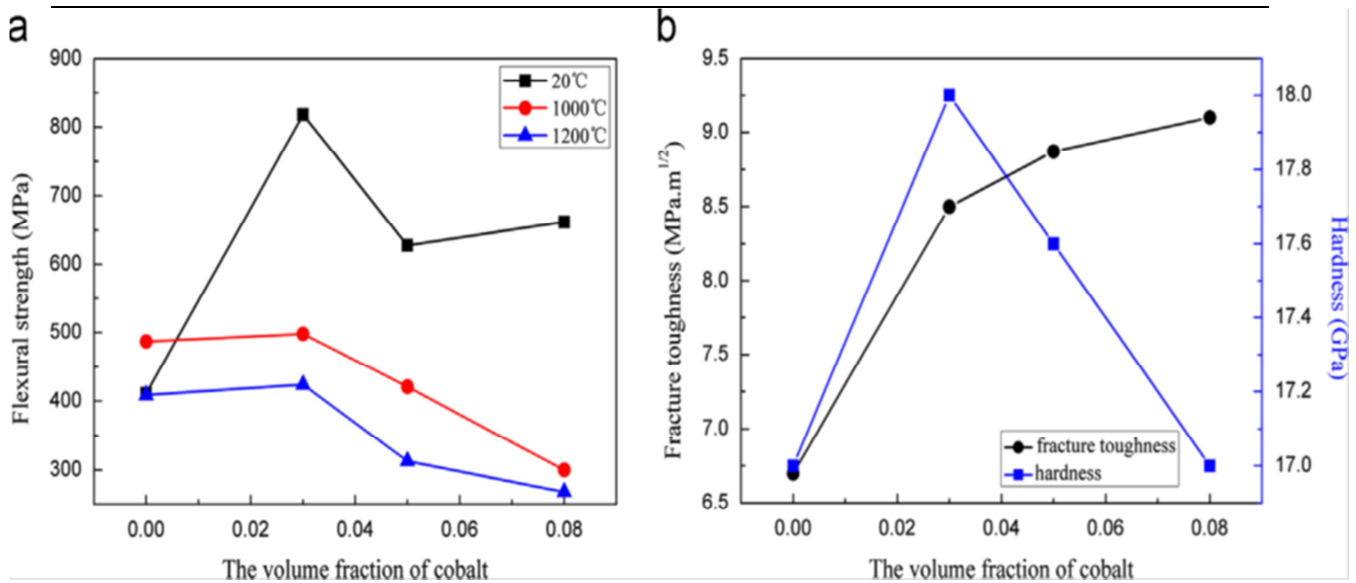
Compositi	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (0.5 μm)	TiC(40nm)	TiC(0.5 μm)	Co(2 μm)
ATC0	59	6	35	0
ATC3	56	6	35	3
ATC5	54	6	35	5
ATC8	51	6	35	8

Diversi metodi utili come la dispersione di particelle nella matrice fragile, fibra o compositi rinforzati con whiskers, trasformazione di fase di indurimento e incorporazione di fase duttile nella matrice fragile in ceramico. La temperatura raggiungibile e le elevate proprietà meccaniche del materiale da taglio in ceramico sono molto importanti per determinare se si adatta a essere utilizzato nella lavorazione ad alta velocità. Inoltre, gli studi sulle temperature elevate e le proprietà meccaniche del materiale sono utili per analizzare le cause della rottura dello strumento nel processo di taglio.

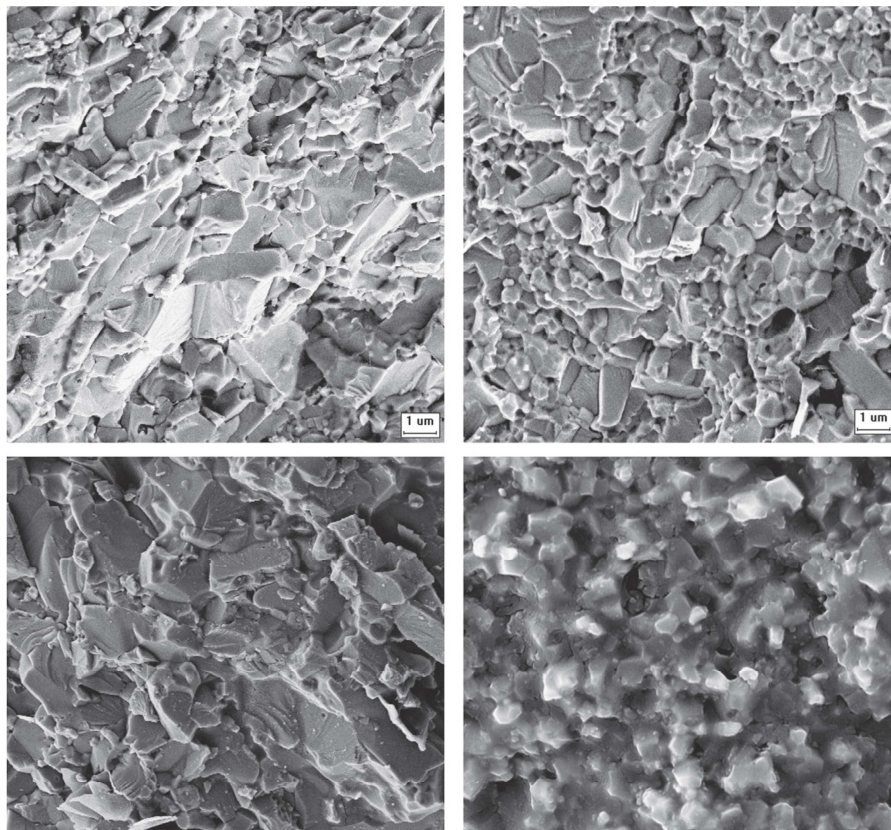
#### 3.3.3.1 Effetti del cobalto sulle proprietà meccaniche e microstruttura

A temperatura ambiente, si può vedere che la resistenza alla flessione e la durezza sono aumentate con l'aumento del contenuto di cobalto crescente da 0 a 3 % in volume nell'allumina, ma diminuiscono con l'ulteriore aumento del tenore di cobalto. La resistenza alla frattura è aumentata linearmente con l'aumento del contenuto di cobalto. Si può notare che la microstruttura di ATC0 non è omogenea con grani grossi. Essa presenta molti pori distribuiti non solo a bordograno ma anche all'interno dei grani, che sono svantaggiosi per la resistenza a flessione. La modalità di frattura dell'ATC0 è principalmente la frattura intergranulare, indicando una scarsa resistenza nel legame interfacciale. Con l'aumento del

## Capitolo 3



**Figura 3.8:** effetto del contenuto di cobalto su (a) resistenza a flessione a temperatura ambiente e a temperature elevate e (b) durezza e resistenza alla frattura a temperatura ambiente

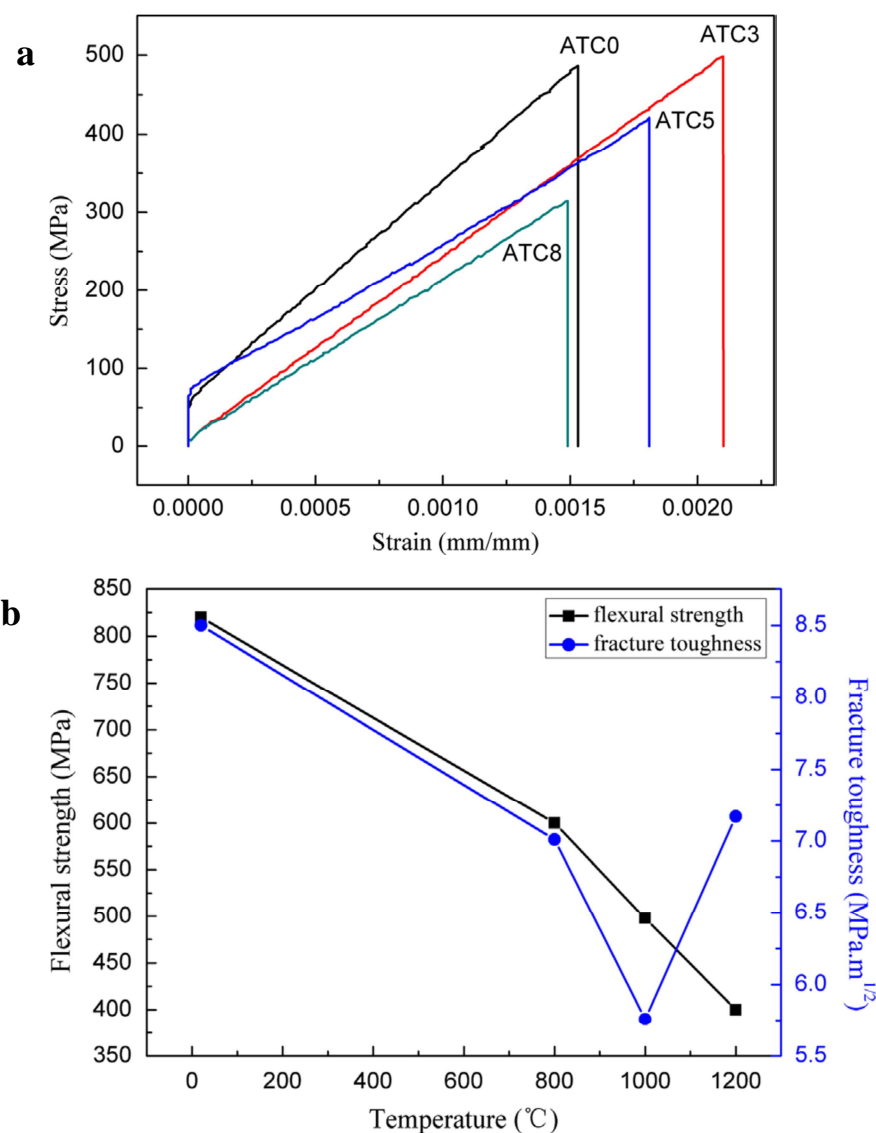


**Figura 3.9:** micrografie Sem della superficie di frattura dei compositi che contengono (a) 0, (b) 3, (c) 5 e (d) 8% in volume di cobalto.

contenuto di cobalto, la superficie di fratturata dell'ATC3 è caratterizzato da una modalità mista di fratture intergranulare e transgranulare. La granulometria è fine e omogenea e presenta pochi pori nel composito. Il cobalto di solito si trova ai confini del grano di TiC o tra

## Utensili ceramici con matrice a base di allumina

le interfacce di  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{TiC}$ , che possono prevenire o ridurre il clustering, la fusione e la crescita delle particelle nel processo di sinterizzazione. Inoltre, il punto di fusione del cobalto

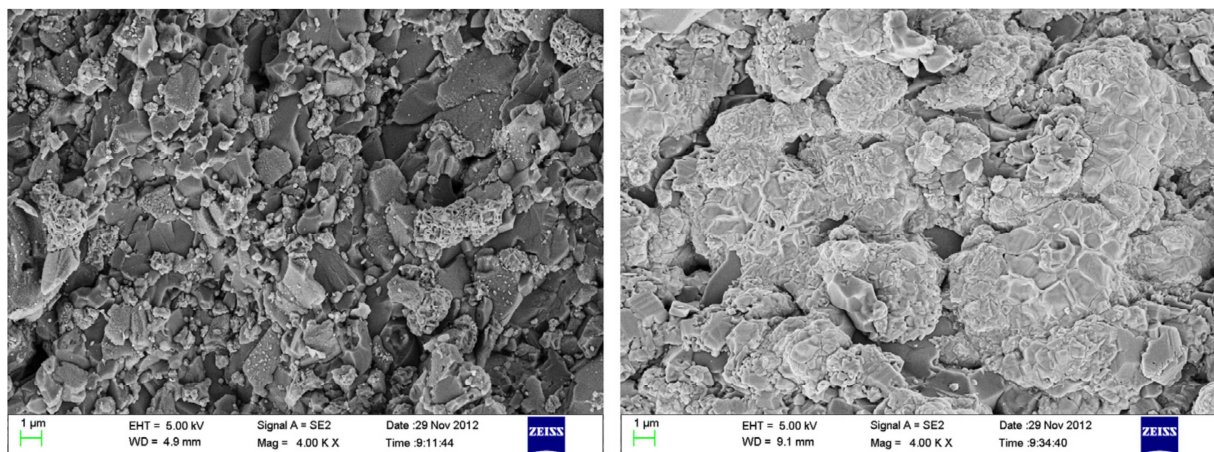


**Figura 3.10:** (a) Le curve sforzo-deformazione per compositi testati a 1000°C. (b) La resistenza a flessione e la resistenza alla frattura di ATC3 a temperatura elevata.

è molto inferiore alla temperatura di sinterizzazione. Il cobalto diventa così fluido e può riempire i pori tra i granuli, così il composito possiede un'elevata densità relativa. Tuttavia, con l'aumento del contenuto di cobalto, eccesso, esso non si può distribuire uniformemente nel composito. Una massa di cobalto può formare un agglomerato al bordo dei grani, che li

## Capitolo 3

rende impuri e portano a una microstruttura disomogenea. La granulometria media ATC5 è molto grossolana rispetto a quella di ATC3, che è dannosa per la resistenza alla flessione, ma è utile per migliorare la tenacità a frattura. Quando il tenore di cobalto raggiunge l'8 % vol, si formano alcune micro-crepe nel materiale. Queste micro-fessure diminuiscono non solo il carico lungo la sezione trasversale ma anche causano la concentrazione di tensione, che ha provocato la bassa resistenza alla flessione. A temperature elevate, vi è poca differenza nella resistenza alla flessione tra ATC0 e ATC3, ma la resistenza alla flessione ha una diminuzione significativa con l'ulteriore aumento del tenore di cobalto. La resistenza ad alta temperatura del composito contenente la fase di metallo è molto inferiore rispetto alla resistenza a temperatura ambiente, tuttavia, vi è poca differenza tra la resistenza a temperatura ambiente e la resistenza a temperatura elevata del composito senza fase metallica. Nelle curve sforzo-deformazione per i compositi testati a 1000°C si può notare che la modalità di frattura di tutti i campioni è del fragile. Il modulo elastico dei compositi contenenti cobalto è inferiore a quello del composito senza cobalto. Rispetto alla resistenza temperatura ambiente, la resistenza ad alta temperatura dei materiali compositi contenenti cobalto è molto più basso, infatti è ben noto che la diminuzione della resistenza dei ceramici ad alta temperatura è sempre in relazione al rammollimento del bordograno, cioè, il cambiamento della modalità di frattura a causa della debolezza bordograno, soprattutto quando sui bordi grano sono presenti



**Figura 3.11:** Micrografie SEM delle superfici di frattura di (a) ATC3 testato a 800°C e (b) ATC5 ossidato a 1000°C per circa 1 ora.

fasi con basso punto di fusione. La modalità di frattura ad alta temperatura è principalmente di tipo intergranulare inoltre il cambiamento della tipologia di rottura è il risultato della debolezza sui bordi dei grano. Il cobalto distribuito a bordograno ad alta temperatura è tenero e ciò porta alla scarsa resistenza al legame tra le superfici di interfaccia. Significa che le crepe

## Utensili ceramici con matrice a base di allumina

preferiscono propagarsi attraverso un meccanismo di frattura intergranulare e quindi viene richiesta meno energia per la rottura.

### 3.3.3.2 Resistenza alla flessione e tenacità alle alte temperature

La resistenza alla flessione diminuisce quando la temperatura aumenta da 20 a 1200°C, tuttavia, mantiene un valore elevato (circa 390 MPa) anche a 1200°C. La resistenza alla frattura diminuisce in funzione della temperatura fino a 1000°C ma aumenta a 1200°C e la diminuzione della resistenza è attribuita all'ossidazione dei grani e dei bordi grano. Non vi è alcuna reazione chimica tra  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , TiC e Co nel processo di sinterizzazione: TiC è stata ossidata in  $\text{TiO}_2$  da 800°C, e l'ossidazione diviene più grave quando la temperatura aumenta, tuttavia non sono stati trovati gli ossidi di cobalto. Questo avviene perché probabilmente l'ossido di cobalto  $\text{Co}_3\text{O}_4$  si forma sotto lo strato di  $\text{TiO}_2$ , quindi non può essere rilevato attraverso un'analisi superficiale. In questa tipologia di ceramici compositi, l'ossigeno attacca principalmente la fase di bordograno, poi avviene l'ossidazione di  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e TiC. La scomparsa

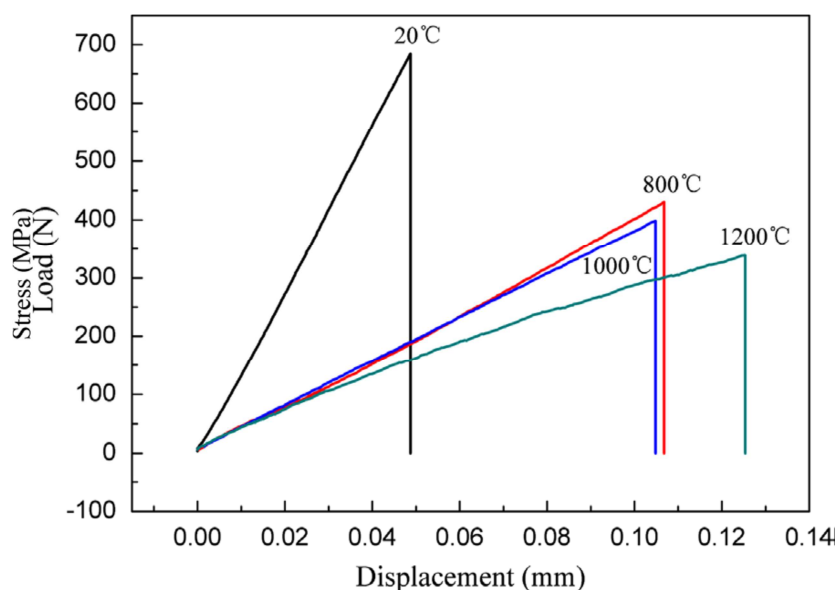


Figura 3.12: Le curve carico-spostamento per ATC3 testato a diverse temperature.

della fase di bordograno e la formazione di ossidi contribuisce a indurre difetti e crepe sulla superficie dei grani. Le crepe progressivamente si propagano verso il materiale alla rinfusa, inducendo un'elevata riduzione della resistenza. Secondo le curve di carico-spostamento di ATC3 il campione testato a 20°C mostra una rottura fragile e relativamente poca deformazione plastica prima della frattura. A 800°C e 1000°C, la frattura è fragile ma nei test condotti è presente una prova della leggera deformazione plastica. A 1200°C, il campione si frattura con notevole deformazione plastica. Il modulo elastico diminuisce con l'aumento della

## Capitolo 3

---

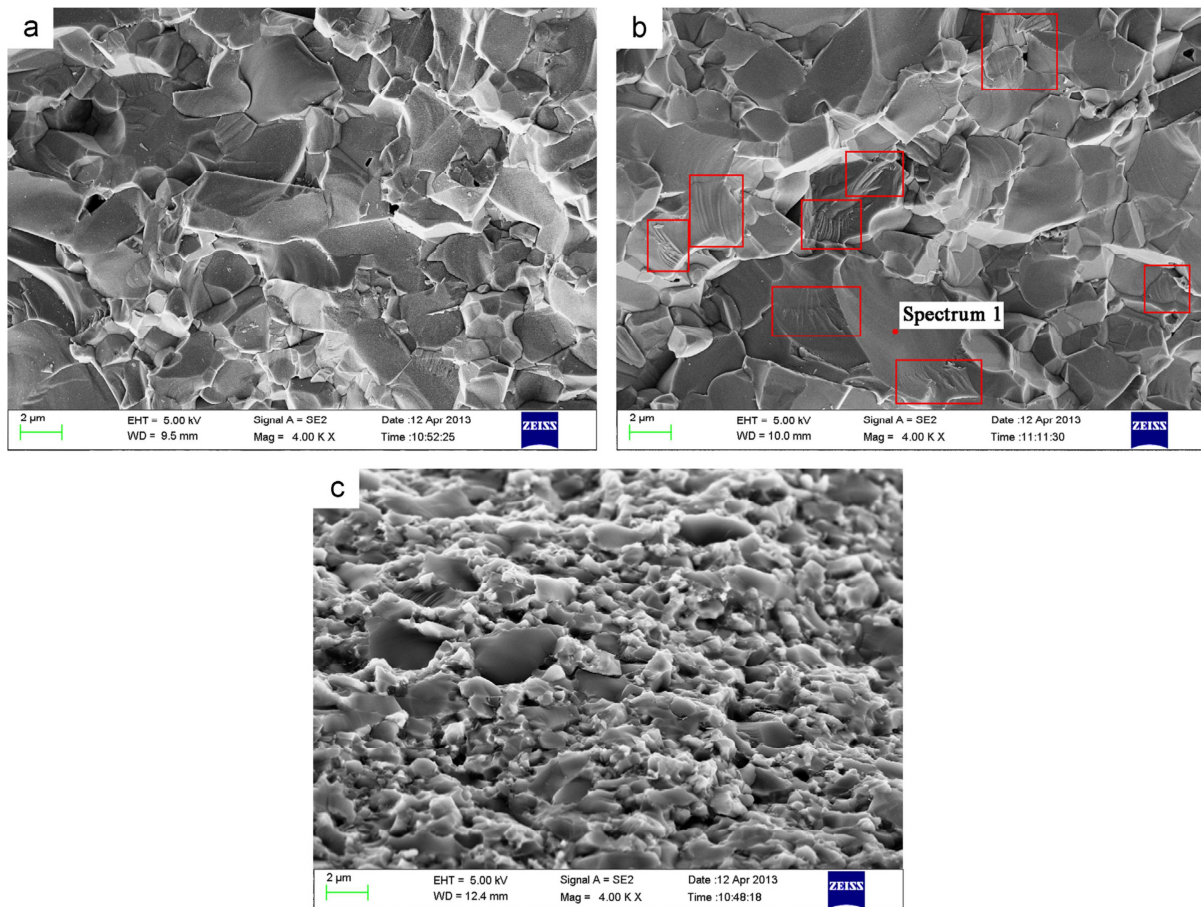
temperatura, un altro motivo per spiegare il calo della resistenza. La morfologia del grano del composito fratturato a 1200°C si presenta irregolare con parecchie pieghe e risulta molto diversa da quella della frattura del composito a temperatura ambiente. Questo fenomeno può essere attribuito al bordograno scorrevole e alla deformazione plastica ad alta temperatura del grano, poiché il composito presenta una notevole deformazione plastica a 1200°C. Più energia frattura è dissipata attraverso il bordograno scorrevole e la deformazione plastica del grano, causando il miglioramento della tenacità a 1200°C. Le micro-tensioni residue all'interno della particella di TiC e alla matrice di Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sono in media di 370 MPa di compressione e 200 MPa di trazione e come ben noto tali tensioni residue diminuiscono quando la temperatura di prova aumenta. Il calo della sollecitazione di compressione lungo il bordograno del TiC ad alta temperatura può anche accelerarne la loro mobilità e aumentare così la possibilità di eventuali scorrimenti intergranulari. La concentrazione di stress comporta un'eventuale deformazione plastica dei grani con conseguente formazione di difetti dovuti alla dislocazione, inoltre può anche causare le microfessure sul grano.

Le proprietà meccaniche temperatura ambiente e temperatura elevata resistenza alla flessione dei materiali per utensili ceramici compositi sono stati influenzati fortemente dal contenuto di cobalto. Alcuni frammenti di cobalto potrebbero migliorare notevolmente le proprietà meccaniche alla temperatura ambiente, inoltre non ci sono evidenti svantaggi per la resistenza alle alte temperature. Tuttavia, l'eccesso di cobalto provoca la diminuzione della resistenza ad alta temperatura perché il cobalto è più facilmente ossidabile e rammollisce ad alta temperatura in aria. Il modulo elastico del composito diminuisce con l'aumento della temperatura. La resistenza alla frattura di ATC3 è diminuita quando la temperatura è aumentata da 20 a 1000°C, ma è leggermente aumentata a 1200°C. La resistenza alla flessione di ATC3 diminuisce con l'aumento della temperatura, ma può ancora mantenere un'elevata resistenza anche a 1200°C. Queste caratteristiche del presente ceramico composito lo rendono utilizzabile come strumento di taglio nella lavorazione ad alta velocità.

## 4 Produzione e proprietà di altri utensili in ceramico avanzato

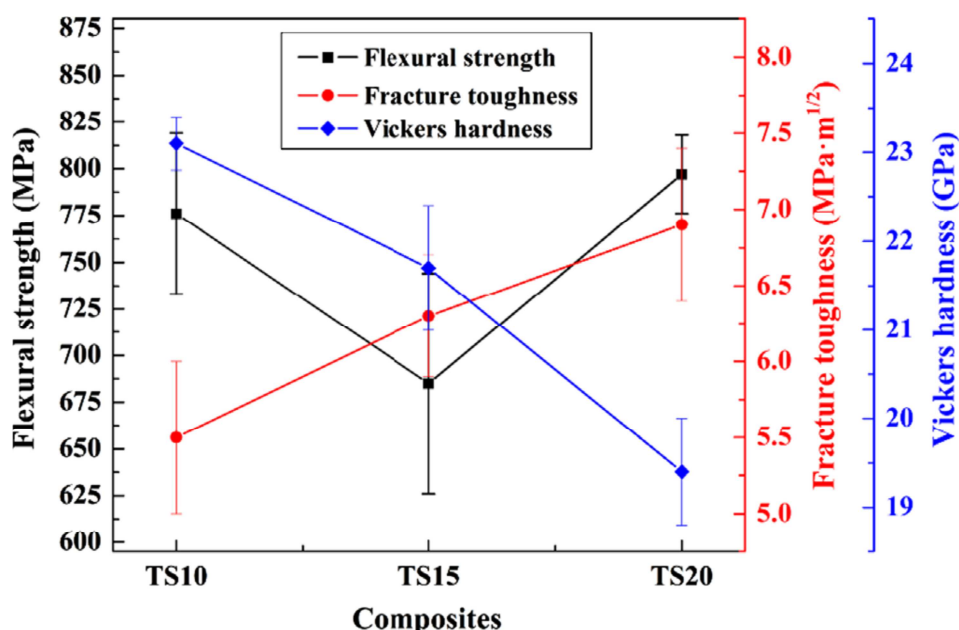
### 4.1 Microstruttura e proprietà meccaniche del $TiB_2$ -SiC prodotto tramite pressatura a caldo

I boruri di metalli di transizione, noti anche come i ceramici ad alta temperatura (UHTCs), sono di grande interesse per le applicazioni che richiedono l'esposizione del materiale in ambienti con condizioni termiche e chimiche estreme come i sistemi di protezione termica e sistemi di propulsione di veicoli aerospaziali ipersonici. Tra questi, diboruro di titanio ( $TiB_2$ ) ha ricevuto grande attenzione a causa della sua bassa densità, alto punto di fusione e durezza,



**Figura 4.1:** Micrografie SEM delle superfici di frattura di (a) TS10 (10% SiC), (b) e TS15 (15% SiC) (c) TS20(20% SiC).

ottima resistenza all'abrasione, buona conducibilità termica ed elettrica. Queste proprietà uniche lo rendono un materiale promettente per applicazioni strutturali ad alta temperatura come utensili da taglio. Tuttavia, l'addensamento del ceramico  $TiB_2$  puro è intrinsecamente difficile a causa delle sue tre caratteristiche come alto punto di fusione, basso coefficiente di auto-diffusione e la pressione relativamente elevata della tensione di vapore del componente. La resistenza alla flessione di materiali ceramici per utensili a elevate temperature è un fattore



**Figura 4.2:** resistenza alla flessione, resistenza alla frattura e durezza Vickers dei compositi  $\text{TiB}_2\text{-SiC}$  a temperatura ambiente.

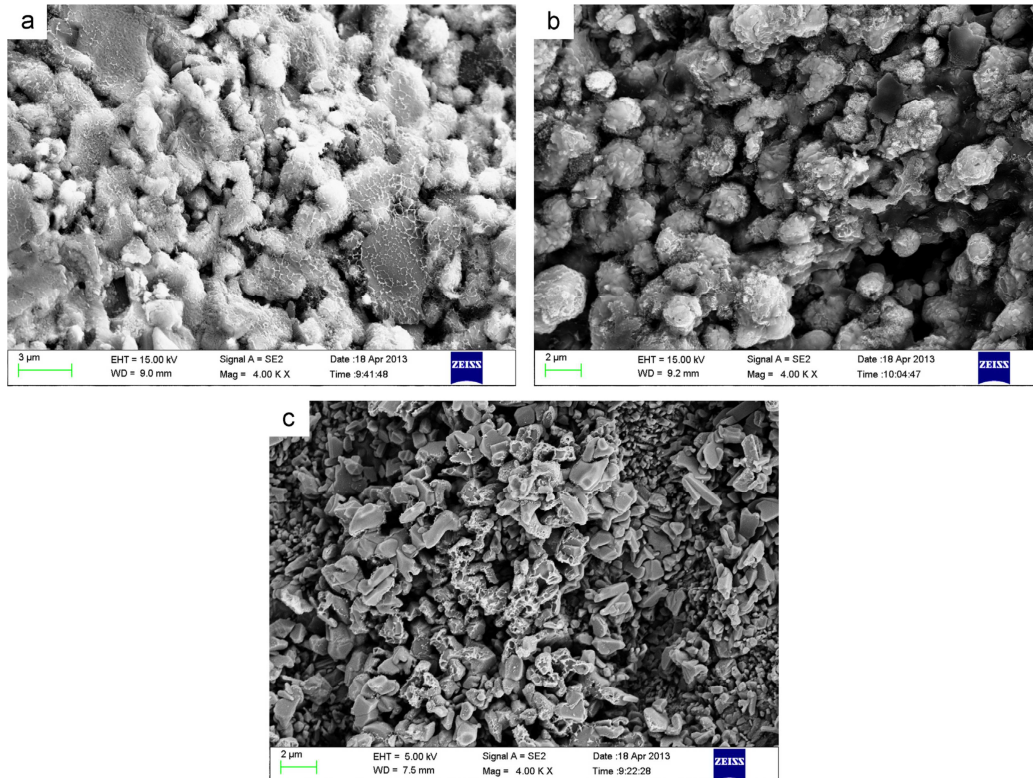
essenziale per valutare le prestazioni di taglio e stabilità. Tuttavia, le misurazioni a temperatura elevata della resistenza alla flessione dei ceramici sono state eseguite in atmosfera inerte (ad esempio argon) anziché atmosfera ambiente nella maggior parte delle letterature esistenti e quindi non sono conformi alle reali condizioni di lavoro. Fino ad oggi sono poche le relazioni sulla resistenza alla flessione ad alta temperatura dei materiali per utensili ceramici compositi in  $\text{TiB}_2\text{-SiC}$ . Inoltre, alle alte temperature l'incremento o la degradazione dei meccanismi di resistenza a flessione non sono ancora disponibili. Di seguito viene studiato questo tipo di materiale riportandone le caratteristiche di resistenza e le sue proprietà.

### 4.1.1 Microstruttura e proprietà meccaniche a temperatura ambiente

Sono stati analizzati tre compositi formati da una matrice di  $\text{TiB}_2$  con l'aggiunta di una percentuale da 10% a 20 % in peso di SiC. I tre compositi vengono indicati rispettivamente TS10, TS15 e TS20. Le proprietà meccaniche del TS10, TS15 e TS20 misurate a temperatura ambiente sono riportate in Fig.4.3. È stato riscontrato che il contenuto di SiC ha avuto un'influenza significativa sulle proprietà meccaniche dei materiali compositi. Quando la frazione di massa di SiC è aumentata dal 10 % al 20 %, la resistenza alla frattura aumentata linearmente, mentre la durezza ha la tendenza opposta, cioè con l'aggiunta di SiC migliora la tenacità a frattura ma diminuisce la durezza del ceramico  $\text{TiB}_2$ . La resistenza alla flessione

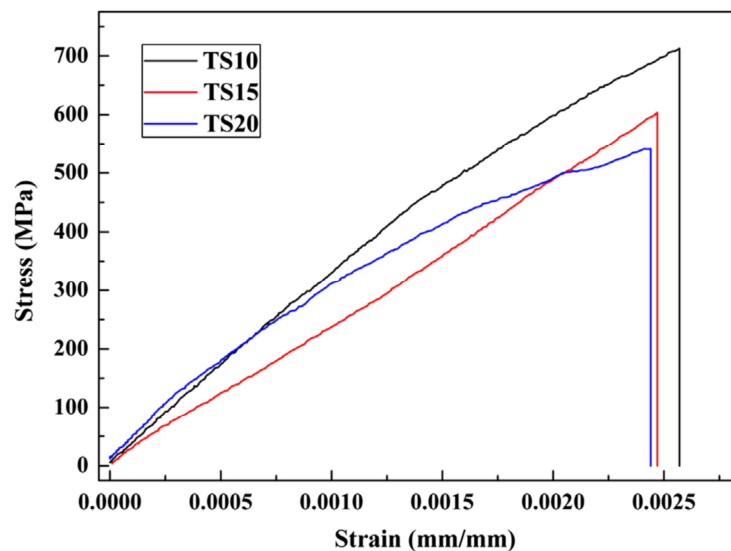


## Produzione e proprietà di altri utensili in ceramico avanzato



**Figura 4.3:** Micrografie SEM della superficie di frattura di TS10 dopo prove di flessione a tre punti (a) 800°C, (b) 1000°C e (c) 1200°C.

dapprima è diminuita e quindi è aumentata, indicando che TS15 aveva la resistenza alla flessione minima ( $685 \pm 59$  MPa). Il composito contenente il 20 % in peso di SiC (TS20) aveva le ottime proprietà meccaniche globali con resistenza alla flessione di  $797 \pm 21$  MPa, frattura di  $6,9 \pm 0,5$  Mpa m<sup>1/2</sup> e durezza Vickers di  $19,4 \pm 0,6$  GPa. La grande resistenza alla



**Figura 4.4:** Curve sforzo-deformazione dei risultanti delle prove di flessione a tre punti condotta a 1000°C.

## Capitolo 4

flessione e resistenza alla frattura di TS20 sono attribuite alla microstruttura fine e omogenea nonché alla frattura mista. TS10 e TS15 presentano una frattura prevalentemente transgranulare mentre la superficie di frattura di TS20 è caratterizzata da una modalità mista di frattura intergranulare e transgranulare. La differenza tra la forza transgranulare (TS) e la forza intergranulare (IS) è il fattore più importante per determinare il comportamento a frattura dei compositi ceramici. A temperatura ambiente è stato superiore a TS, che presenta una resistenza alla flessione maggiore di TS20. La frattura transgranulare porta a elevata tenacità a frattura perché la formazione di due nuove superfici di frattura comporta la dissipazione di molta energia durante la propagazione di cricca. Inoltre, poiché il percorso di propagazione di cricca viene deviato verso la frattura intergranulare e inoltre molta energia di frattura è stata consumata, la resistenza alla frattura viene migliorata. Come risultato, la migliorata resistenza alla frattura di TS20 è stata attribuita alla modalità di combinazione di frattura transgranulare e frattura intergranulare.

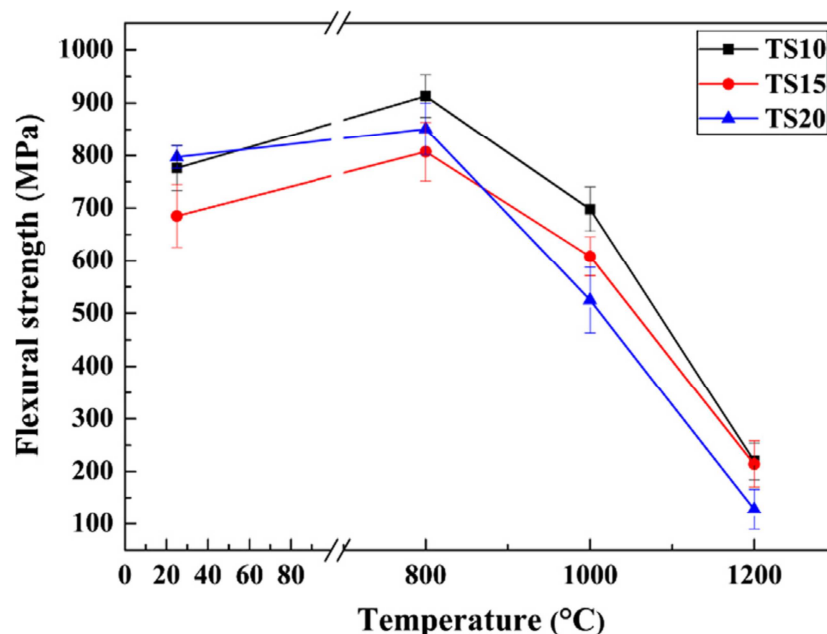


Figura 4.5: La resistenza a flessione dei compositi a temperatura ambiente e a temperature elevate

### 4.1.2 Resistenza ad alta temperatura e alla flessione

La resistenza alla flessione dei compositi a 800°C è superiore a quello a temperatura ambiente. La resistenza del TS10 e del TS15 a 800°C ( $902 \pm 40$  MPa e  $816 \pm 56$  MPa, rispettivamente) sono superiori rispettivamente del 16,2 % e del 19,2 % rispetto a quella misurata a temperatura ambiente. A 1000°C, la resistenza dei compositi è inferiore rispetto a quella a temperatura ambiente ma ancora ha mantenuto un valore superiore a 500 MPa. Il

## Produzione e proprietà di altri utensili in ceramico avanzato

composito contenente il 10 % in peso SiC (TS10) presenta le ottimali resistenze ad alta temperatura, cioè  $902 \pm 40$  MPa,  $713 \pm 42$  MPa e  $226 \pm 35$  MPa a rispettivamente 800, 1000 e 1200°C. Rispetto ad altri ceramici a base  $TiB_2$  la resistenza alle alte temperature di  $TiB_2$ -SiC è relativamente elevato. Grazie alle grandi forze che può sopportare questo materiale a temperature inferiori a 1000°C può essere utilizzato per utensili da taglio per la lavorazione di

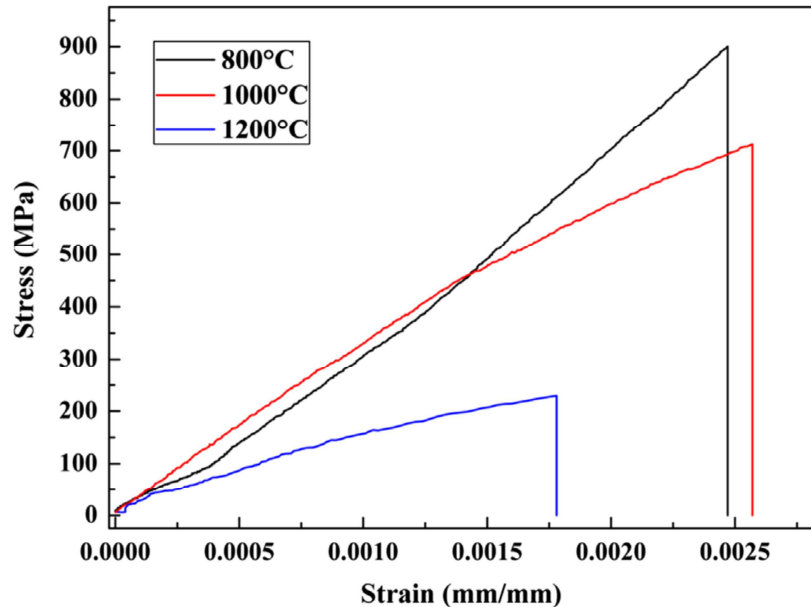


Figura 4.6: Curve sforzo-deformazione di TS10 testato a diverse temperature

materiali difficili come leghe a base di nichel. Tuttavia, un deterioramento elevato della resistenza è stato osservato sopra ai 1000°C e le forze sono inferiori a 250 MPa a 1200°C. Il miglioramento della resistenza a flessione a 800°C è stato attribuito alla scomparsa di difetti preesistenti e l'eliminazione delle tensioni residue. È inevitabile produrre difetti nei compositi ceramici durante il processo di preparazione e questi difetti, considerati difetti preesistenti, di solito sono distribuiti sulle superfici. Il miglioramento della resistenza a flessione a 800°C è stato attribuito all'eliminazione di questi difetti, inoltre quando i compositi sono raffreddati da 1700°C alla temperatura ambiente, viene indotta una tensione residua a causa dello squilibrio di coefficienti di dilatazione termica tra  $TiB_2$  ( $4,6 * 10^{-6}/^{\circ}C$ ) e SiC ( $4,02 * 10^{-6} /^{\circ}C$ ). La tensione residua potrebbe provocare microfessurazioni e diminuire la resistenza a flessione a temperatura ambiente. Il miglioramento della resistenza a flessione a 800°C è legato anche alla scomparsa di tale stress residuo. È ben noto che la diminuzione della resistenza alla flessione dei ceramici a temperature elevate è sempre in relazione al rammollimento dei bordi di grano o ammorbidimento della fase secondaria.

## Capitolo 4

---

L'ammorbidimento dei bordi di grano ha indebolito la resistenza del bordo e portato alla modifica del modo di frattura dei compositi. Le curve sforzo-deformazione per i compositi  $\text{TiB}_2\text{-SiC}$  testati a  $1000^\circ\text{C}$  iniziano senza deviazioni rilevabili dalla linearità fino al punto di frattura per TS10 e TS15, indicando che TS10 e TS15 si fratturano in un modo fragile da temperatura ambiente a  $1000^\circ\text{C}$ . Tuttavia, una prova di leggera deformazione plastica è stata osservata prima della rottura per TS20, indicando che il contenuto di SiC ha un'influenza significativa sulla resistenza a temperatura elevata e sul comportamento a frattura dei compositi. Inoltre, si è visto che la granulometria del TS20 è più fine di quella TS10 e TS15, dimostrando che la resistenza alla flessione e il comportamento a frattura dei compositi  $\text{TiB}_2\text{-SiC}$  a temperatura ambiente e temperature elevate sono stati influenzati significativamente dalle dimensioni del grano. Diminuire la granulometria è stato un beneficio per la resistenza del materiale a temperatura ambiente ma non lo è stato per la resistenza del composito ad alta temperatura. Con l'aumento delle temperature, sia la forza transgranulare (TS) sia quella forza intergranulare (IS) sono diminuite, ma di solito IS è diminuita più rapidamente di TS. Questa era una delle ragioni per la diminuzione della resistenza alla flessione a temperature superiori a  $1000^\circ\text{C}$ . Dopo un ciclo termico a temperature elevate per più di 1 h in aria sulla superficie e sotto era evidente un'ossidazione. Non è stato osservato alcun danno grave sul grano quando la temperatura di prova era bassa ( $800^\circ\text{C}$ ), ad eccezione di alcune crepe sui bordigrano, tuttavia, si è visto che i bordigrano e grani sono stati danneggiati gravemente e sono state osservate alcune crepe sulle superfici quando la temperatura aumenta a  $1000^\circ\text{C}$ . A  $1200^\circ\text{C}$ , si è visto che i grani sono indipendenti l'uno dall'altro e nessun bordograno evidente è stato osservato. L'analisi EDS effettuata nel materiale ha rivelato che il grano più piccolo contiene ossigeno e titanio e non è stato rilevato boro. Il grano più piccolo è composto da molecole di  $\text{TiO}_2$  che sono il risultato dell'ossidazione del  $\text{TiB}_2$ . L'analisi EDS ha anche rivelato che il grano grande è formato da SiC. La granulometria del SiC è quasi rimasta la stessa di quella a temperatura ambiente ed è stata rilevata solo una traccia di ossigeno, dimostrando che la resistenza all'ossidazione di SiC è superiore a quella del  $\text{TiB}_2$ . Di conseguenza, l'aggiunta di SiC aumentata la resistenza all'ossidazione del ceramico  $\text{TiB}_2$ . Tuttavia, dopo la resistenza alla flessione misurata a  $1000^\circ\text{C}$ , sono stati rilevati più ossidi come  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$  e  $\text{SiO}_2$ . L'ossigeno si distribuisce infatti in tutto il materiale fino a raggiungere la percentuale atomica del 66,67 %, indicando che la superficie del materiale si ossida gravemente a  $1000^\circ\text{C}$ . La formazione di ossidi sul materiale porta a un conseguente aumento di volume che contribuisce a creare difetti e crepe sulla superficie dei grani che progressivamente si propaga nel materiale

## **Produzione e proprietà di altri utensili in ceramico avanzato**

alla rinfusa e induce una forte diminuzione della resistenza. Analizzando le curve sforzo-deformazione per TS10 testato a 800, 1000 e 1200°C si è visto che non è avvenuta nessuna deformazione plastica prima della rottura. Tuttavia, TS10 è esposto a notevole plasticità a 1200°C. Con l'aumento della temperatura, il modulo elastico del composito diminuisce, uno dei motivi per il calo della resistenza a flessione a temperature elevate. La diminuzione della resistenza a flessione a temperature elevate è stata attribuita anche al bordograno scorrevole che ha portato alla formazione di cavità. Il bordograno scorrevole è sempre associato alla sua resistenza, alle impurezze e alle segregazioni. Il contenuto di SiC ha avuto un'influenza significativa sulle proprietà microstrutturali e meccaniche dei compositi a temperatura ambiente. Con l'aumento del contenuto di SiC dal 10 al 20 % in peso, la resistenza alla frattura aumenta mentre la durezza diminuisce. Il composito contenente il 20 % in peso di SiC (TS20) aveva le ottime proprietà meccaniche globali con resistenza alla flessione di  $797 \pm 21$  MPa, resistenza alla frattura di  $6,9 \pm 0,5$  Mpa m<sup>1/2</sup> e durezza Vickers di  $19,4 \pm 0,6$  GPa. Le grandi proprietà meccaniche TS20 sono state attribuite alla sua microstruttura fine e omogenea nonché al fatto che arrivi a rottura con un meccanismo di frattura mista.

### **4.2 Effetti degli additivi Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e NbC sulle proprietà microstrutturali e meccaniche degli utensili in TiB<sub>2</sub>-TiC**

Gli utensili da taglio sono utilizzati in ambienti indesiderati durante la lavorazione dei metalli, per questo motivo i materiali devono avere eccellenti proprietà meccaniche a temperatura ambiente e a temperature elevate.

**Tabella 4.1:** Rapporti di composizione dei materiali compositi (% in peso).

Materiale composito	TiB <sub>2</sub> -TiC	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ni
TiB <sub>2</sub> -TiC	93.5	–	–	6.5
TiB <sub>2</sub> -TiC+Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	75.5	18	–	6.5
TiB <sub>2</sub> -TiC+Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +NbC	72.3	18	3.2	6.5

Gli additivi possono modificare le proprietà meccaniche dei materiali per utensili. L'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, il TiC e il TiB<sub>2</sub> sono candidati perfetti per essere utilizzati come materiali per utensili grazie alla loro elevata durezza e stabilità termica. L'aggiunta della fase legante metallica riduce però

## Capitolo 4

---

rapidamente la durezza a caldo dei materiali per utensili. Ancora più importante, la granulometria delle polveri di partenza influenzano significativamente le proprietà meccaniche del composito, poiché quelle disponibili in commercio a partire dal  $\text{TiB}_2$  di solito hanno una granulometria grande, e la granulometria dei materiali compositi a base di  $\text{TiB}_2$  è solitamente più grande dopo la sinterizzazione. Una granulometria maggiore può causare una microstruttura non omogenea, che ostacola il miglioramento delle proprietà meccaniche del materiale del composito a base  $\text{TiB}_2$ .

### 4.2.1 Microstruttura

Il materiale composito in  $\text{TiB}_2$ -TiC è principalmente costituito da fasi di  $\text{TiB}_2$  e TiC. In questo materiale viene aggiunta allumina per studiarne le proprietà ed eventuali miglioramenti che questa aggiunta ne comporta. I grani  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sono omogeneamente distribuiti tra i grani  $\text{TiB}_2$  e TiC e non sono presenti agglomerati di  $\text{Al}_2\text{O}_3$  nel materiale composito  $\text{TiB}_2$ -TiC +  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . I materiali compositi  $\text{TiB}_2$ -TiC +  $\text{Al}_2\text{O}_3$  presentano grani  $\text{TiB}_2$  maggiori rispetto al materiale composito  $\text{TiB}_2$ -TiC. Tuttavia, i grani di TiC sono più fini nel  $\text{TiB}_2$ -TiC +  $\text{Al}_2\text{O}_3$  rispetto ai materiali compositi  $\text{TiB}_2$ -TiC perché l'aggiunta di  $\text{Al}_2\text{O}_3$  influenzata positivamente la distribuzione dei grani di TiC. Per mescolare e raffinare la microstruttura è stato aggiunto carburo di Niobio (NbC) superfine al materiale composito. Il materiale composito  $\text{TiB}_2$ -TiC +  $\text{Al}_2\text{O}_3$  + NbC è risultato essere prevalentemente composto dal  $\text{TiB}_2$ , fasi di TiC e di  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , che sono simili al materiale di partenza senza NbC. I grani  $\text{TiB}_2$  presentano due tipologie di morfologia nel materiale composito analizzato: una è caratterizzata da una forma allungata mentre l'altra è caratterizzata da una forma equiassiale. La percentuale dei grani  $\text{TiB}_2$  equiassiali è superiore a quella dei grani  $\text{TiB}_2$  allungati, tuttavia, le proporzioni dei grani  $\text{TiB}_2$  allungati non sono molto grandi. Inoltre, i grani di  $\text{TiB}_2$  sono più fine nel nuovo composito con l'aggiunta di NbC rispetto a quello precedente. Questo indica che l'aggiunta di NbC superfine ha raffinato la microstruttura del composito. I grani di  $\text{Al}_2\text{O}_3$  si sono inseriti tra i grani di  $\text{TiB}_2$  e TiC e i grani di  $\text{Al}_2\text{O}_3$  non si sono aggregati con questi due materiali compositi. Parte della fase legante di Ni si è distribuita sui bordi grano tra i grani di  $\text{TiB}_2$ , TiC e  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , e questo indica che il legante Ni potrebbe bagnare bene i grani nel composito altre si sono raccolte anche sulle giunzioni triple tra i grani.

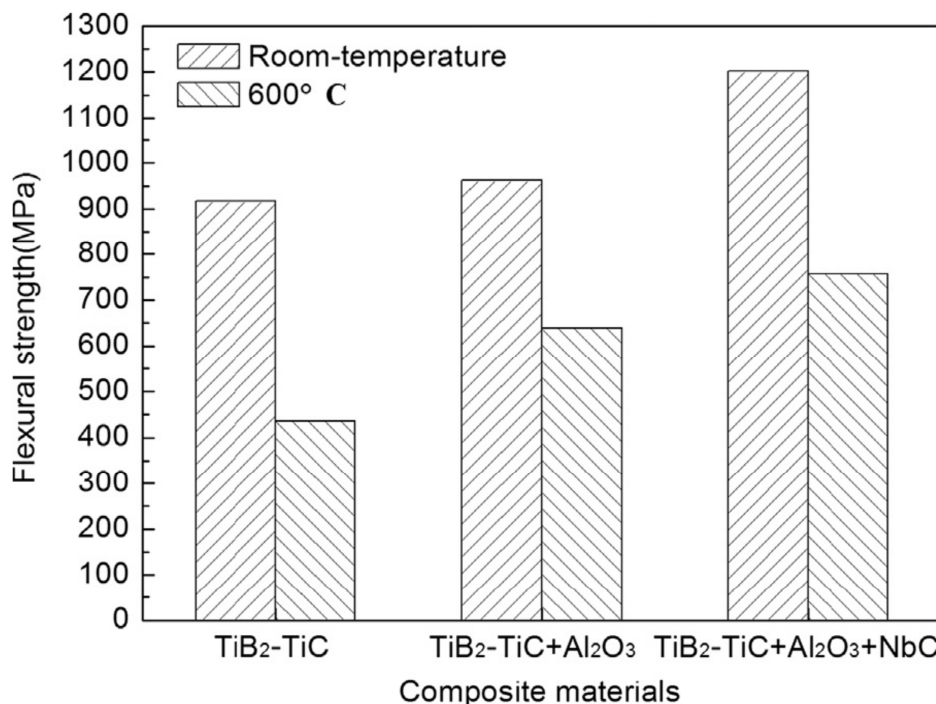
## Produzione e proprietà di altri utensili in ceramico avanzato

**Tabella 4.2:** proprietà meccaniche dei tre compositi a temperatura ambiente

Materiali compositi	proprietà meccaniche a temperatura ambiente		
	resistenza a flessione (Mpa)	resistenza alla frattura $\text{Mpa m}^{\frac{1}{2}}$	durezza (Gpa)
TiB <sub>2</sub> -TiC	870	7.3	21.42
TiB <sub>2</sub> -TiC+Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	962	8	20
TiB <sub>2</sub> -TiC+Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +NbC	1202	8.13	20.73

### 4.2.2 Proprietà meccaniche

Il materiale composito TiB<sub>2</sub>-TiC presenta una resistenza alla flessione di 870 MPa, una resistenza alla frattura di 7.30  $\text{Mpa m}^{\frac{1}{2}}$  e una durezza di 21.42 GPa. Quando è aggiunta l'allumina, la resistenza alla flessione e la tenacità del composito aumentano leggermente a 962 MPa e 8,00  $\text{Mpa m}^{\frac{1}{2}}$ , rispettivamente, mentre la durezza è scesa a 20,00 GPa. Se al composito vengono aggiunti l'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e NbC superfine, la resistenza a flessione, la tenacità e la durezza del composito sono rispettivamente di 1.202 MPa, 8.13  $\text{Mpa m}^{\frac{1}{2}}$  e 20.73 GPa. La resistenza a flessione del materiale composito TiB<sub>2</sub>-TiC + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + NbC è stata migliorata di



**Figura 4.7:** La resistenza alla flessione del TiB<sub>2</sub>-Tic, TiB<sub>2</sub>-TiC + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e TiB<sub>2</sub>- TiC + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + NbC materiali compositi a temperatura ambiente (room temperature) e a 600°C.

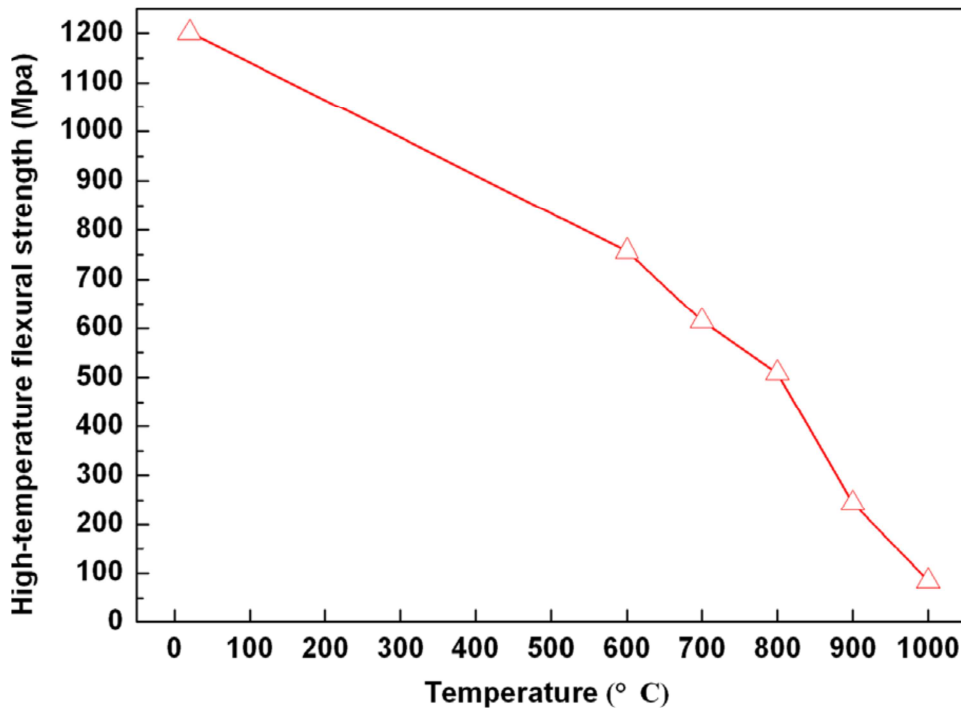
## Capitolo 4

---

circa il 30 % rispetto a quella del materiale composito  $\text{TiB}_2\text{-TiC}$ . Il miglioramento della resistenza a flessione del composito è legato al perfezionamento della microstruttura infatti l'aggiunta di  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ferma l'agglomerazione dei grani di  $\text{TiC}$  ma causa un'ulteriore crescita dei grani di  $\text{TiB}_2$ . I grani agglomerati di  $\text{TiC}$  sono soggetti alla rottura a causa dei loro difetti, e i grani di  $\text{TiB}_2$  più grandi tendono a fratturarsi a causa della loro natura fragile. Pertanto, il materiale composito  $\text{TiB}_2\text{-TiC} + \text{Al}_2\text{O}_3$  presenta una resistenza alla flessione leggermente superiore e maggiore tenacità rispetto al materiale composito  $\text{TiB}_2\text{-TiC}$ . Tuttavia, l'aggiunta di  $\text{NbC}$  inibisce la crescita dei grani di  $\text{TiB}_2$  e ciò migliora significativamente la resistenza alla flessione del composito. Alcuni dei grani più grandi si rompono e ciò influenza negativamente le proprietà meccaniche poiché i grani più grandi presentano una natura fragile. La superficie di frattura del materiale composito  $\text{TiB}_2\text{-TiC} + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{NbC}$  si presenta molto ruvida e irregolare e alcune morfologie sembrano sperimentare alcune deformazioni plastiche, inoltre, la fase di  $\text{Ni}$  omogenea nel composito, in particolare la fase di  $\text{Ni}$  nelle giunzioni triple tra grani potrebbe generare deformazioni plastiche. La resistenza a flessione del materiale composito  $\text{TiB}_2\text{-TiC} + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{NbC}$  migliora significativamente grazie ai grani più fini e omogenei della fase legante  $\text{Ni}$  nella microstruttura. La resistenza alla flessione di tutti i compositi diminuisce quando la temperatura viene aumentata da temperatura ambiente a  $600^\circ\text{C}$ . Rispetto alla resistenza a flessione a temperatura ambiente del materiale composito  $\text{TiB}_2 - \text{TiC}$ , essa cala di circa il 50 % a  $600^\circ\text{C}$ , e la resistenza a flessione del materiale composito  $\text{TiB}_2\text{-TiC} + \text{Al}_2\text{O}_3$  scende del 30 % a  $600^\circ\text{C}$ . Questo indica che l'additivo  $\text{Al}_2\text{O}_3$  decelera la degradazione della resistenza a flessione del composito. Il materiale composito  $\text{TiB}_2\text{-TiC} + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{NbC}$  presenta la più alta resistenza alla flessione tra questi tre materiali compositi a  $600^\circ\text{C}$ , indicando che l'additivo  $\text{NbC}$  superfine rafforza la resistenza alla flessione ad alta temperatura del composito. Diverse cavità si formano sul materiale composito  $\text{TiB}_2 - \text{TiC}$  poiché alcuni grani escono dal confine perché la fase legante di  $\text{Ni}$  si ammorbidisce a temperatura elevata. I grani di  $\text{TiB}_2$  sono esposti alla rottura transcristallina e sia i grani di  $\text{TiC}$  che quelli di  $\text{Al}_2\text{O}_3$  sono esposti a rottura intercristallina nel materiale composito  $\text{TiB}_2\text{-TiC} + \text{Al}_2\text{O}_3$ . La resistenza al rammollimento del  $\text{TiB}_2\text{-TiC}$  è inferiore rispetto a quella dei materiali compositi  $\text{TiB}_2\text{-TiC} + \text{Al}_2\text{O}_3$ , in quanto l'additivo  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mostra una caratteristica di isolamento termico che potrebbe rallentare l'ammorbidimento della fase del legante  $\text{Ni}$ . Dal momento che la resistenza a flessione del materiale composito  $\text{TiB}_2\text{-TiC} + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{NbC}$  è elevata a temperatura ambiente, la resistenza a flessione ad alta temperatura è stata accuratamente studiata. La resistenza a flessione del materiale composito  $\text{TiB}_2\text{-TiC} +$



## Produzione e proprietà di altri utensili in ceramico avanzato



**Figura 4.8:** variazione della resistenza a flessione alle alte temperature del materiale composito  $\text{TiB}_2\text{-TiC} + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{NbC}$  in funzione della temperatura

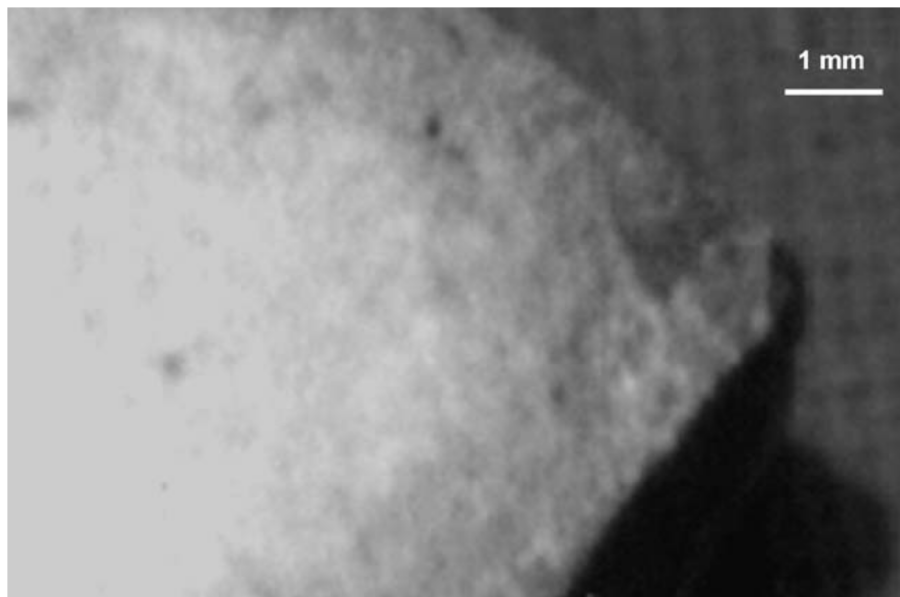
$\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{NbC}$  diminuisce quando la temperatura aumenta da temperatura ambiente a  $1000^\circ\text{C}$  in aria. Si è visto che temperature superiori a  $800^\circ\text{C}$  degradano più rapidamente la resistenza alla flessione del composito. Quando la temperatura aumenta da temperatura ambiente a  $600^\circ\text{C}$ , la resistenza alla flessione si riduce di circa 50 MPa per ogni incremento di  $100^\circ\text{C}$ . La resistenza alla flessione si è ridotto di circa 100 MPa a ogni aumento di  $100^\circ\text{C}$  tra i 600 e gli  $800^\circ\text{C}$ , e diminuisce di circa 250 MPa a ogni aumento di  $100^\circ\text{C}$  tra gli 800 e i  $1000^\circ\text{C}$ . La resistenza a flessione del materiale precedentemente riportato è significativamente inferiore a quella del materiale composito  $\text{TiB}_2\text{-TiC} + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{NbC}$  sotto di  $600^\circ\text{C}$ , mentre la resistenza a flessione del materiale  $\text{TiB}_2\text{-TiC} + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{NbC}$  è inferiore a quella del materiale composito  $\text{TiB}_2 + \text{MoSi}_2$  a  $1000^\circ\text{C}$ . Materiali per utensili da taglio principalmente richiedono resistenza alla flessione a temperatura locale elevata, perché questa proprietà può garantire la resistenza all'urto degli utensili da taglio durante la lavorazione. Ancora più importante è la resistenza alla flessione del materiale composito  $\text{TiB}_2\text{-TiC} + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{NbC}$  a  $800^\circ\text{C}$  poiché supera i 500 MPa ed è in grado di soddisfare le esigenze di lavorazione ad alta velocità. Il degrado della resistenza a flessione a temperatura elevata del materiale composito  $\text{TiB}_2\text{-TiC} + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{NbC}$  è legato alla fase legante Ni. Poiché la fase legante Ni è omogeneamente distribuita sui bordi di grano nel composito, esse impediscono efficacemente che i granuli vengano separati a temperatura ambiente. La resistenza della giunzione della fase legante Ni

## Capitolo 4

---

non viene del tutto perduta alla temperatura di 600°C. La resistenza alla flessione del composito a 800°C mantiene ancora due quinti della resistenza a flessione a temperatura ambiente. La diminuzione della resistenza a flessione del composito sopra 800°C è strettamente correlata al rammollimento della fase legante Ni. La fase legante Ni è fluida a 1000°C in aria e così essa si è allungata quando il composito è sotto tensione, pertanto, la fase legante Ni tra i bordi di grano si addensa sul lato della superficie lucidata.

### 4.3 Sviluppo di un utensile da taglio in ossido di ittrio

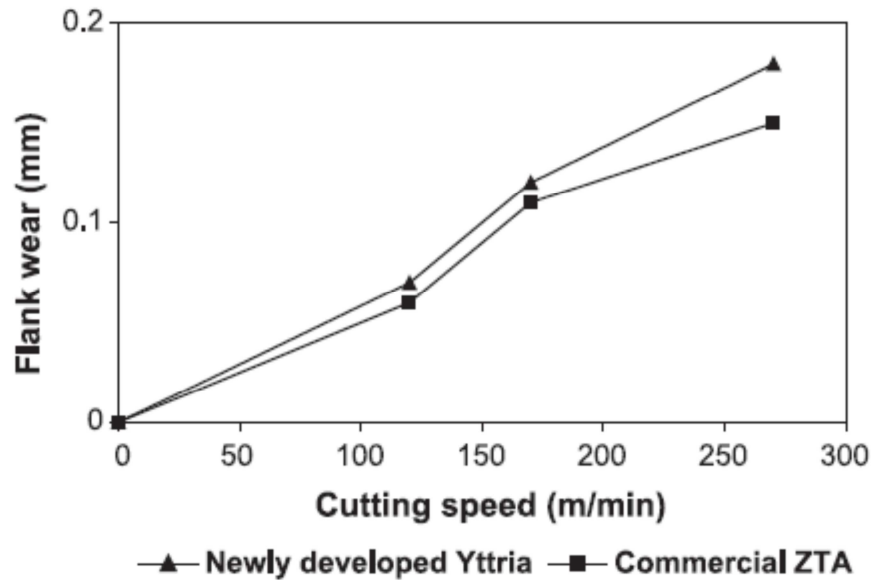


**Figura 4.9:** Fotografia del tagliente dell' inserto in ossido di ittrio dopo 15 minuti di lavorazione.

Le polveri di ossido di ittrio vengono pressate e sinterizzate per formare gli inserti da taglio dell'utensile e gli studi sulla lavorazione sono condotti su ghisa grigia per valutare le prestazioni dell'ossido di ittrio rispetto all'utensile con allumina e zirconia temperate (ZTA). L'ossido di ittrio viene estratto principalmente dal minerale xenotime ( $YPO_4$ ). Le sue proprietà includono elevata stabilità termica e buona trasparenza alla radiazione infrarossa. L'ossido di ittrio trasparente, inoltre, può essere prodotto dalla sintesi di idrossido di ittrio a bassa temperatura. Le polveri di ossido di ittrio derivano da idrossido di ittrio e sono calcinati a 1100°C con il solfato dopato di ioni per ottenere ossido di ittrio trasparente. L'yttria prodotta con metodi convenzionali è semitrasparente o opaca, inoltre, l'ossido di ittrio è l'ossido più termodinamicamente stabile disponibile, infatti i materiali a base di ossido di ittrio sono usati come rivestimenti per barriere termiche. Qualsiasi contenitore a temperatura elevata o componente strutturale (che sia esso grafite, ceramico o metallo) che viene a

## Produzione e proprietà di altri utensili in ceramico avanzato

contattato con metalli fusi reattivi (come l'uranio, titanio e loro leghe) o altro materiale reattivo possono essere protetti con l'ossido di ittrio. In effetti, il materiale reattivo vede solo  $Y_2O_3$ , che viene applicato come un sottile strato e l'interazione con il substrato viene così



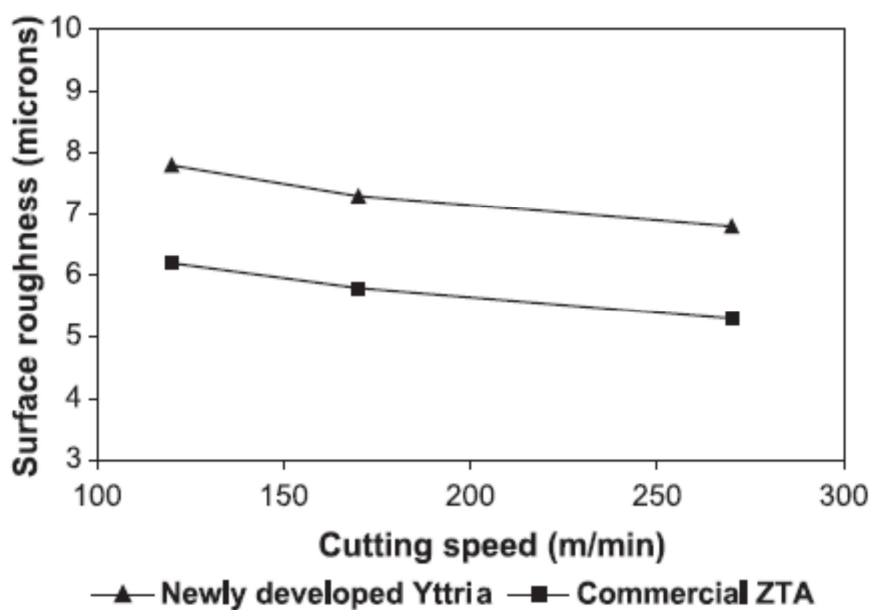
**Figura 4.10:** usura sul fianco vs. velocità di taglio degli inserti in ceramico dopo la lavorazione di ghisa grigia per 15 min

impedita. L' $Y_2O_3$  può essere considerato il materiale più resistente chimicamente disponibile, infatti l'yttria viene utilizzato come coadiuvante di sinterizzazione nel SiAlON e nel nitruro di silicio. L'ossido di ittrio è usato come additivo per stabilizzare la zirconia e per migliorare la resistenza alla frattura. Le polveri di ossido di ittrio possono essere inoltre lavorate con i convenzionali processi metallurgici e con il processo di sinterizzazione. Le polveri di ossido di ittrio dopo isopressatura e non ossidate presentano una densità relativa maggiore del 49% rispetto a quella teorica. I campioni sono sinterizzati sotto vuoto a temperature di 1500-1800°C per una durata fino a 2,5 ore e la loro densità è del 96,8 % rispetto a quella teorica. L'effetto benefico questa tecnica è dovuto principalmente al conseguimento di una densificazione leggermente superiore a una temperatura molto più bassa. Questa tecnica ha impedito qualsiasi ingrossamento del grano. Viene inoltre osservato che ci sono miglioramenti nella microdurezza, resistenza alla flessione e nei parametri di shock termico, ma i parametri elastici e i valori di tenacità dei due gradi erano molto vicini l'uno all'altro. Per un ceramico carente di ossigeno, si osserva un decremento della resistenza alla frattura di 3,5-2,3 MPa m<sup>1/2</sup>. Inoltre la durezza Vickers dipende meno dalla stechiometria. L'ossido di ittrio

## Capitolo 4

in polvere con una granulometria media  $2\ \mu\text{m}$  viene miscelato con alcol polivinilico e pressato a freddo a formare inserti a forma romboidale a 200 MPa.

I grezzi sono sinterizzati a  $1600^\circ\text{C}$  in aria per 2,5 ore. I campioni sinterizzati vengono elaborati su una rettificatrice con mola diamantata. I grezzi di ittrio presentano il 63% della densità teorica, mentre gli inserti sinterizzati il 93%. La durezza del sinterizzato è di 950 HV e la tenacità a frattura valutata con il metodo di indentazione è  $2,8\ \text{MPa m}^{\frac{1}{2}}$ . Le prove di lavorazione con l'utensile di ittria prodotto, eseguite su ghisa grigia (170 BHN) in un tornio di precisione con velocità di 120, 170 e 270 m / min, avanzamento di 0,12 mm / giro e profondità di taglio di 0,5 mm per 15 min in condizioni asciutte, sono confrontate con un utensile temperato in zirconia-allumina disponibile in commercio (ZTA) con prestazioni dell'utensile da taglio in ceramico valutate tramite la misura dell'usura sul fianco dell'inserto da taglio e le misurazioni della finitura della superficie del pezzo da lavorare. L'usura dell'utensile influenza negativamente la sua durata, la qualità della superficie, la precisione dimensionale e di conseguenza l'economia dell'operazione di taglio. Tra le diverse forme di usura dell'utensile, l'usura sul fianco sarà misura significativa in quanto influisce sulla



**Figura 4.11:** Rugosità (Ra) in funzione della velocità di taglio degli inserti ceramici dopo la lavorazione di ghisa grigia per 15 min

tolleranza dimensionale del pezzo. La variazione di usura sul fianco degli inserti da taglio in ceramico rispetto alla velocità di taglio è tracciata nella figura 4.10. Dalla figura si può notare che l'usura sul fianco dell'ossido di ittrio è paragonabile a quella della ZTA. Come nel caso di altri utensili da taglio in ceramico, l'usura sul fianco è progressiva anche nell'ossido di ittrio

## **Produzione e proprietà di altri utensili in ceramico avanzato**

all'aumentare dei tempi di lavorazione, ma non si osservano gravi modelli di usura durante la lavorazione della ghisa grigia nelle date condizioni di lavorazione. Influenze sulla finitura superficiale non sono solo sulla precisione dimensionale dei pezzi lavorati, ma anche nelle loro proprietà. Si può notare che entrambi gli strumenti da taglio in ceramico producono una migliore finitura superficiale con l'aumento della velocità di taglio. La finitura superficiale prodotta con l'utensile da taglio in ossido di ittrio è paragonabile a quella della ZTA commerciale. Pertanto, le prestazioni di una nuova concezione di utensile in yttria con la ZTA commerciale.

### **4.4 Studio sullo sviluppo di un utensile in ceramico composito in $ZrO_2 / (W, Ti) C$ e la sua capacità di taglio**

**Tabella 4.3:** Composizione dei campioni (% vol)

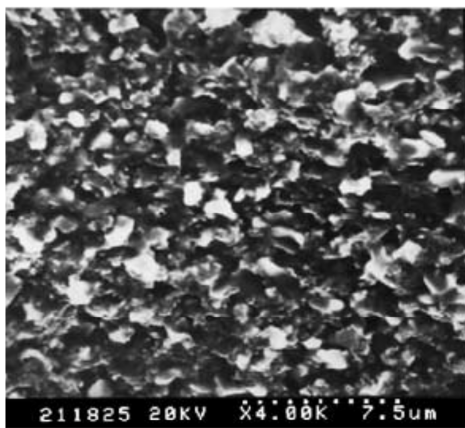
	(W,Ti)C	3Y-PSZ	MgO	Ni <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
ZYW35	35	65	1	1	0
ZYW45	45	55	1	1	0
ZYW55	55	45	1	1	0
ZYA20	0	80	1	1	20

La lavorazione è un importante processo di fabbricazione e svolge un ruolo chiave nella creazione di ricchezza. La necessità di migliorare le prestazioni tecnologiche degli strumenti, come la vita utile, le forze, la potenza e la finitura superficiale, è da tempo riconosciuta come un mezzo per aumentare la performance economica nelle lavorazioni. Miglioramenti continui delle prestazioni tecnologiche sono state ricercate attraverso la ricerca e lo sviluppo anche di nuovi materiali per utensili resistenti all'usura, nonché nuovi modelli per la loro geometria. Uno dei più importanti sviluppi negli ultimi decenni è stato quello sui materiali ceramici avanzati per utensili che vengono utilizzati sempre più in operazioni di lavorazione. Mentre i

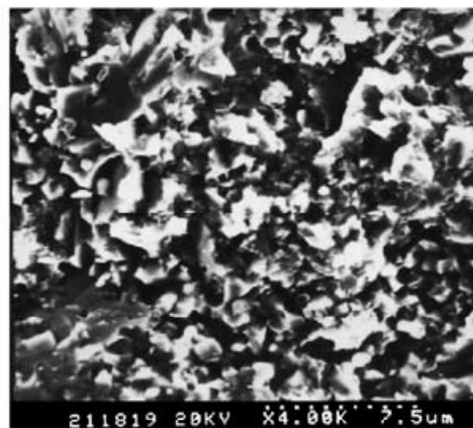
## Capitolo 4

---

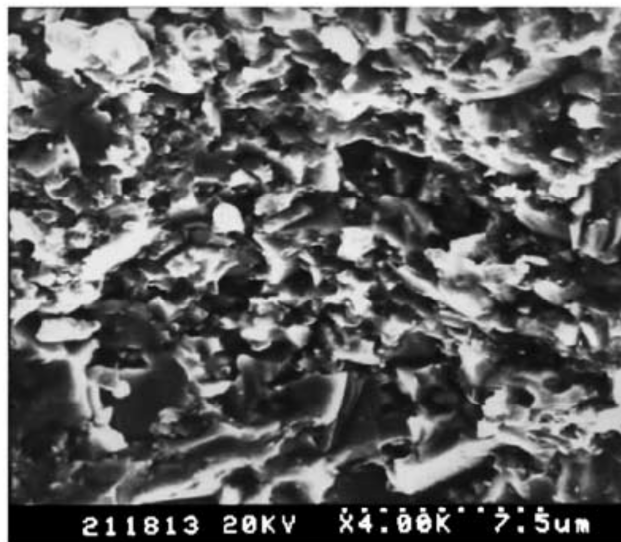
materiali per utensili in ceramico possono significativamente aumentare la durata del tagliente e quindi ridurre i tempi di produzione e dei costi, la tenacità a frattura estremamente bassa associata a questi materiali ha limitato le loro applicazioni, in particolare nei processi di taglio intermittenti o discontinui quali le fresature. Nel tradizionale processo di fabbricazione dei ceramici, la matrice di allumina è mescolata con additivi quali carburi, e la miscela viene poi pressata a caldo per formare il ceramico avanzato. Sulla base di questo processo, per aumentare la tenacità è richiesto un cambiamento nella percentuale di alluminio e degli additivi, che di norma compromette la durezza e la resistenza dei materiali all'usura.



(a) ZYW 35



(b) ZYW45



(c) ZYW55

**Figura 4.12:** micrografie SEM delle superfici di frattura dei tre campioni

## **Produzione e proprietà di altri utensili in ceramico avanzato**

---

La zirconia presenta alcuni vantaggi quali alta tenacità e bassa temperatura di fabbricazione e, al fine di migliorare la resistenza alla frattura e le prestazioni di taglio di un utensile ceramico, sono stati sviluppati numerosi strumenti in ceramico rinforzati con zirconia.

D'altra parte, alcuni ricercatori hanno iniziato a studiare compositi a matrice di zirconia come la PSZ (zirconia parzialmente stabilizzata) con l'aggiunta di allumina e la PSZ con l'aggiunta di SiC per migliorare la durezza e il modulo elastico del composito. Tuttavia, la tenacità e resistenza alla flessione dell'utensile è ancora bassa e lontano dai requisiti di applicazione pratica. È stata studiata quindi la possibilità di sviluppare un nuovo tipo di strumento in ceramico a matrice di zirconia con l'aggiunta di una soluzione solida (W, Ti) C, per migliorare le sue caratteristiche e le sue prestazioni di taglio. Le proprietà meccaniche dei materiali possono essere ulteriormente migliorate dalla sinergia di diverse fasi del materiale contenuto nel composito.

### **4.4.1 L'effetto del (W, Ti) C sulle dimensioni del grano**

Si può vedere dalla figura 4.9 (a), (b) e (c) che la microstruttura del ceramico ZYW35 è chiaramente più omogenea e compatta rispetto a quelle del ZYW45 e del ZYW55. Tuttavia, con l'aumento del contenuto di (W, Ti) C, ci sono alcuni grani grossolani in una parte della struttura di ZYW45 e di ZYW55, e l'organizzazione del ceramico diventa slegata. Poiché la soluzione solida (W, Ti) C ha un elevato modulo elastico, limita l'ingrossamento del grano di zirconia e si traduce in un'elevata densificazione del ceramico, mentre se il contenuto della soluzione solida (W, Ti) C è estremamente eccessivo, essa può rallentare la velocità di spostamento del bordo di grano, ridurre la velocità di densificazione e determinerà una struttura slegata. Pertanto, la resistenza alla flessione di ZYW55 è la più bassa di tutti e tre i materiali.

### **4.4.2 L'effetto di (W, Ti) C sulla transizione di fase dei nuovi materiali ceramici**

Durante il raffreddamento della matrice PSZ dalla temperatura di fabbricazione alla temperatura ambiente, la zirconia tetragonale ( $t\text{-ZrO}_2$ ) può esistere come uno stato sub-stabile. Durante la frattura del ceramico, quando la cricca si propaga nel grano della zirconia tetragonale, la parte vicino alla cricca può trasformarsi in zirconia monoclinica ( $m\text{-ZrO}_2$ ) sotto l'azione dello stress e può provocare l'espansione del volume e la generazione di sollecitazioni utili di compressione residua nei compositi. Così, verrà consumata più energia di frattura per evitare la moltiplicazione continua delle fessure nel corso della transizione di

## Capitolo 4

---

fase, e aumenta così la tenacità e la resistenza alla flessione del ceramico. Il contenuto di zirconia tetragonale nel composito ha una grande influenza sull'effetto dell'indurimento del ceramico. La corretta introduzione (W, Ti) C può controllare la crescita del grano e ridurre la generazione di zirconia monoclina. D'altra parte, la soluzione solida (W, Ti) C è in grado di sancire la transizione di fase da tetragonale a zirconia monoclina, e ad aumentare ulteriormente il contenuto di zirconia tetragonale, ma quando il contenuto di soluzione solida (W, Ti) C aumenta fino al 55 % in termini di volume, i ceramici composti ZYW55 sono sostanzialmente formati dalla soluzione solida (materiale di matrice W, Ti) C con additivo di  $ZrO_2$ . Poi il meccanismo di indurimento nei ceramici ZYW55 può essere diverso da quello dei ceramici con matrice composta di zirconia come ZYW45.

**Tabella 4.4:** proprietà meccaniche dei campioni

	resistenza a frattura ( $Mpa\ m^{\frac{1}{2}}$ )	resistenza a flessione (Mpa)	durezza (HV/Gpa)
ZYW35	8.8	680	12.8
ZYW45	11.8	660	14
ZYW55	9.3	550	15
ZYA20	8.5	840	17.6

### 4.4.3 proprietà meccaniche

La resistenza alla flessione, la durezza e la tenacità dei nuovi ceramici sono stati testati e confrontati con quelli di altri materiali per utensili mentre la resistenza all'usura è stata valutata mediante prove di taglio. La resistenza alla flessione è stata misurata in aria statica utilizzando sbarre di prova lucide sotto tre punti di flessione con un arco di 30 mm e una velocità di carico di 0,5 mm / min di 3, 4 e 30 millimetri. I provini sono stati realizzati con gli stessi materiali e processi come per gli inserti dell'utensile. La durezza è stata misurata con il test di durezza Vickers. Un penetratore in diamante è stato utilizzato con un carico complessivo di 196 N. Queste proprietà meccaniche per i nuovi utensili ceramici (ZYW35, ZYW45 e ZYW55) sono riportati nella tabella 4.4.

A scopo di confronto, sono fornite le proprietà ottenute nelle stesse condizioni di prova per un altro materiale ceramico, ZYA20. La ragione per la scelta di questo ceramico è che ZYA20 si



## **Produzione e proprietà di altri utensili in ceramico avanzato**

---

basa anche su 3Y-PSZ. Confrontando i nuovi materiali ceramici (ZYW35, ZYW45 e ZYW55) con la loro controparte ZYA20 rivela che i nuovi materiali hanno aumentato la resistenza alla frattura rispettivamente di 3.5, 38.8 e 9.4 %. Ciò è attribuito all'aggiunta della soluzione solida (W, Ti) C. Si può vedere dalla tabella 4.4 che la durezza dei nuovi ceramici aumenta con il contenuto di soluzione solida (W, Ti) C, poiché la durezza di (W, Ti) C è superiore a quello del 3Y-PSZ. Contemporaneamente, l'aumento del contenuto (W, Ti) C può inibire il passaggio dalla fase tetragonale alla fase della zirconia monoclina, ridurre le microfessure nei compositi, e aumentare ulteriormente la durezza, mentre quanto il contenuto del (W, Ti) C è eccessivo può ostacolare il movimento del bordograno della zirconia e ridurre così la densificazione nel processo di fabbricazione; la resistenza alla flessione dei nuovi materiali per utensili ceramici diminuisce con l'aumento del contenuto di (W, Ti) C. Se il contenuto di (W, Ti) C è troppo piccolo, esso non riesce a incidere molto sulla zirconia tetragonale, e la maggior parte di essa può trasformarsi in zirconia monoclina già alla temperatura di fabbricazione e solo un po' di zirconia tetragonale può rimanere nel ceramico a temperatura ambiente. In questo caso, l'effetto di indurimento da transizione di fase è piuttosto debole. Per contro, un eccessivo contenuto di (W, Ti) C può provocare che una grande percentuale di zirconia tetragonale si trasformi in zirconia monoclina riducendo altresì la tenacità a frattura dei nuovi ceramici. Di conseguenza, vi è un adeguato contenuto di (W, Ti) C, alla quale la tenacità a frattura dei materiali per utensili di ceramico è alto.

### **4.4.4 Resistenza all'usura nella lavorazione**

La resistenza all'usura viene valutata utilizzando un acciaio T10A con una durezza di 58 HRC e tutti gli strumenti utilizzati non presentano rompitruciolo e non viene utilizzato nessun refrigerante per tutte le prove di taglio. Il test riportato dal grafico in figura 4.13 è stato condotto con una velocità di taglio di 190 m/min, un avanzamento di 0.1 mm/giro e una profondità di taglio di 0,15 mm. E' dimostrato da questa figura che la crescita dell'usura per i quattro materiali per utensili segue il modello comune per cui si ha un rapido aumento nella fase iniziale di taglio dovuta alle asperità della superficie dello stampo, seguita da un aumento quasi costante con il tempo di taglio effettivo. La resistenza all'usura di ZYW45 e ZYW55 è nettamente più forte di quello del ceramico ZYW35. Si può quindi dedurre che il corretto contenuto delle polveri di (W, Ti) C per la ZYW45 e ZYW55 svolge un ruolo efficace per aumentare la resistenza all'usura nelle condizioni di prova. Se si confrontano i risultati con il ceramico ZYA20, i nuovi ceramici ZYW45 e ZYW55 mostrano una forte resistenza all'usura.

## Capitolo 4

Si osserva che lo strumento ceramico ZYA20 ha mostrato una tendenza comparabile con lo ZYW45 e lo ZYW55 entro i primi 10 min di taglio. Quest'ultima poi dimostra la sua superiorità nel taglio successivo. Il ceramico ZYA20 ha la tendenza di perdere gradualmente la sua efficacia all'aumentare del contenuto di zirconia, mentre gli strumenti ZYW45 e ZYW55 possiedono una resistenza all'usura coerente durante l'intero corso del taglio.

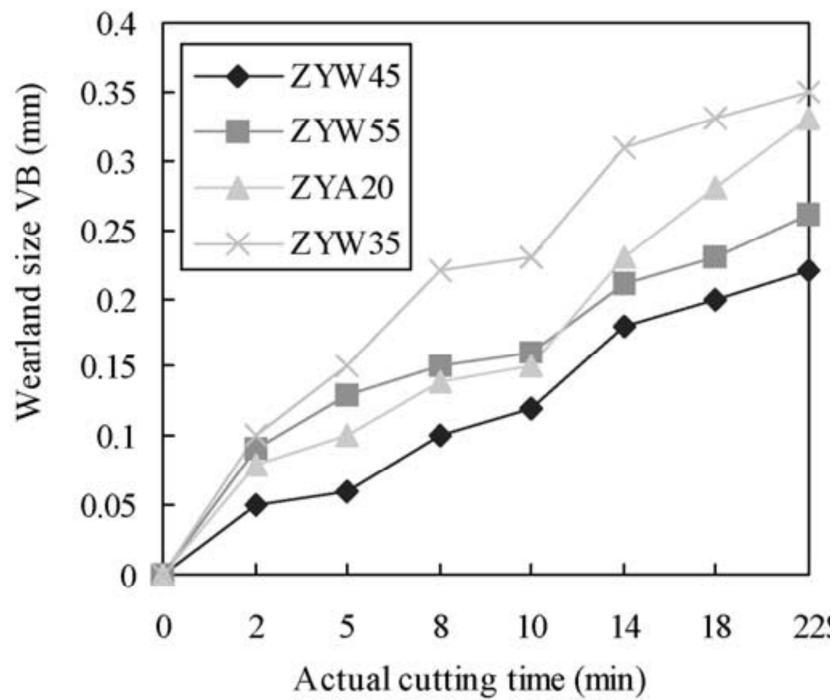


Figura 4.13: usura dell'utensile all'aumentare del tempo di taglio

## 5 Utensili in ceramico innovativo

### 5.1 SiAlON

#### 5.1.1 Produzione del SiAlON dalle scorie di alluminio

Le scorie di alluminio sono uno dei principali rifiuti secondari durante la procedura di riciclo dell'alluminio. Essendo uno spreco industriale prezioso a causa della sua composizione chimica contenente principalmente Al,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ , MgO e CaO, sono stati studiati molti metodi per riutilizzare le scorie di alluminio, come ad esempio il recupero dell'alluminio, materiale di rinforzo nei materiali compositi di scorie di alluminio, e nella sintesi dello spinello nella reazione allo stato solido con l'ossido di magnesio MgO. I ceramici SiAlON sono considerati un materiale interessante per applicazioni di ingegneria a causa delle loro eccellenti proprietà chimiche, termiche e meccaniche. Tuttavia, la scarsa resistenza alla frattura del ceramico ha limitato il suo uso pratico. Negli ultimi anni, i ceramici SiAlON multifase sono stati ampiamente studiati. Si prevede che la resistenza alla frattura del

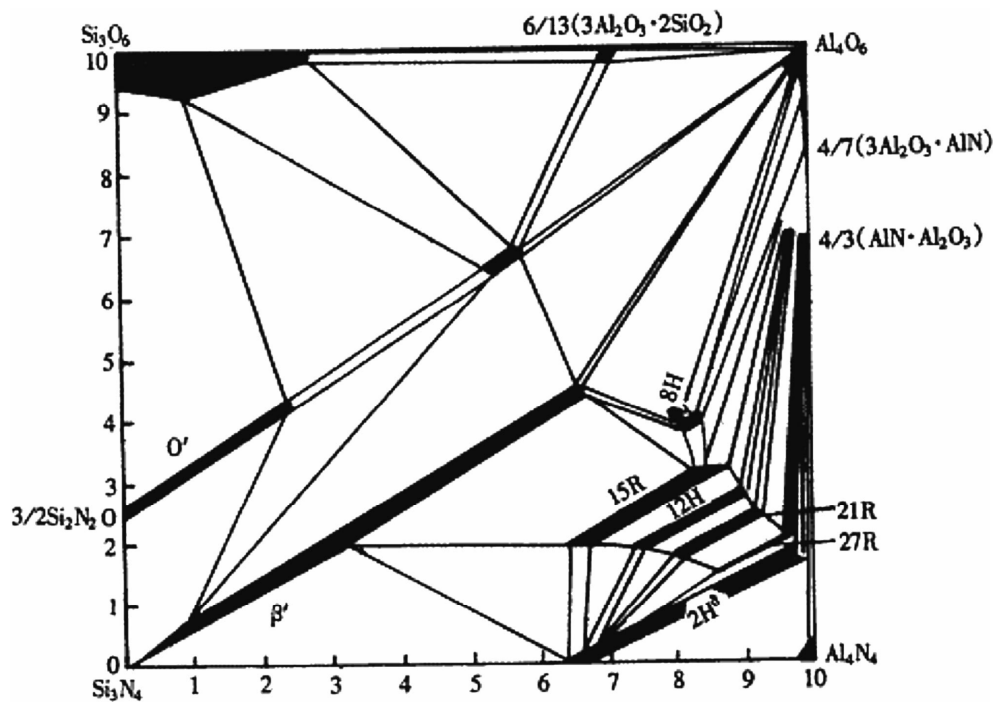


Figura 5.1: Le relazioni di fase nel sistema Si-Al-ON a 1700°C

ceramico SiAlON potrebbe essere migliorata con una microstruttura rinforzata con whiskers. D'altra parte, le applicazioni del ceramico SiAlON sono sempre state limitate dal loro alto costo e per l'impiego di materie prime di elevata purezza. Dalla fine del 1970, molte opere di ricerca indicano che il SiAlON può anche essere sintetizzato da caolinite, argilla, bauxite, e rifiuti industriali come le ceneri volanti, scorie, ecc. È stato rilevato che gli ALN-polytypoids

## Capitolo 5

---

possono offrire in situ effetti di rafforzamento e tempra nel ceramico SiAlON multifase perché possiedono una morfologia a fibra o a listella. Secondo il diagramma di fase del sistema Si-Al-ON, il SiAlON può coesistere con gli AlN-polytypoid, per cui si propone che l'alluminio ottenuto dalle scorie di lavorazione dovrebbe essere utilizzato per sintetizzare gli AlN-polytypoid e introdotto nel ceramico SiAlON come una fase di indurimento.

**Tabella 5.1:** composizione dei vari campioni prodotti dalle scorie di alluminio

Tabella composizione delle miscele (frazione di massa %)				
campioni	Si/Al	scorie di alluminio	silicio	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
D1	1	68	29	3
D2	1.5	58	39	3
D3	2	50	47	3
D4	2.5	45	52	3

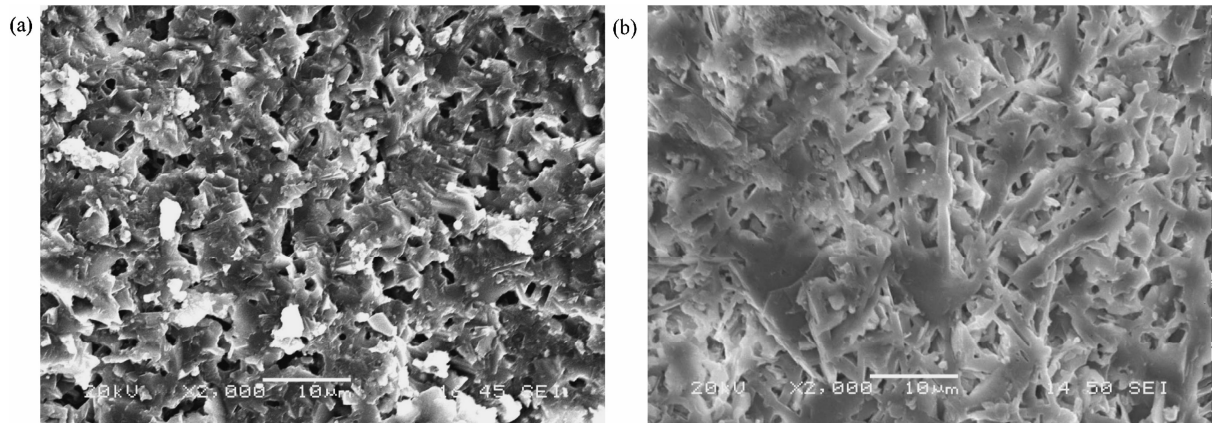
### 5.1.1.1 Effetti delle composizioni delle materie prime

I prodotti sono tutti composti  $\beta$ -SiAlON e Mg-ALN-polytypoid, che sono simili, con diversi rapporti di Si/Al. La percentuale di  $\beta$ -SiAlON aumenta con l'incremento del contenuto di silicio. Nel confronto tra ALN-polytypoids e  $\beta$ -SiAlON, si osserva che il rapporto Si/Al nel  $\beta$ -SiAlON è superiore a quello dei polytypoids. Quando le composizioni di materiali iniziali raggiungono un alto rapporto Si/Al, si ritiene che la formazione del  $\beta$ -SiAlON avvenga prima della formazione di polytypoids. Inoltre, nei prodotti finali, si forma una piccola quantità di Fe<sub>3</sub>Si.

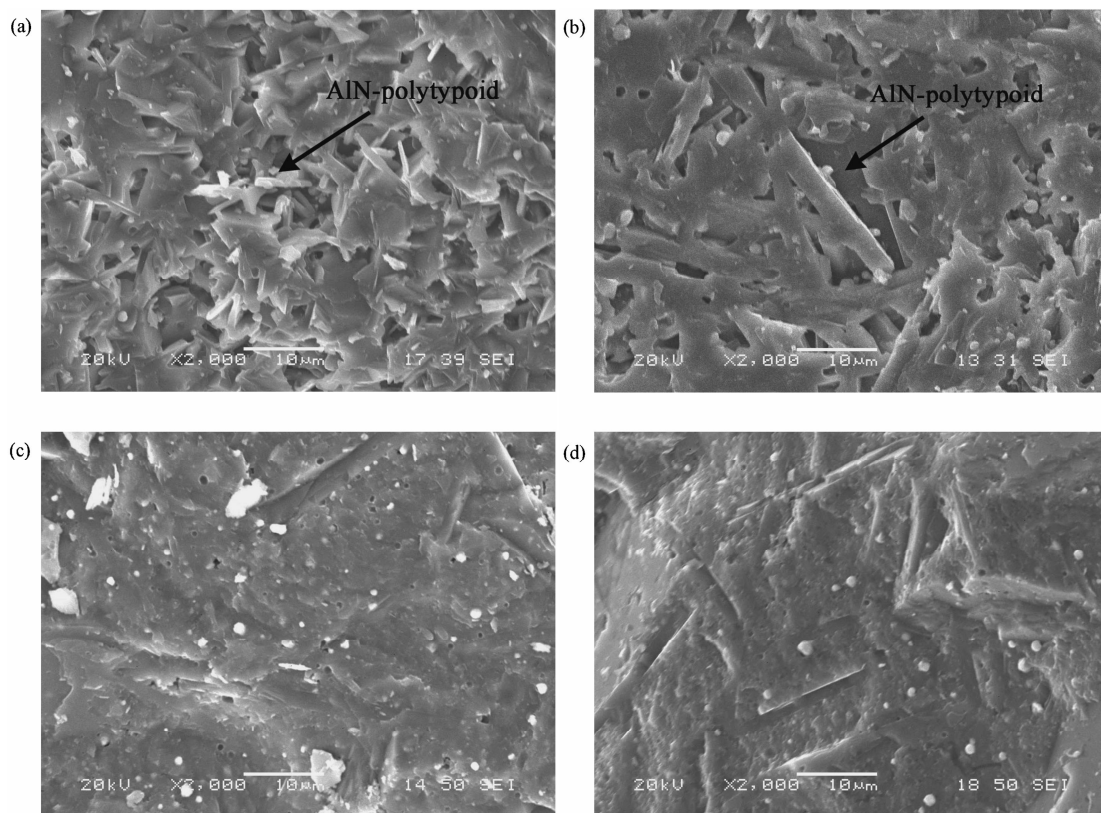
### 5.1.1.2 Effetti della temperatura di sintesi e tempo di mantenimento

Tutti i campioni fabbricati alla temperatura di 1450-1650°C sono composti da  $\beta$ -SiAlON e Mg-ALN-polytypoid. Allo stesso tempo, quando la temperatura di sintesi aumenta, aumenta la quantità di  $\beta$ -SiAlON mentre la quantità di Mg-ALN-polytypoid diminuisce. Quando la temperatura di sintesi aumenta a 1750°C, i prodotti di sintesi del campione D2 consistono principalmente di AlN e AlN-polytypoid. Da D1 a D4, i prodotti sintetizzati presentano una fase Ca- $\alpha$ -SiAlON che aumenta con l'incremento del rapporto Si/Al. Quando il tempo di mantenimento aumenta a 6 h, i prodotti di sintesi di tutti i campioni sono costituiti principalmente da  $\beta$ -SiAlON e Mg-ALN-polytypoid. Ricerche precedenti indicano che la trasformazione di fase da  $\alpha$  a  $\beta$  può essere spiegata con la cristallizzazione della fase liquida a bordograno. Poiché la composizione iniziale presenta molti ossidi, è evidente che esiste una fase liquida nel processo di sinterizzazione. Prolungare il tempo di mantenimento provoca

l'aumento della cristallizzazione della fase liquida. Pertanto, la trasformazione di  $\text{Ca-}\alpha\text{-SiAlON}$  in  $\beta\text{-SiAlON}$  è facilitata e il  $\text{Ca-}\alpha\text{-SiAlON}$  scompare. Sembra che la composizione dei prodotti sintetizzati dipenda dalla temperatura finale e dal tempo di mantenimento. Il rapporto Si/Al influenza solamente il contenuto relativo della composizione dei prodotti sintetizzati.



**Figura 5.2:** Micrografie SEM del campione D2 sintetizzato a 1550 C per un tempo di mantenimento diverso: (a) 3 h; (b) 6 h.



**Figura 5.3:** Micrografie SEM dei prodotti sintetizzati a 1650°C per 6 ore con varie composizioni iniziali: (a) D1; (b) D2; (c) D3; (d) D4.

## Capitolo 5

---

### 5.1.1.3 Analisi della superficie di frattura

La morfologia aghiforme delle fasi polytypoid in D1 è attribuita all'abbondanza di polytypoid nella microstruttura. Il gran numero di queste fasi limiterebbe lo spazio per la crescita dei grani e si può osservare una morfologia aghiforme in D1. Tuttavia, si ritiene che la crescita dei grani polytypoid avvenga prima della crescita del grano di  $\beta$ -SiAlON nel campione D2. La morfologia della superficie di frattura del campione D3 è simile al campione D4. Sono entrambi composti da  $\beta$ -SiAlON e la loro superficie di frattura produce una forma frastagliata nelle regioni della fase di  $\beta$ -SiAlON in cui le fratture intergranulari si svolgono. Confrontando la morfologia della superficie di frattura di questi campioni, si osserva che i meccanismi di indurimento possono essere indotti dalla morfologia aghiforme dei grani polytypoid. La morfologia della superficie di frattura del campione D2 sintetizzato a diverse temperature rivela che la temperatura di sintesi potrebbe influenzare significativamente la morfologia dei grani. A 1450°C, la morfologia che si crea assomiglia principalmente ad aggregati petaliformi. La chiara morfologia aghiforme dei grani AlN polytypoid comincia ad apparire a 1550°C. Quando la temperatura di sintesi aumenta a 1650°C, è ovviamente accelerato l'ingrossamento del grano di AlN-polytypoid. A 1750°C, i prodotti di sintesi consistono principalmente di AlN e AlN polytypoid, e sono presenti molteplici strutture aghiformi nelle fasi ALN-polytypoid

### 5.1.1.4 Discussione del meccanismo di reazione

Una serie di reazioni avvengono durante il processo di sintesi da temperatura ambiente alla temperatura di reazione. Nella gamma tra 600°C e 1100°C, avvengono le seguenti reazioni:

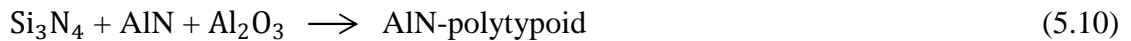
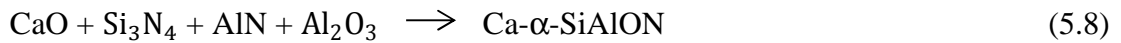


Oltre i 1100°C, si verifica la reazione tra Si e  $\text{N}_2$ , formando  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Allo stesso tempo il Si reagisce anche con il  $\text{SiO}_2$  e l' $\text{N}_2$  per produrre  $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ . Le due reazioni sono riportate di seguito:



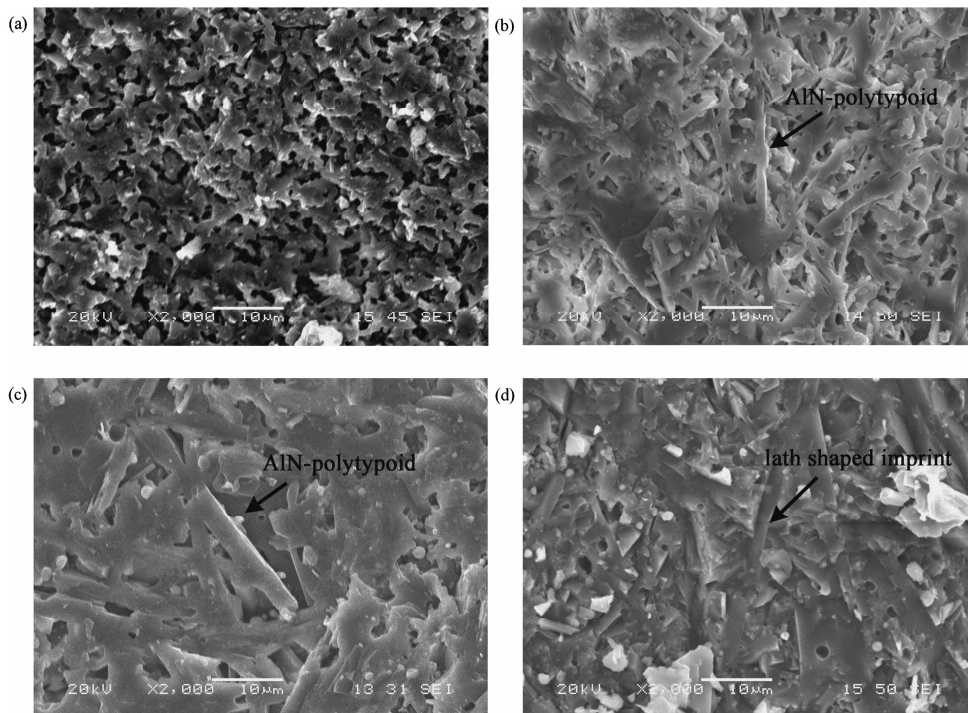
Quando la temperatura è superiore a 1350°C, il  $\text{SiO}_2$  reagisce con il Si per formare il SiO. Successivamente, alcuni SiO reagiscono con  $\text{N}_2$  per produrre  $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ . Poi il  $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$  si trasforma in O-SiAlON tramite la reazione con l' $\text{Al}_2\text{O}_3$ . In questa fase, Ca- $\alpha$ -SiAlON,  $\beta$ -SiAlON e AlN-polytypoid si formano dalla reazione tra CaO,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , AlN e  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Con

l'aumento della temperatura e dell'O-SiAlON le fasi intermedie si convertono in seguito in  $\beta$ -SiAlON. L' $Mg^{2+}$  può essere incorporato nell'ALN-polytypoid per formare una fase di Mg-ALN-polytypoid. Le reazioni principali presenti sono le seguenti:



Sopra i  $1450^\circ\text{C}$ , quando il tempo di mantenimento aumenta, la trasformazione di Ca- $\alpha$ -SiAlON in  $\beta$ -SiAlON è favorita e il Ca- $\alpha$ -SiAlON scompare.

I ceramici  $\beta$ -SiAlON-ALN-polytypoid possono essere sintetizzati da un metodo di riduzione e nitrurazione con le scorie di alluminio. I risultati indicano che la microstruttura rinforzata con whisker potrebbe essere ottenuta e regolata nel ceramico innovativo SiAlON controllando i parametri di sintesi. Quando il rapporto Si/Al è di 1,5, la composizione e la microstruttura ottimale si formano a  $1650^\circ\text{C}$  per 6 h.

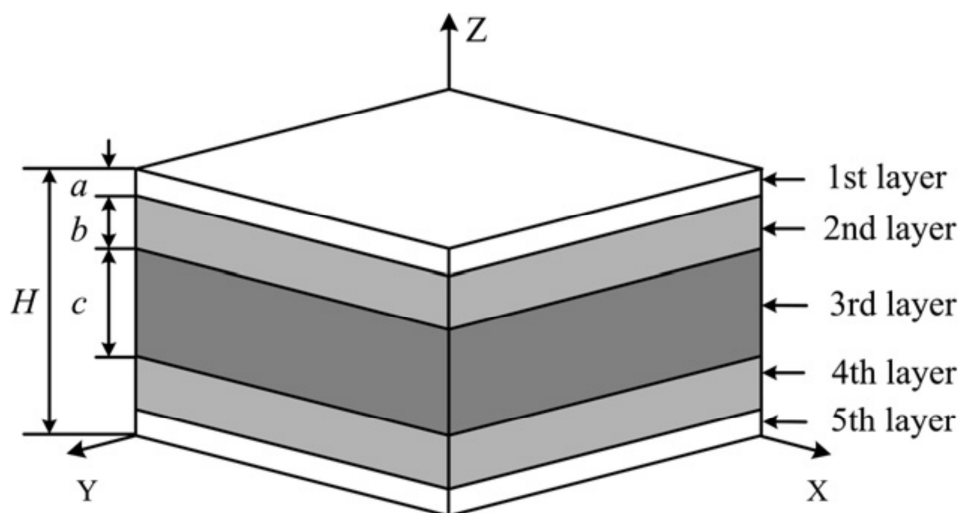


**Figura 5.4:** Micrografie SEM del campione D2 sintetizzato a diverse temperature: (a)  $1450^\circ\text{C}$ ; (b)  $1550^\circ\text{C}$ ; (c)  $1650^\circ\text{C}$ ; (d)  $1750^\circ\text{C}$ .

## Capitolo 5

### 5.1.2 Fabbricazione di SiAlON e $\text{Si}_3\text{N}_4$ nano-compositi tramite la tecnica stampaggio a caldo

Il concetto di materiali funzionalmente graduati (FGMs) è stata sollevata nel 1984 per sviluppare materiali con una struttura termicamente schermatura per futuro programma spaziale, la composizione di una FGM varia continuamente da un metallo puro a un ceramico puro. Gli FGMs hanno il potenziale per l'uso in una vasta gamma di applicazioni di ingegneria, strumenti di metallo per uso industriale, biomateriali utilizzati in impianti umani artificiali, dispositivi di somministrazione di farmaci con controllo di velocità di rilascio, armature e componenti di armamento per la difesa e molti altri. Per queste applicazioni, il controllo della composizione del materiale è necessaria sia per migliorare varie proprietà quali la durezza e la resistenza, e per ridurre le sollecitazioni di interfaccia tra materiali dissimili. L'introduzione del concetto di FGM nella fabbricazione di materiali da taglio in ceramico ha reso disponibile un nuovo approccio per migliorare le loro proprietà termiche e meccaniche. I ceramici per il taglio funzionalmente graduate con struttura simmetrica sono state sviluppate per eseguire lavorazione intermittente ad alta velocità di materiali duri da tagliare. Gli inconvenienti intrinseci degli utensili da taglio in ceramico, come la forza più bassa, la più bassa resistenza alla frattura e una minore resistenza agli shock termici di solito li rendono più suscettibili a una eccessiva scheggiatura o rottura durante la lavorazione di materiali temprati, portando a una breve durata dell'utensile. I materiali per utensili in ceramico possono essere rafforzati e temprati con l'aggiunta di particelle di dimensioni nanometriche. Convenzionalmente, gli utensili a base di  $\text{Si}_3\text{N}_4$  e materiali ceramici a base di SiAlON sono



**Figura 5.5:** Il modello con struttura simmetrica a cinque strati del materiale realizzato



stati rafforzati e temperati con l'aggiunta di nano-particelle come SiC, TiC, TiN, ecc. per migliorare le proprietà meccaniche. Inoltre, i grani della matrice del composito vengono raffinati aggiungendo nano-particelle di Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. E l'aggiunta di nano-particelle di Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> potrebbe promuovere la formazione della caratteristica doppia distribuzione. La resistenza alla flessione e la tenacità ottimali vengono ottenute quando il rapporto tra la frazione di volume e le dimensioni delle nano-particelle di Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> sono in rapporto di 1 a 3. Il SiAlON e il Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> classificati come materiali per utensili ceramici nano-compositi sono stati sintetizzati mediante pressatura a caldo, progettati con l'aggiunta di nano-particelle. I campioni sono composti da 5 strati simmetrici con un rapporto di spessore  $e = a/b = b/c$  e le percentuali in volume dei vari compositi presenti sono riportate in tabella 5.2

**Tabella 5.2:** composizione dei differenti compositi (% vol.)

compositi	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (0.5 μm)	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (0.02 μm)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (0.5 μm)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (0.1 μm)	AlN (0.5 μm)	TiC <sub>0,7</sub> N <sub>0,3</sub> (0.5 μm)
SAAT10	53.25	17.75	0	10	5	10
ST10	61.5	20.5	3.2	0	0	10
ST15	57.75	19.25	3.2	0	0	15
ST20	54	18	3.2	0	0	20

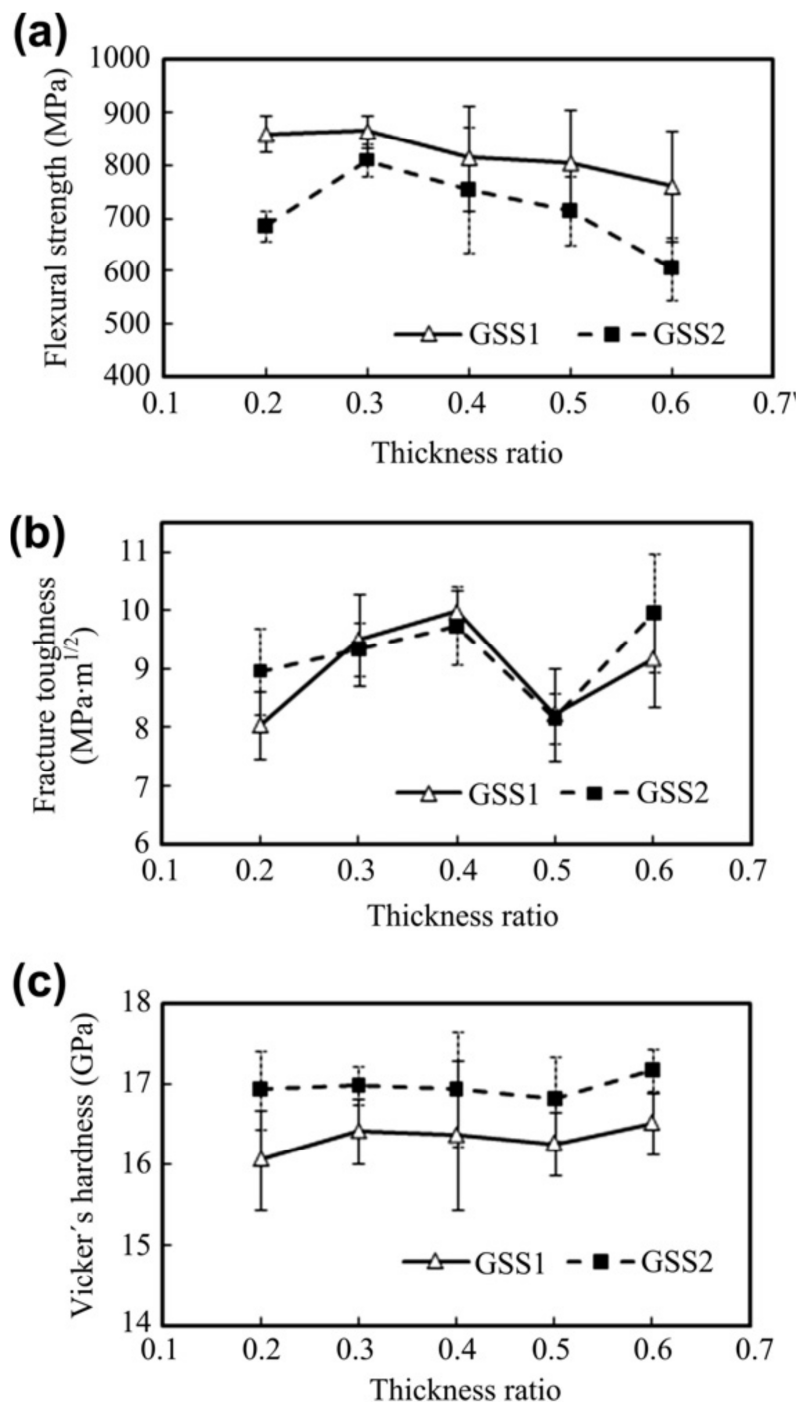
**Tabella 5.3:** composizione di ciascun livello dei cinque strati

Campioni	1° (5°)strato	2°(4°)strato	3°strato
primo campione	ST10	ST15	ST20
secondo campione	SAAT10	ST15	ST20

### 5.1.2.1. Proprietà meccaniche e microstruttura

#### 5.1.2.1.1. Effetto del rapporto di spessore

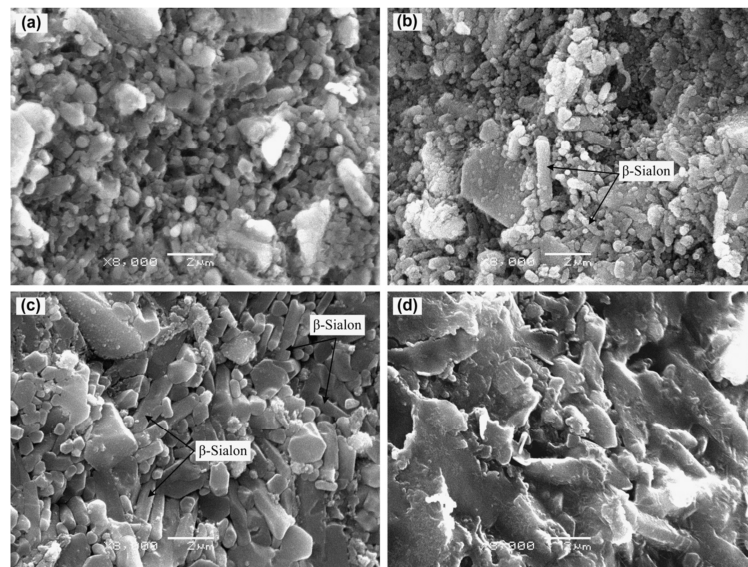
I campioni in ceramico sono stati sinterizzati a una pressione di 35 MPa a 1750°C per 60 min. In figura 5.6 viene mostrato l'effetto del rapporto dello spessore sulla resistenza a flessione, la tenacità dello strato superficiale e la durezza Vickers dello strato superficiale, da cui si può vedere che il rapporto dello spessore ha un grande effetto sulle proprietà meccaniche, in particolare la resistenza alla flessione e la tenacità a frattura. La resistenza alla flessione migliora aumentando il rapporto dello spessore a 0,2-0,3, ma l'ulteriore aumento del rapporto provoca una diminuzione della resistenza a flessione. La resistenza alla frattura (lo strato superficiale) aumenta quando il rapporto dello spessore aumenta di 0,2-0,4. Un calo è causato dagli incrementi del rapporto di spessore di 0,4-0,5, ma aumenta di nuovo con l'ulteriore



**Figura 5.6:** Effetto del rapporto di spessore su (a) resistenza alla flessione, (b) tenacità a frattura (strato superficiale) e (c) durezza Vickers (strato superficiale) del primo e del secondo campione sinterizzati a 35 MPa a 1750°C per 60 min.

aumento del rapporto. Analogamente, la durezza Vickers (strato superficiale) aumenta quando il rapporto spessore aumenta di 0,2-0,3. Un leggero calo è causato dall'incremento del rapporto dello spessore di 0,3-0,5, ma aumenta di nuovo con l'ulteriore aumento del rapporto. Di conseguenza, le proprietà meccaniche ottimali dei materiali ceramici si hanno con un

rapporto di spessore  $e = 0,3$ . Le proprietà meccaniche del primo campione con un rapporto di spessore pari allo 0,3 sono rispettivamente  $\sigma_f = 865$  MPa, tenacità a frattura  $= 9.51 \text{ MPa m}^{\frac{1}{2}}$  e  $HV = 16.41$  GPa. Le proprietà meccaniche del secondo campione con un rapporto di spessore di 0,3 sono rispettivamente  $\sigma_f = 810$  MPa, tenacità a frattura  $= 9.33 \text{ MPa m}^{\frac{1}{2}}$  e  $HV = 16.98$  GPa. Le fasi principali nello strato superficiale del primo campione sono  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$  e  $\text{TiCO}_{0.7}\text{N}_{0.3}$  senza la presenza dell' $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ , rivelando una trasformazione di fase completa dall' $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$  al  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ . Si può vedere dalla fig. 4b, che la reazione chimica si è verificata tra le principali fasi del  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , dell' $\text{Al}_2\text{O}_3$  e del  $\text{AlN}$  nel processo di sinterizzazione e stampaggio a caldo, che ha portato alla formazione di una fase  $\beta\text{-SiAlON}$  ( $\text{Si}_4\text{Al}_2\text{O}_2\text{N}_6$ ). Il materiale ceramico SiAlON è un eccellente materiale con prestazioni compressive ottimali come l'elevata durezza ad alta temperatura. La resistenza all'usura e la stabilità chimica del SiAlON sono migliori di quelle del  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Confrontando la resistenza alla flessione e la durezza Vickers (strato superficiale), si può anche trovare che la resistenza alla flessione del secondo campione è inferiore a quella di primo campione, ma la durezza Vickers (strato superficiale) del secondo campione è superiore a quello di primo campione a causa della formazione di una fase di SiAlON nello strato superficiale del secondo campione.



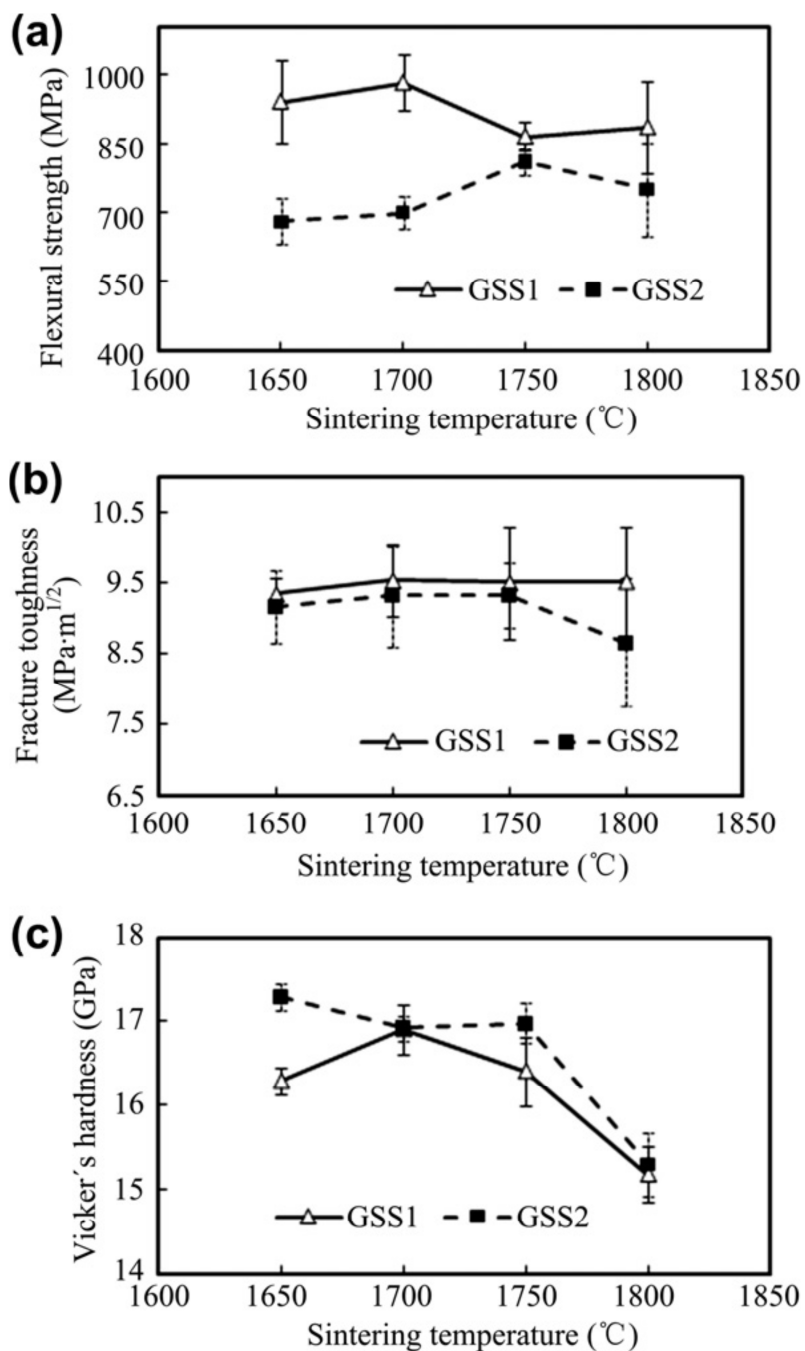
**Figura 5.7:** Micrografie SEM della superficie di frattura del primo strato del secondo campione con un rapporto di spessore di 0,3, sinterizzato sotto 35 MPa per un periodo (a) 1650°C, (b) 1700°C, (c) 1750°C e (d) 1800°C per 60 min

### 5.1.2.1.2. Effetto della temperatura di sinterizzazione

I campioni ceramici valutati con un rapporto di spessore dello 0,3 sono state sinterizzati sotto pressione di 35 MPa a diverse temperature di sinterizzazione (1650°C, 1700°C 1750°C e

## Capitolo 5

1800°C) per 60 min. La resistenza alla flessione del primo campione aumenta all'aumentare della temperatura di sinterizzazione da 1650°C a 1700°C. Un calo avviene nell'incremento della temperatura da 1700°C a 1750°C, ma aumenta di nuovo con l'ulteriore aumento della temperatura di sinterizzazione.

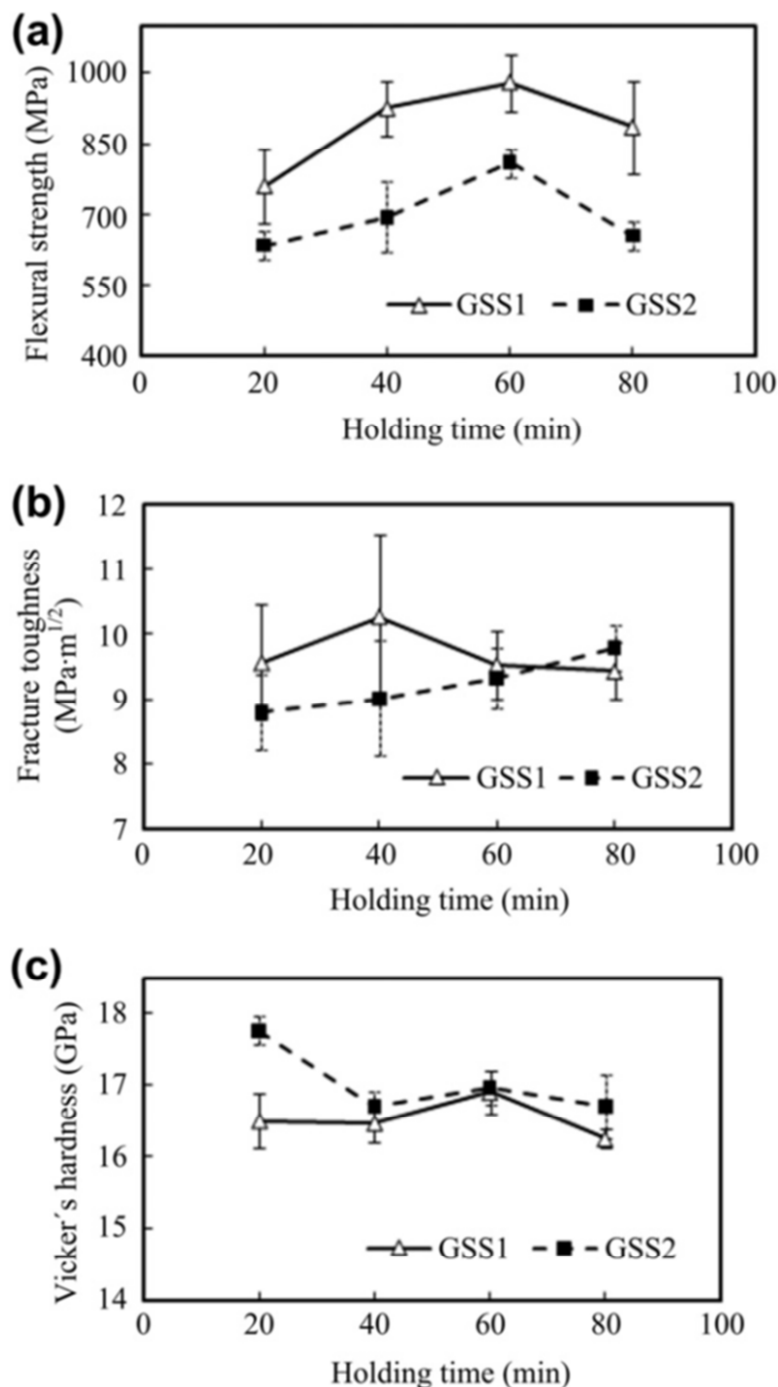


**Figura 5.8:** Effetto della temperatura di sinterizzazione su (a) resistenza alla flessione, (b) tenacità (strato superficiale) e (c) durezza Vickers (strato superficiale) del primo e del secondo campione sinterizzati a 35 MPa per 60 min.

La resistenza alla frattura (strato superficiale) del primo campione subisce un piccolo cambiamento con l'aumento della temperatura di sinterizzazione. La durezza del Vickers (strato superficiale) del primo campione migliora aumentando la temperatura di sinterizzazione da 1650°C a 1700°C, ma l'ulteriore aumento della temperatura di sinterizzazione comporta una diminuzione della durezza Vickers (strato superficiale). Si può notare che le più alte proprietà meccaniche del primo campione si ottengono alla temperatura di sinterizzazione di 1700°C. Per una temperatura di sinterizzazione inferiore a 1750°C, la resistenza alla flessione e la resistenza alla frattura (strato superficiale) del secondo campione aumentano con la temperatura. Tuttavia, un ulteriore aumento comporta una diminuzione della resistenza alla flessione e della resistenza alla frattura (strato superficiale). D'altra parte, la massima durezza Vickers (strato superficiale) del secondo campione si ottiene a 1650°C. In figura si può notare che ci sono pochi grani equiassiali  $\beta$ -SiAlON a causa della temperatura di sinterizzazione. Rispetto ai compositi sinterizzati a 1650°C e 1700°C, si formano più grani equiassiali  $\beta$ -SiAlON sulla superficie di frattura del primo strato sinterizzato a 1750°C. Questo indica che i grani  $\beta$ -SiAlON crescono rapidamente alla temperatura di sinterizzazione di 1800°C. Inoltre, anche i grani di  $\text{TiCO}_{0,7}\text{N}_{0,3}$  si ingrossano e formano agglomerati. Questo è dannoso per le proprietà meccaniche dei materiali ceramici nano-compositi classificati. Così, la temperatura ottimale di sinterizzazione per il secondo campione risulta essere di 1750°C.

### 5.1.2.1.3. Effetto del tempo di mantenimento

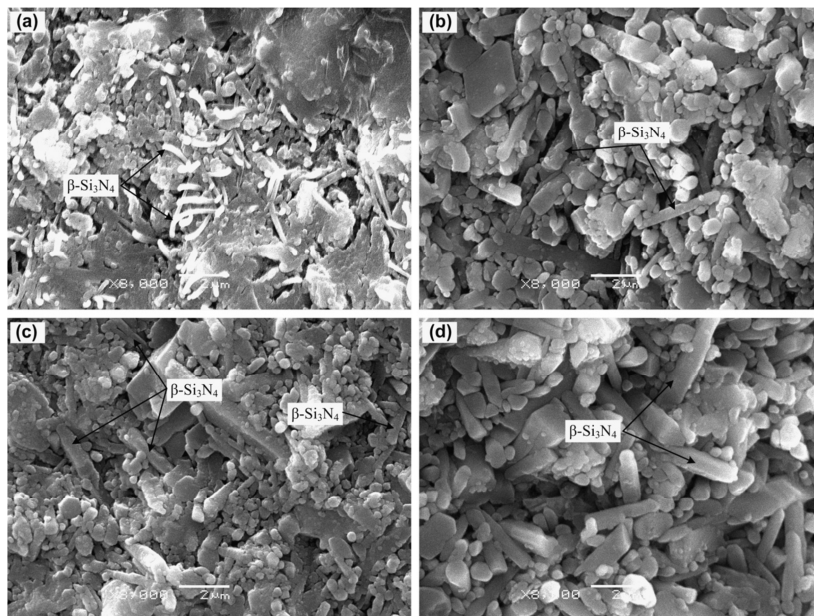
Il primo campione con un rapporto di spessore dello 0,3 è stato sinterizzato a una temperatura di 1700°C. Il secondo campione con un rapporto di spessore di 0,3 è stato sinterizzato a una temperatura di 1750°C. Gli effetti del tempo di mantenimento sulle proprietà meccaniche del primo campione e del secondo campione sono mostrati in fig. Per un periodo di mantenimento inferiore a 60 min, la resistenza alla flessione del primo campione e del secondo campione aumenta col tempo. Tuttavia, un ulteriore aumento comporta una diminuzione della resistenza a flessione. Per un periodo di durata inferiore a 40 minuti, la tenacità a frattura (strato superficiale) del primo campione aumenta con il tempo, e quindi un ulteriore aumento si traduce in una diminuzione della tenacità a frattura (strato superficiale). Tuttavia, la resistenza alla frattura (strato superficiale) del secondo campione aumenta con un aumento del tempo di mantenimento. Si può anche vedere che la durezza Vickers (strato superficiale) del primo campione e del secondo campione diminuisce se il tempo di tenuta



**Figura 5.9:** Effetto del tempo di mantenimento sulla (a) resistenza alla flessione, (b) tenacità (strato superficiale) e del (c) durezza Vickers (strato superficiale) del primo e del secondo campione sinterizzati a 35 MPa rispettivamente a 1700°C e 1750°C

aumenta da 20 min a 40 min. Un leggero aumento è causato dagli incrementi del periodo di mantenimento da 40 min a 60 min, ma diminuisce nuovamente con l'ulteriore aumento del tempo di mantenimento. Pertanto, le proprietà meccaniche ottimali del primo campione e del secondo campione si raggiungono con un tempo di 60 min. Per un tempo di 20 min si forma una microstruttura omogenea con granelli di  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> che presentano una forma ad ago sottile.

Questo tipo di microstruttura può ridurre le proprietà meccaniche. Per un tempo da 40 min a 60 min si ottiene una doppia distribuzione con grani piccoli di  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  inglobati nella matrice di grani grossi di  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ . L'energia superficiale della polvere composita aumenta a causa dell'aggiunta di nano-particelle, determinando l'aumento della forza durante la sinterizzazione. Pertanto la trasformazione di fase (da  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  a  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ ), e la densificazione del composito viene agevolata attraverso un rapido processo di dissoluzione, trasporto e riprecipitazione. D'altra parte, la differenza di granulometria nell' $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  di partenza porta a una differenza delle dimensioni dei grani del  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  che può portare alla formazione della microstruttura doppia interbloccata. La microstruttura doppia interbloccata può contribuire al miglioramento della resistenza a flessione. Nella microstruttura dopo un tempo di mantenimento di 80 min, alcuni dei grani di  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  si ingrossano, e ciò determina una leggera diminuzione delle proprietà meccaniche rispetto a quelle che si ottengono per un tempo di 60 min. Da questi



**Figura 5.10:** Micrografie SEM dello superficie di frattura del primo strato del primo campione con un rapporto di spessore dello 0,3, sinterizzati a 35 MPa a 1700°C per (a) 20, (b) 40, (c) 60 e (d) 80 min.

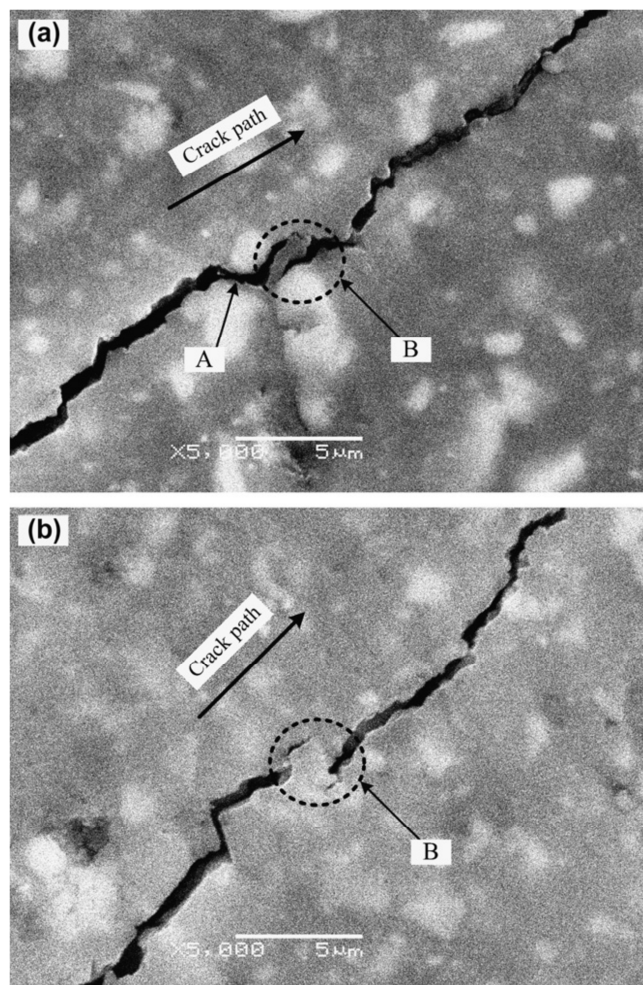
risultati si capisce che il tempo di mantenimento del primo campione non deve superare i 60 min. Di conseguenza, le proprietà meccaniche ottimali per il primo campione con un rapporto di spessore dello 0,3 vengono raggiunti con una temperatura di sinterizzazione di 1700°C per 60 min. Le proprietà meccaniche del primo campione sono rispettivamente  $\sigma_f = 980$  MPa, tenacità a frattura =  $9.54 \text{ MPa m}^{\frac{1}{2}}$  e  $\text{HV} = 16.91$  GPa. D'altra parte, le proprietà meccaniche ottimali del secondo campione con un rapporto di spessore dello 0,3 si ottengono con una

## Capitolo 5

temperatura di sinterizzazione di 1750°C per 60 min. Le proprietà meccaniche del secondo campione sono rispettivamente  $\sigma_f = 810$  MPa, tenacità a frattura =  $9.33 \text{ MPa m}^{\frac{1}{2}}$  e HV = 16.98 GPa.

### 5.1.2.2. Meccanismi di tenacizzazione e di rafforzamento

In virtù dell'effetto di variazione termica tra la matrice  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (coefficiente di dilatazione termica  $\alpha_{\text{matrice}} = 3,2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) e il  $\text{TiC}_{0,7}\text{N}_{0,3}$  ( $\alpha_{\text{particella}} = 8,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ) insieme alla presenza di particelle di  $\text{TiC}_{0,7}\text{N}_{0,3}$ , si formano, durante il processo di fabbricazione, delle sollecitazioni di



**Figura 5.11:** estensione del percorso della frattura da indentazione Vickers sullo strato superficiale del (a) primo campione con un rapporto di spessore dello 0.3, sinterizzato a 35 MPa a 1700°C per 60 min e del (b) secondo campione con un rapporto di spessore dello 0.3, sinterizzato a 35 MPa a 1750°C per 60 min.

trazione residue radiali nella matrice attorno alle particelle di  $\text{TiC}_{0,7}\text{N}_{0,3}$  (raffreddamento dalla temperatura di sinterizzazione a temperatura ambiente), e ciò provoca la frattura



transgranulare. Pertanto, si osserva che la frattura transgranulare è la tipologia principale per lo sviluppo della frattura. Allo stesso tempo, si osserva anche la presenza della frattura intergranulare. Quindi è un mix di frattura intergranulare e transgranulare. Si può osservare chiaramente la deviazione della frattura nel percorso di estensione crepa sullo strato superficiale del primo campione e del secondo campione. La crepa si propaga dalla direzione di sviluppo con un angolo maggiore di deviazione. Ciò ha reso le superfici rotte più grandi, e viene consumata una maggiore quantità di energia di frattura. Quindi, la resistenza alla frattura è aumentata. Inoltre, si osserva la presenza di crack bridging (regione B figura 5.11), che fornisce una forza che frena la crescita della cricca. La deviazione della frattura è in grado di assorbire quantità supplementari di energia di rottura; questo potrebbe migliorare significativamente la resistenza alla frattura del composito.

### **5.1.3 Realizzazione di polveri miste di $\alpha/\beta$ -SiAlON attraverso una sintesi di combustione assistita con sali**

I ceramici SiAlON sono ampiamente considerati come promettenti candidati per materiali strutturali per le applicazioni d'ingegneria ad alta temperatura grazie alle eccezionali proprietà meccaniche, termiche e chimiche. La struttura del SiAlON si riferisce al  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , con  $\text{Si}^{4+}$  e  $\text{N}^{3-}$  ed è parzialmente sostituita rispettivamente da  $\text{Al}^{3+}$  e  $\text{O}^{2-}$ . Il ceramico presenta generalmente due tipi di strutture:  $\alpha$  e  $\beta$ . L' $\alpha$ -SiAlON ha una durezza Vickers maggiore, e una maggiore resistenza all'ossidazione e l'erosione, ma minore resistenza e tenacità del  $\beta$ -SiAlON. Queste caratteristiche vengono considerate per essere associate con le loro microstrutture, poiché un  $\alpha$ -SiAlON generalmente presenta grani equiassici mentre un  $\beta$ -SiAlON è caratterizzato da grani allungati. Il ceramico misto composto da  $\alpha/\beta$ -SiAlON è stato ampiamente studiato, poiché tali materiali combinano sia la durezza del  $\beta$ -SiAlON sia la resistenza all'usura di un  $\alpha$ -SiAlON, e fornisce proprietà meccaniche superiori rispetto a quelle di un puro  $\alpha$ -SiAlON e dei compositi di  $\alpha$ -SiAlON e politipi. Tipicamente, i compositi di  $\alpha/\beta$ -SiAlON o di  $\alpha$ -SiAlON puro vengono preparati attraverso pressatura a caldo, sinterizzazione a minore pressione, sinterizzazione per reazione chimica, e riduzione carbo-termica e nitrurazione. La maggior parte di questi metodi, tuttavia, implica l'uso di materie prime costose come il  $\text{Si}_3\text{N}_4$  e l' $\text{AlN}$  a elevata purezza, che sono sinterizzate a temperature di 1700-1800°C per diverse ore in atmosfera controllata di azoto. L'applicazione di questi approcci è limitata a causa della necessità di materie prime costose o di attrezzature e

## Capitolo 5

---

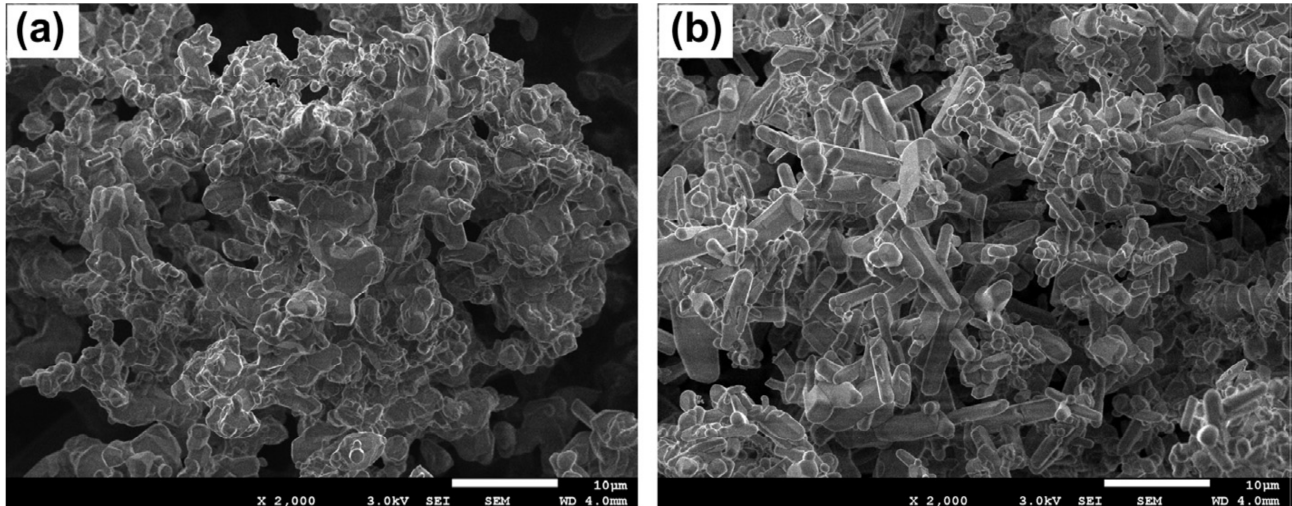
processi complicati. A tal fine, la sintesi di SiAlON attraverso la combustione di sali si è dimostrata un efficace processo e permette un risparmio di tempo. Questa tecnica ha molteplici vantaggi rispetto ai metodi precedenti, come il requisito di attrezzature semplici, brevi tempi di reazione e prodotti di elevata purezza. Tuttavia, la sintesi tramite combustione di SiAlON con Si, Al, SiO<sub>2</sub>, o altri ossidi metallici grazie all'azoto a una pressione specifica applicata, generalmente presenta una bassa resa del prodotto a causa dell'esistenza di Si che non ha reagito, a causa della fusione e coalescenza delle particelle di silicio nel fronte di combustione. Per diminuire la temperatura di combustione e ridurre il calore complessivo rilasciato dalla nitrurazione di Al e Si, è necessario aggiungere una grande quantità di Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> e AlN invece di Si e Al. Inoltre, gli additivi NH<sub>4</sub>Cl o NH<sub>4</sub>F devono anche entrare in contatto con i materiali di partenza per raggiungere una completa nitrurazione. In alcuni studi precedenti sono state sintetizzate, con successo, delle polveri monofase di β-SiAlON con l'aggiunta di una piccola quantità di cloruri metallici alla miscela di reazione. I cloruri aggiunti hanno efficacemente assorbito parte del calore di reazione come il calore latente di trasformazione di fase, agevolando così la completa nitrurazione del Si. Sono stati scelti i sali NaCl e MgCl<sub>2</sub> come additivi per i seguenti motivi:

- sono inerti ai reagenti iniziali (Si, Al, e CaO/Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>);
- sono sali efficienti, abbondanti e a basso costo;
- il loro punto di fusione (circa 800°C) e punto di ebollizione (circa 1420°C) entrano negli intervalli di temperatura corrispondenti alle due fasi della reazione esotermica che comprende anche la nitrurazione di Al e Si.

Per questo motivo, l'eccessiva entalpia di reazione liberata dalla nitrurazione di Al e Si durante i processi per la sintesi di combustione del SiAlON può essere ridotta dalla fusione e dalla vaporizzazione dei sali.

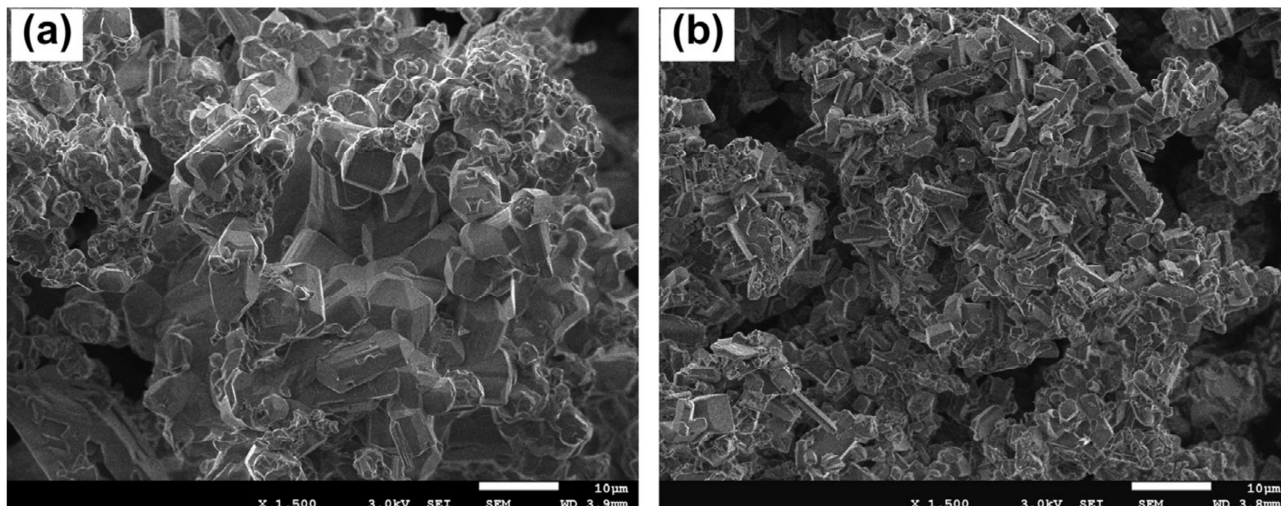
### 5.1.3.1 Risultati e discussione

Durante la reazione, aumentando la quantità NaCl, l'intensità dei picchi di Si è diminuita gradualmente. Quando è stato aggiunto il 12 % in massa di NaCl, sono stati rilevati solo α e β-SiAlON, che indica la completa nitrurazione del Si. Esperimenti simili sono stati effettuati con diverse quantità di MgCl<sub>2</sub>, come diluente. Il 18 % in massa MgCl<sub>2</sub> è risultato ottimale per realizzare la completa nitrurazione delle particelle di Si e ottenere prodotti che comprendono sia le fasi cristalline dell'α che del β-SiAlON. Inoltre, la quantità di α-SiAlON ottenuto nel prodotto quando si utilizza MgCl<sub>2</sub> risulta inferiore a quella ottenuta utilizzando NaCl. Questo



**Figura 5.12:** Immagini SEM della sintesi di combustione delle polveri di Y- $\alpha$  /  $\beta$ -SiAlON utilizzando (a) NaCl (12% in massa) e (b) MgCl<sub>2</sub> (18% in massa), in cui i prodotti astiformi sono  $\beta$ -SiAlON.

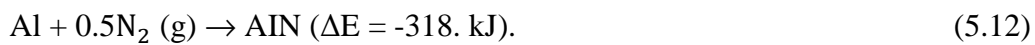
indica che l'NaCl è più efficiente nel favorire la formazione della fase del SiAlON. La valutazione qualitativa della quantità relative di  $\alpha$  e  $\beta$ -SiAlON nei campioni ottenuti è stata condotta utilizzando le intensità relative delle riflessioni, sia per l' $\alpha$ -SiAlON sia per il  $\beta$ -SiAlON. Le frazioni in peso relative a una fase SiAlON, ottenuto utilizzando una quantità ottimale di NaCl e MgCl<sub>2</sub>, sono risultate rispettivamente 81 e 40 % in massa. È importante notare che i valori calcolati rappresentano solo valori approssimati perché le frazioni della fase amorfa non possono essere determinate con precisione utilizzando questo metodo. I grani dell' $\alpha$ -SiAlON ottenuti utilizzando NaCl presentano morfologia equiassiale, anche se sono stati rilevati alcuni agglomerati, come è tipico di tale sintesi. Al contrario, per l'MgCl<sub>2</sub>, la polvere era costituita principalmente da grani ad asta, considerando quelli del  $\beta$ -SiAlON. Le diverse morfologie osservate in questi prodotti sono attribuiti ai diversi rapporti iniziali di  $\alpha/\beta$ -SiAlON. La temperatura ha raggiunto rapidamente il valore massimo dopo l'innesco della reazione. Ciò è dovuto alla grande quantità di calore rilasciata dalla nitrurazione di Al e Si. La temperatura massima misurata è maggiore nel caso di aggiunta del sale NaCl (1912°C) rispetto al sale MgCl<sub>2</sub> (1792°C), anche se, per l'NaCl, è stato osservata una velocità di riscaldamento più lenta. A causa della maggiore velocità di riscaldamento in presenza di MgCl<sub>2</sub>, la produzione di  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> risulta ottimale, e ciò ha ridotto il tempo per la formazione dell' $\alpha$ -SiAlON. La sovrabbondanza dell' $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> si è trasformata in  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> o  $\beta$ -SiAlON, portando a un aumento nella quantità di fase  $\beta$ -SiAlON nel prodotto finale. La formazione di  $\beta$ -SiAlON rilascia meno energia rispetto a un  $\alpha$ -SiAlON; inoltre, l'energia complessiva



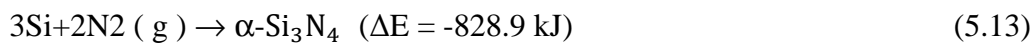
**Figura 5.13:** Immagini SEM delle sintesi di polveri Ca- $\alpha$  /  $\beta$ -SiAlON utilizzando (a) NaCl (12% in massa) e (b) MgCl<sub>2</sub> (18% in massa). Il prodotto (a) mostra meno SiAlON astiforme mentre un aumento della densità si osserva nel prodotto (b)

rilasciata dalla reazione esotermica è inferiore, ed è caratterizzata da una temperatura di combustione più bassa. Per la nitrurazione completa del Si, vengono utilizzate le stesse quantità di NaCl (12 % in massa) e MgCl<sub>2</sub> (18 % in massa). Il prodotto ottenuto con l'aggiunta di NaCl contiene una percentuale maggiore di fase  $\alpha$  del SiAlON (95 %) rispetto a quella ottenuta con il MgCl<sub>2</sub> (20 %). I picchi di silicio calano all'aumentare dell'NaCl nondimeno essi sono individuati fino al 28 % in massa. Tuttavia, per più del 28 % in massa di Si, la reazione di combustione non può essere completata, e ciò indica la difficoltà di raggiungere la nitrurazione del Si per la sintesi di  $Y_{0,4} - \alpha$ -SiAlON. Diversi studi hanno ipotizzato che la stabilità di un  $\alpha$ -SiAlON può essere determinata con precisione dalla presenza di ossigeno, che porta a una maggiore quantità di  $\beta$ -SiAlON. Sulla base di questi risultati, si può affermare che il raggiungimento completo della nitrurazione di Si in presenza di tali sali sia di Y che di Ca - $\alpha$ -SiAlON è difficile. Secondo la formula dell' $\alpha$ -SiAlON ( $M_x Si_{12-(m+n)} Al_{m+n} O_n N_{16-n}$ ), all'aumentare di m e n, l'ammontare della fase liquida M-Si-Al -O, che si può formare nella prima nitrurazione del Si, aumenta, inibendo quindi l'infiltrazione di N<sub>2</sub>. Inoltre, la quantità di cloruro aggiunto aumenta con l'incremento di M e N che crescono a causa della elevata temperatura di reazione. Come conseguenza dell'aumento di m e n, la nitrurazione del Si è fortemente ostacolata, e il Si è rimasto nel prodotto come impurità. Il meccanismo di formazione di un  $\alpha$ -SiAlON da Si, Al, SiO<sub>2</sub>, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, AlN, e ossidi metallici ( $M_x O_y$ ) è stata ampiamente studiata. Nella fase iniziale della reazione, l'Al reagisce per primo con l'azoto gassoso per formare AlN, e il calore prodotto da questa reazione aumenta la temperatura del

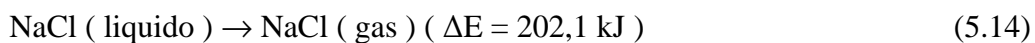
campione. L'aumento della temperatura porta alla formazione di una fase liquida, M-Si-Al -O. Al crescere della temperatura vicina al punto di fusione del Si ( 1410°C ), avviene la nitrurazione, provocando la formazione di  $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ . L' $\alpha\text{-SiAlON}$  precipita quindi dalla miscela liquida di M-Si-Al-O-N, formata dalla dissoluzione di AlN e  $\text{Si}_3\text{N}_4$  nel sistema M-Si-Al -O. Quando l'NaCl viene utilizzato come diluente inerte, il calore di reazione viene ridotto mediante il calore latente di trasformazione di fase dell'NaCl. Alla zona di preriscaldamento, l'NaCl assorbe una parte del calore di reazione attraverso la reazione di conversione dell'NaCl solido in NaCl liquido ( $\Delta E = 82,1 \text{ kJ}$ ), e quindi riduce l'eccessivo calore rilasciato dalla reazione:



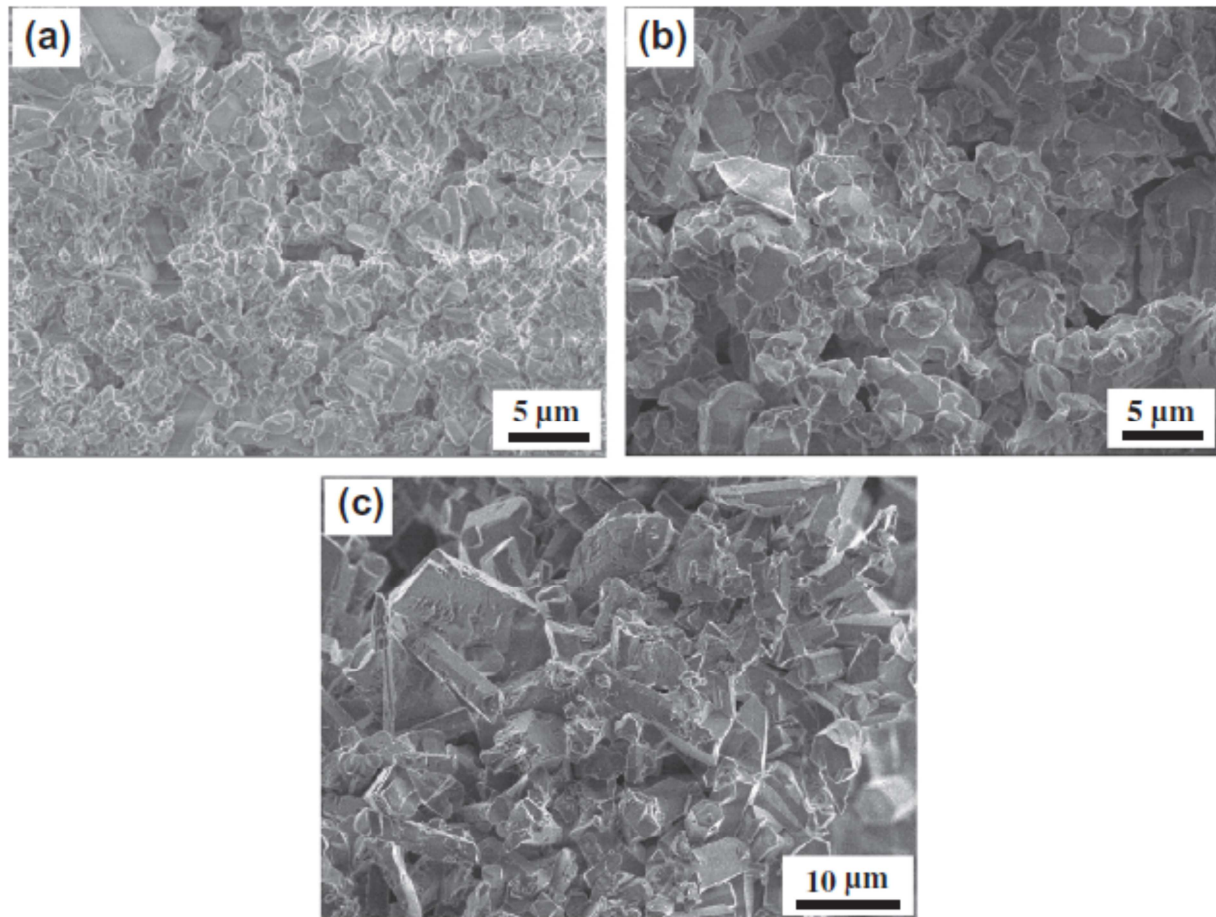
Di conseguenza, la fusione e l'agglomerazione delle particelle di Si nei materiali di partenza sono notevolmente ridotte, e l'infiltrazione di  $\text{N}_2$  è migliorata. Successivamente, al progredire della reazione:



viene generato l' $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ , provocando il rilascio di una grande quantità di calore. L'AlN e l' $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$  cominciano a dissolversi nel liquido M-Si-Al-O, e quindi si forma una nuova fase liquida: M-Si-Al-O-N. La precipitazione dell' $\alpha\text{-SiAlON}$  si verifica simultaneamente alla formazione di questo sistema. In questa fase, l'NaCl assorbe una grande quantità di calore attraverso la reazione:



e poi si separa dal sistema di reazione. Riassumendo, gli additivi di sale possono essere considerati dissipatori dato che assorbono e rimuovono il calore eccessivo rilasciato dalla nitrurazione di Al e Si sotto forma di calore latente rispettivamente di fusione ed evaporazione; questa ipotesi ignora altre piccole reazioni endotermiche ed esotermiche come la fusione di Al e Si. Il calore ridotto prevede la propagazione costante dell'onda di combustione, migliorando così il tasso di conversione. La base per l'utilizzo di quantità variabili di NaCl e  $\text{MgCl}_2$  per la nitrurazione totale è la differente endotermicità di ogni cloruro. La velocità di riscaldamento più rapido con l' $\text{MgCl}_2$  come diluente può essere razionalizzata come segue: nel fronte di combustione, il sale si scioglie assorbendo il calore di reazione per formare un sistema  $\text{MgCl}_2\text{-AlN-M}_x\text{O}_y$  bagnato che circonda le particelle di Si tramite forze capillari. Aumentando la quantità di  $\text{MgCl}_2$  fuso aumenta la probabilità di contatto particella-particella, e quindi, accelera la reazione di diffusione del  $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-AlN-}$



**Figura 5.14:** Immagini SEM della sintesi di polveri di  $\text{Ca}_{0.5}\text{-}\alpha\text{-SiAlON}$  utilizzando il 30% in massa di vari Sali come additivi: (a) NaCl,  $\text{CaCO}_3$ , (b) NaCl, CaO, e (c)  $\text{MgCl}_2$ ,  $\text{CaCO}_3$ . Si noti che i prodotti (a) e (b) sono  $\alpha\text{-SiAlON}$ , ma il prodotto (c) presenta grandi dimensioni degli astiformi di  $\beta\text{-equivalente}$ .  $\text{CaCO}_3$  e CaO sono le materie prime per il Ca in ogni caso

$\text{M}_x\text{O}_y$  che provoca la formazione di nuclei di SiAlON. Questo richiede una velocità di riscaldamento relativamente più elevata rispetto a quando viene utilizzato NaCl. I sali NaCl o  $\text{MgCl}_2$  sono potenziali additivi per la produzione su larga scala di polveri di SiAlON. Si può notare che l'efficienza di produzione può essere notevolmente migliorata grazie ad una piccola quantità di additivo (rispettivamente 12 e 18 % in massa di NaCl e  $\text{MgCl}_2$ ) basato sul calore latente e calore sensibile, rispetto all'aggiunta di  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (circa il 45 % in massa) basato sul solo calore sensibile. Inoltre, il costo dei trattamenti post- sintesi quali fresatura verrà diminuito aggiungendo questi sali, che di fatto impediscono la formazione dei prodotti da auto-sinterizzazione. Inoltre, il rapporto  $\alpha/\beta\text{-SiAlON}$  e la morfologia dei prodotti possono essere controllati variando il contenuto di cloruro nel metallo. Pertanto, il costo di produzione complessivo del SiAlON può essere significativamente ridotto.

### 5.2 Nitruro di Boro Cubico

Gli abrasivi super duri consistono principalmente di diamante e nitruro di boro cubico. Il materiale di base del diamante è il carbonio. Fondamento di base del CBN è una combinazione di boro e azoto. La struttura cristallina di entrambi è la stessa con tutte le celle unitarie composte di carbonio nel cristallo di diamante, mentre il cristallo di CBN è composto da atomi di boro alternati equamente con atomi di azoto. Il diamante è la sostanza più dura conosciuta mentre il CBN presenta metà della sua durezza e il carburo di silicio 1/5. La durezza non è l'unica variabile quando il Diamante e il CBN vengono a contatto con sostanze specifiche. Normalmente, sotto le condizioni di lappatura e di lucidatura, si riscontra una grande quantità di calore quando si utilizzano abrasivi diamantati e CBN. In questa interfaccia calore tra l'abrasivo e il pezzo, il diamante e il CBN reagiscono in modo diverso. In particolare, il diamante, quando è a contatto con materiali ferrosi come il ferro o l'acciaio rapido temprato, se esposto all'aria a temperature elevate, forma monossido di carbonio o biossido di carbonio. Pertanto, il diamante non viene normalmente utilizzato con pezzi di materiali ferrosi, ed è qui che il CBN entra in gioco e si comporta bene. D'altra parte, il CBN reagisce con l'alluminio e il ferro e le leghe di nichel con l'ossigeno dell'aria per formare uno strato protettivo di ossido di boro intorno al cristallo, e quindi il diamante sarebbe utilizzato in questo caso per ottenere prestazioni migliori. Inoltre, il CBN a temperature elevate con una base solubile in acqua, ha una reazione chimica che ne limita l'uso con la maggior parte dei pezzi metallici.

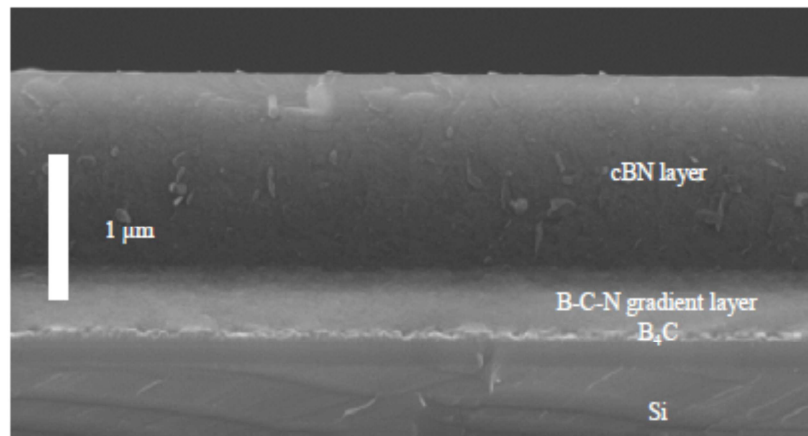
#### 5.2.1 Rivestimenti CBN sugli utensili da taglio

La lavorazione dei materiali duri richiede materiali da taglio molto più resistenti. In contrasto con il diamante, il Nitruro di Boro Cubico (CBN) è eccezionalmente ammissibile per la lavorazione di acciai. In realtà, è il secondo per durezza tra tutti i materiali noti. Infatti, il CBN è molto costoso e disponibile solo in forma di inserti di forma semplice. Tuttavia, la geometria degli utensili con rivestimenti funzionali duri può essere specificamente in sintonia con le esigenze del tipo di lavorazione. Pertanto, lo sviluppo di un rivestimento in CBN per utensili da taglio, che combina i vantaggi di un rivestimento e del materiale da taglio CBN, è di grande importanza per molti settori industriali. Poiché aumenta la percentuale di materiali duri e performanti, il problema dell'usura precoce durante la lavorazione diventa più distinta. Una soluzione per l'incontro dei maggiori requisiti è la deposizione di rivestimenti duri

## Capitolo 5

---

speciali. In particolare la riduzione dell'usura dei rivestimenti in materiali estremamente resistenti come il diamante e CBN potrebbe aumentare la vita sostanziale dell'utensile. Tuttavia, materiali in acciaio non possono essere lavorati con utensili diamantati a causa della reattività del ferro con il carbonio. Oggi, il grande segmento dei materiali di lavorazione di



**Figura 5.15:** Immagine SEM della sezione trasversale del sistema a strati del CBN con uno spessore di circa 1,5  $\mu\text{m}$  per il CBN

ferro è dominato da utensili in carburo cementato con rivestimenti di nitruro di titanio (TiN), carbonitrato di titanio (TiCN) e nitruro di titanio con alluminio (TiAlN). Ma ancora, le prestazioni della maggior parte dei rivestimenti non è sufficiente.

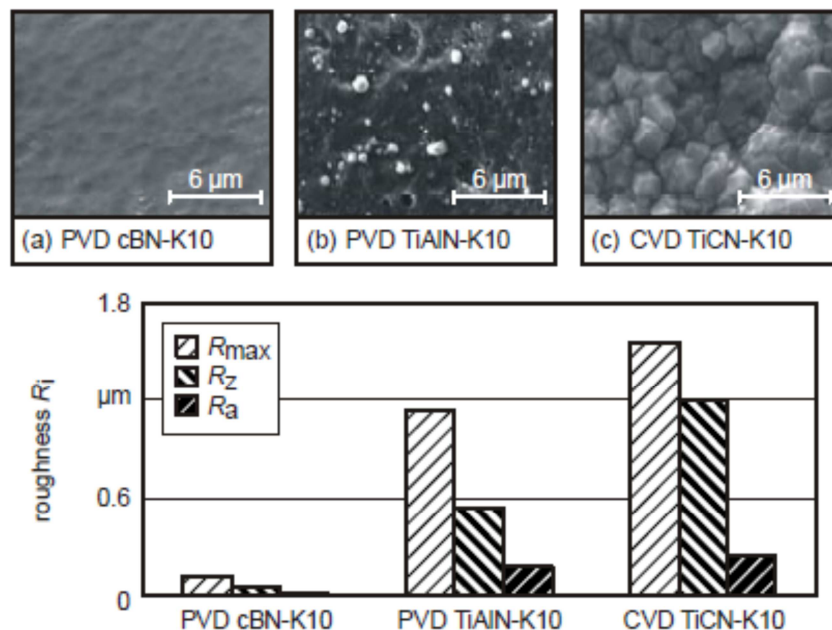
### 5.2.1.1 Rivestimenti in CBN su silicio e substrati di carburo cementato

Lo sviluppo del CBN è iniziato con la prima sintesi del Nitruro di Boro Cubico in un processo ad alta pressione e ad alta temperatura nel 1957 da parte di Robert H. Wentorf, Jr. Questa tecnica, più elaborata, è ancora in uso e fornisce inserti più efficienti per la lavorazione di, ad esempio, acciai temprati. Questa tecnica, tuttavia, consente di produrre solo inserti con geometrie relativamente semplici. Pertanto, il lavoro di ricerca sulla sintesi di rivestimenti in CBN è aumentata negli ultimi anni. Con i vari processi PVD (deposizione fisica da vapori), CVD (deposizione chimica da vapori), e PECVD (deposizione chimica da vapori migliorata con il plasma) sono stati realizzati deposizioni di film di CBN. Purtroppo, quasi tutti i film di CBN depositati sono stati limitati alla gamma di spessore di qualche centinaio di nanometri. Questo è causato principalmente da un enorme sforzo residuo intrinseco di compressione (fino a 20 GPa), scarsa adesione e una mancanza di stabilità a lungo termine alle condizioni ambientali. Tuttavia, film con spessore  $> 1\mu\text{m}$  potrebbero essere sintetizzati solo su substrati di



silicio a temperature molto elevate del substrato nell'intervallo dei 1000 ° C, la riduzione dello stress del film con ricottura risulta costosa o la deposizione intermittente in combinazione con tecniche di irradiazione ad alta energia di ioni. Pertanto, nonostante i successi citati nella deposizione di film spessi del Nitruro di Boro Cubico (> 1 micron), lo sviluppo di un rivestimento CBN su materiali di substrato non formati da silicio rimane una sfida scientifica. Però, solo l'uso di materiali diversi dal substrato in silicio porta a un'applicazione dei rivestimenti a base di CBN per utensili da taglio.

Lo sviluppo di questa tipologia di inserto è basato sulla tecnica della polverizzazione catodica (o sputtering) modificata e un sistema di strati costituito da uno di carburo di boro bersaglio ( $B_4C$ ) per lo sputtering, uno strato di BCN, e infine uno di CBN. Tra le altre proprietà, il  $B_4C$  è ammissibile per l'uso in un processo di sputtering ad alta tensione continua. Il sistema di rivestimento è stato leggermente modificato per la deposizione su substrati per utensili, quali inserti lucidi di carburi cementati. Al fine di ottenere una migliore adesione del sistema completo di strati al substrato, viene aggiunto uno strato adesivo di titanio (Ti). I risultati



**Figura 5.16:** Rugosità superficiale e strutturale della parete inclinata di uno strumento rivestito in CBN in confronto con uno in PVD TiAlN e uno rivestito con CVD TiCN

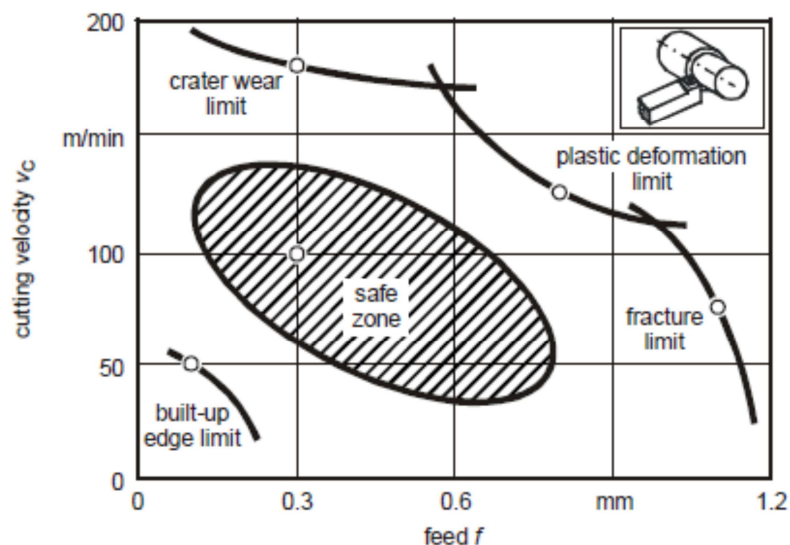
confermano le proprietà eccezionali dei rivestimenti in CBN. La durezza in combinazione con i tassi di usura abrasivi molto bassi e il coefficiente di attrito relativamente basso sottolinea il potenziale del CBN come materiale superduro e resistente alle varie forme di usura dell'utensile. Inoltre la rugosità  $R_{max}$  del rivestimento in CBN è solo 1/ 10 e  $R_a$  anche solo

## Capitolo 5

1/30 rispetto ai valori di quelle con rivestimenti in PVD TiAlN e CVD TiCN. Tuttavia, lo sviluppo futuro porta a un aumento del rapporto del CBN nel sistema strato completo e un miglioramento dell'adesione dei film.

### 5.2.1.2 Comportamento all'usura

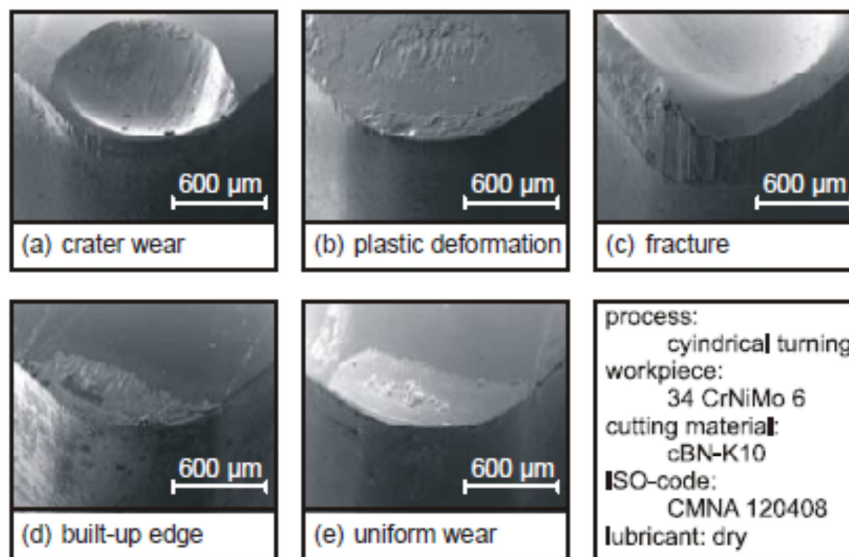
L'usura degli utensili da taglio rivestiti con CBN è, come su altri materiali da taglio, dipendente da parametri di lavorazione e utensili : velocità di taglio, avanzamento, profondità di taglio, nitidezza del tagliente, geometria utensile (cioè la presenza di rompi-truciolo) e il tipo di stress da taglio (taglio continuo o interrotto, shock termico). Uno o una combinazione di diverse forme di usura, che, in una fase avanzata, possono portare a sovraccarico o a una stanchezza e infine a catastrofica rottura sul bordo, in grado di portare alla rottura lo strumento stesso. In generale, le modalità di usura variano con la composizione sia del tagliente sia con le condizioni di taglio e la geometria dello strumento. Tuttavia, una forte adesione del rivestimento non sempre è ottenuta con lo sviluppo di nuovi rivestimenti. Il



**Figura 5.17:** Il diagramma delle modalità di fallimento per utensili da taglio rivestiti in CBN nella lavorazione di 34CrNiMo6 che associa le forme di usura in funzione dei parametri di taglio

diagramma rottura/fallimento dell'utensile in figura 5.17 mostra che tutte le principali forme di usura possono essere generate con utensili in CBN in funzione della velocità e dell'avanzamento, che influenzano la prevedibilità, l'affidabilità e il miglioramento del comportamento di usura di taglio. Sulla base dell'interazione utensile / pezzo si può notare che la velocità di taglio dipende dalla stabilità termo-chimica del materiale di taglio e

l'avanzamento dipende dalla sua resistenza meccanica o tenacità. Aumentando la temperatura si genera più calore dissipato dallo strumento e le temperature elevate portano a ossidazione o alla diffusione. Aumentare l'avanzamento inoltre induce maggiori sollecitazioni meccaniche sullo strumento. Il danneggiamento dell'utensile o la sua frattura sono le modalità di rottura meno desiderabile perché sono le più imprevedibili e può essere dannoso per il pezzo. Con gli strumenti rivestiti in CBN utilizzati, la frattura avviene dopo una durata di taglio di 30 secondi a una velocità di taglio di 75 m/min e un avanzamento di 1,1 mm mentre l'usura del cratere risulta dei parametri di taglio  $v_c = 180$  m/min  $f = 0.3$  mm. La deformazione plastica del tagliente si trova tra questi due insiemi di parametri, più precisamente a  $v_c = 125$  m/min e  $f = 0.8$  mm. La zona operativa sicura illustrato nel diagramma della modalità di frattura è una regione di usura progressiva associata a prestazioni affidabili. L'usura avviene principalmente sul fianco e si genera una certa usura sul cratere a  $v_c = 100$  m/min e  $f = 0.3$  mm. Un piccolo tagliente di riporto si osserva a  $v_c = 50$  m/min e  $f = 0.1$  mm. Le immagini SEM in figura 5.18



**Figura 5.18:** Diverse forme di usura dell'utensile rivestito in CBN dopo lavorazione di 34CrNiMo6 per 30 secondi: (a) cratere; (b) deformazione plastica; (c) frattura utensile; (d) bordo di accumulo; (e) crescita dell'usura sul fianco uniforme e continua

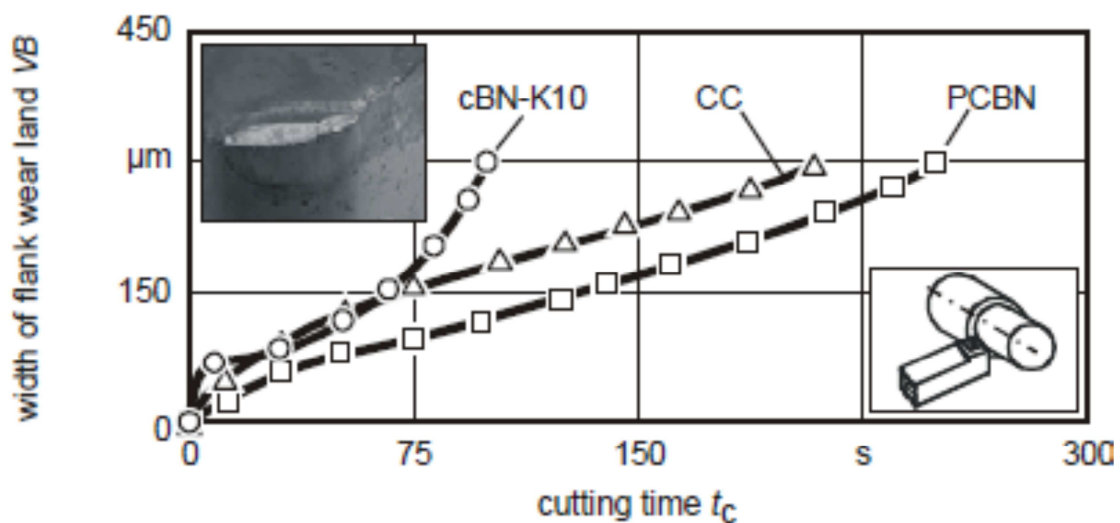
corrispondono a tutte e cinque le diverse forme di usura. In (a), l'usura del cratere può essere vista come un risultato delle temperature elevate e dell'usura abrasiva sulla faccia inclinata. Si noti che l'interfaccia tra il cratere e la superficie rivestita è molto forte. Una mancanza di aderenza del rivestimento non può essere osservata. In (b), gli inserti mostrano segni di deformazione plastica a causa delle elevate forze a temperature elevate. Tuttavia, il rivestimento è ancora applicato perfettamente al substrato. La rottura dell'utensile in (c) è il

## Capitolo 5

risultato del sovraccarico meccanico. Va ricordato che l'avanzamento di 1,1 mm è maggiore rispetto a di solito necessario e usato nei processi di taglio a causa della elevata rugosità del pezzo. Le prime indicazioni dell'effetto del tagliente di riporto possono essere viste in (d), mentre sul fianco crescita dell'usura uniforme e continua dominano in (e). In generale, le velocità di taglio per generare queste forme di usura è circa la metà dei rivestimenti in TiAlN mentre gli avanzamenti sono approssimativamente le stesse.

### 5.2.1.3 Taglio ad alta velocità

Gli strumenti rivestiti in CBN sono ammissibili anche per la lavorazione ad elevate velocità di taglio, ad esempio anche per la lavorazione della ghisa sferoidale perlitica-ferritica GJS 500-7 a una velocità di taglio di 1000 m/min con un avanzamento di 0.1 mm. Diventa chiaro che la vita dell'utensile dell'inserto in carburo cementato rivestito in CBN è solo leggermente inferiore alla metà della durata dell'utensile di costosi inserti in ceramico in PCBN e ossido. Si deve notare che vi è ancora la possibilità di modificare la geometria dell'inserto rivestito e che il potenziale totale di questa tecnologia non è ancora stato raggiunto.

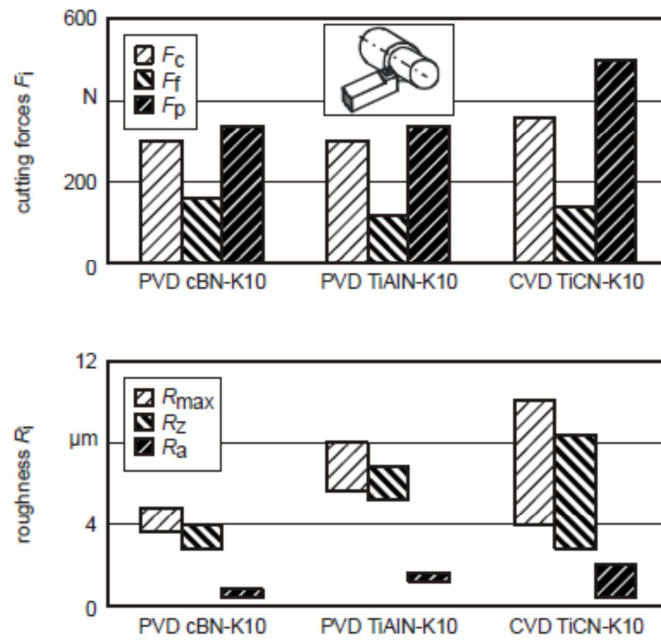


**Figura 5.19:** Larghezza della zona di usura sul fianco in dipendenza dal tempo di taglio per i vari materiali da taglio nella lavorazione della ghisa sferoidale

### 5.2.1.4 Lavorazione di acciai temprati

Un altro importante campo di applicazione del CBN è la tornitura di acciaio temprato, che comporta una difficile lavorazione per i nuovi rivestimenti degli utensili a causa delle elevate forze di taglio. Tuttavia, in figura 5.20 si può notare che le forze di taglio in tornitura (durezza 62 HRC) con utensili rivestiti in CBN e strumenti rivestiti con PVD TiAlN sono quasi uguali

e che esse sono significativamente inferiori a quelli del rivestimenti in CVD TiCN. Inoltre, la rugosità superficiale del pezzo lavorato con rivestimenti in CBN è molto migliore rispetto alla rugosità ottenuta con altri rivestimenti per utensili.



**Figura 5.20:** Forze di taglio e rugosità del pezzo in funzione del taglio di materiali nella lavorazione di acciaio temprato



### 6 Confronto fra utensili da taglio metallici e ceramici

#### 6.1 Utensili metallici

##### 6.1.1 Acciai non legati

Le caratteristiche principali di un acciaio per utensili sono la durezza, la tenacità e la resistenza alle temperature elevate. Per utensili che debbano resistere essenzialmente all'usura (bulini, matrici e trafilati, lime, etc.) si impiegheranno acciai con 1,3 - 1,5% di carbonio. Durezza Rockwell : da 50 a 65 HRC. Per utensili per i quali sia richiesta una discreta resistenza all'usura con una buona tenacità (come maschi, utensili per filettare, creatori, stampi per formare) si impiegheranno acciai con tenori di carbonio da 0,9 a 1,25%. Quando invece sia richiesta poca resistenza all'usura ma buona tenacità (stampi per chiodi, scalpelli a mano, martelli e cunei) si impiegheranno acciai con 0,7 - 0,9 di C. L'aggiunta di vanadio negli acciai al carbonio conferisce al materiale, oltre che un aumento della resistenza all'usura una buona tenacità, particolarmente preziosa nel caso di piccoli utensili. Nel caso di piccoli stampi soggetti a pressioni rilevanti, si impiegano acciai al carbonio con l'aggiunta di piccole percentuali di cromo il quale migliora le proprietà di resistenza all'usura. **UTENSILI CROMATI:** Si è cercato di aumentare la durata dell'utensile con un deposito di cromo duro

##### 6.1.2 Acciai speciali

Contengono generalmente un'elevata percentuale di carbonio (superiore all'1 %) e altri elementi speciali, come il cromo, il tungsteno, il vanadio. Tali sono ad esempio il tipo C.L.T.M. Cogne (acciaio Diamante) durissimo (C = 1,4%, Cr = 1 %, W = 5%) ma fragile, il tipo C.T. Cogne (acciaio Argento) adatto per profili delicati, punte, maschi, frese, etc.

##### 6.1.3 Acciai autotempranti

Hanno la proprietà di temprarsi in aria, data la loro bassa velocità critica di tempra. Consentono di aumentare la velocità di taglio, perché non perdono la tempra con il riscaldamento fino a 300°C. Queste proprietà sono essenzialmente conferite dal contenuto di tungsteno (variabile dal 5% al 12%). Questi acciai contengono inoltre un'elevata percentuale di carbonio (1 - 2%), più manganese, silicio e cromo.

##### 6.1.4 Acciai rapidi

Differiscono dagli autotempranti per una più bassa percentuale di carbonio (0,5-1,3%) e una più elevata percentuale di tungsteno (14-26%). E' pure elevata la percentuale di cromo (3-7%)

## Capitolo 6

---

e spesso sono aggiunti molibdeno, vanadio e cobalto. Consentono elevate velocità di taglio perché anche al color rosso non si stemprano. Sopportano temperature fino a 600°C. Durezza Rockwell 65 HRC.

### 6.1.5 Stelliti

Questi materiali consentono elevatissime velocità di taglio perché possono essere tollerate temperature maggiori di 600°C senza che diminuisca la durezza. Sono costosi e fragili.

### 6.1.6 Utensili in placchette di carburi

Le placchette in carburi "duri" sono ottenute per sinterizzazione. I metalli duri sono generalmente costituiti da due componenti: gli elementi duri e i leganti metallici. Gli elementi duri sono carburo di tungsteno o di niobio o di tantalio e quello di cromo. I leganti metallici sono costituiti da cobalto o nichel o ferro. Una delle proprietà più importanti delle placchette in carburo duro è quella di conservare la loro durezza anche a temperature elevate. I materiali sinterizzati di questo tipo hanno notevole fragilità e scarsa resistenza alla flessione.

## 6.2 Confronto delle proprietà

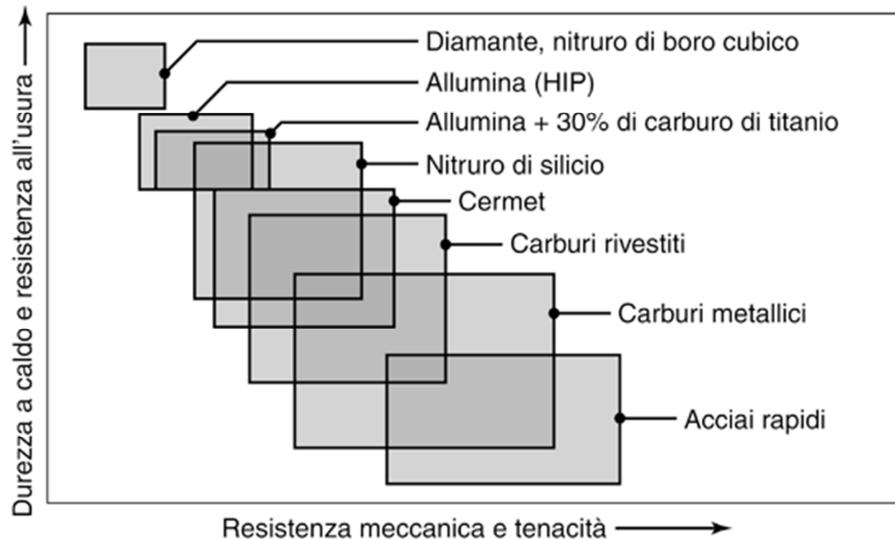
Tabella 6.1: proprietà dei vari materiali per utensili da taglio

proprietà	acciai rapidi	stelliti	carburi metallici sinterizzati	ceramici	CBN	PCD HV
Durezza	46-62 HRC	45-60 HRC	1200-1800 HV	2100-2400 HV	6500 HV	5500-8000
resistenza a compressione(Mpa)	4100-4500	1500-2300	3100-5800	2800-4500	6900	6900
resistenza alla flessione (Mpa)	2400-4800	1400-2000	1000-2600	340-950	700	1300
modulo di elasticità E (GPa)	207	275	460-650	310-410	850	820-1050
densità $\rho$ Kg/m <sup>3</sup>	8600	8000-8700	10000-15000	4000-4500	3500	3500
temperatura di fusione °C	1300	2800	1400	2000	1300	700 *
coefficiente di dilatazione termica 10 <sup>-6</sup> /°C	12		4-6.5	7.5-9	4.8	1.5-4.8

\*temperatura di combustione



## Confronto fra utensili da taglio metallici e ceramici

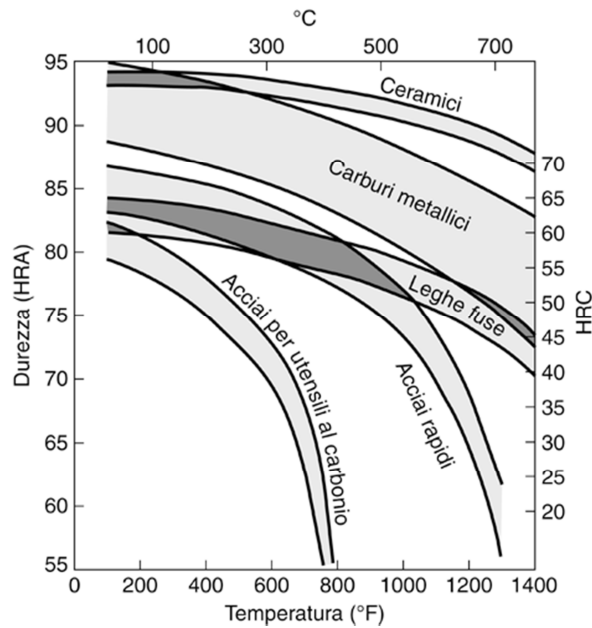


**Figura 6.1:** Intervalli nelle proprietà di diverse tipologie di materiali per utensili. HIP significa pressatura isostatica a caldo.

La tabella 6.1 riporta le proprietà principali dei materiali maggiormente utilizzati per gli utensili da taglio. Si possono osservare le varie differenze che sono presenti tra un metallo e un ceramico. Innanzitutto la differenza sostanziale e più marcata si può vedere nelle diverse durezze, molto superiori nei ceramici rispetto ai metalli il che denota una maggiore resistenza e durata dell'utensile. Tuttavia l'elevata durezza comporta una minore tenacità a frattura dell'utensile che implica anche una maggiore fragilità imponendo l'utilizzo dello strumento su macchine con poche vibrazioni e rigide, mentre con punte in metallo non si riscontra molto il problema poiché sono sì meno duri ma allo stesso tempo più tenaci e non risentono dell'elevata fragilità dei ceramici. Un'altra differenza è rappresentata dalla diversa temperatura tra un acciaio o un carburo metallico rivestito e un ceramico. I primi presentano temperature di fusione sui 1300-1400°C mentre i ceramici arrivano a 2000°C il che permette loro di lavorare anche ad alte temperature e anche in assenza di liquidi refrigeranti. Inoltre come si può vedere da figura 6.2 i ceramici alle alte temperature mantengono la loro caratteristica di elevata durezza mentre i metalli, in particolare gli acciai, raggiunta una certa temperatura tendono a perdere molto più rapidamente le loro caratteristiche di durezza nella lavorazione.

Molti fattori generali influenzano la domanda di strumenti in ceramico, tra cui:

- Ambiente di uso finale di mercato
- pressioni concorrenziali di altri tipi di utensili
- la preferenza del cliente e il flusso di lavoro corrente



**Figura 6.2:** valori di durezza per alcuni materiali per utensili da taglio in funzione della temperatura (durezza a caldo). L'ampio intervallo di valori per ogni categoria di materiali deriva dalla varietà di composizione chimica e di trattamenti disponibili.

Gli strumenti in ceramico presentano maggiore resistenza al calore e all'usura rispetto a un carburo o a un HSS. Ciò ha portato a un maggiore uso di strumenti in ceramico in lavori che richiedono tempi di esecuzione più lunghi e dove il flusso di lavoro può beneficiare di rammollimenti significativi del materiale dovuti a temperature più elevate. Ad esempio, gli strumenti in ceramico stanno avendo un forte impatto nella produzione di parti nel mercato aerospaziale realizzate con materiali induriti, nonché nell'ambito medico per dispositivi in cui i materiali come acciaio inossidabile, titanio, e metalli biocompatibili sono utilizzati in impianti e le protesi. I fattori limitanti del mercato per i ceramici comprendono una forte concorrenza da materiali super-duri per gli utensili come il PCD. I prezzi di questi strumenti scendono continuamente, e non solo sono sempre più a prezzi accessibili, ma hanno una maggiore resistenza all'usura e possono essere utilizzati a velocità più elevate. Tuttavia, va tenuto conto che gli utensili diamantati possono essere utilizzati solo su materiali non ferrosi, e gli strumenti in ceramico sono ancora una scelta migliore quando le tirature non giustificano l'alto prezzo strumento.

Il mercato globale per utensili da taglio in ceramico ammonta a oltre 1 miliardo di dollari ed è pari all'8,5 % del mercato totale per gli utensili da taglio in metallo nel 2011. Fin dalla loro introduzione e lo sviluppo nel corso degli anni 1980 e 1990, gli strumenti in ceramico sono diventati un punto fermo nel mercato degli utensili da taglio di metalli. A differenza di inserti

## **Confronto fra utensili da taglio metallici e ceramici**

---

in metallo duro, che presentano le loro sfide, gli strumenti in ceramico offrono sfide molto diverse a causa delle proprietà del materiale. Le proprietà comprendono un elevato punto di fusione, eccellente durezza e buona resistenza all'usura. Queste sono qualità estremamente desiderabili per la lavorazione ad alta velocità e contribuiscono ad aumentare l'efficacia dell'utensile. Tuttavia, questi fattori fanno sì che gli utensili da taglio in ceramico siano più difficili da produrre. Inoltre, i ceramici hanno alcune proprietà negative che aggravano le difficoltà di lavorazione. Queste proprietà includono la loro estrema fragilità e le reazioni avverse quando si lavora con materiali in ossido. La differenziazione del prodotto sul mercato per gli strumenti in ceramico può essere suddiviso in vari segmenti chiave : ossido di alluminio, nitruro di silicio e prodotti rinforzati con whiskers. All'interno di ciascuno di questi segmenti, i prodotti possono differire dalla composizione dei materiali e di progettazione che possono influire sulle prestazioni generali dello strumento. Inoltre, ciascun segmento di prodotto ha particolari caratteristiche che influenzano la difficoltà o la facilità di fabbricare un utensile da taglio. L'ossido di alluminio è la tipologia di materiale più largamente richiesta per la fabbricazione di utensili, seguita dal nitruro di silicio e dai prodotti rinforzati con whiskers. Il nitruro di silicio è usato per lavorazioni più dure e di materiali speciali. Le sue proprietà lo rendono meno comune dell'ossido di alluminio. Tuttavia, il prezzo più alto per gli strumenti in nitruro di silicio rende il valore di mercato quasi pari a quello degli strumenti di ossido di alluminio. I ceramici rinforzati con whiskers sono diventati un punto fermo nella crescita di tutti i mercati per utensili da taglio per i metalli e sono ampiamente utilizzati nella lavorazione di materiali temprati nel settore aerospaziale. In generale, l'ossido di alluminio è di circa il 10-20% più caro rispetto alla media di un utensile rivestito con il carburo, il nitruro di silicio è leggermente più costoso di circa il 25-35% rispetto al carburo e gli strumenti rinforzati con whiskers sono circa il 50 % più costosi. Tuttavia, il ritorno sugli investimenti è in media di 2:1.



### 7. Conclusioni

In questo lavoro, dopo un'introduzione sul taglio, sono stati presentati vari strumenti in ceramico avanzato e innovativo riportando alcune metodologie di produzione. Viene evidenziato come lo sviluppo dei materiali ceramici per gli utensili da taglio sia in crescita e come essi possono essere una valida alternativa ai classici strumenti metallici che vengono attualmente utilizzati in ambito industriale. Gli strumenti in ceramico si stanno ritagliando una sempre maggiore fetta di mercato poiché soddisfano i moderni requisiti per il taglio di materiali sempre più performanti e resistenti, grazie alla loro elevata durezza e resistenza alle alte temperature. Rispetto a materiali tradizionali come gli acciai, i materiali ceramici resistono meglio all'usura e quindi riescono ad ottenere prestazioni nettamente superiori nel taglio con durate degli utensili maggiori. Ciò permette agli utenti industriali che utilizzano questo tipo di strumenti di riuscire a ottenere migliori risultati nell'ambito della produzione industriale e di poter rientrare ampiamente dell'investimento fatto per l'acquisto di questo tipo di utensili che presenta un costo maggiore rispetto a quello degli strumenti metallici. Tuttavia negli ultimi anni l'aumento del mercato dei ceramici avanzati ha portato a un aumento dei produttori di utensili e quindi a una diminuzione dei costi per gli strumenti.

Nel corso di un periodo di previsione di cinque anni, gli utensili in ceramico continueranno a trovare il loro posto nella matrice delle applicazioni, soprattutto una maggiore enfasi è posta sulla specificità della lavorazione. Gli avanzamenti nello sviluppo dei materiali, con la predisposizione degli strumenti in ceramico sono la volontà di aumentare la loro efficacia e la loro resistenza all'usura.

Alcune parametri fondamentali per l'avanzamento comprendono:

- le nuove composizioni di materiali saranno sviluppate sulla base di elevata purezza delle polveri dei ceramici (in particolare  $Al_2O_3$ ), così come la continua valorizzazione utilizzando compositi a matrice di SiC e whiskers di metallo duro. Questi miglioramenti continuano ad aumentare la versatilità degli strumenti in ceramico e ampliano l'ambito di applicazioni in cui possono essere impiegati efficacemente e in modo competitivo.
- procedure di polverizzazione ottimizzata porterà a granulometria più fine ( $< 100$  nm), che porterà a taglienti più fini e una maggiore resistenza all'usura degli utensili. Lo sviluppo della granulometria più fine ha portato ad alcuni problemi nella costruzione di utensili, ma alcuni di questi sono stati compensati con l'uso di materiali compositi che aumentano la forza dell'utensile. Il beneficio delle dimensioni del bordo più fine e della resistenza all'usura porta

## Capitolo 7

---

a ottenere una finitura near-net del pezzo da lavorare, che riduce i tempi di ciclo e la necessità di rifinitura attraverso la tradizionale macinazione che richiede tempo.

- Il miglioramento del rivestimento degli strumenti in ceramico sarà essenziale nelle più generali applicazioni.

## Bibliografia

1. Serope Kalpakjian, Steven R. Schmid, "Tecnologia Meccanica" Pearson Prentice Hall (2008)
2. Katarina GERIC, "CERAMICS TOOL MATERIALS WITH ALUMINA MATRIX"
3. "Fabrication and performance of an advanced ceramic tool material" Chonghai Xua, Xing Ai , Chuanzhen Huangb (2001)
4. "High temperature mechanical properties of  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}$  micro–nano-composite ceramic tool materials" Zengbin Yina, Chuanzhen Huang, Bin Zoua, Hanlian Liua, Hongtao Zhua, Jun Wanga (2013)
5. "Effects of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and NbC additives on the microstructure and mechanical properties of  $\text{TiB}_2\text{--TiC}$  composite ceramic cutting tool materials" Bin Zoua, Chuanzhen Huang, Wenbin Jia, Shasha Lic (2013)
6. "Mechanical properties of  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--TiC--TiN}$  ceramic tool materials" Y.H. Fei C.Z. Huang, H.L. Liub, B.Zou (2014)
7. "Microstructure and mechanical properties of hot pressed  $\text{TiB}_2\text{--SiC}$  composite ceramic tool materials at room and elevated temperatures" Guolong Zhao, Chuanzhen Huang, Hanlian Liu, Bin Zou, Hongtao Zhu, Jun Wang (2014)
8. "Fabrication of mixed  $\alpha/\beta\text{-SiAlON}$  powders via salt-assisted combustion synthesis" Jing Niu, Kazuto Harada, Shota Suzuki, Isao Nakatsugawa, Noriyuki Okinaka, Tomohiro Akiyama (2014)
9. "Fabrication and characterization of  $\text{SiAlON--Si}_3\text{N}_4$  graded nano-composite ceramic tool materials" G.M. Zheng, J. Zhao, Y.H. Zhou, Z.J. Gao, X.B. Cui, A.H. Li (2011)
10. "Synthesis of  $\beta\text{-SiAlON-AIN-Polytypoid}$  Ceramics from Aluminum Dross" Jiajing Li, Jun Wang, Haiyan Chen, Baode Sun and Junbiao Jia (2010)
11. "Hard Time Call for Harder Cutting Tools" Eric Jenkins, Senior Applications Engineer, Kyocera Industrial Ceramics Corp., Cutting Tool Division, Mountain Home, N.C. (2009)
12. "CBN coatings on Cutting Tools" Eckart Uhlmann; Guenter Braeuer; Eric Wiemann; Martin Keunecke

### Sitografia

1. “cubic boron nitride (CBN)” [www.us-products.com](http://www.us-products.com)
2. <http://www.britannica.com/ebchecked/topic/103137/ceramic-composition-and-properties>
3. “why ceramic cutting tools?” advanced arena, Frank Kuzler, (2012)  
[www.ceramicindustry.com](http://www.ceramicindustry.com)
4. “A Competitive Environment” advanced arena, Frank Kuzler, (2012)  
[www.ceramicindustry.com](http://www.ceramicindustry.com)