

Wyznaczanie modułu Weibulla m i współczynnika intensywności naprężeń K_{IC} dla tworzyw ceramiki elektronicznej

1. WPROWADZENIE

W odróżnieniu od szkła, tworzywa ceramiczne mają bardziej urozmaiconą mikrostrukturę oraz bardziej zróżnicowane przyczyny zaniżenia jej wytrzymałości w stosunku do wytrzymałości teoretycznej. Przy polepszaniu własności mechanicznych tworzyw ceramicznych należy, z jednej strony wychodzić z zależności pomiędzy surowcami, metodami technologicznymi i mikrostrukturą czerepu, a z drugiej strony z zależności pomiędzy mikrostrukturą i jej zachowaniem przy naprężeniach mechanicznych. Nie mniej ważne jest uzyskanie jak najmniejszego rozrzutu właściwości wyrobów tego samego rodzaju. Istotne znaczenie dla oceny własności tworzyw ceramicznych oraz prawidłowości stosowanego procesu technologicznego mają dwa parametry: moduł Weibulla m , związany z rozrzutem własności mechanicznych, (a zatem i wad mikrostruktury), oraz współczynnik intensywności naprężeń K_{IC} , charakteryzujący odporność tworzywa na kruche pękanie. Szczególne znaczenie mają oba te parametry dla tworzyw ceramiki elektronicznej, które powinny charakteryzować się dużą jednorodnością w większych seriach wyrobów oraz odpornością na działanie czynników mechanicznych. W niniejszym artykule przedstawiono metody wyznaczania obu tych ważnych parametrów: modułu Weibulla i współczynnika intensywności naprężeń K_{IC} dla trzech reprezentatywnych tworzyw ceramiki elektronicznej: steatytu, tytanianu baru i tworzywa typu PZT produkowanych na skalę przemysłową.

Procesy technologiczne wykonywania tworzyw ceramicznych sprzyjają powstawaniu defektów wewnętrznych i zewnętrznych w postaci por, wtrąceń i mikropęknięć. Pory stanowią puste przestrzenie różnej wielkości, z mniej lub bardziej gładkimi ścianami. Zwykle, pora stanowi nieciągłość tworzywa rzędu kilku wymiarów ziarna. Natomiast mikropory mogą mieć wymiar o rząd wielkości mniejszy od wymiarów ziarna. Pory są jednym z czynników posiadających istotny wpływ na proces kruchego pękania ceramiki. Wpływ por na własności mechaniczne ceramiki jest bardzo skomplikowany i zależy od ich ilości, kształtu, rozmiarów i orientacji przestrzennej. Z zasady pory lokalizują się na

granicach ziarn, szczególnie w miejscach styku kilku ziarn. Również w tworzywach ceramicznych spiekanych pod ciśnieniem metodami HP i HIP^{*}), charakteryzujących się wysoką gęstością względną (powyżej 99% gęstości teoretycznej), obserwuje się pory resztkowe zlokalizowane na granicach ziarn. Wymiary takich mikropor wynoszą poniżej 0,5 μm, przy długości 5-7 μm.

Obecność resztkowej porowatości wiąże się z wysokim rozpierającym ciśnieniem gazu zamkniętego w objętości zamkniętych por oraz z obecnością warstewek tlenkowych na powierzchni por. Pory są koncentratorami naprężeń i mogą powodować zmianę trajektorii pęknięcia, które jest inicjowane i rozprzestrzenia się w miejscach najsłabszych, jakimi są zwykle granice międzyziarnowe. Oprócz tego, źródłami kruchej pęknięcia mogą być mikropory wewnątrz ziarn. Wymiary por inicjujących pęknięcie w materiałach ceramicznych wynoszą 20-200 μm [1].

Większość por, stanowiących źródła pęknięć, znajduje się w odległości 100 μm od powierzchni próbki [2].

Stwierdzono również, że obecność por o wymiarze 20 μm i nieregularnych kształtach oraz ostrych krawędziach, odgrywa ważną rolę w inicjowaniu pęknięć. Zauważono również, że pęknięcie jest najczęściej inicjowane w miejscu skupienia por.

Wytrzymałość ceramiki zwiększa się wraz z udziałem por i ze wzrostem wielkości ziarn. Dla dużej grupy materiałów ceramicznych zależność tę można wyrazić doświadczalnym wzorem Kundsena [3].

$$\sigma_{P_0} = \sigma_0 d^{-a} \exp(-bV_p) \quad (1)$$

gdzie: σ_{P_0} - jest wytrzymałością na zginanie;

d - średnim wymiarem ziarn;

V_p - objętościowym udziałem por;

a i b - stałe wyznaczone doświadczalnie (zwykle wynoszą one $0,3 < a < 1$;
 $4 < b < 7$).

Wytrzymałość obniża również obecność fazy szklistej, której oddziaływanie zależy od ilości i równomierności jej rozdziału w mikrostrukturze. Ogólnie, wyższe wytrzymałości osiąga czysta ceramika tlenkowa lub beztlenkowa, w której faza szklista jest w ogóle nieobecna, lub też występuje w minimalnej ilości.

Właściwości takich materiałów w drugiej kolejności zależą od wielkości ziarn, przy czym ogólnie materiały drobnoziarniste są wytrzymalsze.

Dla tworzyw ceramicznych nie udało się osiągnąć tak wysokich wytrzymałości jak dla szkielek o specjalnym składzie (np. tzw. szkielek pancernych). Jednak pomiary wykonane na monokrystalach włóknistych - wiskerach (ang. whisker - wąsy) wykazują, że tworzywa ceramiczne mają znaczne rezerwy własności wytrzymałościowych: uzyskano 29000 MPa dla Al_2O_3 , 21000 MPa dla SiC oraz 13000 MPa dla BeO.

* HP - (hot pressing) - jednoosiłowe spiekanie pod ciśnieniem

HIP - (hot izostatic pressing) - spiekanie pod ciśnieniem izostatycznym

Wytrzymałość ceramiki zależy nie tylko od sposobu produkcji, ale i od warunków badania (wymiarów próbki, szybkości obciążania, otaczającego środowiska i t.n.). Wynika stąd, że wszystkie dane literaturowe obarczone są ryzykiem wielu niewiadomych i że we wszystkich ważniejszych przypadkach należy przeprowadzić badania własne. Inne rodzaje pęknięcia tworzyw ceramicznych są związane z wtrąceniami, pod którymi rozumie się dowolne wtrącenia w postaci ziarn, w fazie szklistej lub krystalicznej. W materiałach jednofazowych wtrącenia takie są wprowadzane najczęściej w procesie technologicznym (jako zanieczyszczenia podstawowego surowca). Charakterystyczną cechą ceramiki posiadającej wtrącenia jest skłonność do pęknięcia podczas zmian temperatury prowadząca do znacznego obniżenia jej własności mechanicznych.

Jeżeli współczynnik rozszerzalności termicznej wtrącenia jest większy niż osnowy, to po osiągnięciu przez taki defekt określonego wymiaru, w osnowie mogą powstawać pęknięcia promieniste. Inne zjawiska zachodzą w przypadku gdy współczynnik rozszerzalności termicznej wtrącenia jest mniejszy niż osnowy [4]. Kurcząc się, wtrącenia o dużym współczynniku rozszerzalności termicznej mają skłonność do odrywania się od osnowy, co prowadzi do powstawania defektu analogicznego do pory. Wtrącenia bardziej podatne, lub też wykazujące mniejszy względny skurcz w stosunku do matrycy pozostają z nią związane. Przewidywany rodzaj pęknięcia zależy od modułu sprężystości i odporności na kruche pęknięcie materiału wtrącenia w stosunku do wartości tych parametrów dla osnowy. Opublikowano stosunkowo niewiele prac dotyczących badań nad rolą wtrąceń w ceramice elektronicznej, co wiąże się prawdopodobnie z większą złożonością analizy ich kształtu i wymiarów w porównaniu z porami.

Jedną z prac zajmujących się wpływem wtrąceń na właściwości mechaniczne ceramiki jest praca Evansa i Linzera [5]. Według tych autorów, naprężenia pomiędzy ziarnami reszkowego kwarcu a osnową w porcelanie można określić wzorem:

$$\sigma_T = (\Delta\alpha \Delta T) / \left\{ \left[(1+\nu_1) / 2E_1 \right] + \left[(1-2\nu_2) / E_2 \right] \right\} \quad (2)$$

gdzie: σ_T - naprężenie rozciągające, $\Delta\alpha$ - różnica współczynników rozszerzalności, ΔT - zakres temperatur chłodzenia, a $\nu_{1/2}$ - są współczynnikami Poissona i modułami Younga dla osnowy i cząstek reszkowego kwarcu w porcelanie.

Defekty zewnętrzne są zwykle pęknięciami powierzchniowymi, tworzącymi się wskutek dużych dynamicznych lub zlokalizowanych naprężeń. Źródłami defektów zewnętrznych są głównie mikropęknięcia powierzchniowe, tworzące się podczas obróbki mechanicznej wskutek impulsów mechanicznych i termicznych. Wymiary pęknięć są zależne od wymiarów ziarn materiału ściernego stosowanego do obróbki i ziarn materiału obrabianego, metody szlifowania, typu tworzywa, udziału fazy szklistej, współczynnika anizotropii tworzywa. Grubość zdefektowanej warstwy powierzchniowej i głębokość pęknięć po szlifowaniu przyjmuje się za równą przeciętnej średnicy ziarn materiału ściernego.

W pracy [6] stwierdzono, że rozgrzewanie się i pęknięcie ceramiki podczas szlifowania zachodzi w warstwach do 30 μm . Pęknięcia, powstające podczas obróbki mechanicznej ceramiki, z zasady są źródłami inicjacji pęknięć prowadzących do zniszczenia materiału.

2. METODY WYZNACZANIA PARAMETRU m I WSPÓŁCZYNNIKA K_{IC}

2.1. Wyznaczanie współczynnika Weibulla m

Funkcja rozkładu Weibulla dla prawdopodobieństwa kruche go zniszczenia P dana jest wzorem [7]:

$$P = 1 - \exp \left[-V \left(\frac{\sigma - \sigma_0}{\sigma_w} \right)^m \right] \quad (3)$$

gdzie: V - jednostkowa objętość materiału poddana obciążeniu,

σ - zmierzone obciążenie zginające,

σ_0 - naprężenie, przy którym prawdopodobieństwo $P = 0$,

σ_w - współczynnik normalizujący. Im większy rozrzut ma mierzona wartość σ , tym większa jest wartość parametru rozkładu Weibulla i odwrotnie.

Niedogodnością trójparametrowego rozkładu Weibulla jest bardzo złożona metodyka obliczania parametru m z wartości pomiarowych. Dlatego też, dla obliczeń wytrzymałościowych, stosuje się często rozkład dwuparametrowy, dla którego parametr σ_0 jest równy zeru. Funkcja rozkładu ma w tym przypadku postać:

$$P = 1 - \exp \left[-(\sigma / \sigma_w)^m \right] \quad (4)$$

po podwójnym zlogarytmowaniu tego równania otrzymujemy:

równanie to w układzie współrzędnych

$$Y = \ln \sigma \quad \text{i} \quad X = \ln \left\{ \ln [1/(1-P)] \right\}$$

przyjmuje postać:

$$Y = a + bX \quad (5)$$

gdzie: $b = 1/m$, $a = \ln \sigma_w$

Wartości a i b obliczamy bądź graficznie (wartości zmierzone wykreślamy na papierze logarytmicznym i wykreślamy linię prostą), bądź też metodą najmniejszych kwadratów, ze wzorów:

$$b = \frac{n \sum X_j Y_j - (\sum X_j)(\sum Y_j)}{n \sum X_j^2 - (\sum X_j)^2} \quad (6)$$

$$a = (\sum Y_j - b \sum X_j) / n \quad (7)$$

gdzie: $Y_j = \ln \sigma_j$ (σ_j - wartość poszczególnych pomiarów wytrzymałości na zginanie w MPa), a $X_j = \ln \left\{ \ln [(n+1)/(n+1-j)] \right\}$, gdzie n - oznacza całkowitą ilość wykonanych pomiarów, natomiast j - oznacza kolejną liczbę pomiarów (najmniejsza wartość $j = 1$, a największa = n).

Empirycznie wyznaczone wartości modułu Weibulla dla materiałów ceramicznych mieszczą się w przedziale $5 < m < 30$ [8]. Dla stali moduł ten waha się w przedziale $50 < m < 100$, co stanowi liczbową ilustrację twierdzenia o większej reprezentatywności próbek w przypadku metali.

Im bardziej jednorodny jest materiał z punktu widzenia rozprzodzenia mikropeknięć, tym bardziej reprezentatywny jest zbiór defektów występujących w małej próbce. W tym przypadku, zwiększenie objętości próbek tylko nieznacznie wpływa na wytrzymałość. Na odwrót, dla materiałów bardziej niejednorodnych, prawdopodobieństwo wystąpienia defektów o wielkości krytycznej jest w małej próbce mniejsze niż w dużej objętości, co można wyrazić zależnością:

$$P_2 = 1 - (1 - P_1)^{V_2/V_1} \quad (8)$$

gdzie: P_1 - prawdopodobieństwo zniszczenia próbki o objętości V_1 ,

P_2 - prawdopodobieństwo zniszczenia próbki o objętości V_2 .

Proste obliczenie współczynnika m umożliwia zastosowanie rozkładu Weibulla. Jeżeli prawdopodobieństwo zniszczenia próbki o objętości V , do której przyłożono naprężenie σ jest dane wzorem przytoczonym na początku, to prawdopodobieństwo zniszczenia próbki o objętości V_1 dane jest wzorem:

$$P_1 = 1 - \exp \left[- \frac{V_1}{V} \left(\frac{\sigma - \sigma_0}{\sigma_w} \right)^m \right] \quad (9)$$

Z wzoru tego wynika, że jeśli próbka o objętości V_1 ma mieć takie samo prawdopodobieństwo zniszczenia jak próbka o objętości V , to naprężenie σ musi zmienić się na σ_1 , tak, aby była spełniona zależność:

$$\frac{\sigma_1 - \sigma_0}{\sigma - \sigma_0} = \left(\frac{V}{V_1} \right)^{1/m} \quad (10)$$

Jeżeli zastosujemy dwuparametrowy rozkład Weibulla i σ_0 przyjmiemy równe 0, to otrzymamy często stosowaną empiryczną zależność pomiędzy wytrzymałością i objętością próbki:

$$\sigma = c V^{-1/m} \quad (11)$$

Ze wzoru tego można wyliczyć parametr m , na podstawie pomiarów wytrzymałości próbek o różnej objętości. Ponadto, ze wzoru tego wynika, że im mniejszy jest moduł Weibulla, tym bardziej zmniejsza się wytrzymałość próbki ze wzrostem jej objętości.

2.2. Oznaczanie współczynnika intensywności naprężeń K_{IC}

Współczynnik intensywności naprężeń K_I charakteryzuje koncentrację naprężeń w wierzchołku pęknięcia w materiale kruchym poddanym naprężeniom.

K_I można obliczyć metodami teorii sprężystości przy znanych wymiarach próbki, pęknięcia i znanym naprężeniu ze wzoru:

$$K_I = \sigma \sqrt{l} Y \quad (12)$$

gdzie: σ - jest naprężeniem rozciągającym, jakie występuje na czole pęknięcia,

l - długość pęknięcia,

Y - stała zależna od wymiarów i kształtu szczeliny oraz od wielkości i kierunku obciążenia itp. i jest dla szeregu przypadków stabilizowana.

Dla pęknięcia znacznie mniejszego od wymiarów próbki $1 < Y < 3$.

Wartość krytyczną współczynnika K_I , przy której występuje zniszczenie materiału, oznaczamy K_{IC} . K_{IC} jest stałą materiałową zależną od składu chemicznego, struktury krystalicznej oraz mikrostruktury badanego materiału. Stwierdzono również wpływ środowiska korozyjnego na wartość K_{IC} .

Wartość tę oznacza się zwykle na próbkach ze sztucznie wytworzonymi pęknięciami korzystając ze wzoru na K_I , do którego podstawiamy wartość krytycznego naprężenia σ_c w momencie rozszerzenia pęknięcia (krytyczna długość l_c):

$$K_{IC} = \sigma_c \sqrt{l_c} Y \quad (13)$$

W przypadku najczęściej stosowanej metody trójpunktowego łamania belek z karbem, K_{IC} oblicza się wg Evansa [9] ze wzoru:

$$K_{IC} = Y \frac{3 P l}{2 b h^2} \sqrt{a} \quad \text{MN/m}^{3/2} \quad (14)$$

gdzie: P - siła łamiąca N,

l - odległość podpór mm,

b, h - szerokość i wysokość próbki,

a - wysokość karbu o szerokości 0,3 mm,

Y - współczynnik geometryczny obliczony wg wzoru:

$$Y = 1,93 - 3,07 \left(\frac{a}{h}\right) + 13,66 \left(\frac{a}{h}\right)^2 - 23,98 \left(\frac{a}{h}\right)^3 + 25,22 \left(\frac{a}{h}\right)^4$$

W tej metodzie wyznaczania współczynnika K_{IC} istotnym problemem jest właściwe przygotowanie próbek oraz wykonanie odpowiedniej wielkości nacięcia - karbu, inicjującego pęknięcie. Dlatego też bardzo interesujące są metody wykorzystujące do wyznaczania K_{IC} odciski wykonane wgłębnikiem diamentowym Vickersa.

Po przekroczeniu obciążenia krytycznego F_c - wgłębnika diamentowego, które jest różne dla różnych tworzyw, wokół odcisku pojawiają się pęknięcia, wychodzące z jego naroży. Pęknięcia te mogą być dwójakiego rodzaju. (Rys. 1a i b): są to pęknięcia Palmquista wychodzące z czterech naroży kwadratowego odcisku i mające na powierzchni długość l, lub pęknięcia centralne, tj. dwa pęknięcia mające największą głębokość w środku wgłębienia i przechodzące przez przekątne odcisku. Długość tych pęknięć na powierzchni jest oznaczona 2 c. Pęknięcia mają postać półelipsy, z główną osią w płaszczyźnie powierzchni.

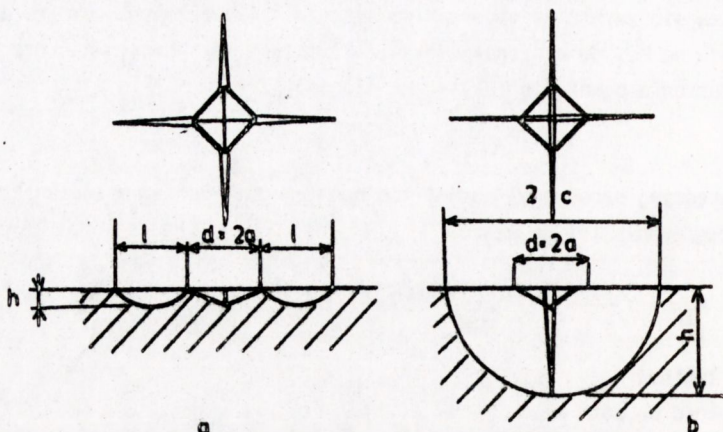
Dla większości materiałów ceramicznych siła F_c jest mała, zwykle mniejsza od 10 N, tak że dla wytworzenia pęknięć można zastosować mikrotwardościomierz, najczęściej jednak stosuje się normalny (makro) twardościomierz, a siły F służące do obciążenia wgłębnika diamentowego wynoszą od 10 N do 500 N.

Do wyznaczania K_{IC} z zastosowaniem pęknięć wykonanych wgłębnikiem diamentowym stosowane są trzy metody [10]:

a) Metoda oparta na pomiarze długości pęknięcia na powierzchni.

Metoda ta jest oparta na doświadczeniu, że pęknięcie powstające w polu obciążonego wgłębnika ma większą długość, jeżeli tworzywo stawia mniejszy opór wydłużaniu się

szczeliny (pęknięcia), tj. przy mniejszym K_{IC} . W praktyce mierzy się przy tym nie K_{IC} , jako wartość K_I w momencie początku wydłużania się pęknięcia, tylko wartość K_I przy zatrzymaniu się pęknięcia, oznaczaną jako K_{Ia} (wg angielskiej nomenklatury crack arrest). Jednak dla tworzyw ceramicznych, w przybliżeniu, wartość $K_{IC} = K_{Ia}$.



Rys. 1. Rodzaje pęknięć powstających na powierzchni próbki, wokół odcisku wykonanego wgłębnikiem diamentowym twardościomierza Vickersa:

- a) pęknięcie Palmquista,
- b) pęknięcie centralne

Po zmierzeniu długości pęknięcia na powierzchni, tj. l lub $2c$, oblicza się następnie K_{IC} przy pomocy wzoru, opartego częściowo na doświadczeniu i wzorcowaniu przy porównaniu pomiaru K_{IC} innymi metodami.

W przypadku pęknięć Palmquista stosuje się wg [11] wzór:

$$\left[K_{IC} \beta / (H \sqrt{a}) \right] \left[H / (\beta E) \right]^{2/5} = 0,035 (1/a)^{-1/2}, \quad (15)$$

który jest sprawdzony dla $0,25 < 1/a < 1,5$, gdzie a jest połową długości przekątnej wgłębnika ($d=2a$), H - twardością Vickersa HV (we wzorze jest stosowana z wymiarem naprężenia, takim samym jak moduł sprężystości E), β jest wielkością bezwymiarową, którą przyjmuje się $\beta \approx 3$.

Dla pęknięcia centralnego, stosuje się wg [11] wzór:

$$\left[K_{IC} \beta / (H \sqrt{a}) \right] \left[H / (\beta E) \right]^{2/5} = 0,129 e/a^{-3/2}, \quad (16)$$

który jest sprawdzony dla $c/a > 2,5$.

Przeprowadzone badania w [11] wykazały, że w spiekanych węglkach tworzą się zwykle pęknięcia Palmquista, a w ceramice tlenkowej, przy niższych obciążeniach wgłębnika F , tworzą się pęknięcia Palmquista, zaś przy wyższych obciążeniach, pęknięcia centralne. Pęknięcia można uważać za centralne, jeśli $c/a > 2,5$.

W przytoczonych wzorach, przy znanej sile F , twardość HV obliczana jest ze wzoru:

$$HV = 1,8544 F/d^2 \quad (17)$$

gdzie: d - przekątna wgłębnika.

Do wyliczenia K_{IC} należy również znać moduł sprężystości E , który jest jednak wielkością o małej wrażliwości strukturalnej. W obliczeniach K_{IC} , uwzględniając stosowany w nich wykładnik potęgowy $2/5$, wystarczające jest oszacowanie E z dokładnością $\sim 5\%$, na przykład przyjęcie danych z tabel.

Aby pęknięcia były dobrze widoczne, powierzchnia próbki przed wykonaniem wgłębienia powinna być wypolerowana mechanicznie lub chemicznie.

Obserwacje pęknięć mogą być prowadzone w mikroskopie optycznym (MO) lub skaningowym (MS).

b) Oznaczenie K_{IC} przy zastosowaniu próbek z pęknięciem zainicjowanym wgłębniakiem Vickersa i obliczeń z zastosowaniem wzoru teoretycznego.

Przy większych siłach F działających na wgłębnik diamentowy, powstają w tworzywie ceramicznym dwa centralne pęknięcia prostopadłe do siebie (przecinające się) i jedno z nich można zastosować jako pęknięcie inicjujące, przy oznaczaniu K_{IC} podczas trójpunktowego zginania próbek w kształcie beleczek. Pęknięcie to zastępuje karb. Wybieramy pęknięcie prostopadłe do naprężeń ściskających tak, że drugie pęknięcie nie wpływa na pomiar. Następnie, K_{IC} możemy obliczyć z ogólnego wzoru na K_{IC} przy $c \geq h$ (h - głębokość pęknięcia) [12]:

$$K_{IC} = [1,12 - 0,48 (h/c)] \sigma_0 \sqrt{(\pi h)} \quad (18)$$

gdzie: σ_0 jest maksymalnym naprężeniem zginającym na stronie ściskanej próbki (wyliczone jako naprężenie teoretyczne w przypadku, gdyby próbka nie ograniczała pęknięcia) określone wzorem:

$$\sigma_0 = (3/2) P (S_1 - S_2)/(W^2 B) \quad (19)$$

gdzie: P jest maksymalną siłą osiągniętą podczas łamania próbki (tj. siłą potrzebną do wydłużenia pęknięcia). W jest wysokością, a B - szerokością próbki, S_1 i S_2 są odległościami podpór przy łamaniu czteropunktowym. Przy łamaniu trójpunktowym $S_2 = 0$.

Wysokość pęknięcia można zmierzyć na płaszczyźnie przełomu, ze względu na nieco odmienny charakter pęknięcia przy odcisku wgłębniaka i na przełomie. Pomiar ten jednak jest trudny i można go pominąć, albowiem pęknięcie jest w przybliżeniu półkoliste, stąd $c = h$, a wzór na K_{IC} można zapisać:

$$K_{IC} = 1,1344 \sigma_0 \sqrt{c} \quad (20)$$

i mierzyć jedynie długość pęknięcia na powierzchni.

Podane wzory obliczeniowe są uproszczone i sprawdzają się dobrze w przypadku większych pęknięć, zastosowanie ich przy małych pęknięciach w okolicy odcisku wiąże się ze znacznymi niedokładnościami. Jest to związane z tym, że przy powstawaniu wgłębienia dochodzi do wyraźnej trwałej deformacji i tym samym do powstania wewnętrznych naprężeń, które występują w obszarze pęknięcia po zdjęciu nacisku z wgłębniaka. Przy złamaniu próbki dochodzi wówczas do sumowania się naprężeń wewnętrznych. Dlatego też wartość K_{IC} obliczona według przytoczonych wzorów może być mniejsza od rzeczywistej i na przykład ostatnie równanie powinno mieć postać:

$$K_{IC} = 1,1344 \sigma_o \sqrt{c} + K_{IV} \quad (21)$$

gdzie: K_{IV} jest współczynnikiem intensywności naprężeń związanym z naprężeniami wewnętrznymi.

Taka korelacja podanych wzorów na obliczanie K_{IC} nie jest jednak dokładnie znana i uzyskuje się przy ich zastosowaniu raczej oszacowanie dolnej wartości K_{IC} .

- c) Oznaczanie K_{IC} przy zastosowaniu próbek z pęknięciem zainicjowanym wgłębnikiem Vickersa i obliczeń z zastosowaniem wzoru empirycznego.

Zamiast konsekwentnej procedury wykorzystującej wzór teoretyczny na obliczenie K_{IC} , można do tego celu wykorzystać zależność empiryczną opartą na założeniu, że siła F zastosowana przy wykonywaniu odcisku wgłębnikiem diamentowym dla uzyskania pęknięcia i wytrzymałość próbki z pęknięciem na zginanie σ obliczona ze wzoru:

$$\sigma_o = (3/2) P (S_1 - S_2)/(W^2B) \quad (22)$$

(w tym przypadku P jest maksymalną siłą zginającą), spełniają z dobrym przybliżeniem zależność $\sigma_o F^{1/3} = \text{const}$. Można wówczas zastosować wzór doświadczalny:

$$K_{IC} = 0,59(E/H)^{1/8} (\sigma_o F^{1/3})^{3/4} \quad (23)$$

W tym przypadku, długość pęknięcia nie jest w ogóle mierzona oraz nie jest konieczna specjalna obróbka powierzchni próbek. Dla oznaczenia twardości H (tj. HV) należy jedynie zmierzyć przekątną wgłębienia przy zastosowaniu obciążenia wgłębnika siłą F . Wzór ten można stosować jedynie w przypadku pęknięć centralnych, to jest przy dostatecznie dużej sile F .

Należy również zaznaczyć, że w odróżnieniu od metody b), w metodach a) i c) opartych na wzorach empirycznych, nie trzeba uwzględniać korekty na wpływ wewnętrznych naprężeń wokół wgłębника, ponieważ ich wpływ został już uwzględniony przy opracowaniu tych wzorów.

3. BADANIA WŁASNE

3.1. Tworzywa i geometria próbek

Do badań wybrano 3 tworzywa ceramiczne o wysokim stopniu zagęszczenia; były to tworzywa produkcyjne stosowane w Zakładach Ceramiki Radiowej, o symbolach: PP - tworzywo typu PZT^{*)}, E-5000 - tytanian baru oraz SP-4 - tworzywo steatytowe.

Własności ceramiczne tych tworzyw przedstawiono w tabeli 1.

Tabela 1. Własności tworzyw stosowanych w badaniach

Własność	Tworzywo		
	PP	E-5000	SP-4
Warunki spiekania	1320°C/4 h	1300°C/2 h	1300°C/2 h
Wielkość ziarna [μm]	10	3	6
Gęstość teoretyczna [g/cm^3]	7,94	5,85	2,80
Porowatość całkowita [%]	8	7	2

^{*)} $\text{Pb}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-TiO}_2$

Na rys. 2 przedstawiono zdjęcia przełomów próbek badanych tworzyw, wykonane w elektronowym mikroskopie skaningowym OPTON.

Do badań przygotowano ze spieczonych tworzyw próbki w kształcie beleczek o wymiarach 6x7x30 mm, które po wycięciu piłą diamentową były szlifowane dla uzyskania założonych wymiarów, z dokładnością do 0,1%. Szorstkość powierzchni (Ra) próbek po obróbce mechanicznej wynosiła 1,8-2,2 μm .

3.2. Aparatura i warunki pomiaru

Pomiary wytrzymałościowe przeprowadzono za pomocą maszyny wytrzymałościowej Louis Schopper, ze zmodyfikowanym napędem dolnej trawersy (dokładny opis stanowiska CerEA-1, w skład którego wchodzi maszyna wytrzymałościowa oraz możliwości pomiarowych podano w pracy [13]). Badania wytrzymałościowe wykonano metodą zginania trójpunktowego, przy szybkości przesuwu trawersy 0,2 mm/min.

Badania mikroskopowe przeprowadzono na świeżych przełomach oraz polerowanych powierzchniach z odciskami węgelnika twardościomierza Vickersa, w mikroskopie optycznym BIOLAR oraz elektronowym mikroskopie skaningowym OPTON.

3.3. Wyniki pomiarów

3.3.1. Określanie parametrów rozkładu Weibulla

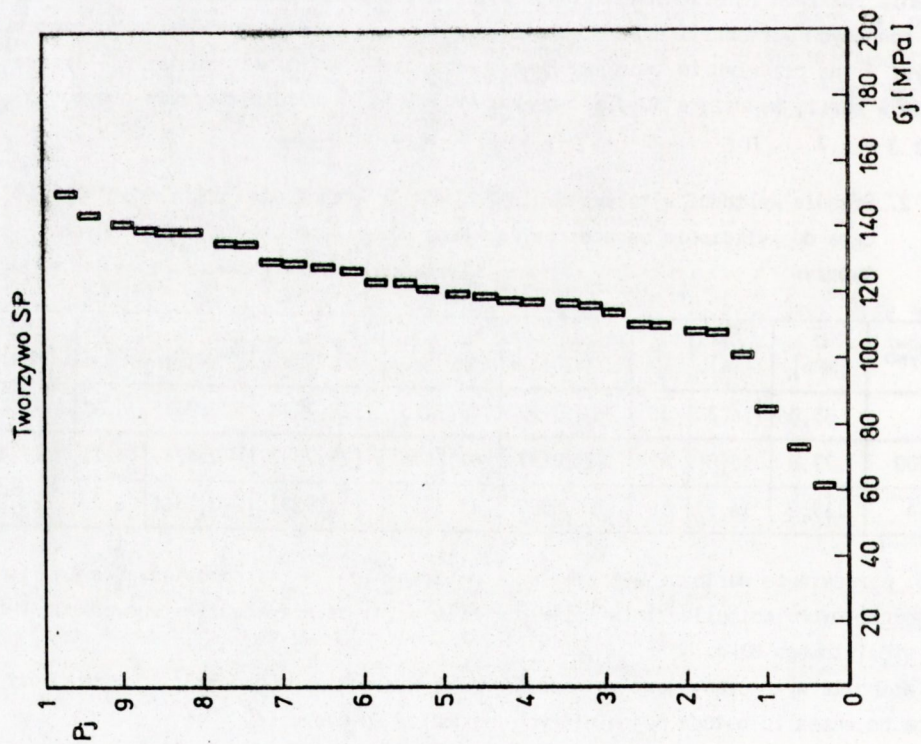
W tabeli 2 zestawiono średnie wartości wytrzymałości na zginanie $\bar{\sigma}$ oraz względne odchylenia standardowe $\Delta\sigma$ (%) dla trzech badanych tworzyw ceramicznych. W celu uściślenia rozkładu zmierzonych wartości wytrzymałości na zginanie, uporządkowano je według rosnących wartości i przedstawiono jako funkcję prawdopodobieństwa zniszczenia P_j - rys. 3 (na przykładzie tworzywa SP-4), przy czym $P_j = j/n+1$, gdzie: n - liczba pomiarów w serii, wynosząca 30 dla tworzywa PP i SP-4, a 42 dla tworzywa o symbolu E-5000; $j = 1, 2 \dots n$.

Tabela 2. Średnie wartości wytrzymałości $\bar{\sigma}$ (MPa) i standardowe odchylenia $\Delta\sigma$ (%); dane do wyliczenia parametrów rozkładu Weibulla m i σ_w dla badanych tworzyw

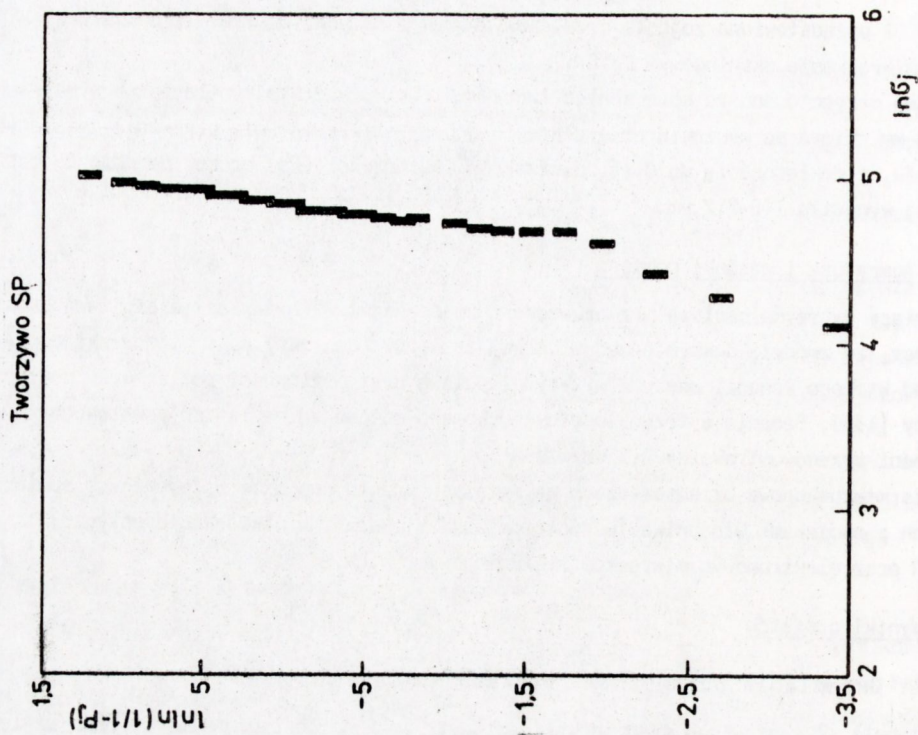
Tworzywo	$\bar{\sigma}$ [MPa]	$\Delta\sigma$ [%]	n	$\sum X_j$	$\sum X_j^2$	$\sum Y_j$	$\sum X_j Y_j$	m	σ_w [MPa]
PP	85,06	16,3	30	-16,0959	45,7233	132,7998	588,9695	6,07	91,4
E-5000	77,8	35,0	42	-23,0197	67,5678	179,7567	-78,4746	3,11	77,4
SP-4	119,2	16,9	30	-16,0959	45,7233	142,9291	-70,5361	6,03	128,2

Rys. 4. przedstawia wartości wytrzymałości na zginanie σ_j i odpowiadające im P_j , we współrzędnych Weibulla: $\ln \ln(1/1-P_j) = f(\ln \sigma_j)$, na przykładzie tego samego tworzywa steatytowego SP-4.

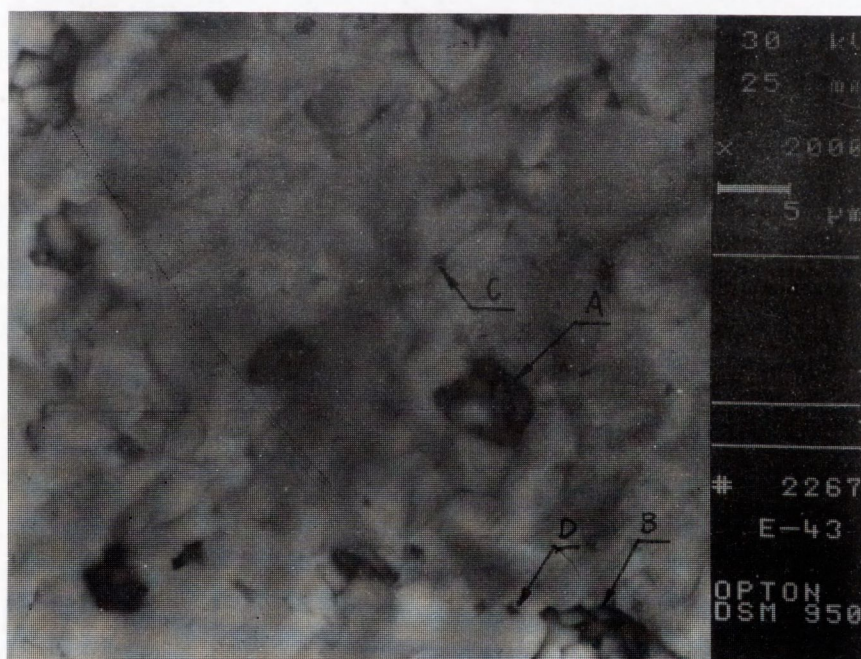
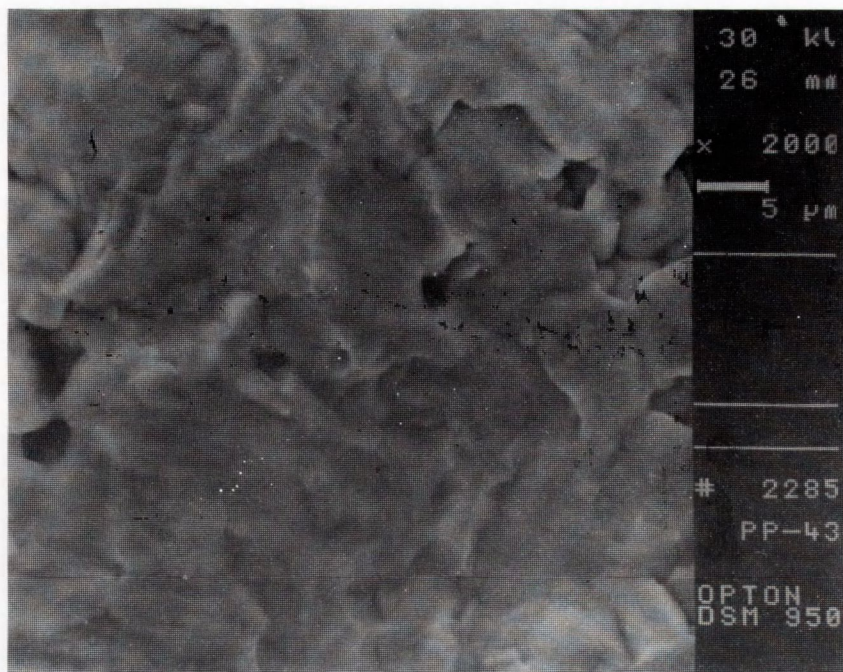
Moduł Weibulla wyznaczony jest ze współczynnika kierunkowego prostej, wg zależności (5) i można go określić metodą najmniejszych kwadratów wg wzoru (6).



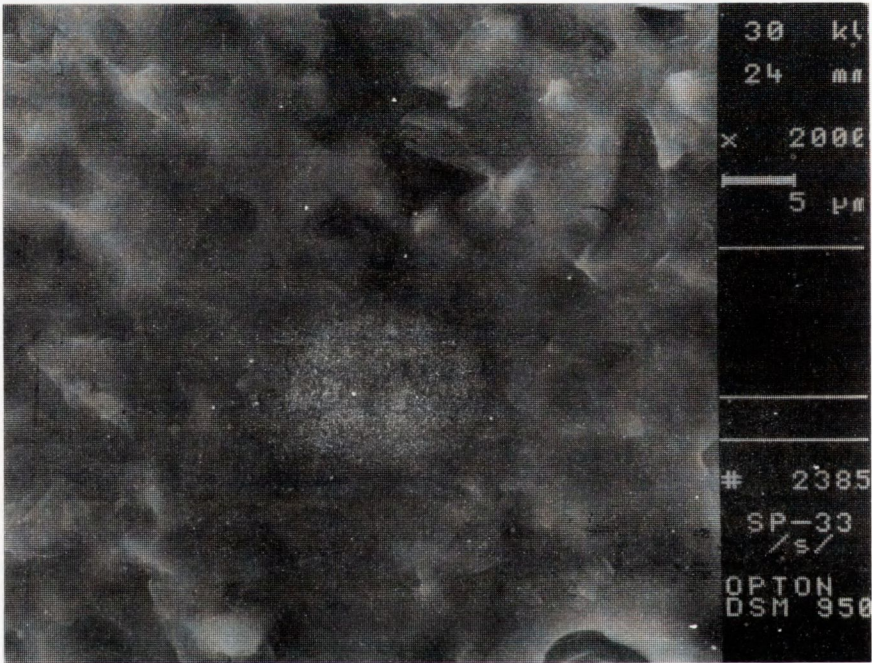
Rys. 3. Tworzywo steatytowe SP-4. Prawdopodobieństwo zniszczenia P_j w funkcji wytrzymałości na zginanie σ_j



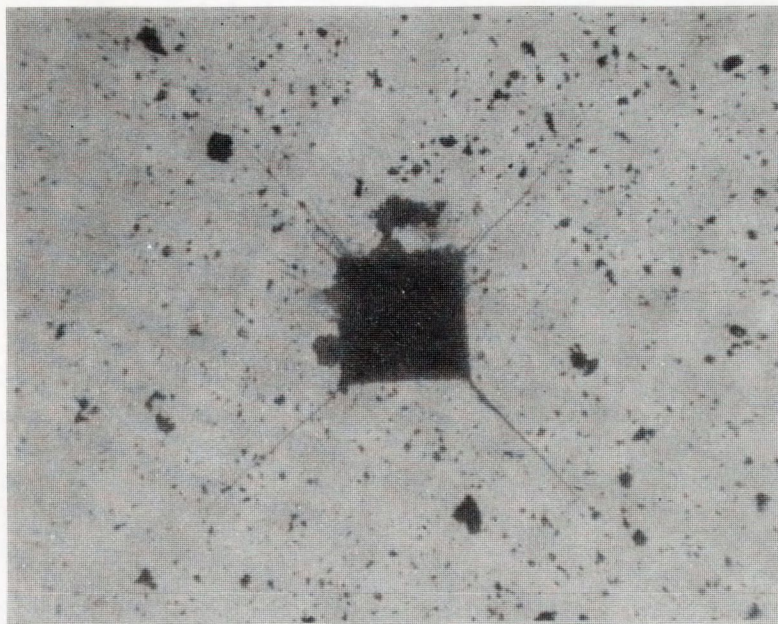
Rys. 4. Tworzywo steatytowe SP-4. Rozkład Weibulla - $\ln \ln (1/(1-P_j)) = f(\ln \sigma_j)$



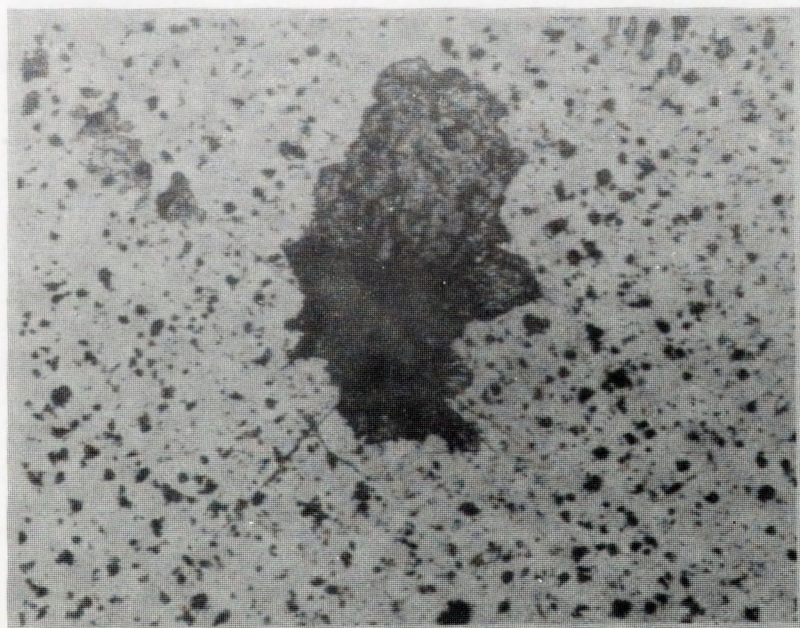
Rys. 2. Zdjęcia przełamów próbek wykonane w elektronowym mikroskopie skaningowym OPTON



Rys. 2. Zdjęcia przełamów próbek wykonane w elektronowym mikroskopie skaningowym OPTON

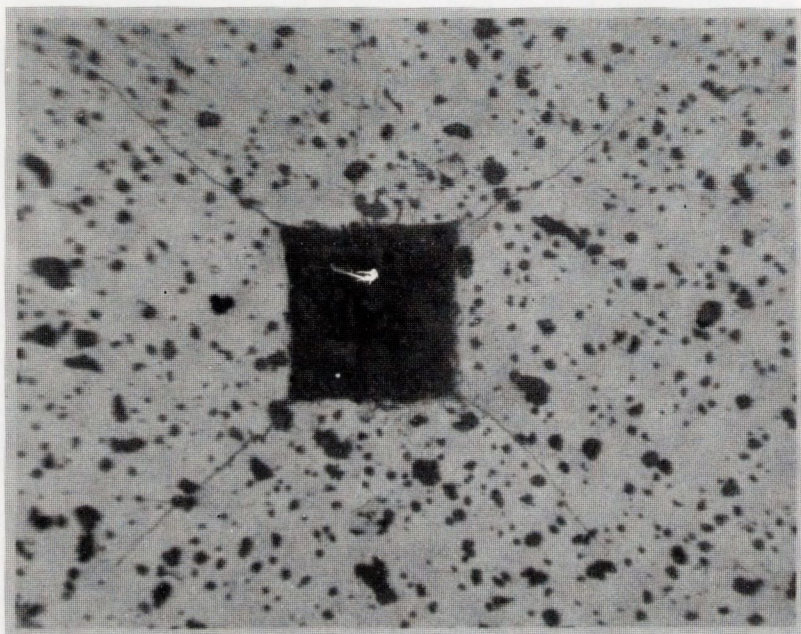


a) ceramika PZT (PPn), HV10, 100 x,



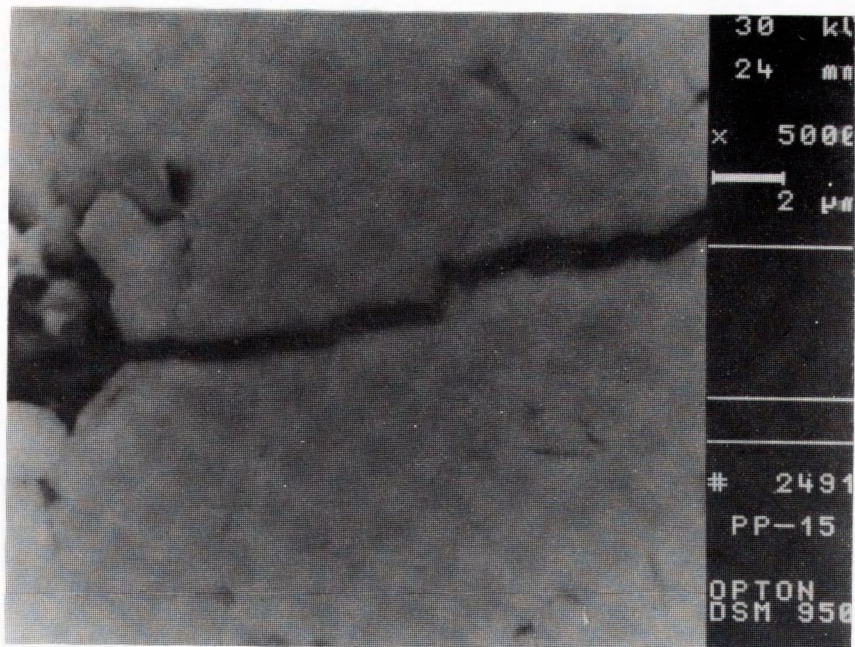
b) tytanian baru (E-5000), HV5, 150 x,

Rys. 5. Powierzchnia próbek ceramicznych po wykonaniu odcisku z pęknięciami centralnymi; mikroskop optyczny:

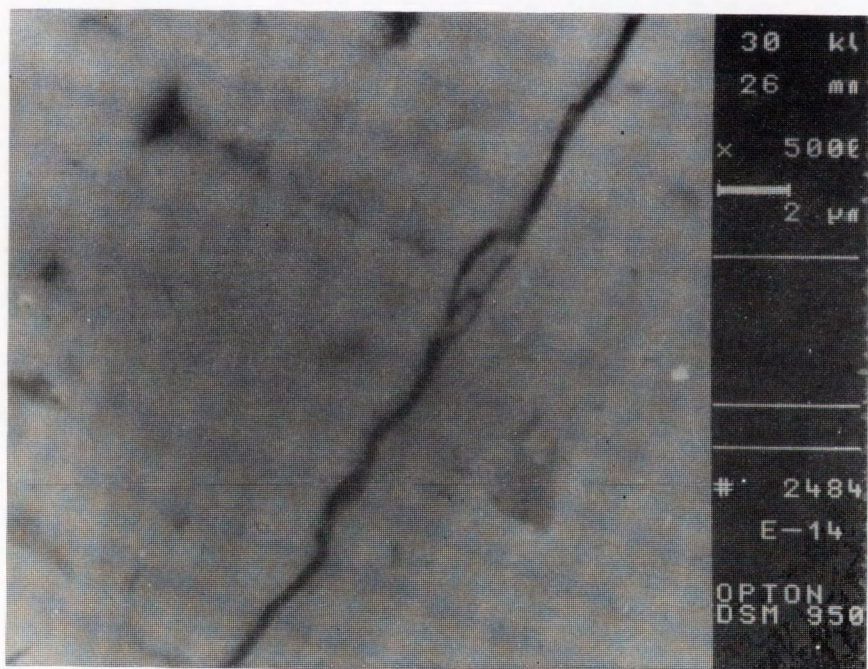


c) ceramika steatytowa (SP-4), HV30, 100 x

Rys. 5. Powierzchnia próbek ceramicznych po wykonaniu odcisku z pęknięciami centralnymi; mikroskop optyczny:

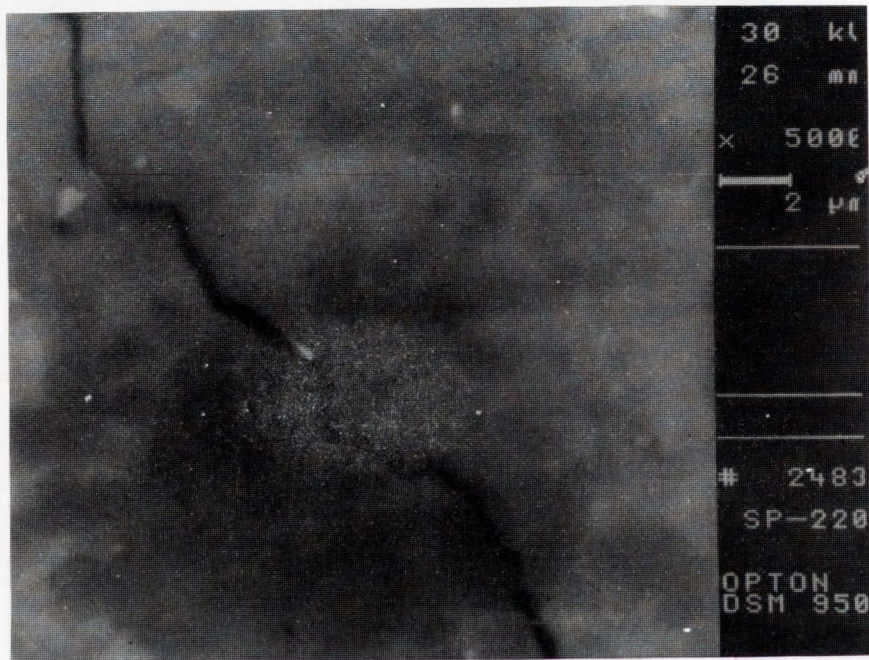


a) ceramika PZT (PPn),



b) tytanian baru (E-5000),

Rys. 6. Zdjęcia fragmentów pęknięć centralnych wykonanych w elektronicznym mikroskopie skaningowym OPTON:



c) ceramika steatytowa (SP-4)

Rys. 6. Zdjęcia fragmentów pęknięć centralnych wykonanych w elektronicznym mikroskopie skaningowym OPTON:

W tabeli 2 zamieszczono wyznaczone wartości modułu m oraz parametru σ_w dla badanych tworzyw, a także dane potrzebne do ich wyznaczenia wg wzorów (6) i (7).

3.3.2. Wyznaczanie współczynnika intensywności naprężeń K_{IC}

Dla trzech badanych tworzyw ceramicznych PP, E-5000, SP-4 wyznaczono współczynniki intensywności naprężeń K_{IC} dwiema metodami. W pierwszej metodzie wykorzystano zależność (16) pozwalającą wyliczyć K_{IC} z wielkości pęknięć centralnych inicjowanych wgłębnikiem Vickersa. Odciski wykonano w twardościomierzu Vickersa na polerowanych powierzchniach próbek, stosując obciążenia od 9,81 N (HV 1) do 294,3 N (HV 30).

Odciski i zainicjowane pęknięcia były dobrze widoczne w mikroskopie optycznym.

Rys. 5 przedstawia typowe dla badanych tworzyw obrazy mikroskopowe odcisków wraz z utworzonymi pęknięciami. Wyznaczone wielkości $a = 0,5 d$ (d - przekątna odcisku), c - długość pęknięcia centralnego, oraz wyliczone wartości K_{IC} ze wzoru (16) zestawiono w tabeli 3. Natomiast na rys. 6 przedstawiono zdjęcia fragmentów pęknięć wykonanych w elektronowym mikroskopie skaningowym ilustrujące charakter pęknięcia tworzywa.

Tabela 3. Wartości krytycznego współczynnika intensywności naprężeń K_{IC} , wyznaczonego na podstawie odcisku w twardościomierzu Vickersa dla trzech tworzyw ceramicznych

Tworzywo	Odcisk	a [μm]	c [μm]	c/a	K_{IC} [$\text{MPa}/\text{m}^{1/2}$]
PPn (typu PZT) HV = 4,5 GPa E = 85 GPa	HV1	40	100	2,50	1,52
	HV5	80	230	2,88	1,78
	HV10	120	380	3,17	1,89
E-5000 (tytanian baru) HV = 7,1 GPa E = 109 GPa	HV1	35	105	3,00	1,61
	HV5	60	195	3,25	1,87
SP-4 (steatyt) HV = 6,4 GPa E = 69 GPa	HV20	160	500	3,13	2,59
	HV30	170	570	3,35	2,34

Do obliczeń przyjęto wartości HV wyznaczone dla badanych tworzyw, przy pomocy mikro-twardościomierza Vickersa.

W drugiej metodzie wykorzystano klasyczny test wytrzymałości na zginanie trójpunktowe próbek w kształcie beleczek z naciętym korbem o wysokości 2,5 mm (p. 2.2.).

Pomiary wykonano dla serii 20 próbek z każdego rodzaju tworzywa.

Do wyliczenia K_{IC} wykorzystano wzór (14).

Średnie wartości współczynników K_{IC} oraz odchyłeń standardowych wyznaczonych dwiema stosowanymi metodami, dla 3 materiałów przedstawiono w tabeli 4.

Tabela 4. Zestawienie średnich wartości K_{IC} , wyznaczonych metodą odcisku oraz przy pomocy testów na zginanie beleczek z karbem, 3 rodzajów ceramiki

Tworzywo	K_{IC} [MPa/m ^{1/2}]	
	metoda odcisku piramidką Vickersa	test wytrzymałościowy - - beleczka z karbem
PP	1,73 \pm 0,19	1,76 \pm 0,09
E-5000	1,74 \pm 0,18	1,94 \pm 0,32
SP-4	2,46 \pm 0,18	2,38 \pm 0,12

4. OMÓWIENIE WYNIKÓW BADAŃ

W tabeli 2 zestawiono średnie zmierzonych wytrzymałości na zginanie $\bar{\sigma}$ oraz względne odchylenia standardowe $\Delta \sigma$ % dla trzech rodzajów badanych tworzyw. Z przedstawionych wyników badań widać wyraźnie, że tworzywo z tytanianu baru E-5000 wyraźnie odbiega swoimi własnościami wytrzymałościowymi od tworzywa PP (ceramika piezoelektryczna typu PZT i SP-4 (steatyt).

Wytrzymałość próbek z tworzywa E-5000 wykazuje dwukrotnie większe odchylenie standardowe $\Delta \sigma$ % od próbek z pozostałych dwu tworzyw. Można to tłumaczyć dużo większą niejednorodnością mikrostruktury tworzywa E-5000, w której widoczne są zarówno makropory o nieregularnych kształtach i ścianach utworzonych z drobnych ziarn (zdjęcie 2b, makropory A i B), jak i mikropory rozlokowane na granicach międzyziarnowych (zdjęcie 2b, mikropory w położeniu C i D).

Różnice w porowatości pomiędzy tworzywem E-5000 oraz pozostałymi dwoma tworzywami PP i SP-4, są również widoczne na powierzchniach polerowanych, zastosowanych do wykonywania odcisków inicjujących pęknięcia.

Z rys. 5b widać, że tworzywo z tytanianu baru E-5000, wykazuje znacznie więcej drobnych por do pozostałych dwu tworzyw. Konsekwencją takiej mikrostruktury były trudności z uzyskaniem prawidłowego odcisku węgelnikiem diamentowym Vickersa na powierzchni próbki z tworzywa E-5000.

Jak widać ze zdjęcia 5b, w przypadku tego tworzywa, powstają nieregularne wyłupania powierzchni utrudniające oznaczenie właściwych wymiarów odcisku.

Charakter pęknięcia badanych tworzyw ilustruje rys. 6, na którym przedstawiono zdjęcia pęknięć centralnych w powiększeniu 5000 wykonane w elektronowym mikroskopie skaningowym. Z rysunku tego wynika, że w przypadku tworzyw PP i SP-4 pęknięcia mają charakter mieszany: międzyziarnowy i śródziarnowy, natomiast tworzywo E-5000 pęka głównie po granicach ziarn.

Otrzymane wartości σ_j dla wszystkich badanych tworzyw dobrze spełniają zależność rozkładu prawdopodobieństwa Weibulla (patrz rys. 3 i 4). W związku z tym istnieje możliwość przewidywania niezawodności badanych tworzyw w warunkach obciążeń statycznych.

Zgodnie z teorią statystyczną Weibulla moduł m jest związany z odchyleniem standardowym $\Delta\sigma$ % i dla tworzywa E-5000 jest dwukrotnie mniejszy niż dla tworzyw pozostałych (patrz tab. 2).

Przeprowadzone pomiary współczynnika intensywności naprężeń K_{IC} metodą trójpunktowego zginania próbek z karbem i metodą pomiaru długości pęknięć centralnych wokół odciśków wykonanych wgłębnikiem diamentowym Vickersa wykazały dobrą zgodność wyników uzyskanych obu metodami (patrz. tab. 4).

Wyniki te wskazują na dużą atrakcyjność metody wyznaczania K_{IC} z pęknięć centralnych, pozwalającą na dokonywanie takich pomiarów bez konieczności przygotowywania próbek o specjalnym kształcie (z karbem). Pozwala to na ograniczenie liczebności wykonywanych próbek kontrolnych oraz na możliwość wykonywania szybkich pomiarów K_{IC} przydatnych do korekcji procesów technologicznych tworzyw ceramicznych.

BIBLIOGRAFIA

1. Microstructural dependence of fracture mechanics parameters in ceramics. (R.W.Rice, S.W. Freiman, R.C. Pohanka et al.)
Fract. Mechn. Ceram. - Vol. 4, Wyd. R.C. Brandt, D.P.H. Hasselmann, F.E. Lange - New York: Plenum. 1978, s. 349-879
2. Rice R.W., Mc Donogh W.J.: Ambient Strength and Fracture of ZrO_2 . Mech. Behav. Mater. 4, 1972, s. 395-403
3. Kundsén F.P.: Dependence of mechanical strength of brittle polycrystalline specimens on porosity and grain size. J. Amer. Ceram. Soc. 42, 1959, s. 376-387
4. Evans A.G., Lengton T.G.: Konstrukcyjna keramika, Moskwa 1980
5. Evans A.G., Linzer M.: Failure Prediction in Structural Ceramics Using Acoustic Emission. J. Am. Cer. Soc., 56, No 11, 1973, s. 575
6. Zaccarinnj W.P., Karpiński D.N., Kramarow S.O.: Anizotropija mechaniczeskoj procznosti poljarizowannoj segnetokeramiki. Izv. Sew.-Kawk. Naucz. Centra. Wyssh. Szk. Estestw. Nauk., No 2, 1979, s. 38-42
7. Mencik I.: Pewnost a Lom Skla a Keramiky. Praha, SNTL, 1990
8. Pampuch R.: Materiały ceramiczne. Zarys nauki o materiałach nieorganiczno-niemitalicznych. Warszawa: PWN, 1988
9. Evans A.G.: Fracture Mechanics Determinations, in Fracture Mechanics of Ceramics, vol. 1, Concept, Flaws and Fractography, ed. R.C. Brandt, D.P. Hasselmann, F.F. Lange, New York: Plenum Press, 1973
10. Kroupa F., Hnilica F.: Mereni lomove hozevnatosti keramiky o pouzitim tvardomeru, Silikaty 29, 1985, s. 157-168
11. Nihara K., Morena R., Hasselmann D.P.H.: J. of Mater. Sci. Letters 1, 1982, 13
12. Mencik I.: Sklar a keramik. 32, 1982, 283
13. Raabe J., Bobryk E.: Materiały Elektroniczne, 4/69/, 1990, 22