

Wpływ mikrostruktury na rozwój pęknięć podkrytycznych w materiałach ceramicznych

W artykule przedstawiono wyniki pomiarów parametrów rozwoju pęknięć podkrytycznych w zależności od mikrostruktury w ceramikach zawierających: 99.5% Al_2O_3 oraz 84.5% Al_2O_3 i 15% ZrO_2 . Stwierdzono, że w każdym z badanych materiałów wartości tych parametrów w funkcji wzrostu wielkości ziarn mają inny charakter. Fakt ten związano z występowaniem różnych mechanizmów wzrostu odporności na pękanie w badanych materiałach.

1. WPROWADZENIE

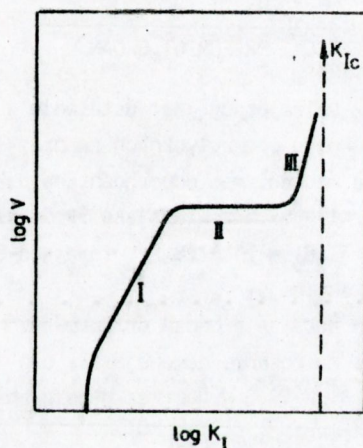
Krucze pękanie w istotny sposób utrudnia stosowanie ceramiki jako materiału konstrukcyjnego. Zniszczenie ceramicznego elementu konstrukcyjnego poddanego stałemu lub cyklicznemu naprężeniu, którego amplituda jest mniejsza od naprężenia krytycznego dla materiału, następuje bez ostrzeżenia, z pominięciem charakterystycznej dla metali fazy odkształcenia plastycznego. Jednakże takie właściwości ceramiki, jak: odporność na działanie czynników korozyjnych (wysoka temperatura, woda, kwasy itp.), duża twardość, powodująca znikome zużywanie się materiału wskutek ścierania, czy fakt, że jest to zwykle doskonały izolator elektryczny, skłaniają konstruktorów silników cieplnych oraz różnych urządzeń i narzędzi do jej stosowania. W związku z tym zapotrzebowaniem znalazła tutaj zastosowanie rozwijająca się w ostatnich kilkadziesiąt lat dziedziną wiedzy zwana mechaniką kruchego pękania. Za pomocą proponowanych w niej metod matematycznych oraz doświadczalnych można prognozować trwałość pracujących pod obciążeniem elementów ceramicznych. Mechanika kruchego pękania wiąże wytrzymałość materiałów kruchych z istniejącymi w nich wadami. W ich wierzchołkach następuje koncentracja naprężeń, co powoduje powolne powiększanie się tych wad, aż do momentu osiągnięcia przez nie wartości krytycznej, przy której proces rozprzestrzeniania się pęknięcia zachodzi raptownie i następuje dekohezja materiału. Stan naprężeń w wierzchołku pęknięcia można scharakteryzować wprowadzając pojęcie współczynnika intensywności na-

prężen K [1]:

$$K = \sigma \times Y \times a^{1/2}, \quad (1)$$

gdzie: σ - przyłożone obciążenie,
 Y - stała zależna od kształtu i położenia pęknięcia,
 a - długość pęknięcia.

W przypadku gdy obciążenie jest przyłożone prostopadle do powierzchni pęknięcia, K oznacza się jako K_I . Dla materiałów ceramicznych "słabych" na rozciąganie przypadek ten występuje najczęściej. Wartość krytyczną współczynnika K_I , przy którym następuje nagle następuje nagła dekohezja, oznacza się symbolem K_{IC} . Wielkość ta opisuje zdolność materiału do przeciwstawiania się rozwojowi pęknięć i nazywana jest skrótowo odpornością na pękanie. Pomiędzy prędkością rozwoju pęknięć podkrytycznych w materiałach ceramicznych, $V = \frac{da}{dt}$, a współczynnikiem K_I istnieje zależność, którą przedstawia rys. 1 [1].



Rys. 1. Typowa zależność prędkości powiększania się pęknięć podkrytycznych V od współczynnika intensywności naprężeń K_I wg [1]

W obszarze I ta zależność opisywana jest zwykle funkcją potęgową [1]:

$$V = A \times K_I^n, \quad (2)$$

gdzie: A , n - parametry rozwoju pęknięć podkrytycznych.

Obszary II oraz III występują dla warunków pokojowych (20°C, 50% wilgotności) przy prędkościach $v \geq 10^{-4}$ m/s. Krytyczne długości pęknięcia a_c w ceramicznych elementach konstrukcyjnych nie przekraczają zwykle kilkuset mikronów, a więc o tym, jak długo dany element poddany obciążeniu będzie pracował, decyduje rozwój pęknięcia w obszarze I. Stąd badania koncentrują się zwykle na obszarze I. Na rozwój pęknięć podkrytycznych wpływają takie czynniki, jak: temperatura, środowisko (np. obecność wody) oraz mikrostruktura materiału. Dla rozważanego tu przypadku materiałów ceramicznych polikrystalicznych pod pojęciem "mikrostruktura" należy rozumieć takie cechy, jak:

- wielkość i kształt ziarn,

- rodzaj i udział poszczególnych faz,
- liczbę i wielkość wad materiałowych (pęknięć, mikropęknięć, porów, wtrąceń, itp.).

W pracy niniejszej będzie występowało pojęcie tzw. wady pierwotnej albo naturalnej materiału; jej długość można wyliczyć z zależności (1) mając $K = K_{IC}$, $\sigma = \sigma_c$ - wytrzymałość materiału oraz znając Y . Jest to pojęcie umowne, gdyż zwykle przy użyciu technik mikroskopowych nie udaje się długości tej wady określić. Należy tę długość interpretować jako miarę lokalnego osłabienia materiału powstałego w trakcie procesu technologicznego przygotowania próbek.

W literaturze światowej z ostatnich lat [2, 3, 4] wyróżnia się następujące związane z mikrostrukturą zjawiska odpowiedzialne za wzrost odporności na pękanie w materiałach ceramicznych:

- odchylenie się pęknięcia,
- tworzenie się strefy zmian mikrostrukturalnych otaczającej pęknięcie,
- występowanie mostków łączących ścianki powstałe w wyniku przejścia czoła pęknięcia.

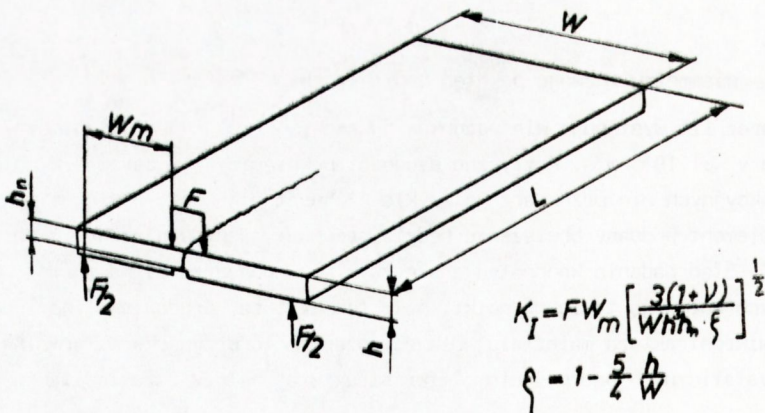
2. CEL I PRZEDMIOT BADAŃ

Celem pracy jest ustalenie w jaki sposób mikrostruktura wpływa na parametry rozwoju pęknięć podkrytycznych na przykładzie dwóch rodzajów ceramiki różniących się między sobą mechanizmem odporności na pękanie. Są to:

- Al - 99.5 zawierająca 99.5% Al_2O_3 ,
- Al_2O_3 - 15% ZrO_2 zawierająca 84.5% Al_2O_3 oraz 15% ZrO_2 (96% ZrO_2 jest w fazie jednoskośnej).

Na podstawie badań przeprowadzonych w pracy [5] stwierdzono, że wzmacnianie odporności na pękanie dokonuje się dla tworzywa:

- Al - 99.5 - poprzez generowanie w polu naprężeń wokół makropęknięcia strefy mikropęknięć,
 - Al_2O_3 - 15% ZrO_2 - poprzez występowanie mostków łączących obie płaszczyzny pęknięcia.
- Technologię otrzymywania próbek opisano w pracy [5].



Rys. 2. Geometria obciążania próbki w metodzie podwójnego skręcania

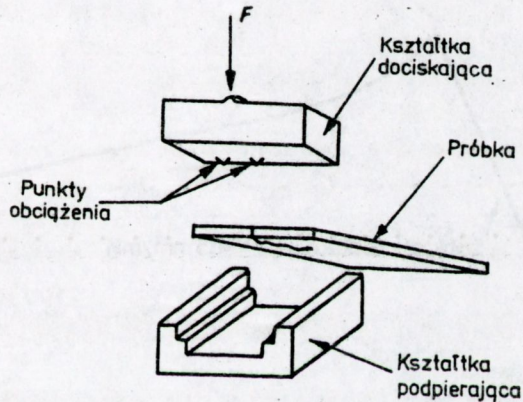
Próbki do badań w postaci płytek (rys. 2) o wymiarach: $L = 50 \text{ mm}$, $W = 31 \text{ mm}$, $h = 1.5 \text{ mm}$, $h_n = 1.0 \text{ mm}$ oraz belek o wymiarach $35 \times 4 \times 4 \text{ mm}$ podzielono na trzy grupy:

- nie podlegające dalszej obróbce termicznej oznaczone jako x1,
- wygrzewane x5,
- wygrzewane x10.

Wygrzewanie polegało na przepuszczeniu próbek przez piec tunelowy w temp. 1983 K ; czas przebywania w strefie najwyższych temperatur wynosił 6 h .

3. POMIARY PARAMETRÓW PROPAGACJI PĘKNIĘĆ PODKRYTYCZNYCH

Różne metody pomiarów wartości parametrów propagacji pęknięć podkrytycznych n i A prezentuje na podstawie literatury praca [6]. W pracy niniejszej pomiary wykonywano metodą relaksacji obciążenia na płytkach (rys. 2 i 3) obciążanych w układzie podwójnego skręcania (w skrócie PS) oraz metodą badania wytrzymałości na zginanie belek w funkcji szybkości przykładania obciążenia.



Rys. 3. Uchwyt do prowadzenia badań metodą podwójnego skręcania

3.1. Metoda relaksacji obciążenia

Pomiary prowadzono na próbkach PS z tworzywa Al-99.5 niewygrzewanych oraz wygrzewanych 5x i 10x oraz z tworzywa $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-15\% ZrO}_2$ niewygrzewanych (płytki PS wygrzewane były popękane i nie nadawały się do pomiarów). Szczegółowy przebieg eksperymentu został opisany w pracy [5].

Przykładowy wykres relaksacji obciążenia przedstawia rys. 4. Dla każdej próbki zapisywano wielkość odkształcenia próbki y , przy której rejestrowano relaksację. Stwierdzono, że zależność siły F od czasu t można przedstawić jako:

$$F = a_1 - a_2 \times \ln(t). \quad (3)$$

Dla wszystkich badanych próbek współczynnik korelacji r zmiennych F i $\ln(t)$ r był większy od 0.9. Parametry a_1 i a_2 wyznaczano metodą najmniejszych kwadratów uwzględ-

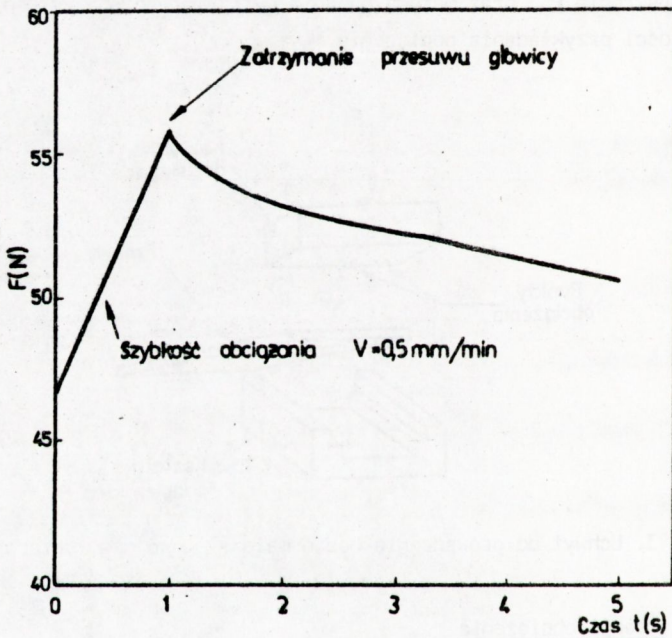
niając w obliczeniach 40 punktów pomiarowych. Korzystając ze wzoru (3) wyliczono pochodną F , a stąd prędkości V propagacji pęknięć ze wzoru (4) [6]:

$$V = - \frac{y \times F}{F^2 \times D_1} \quad (4)$$

gdzie: y - ugięcie obciążanych punktów próbki PS (rys. 2),

$$D_1 = \frac{6 \times W_m^2 \times (1 + \nu)}{W \times h^3 \times E} \quad (5)$$

gdzie: E - moduł Younga,
 ν - stała Poissona,
 reszta oznaczeń - na rys. 2.



Rys. 4. Wykres relaksacji obciążenia dla próbki PS z tworzywa $Al_2O_3 - 15\% ZrO_2$

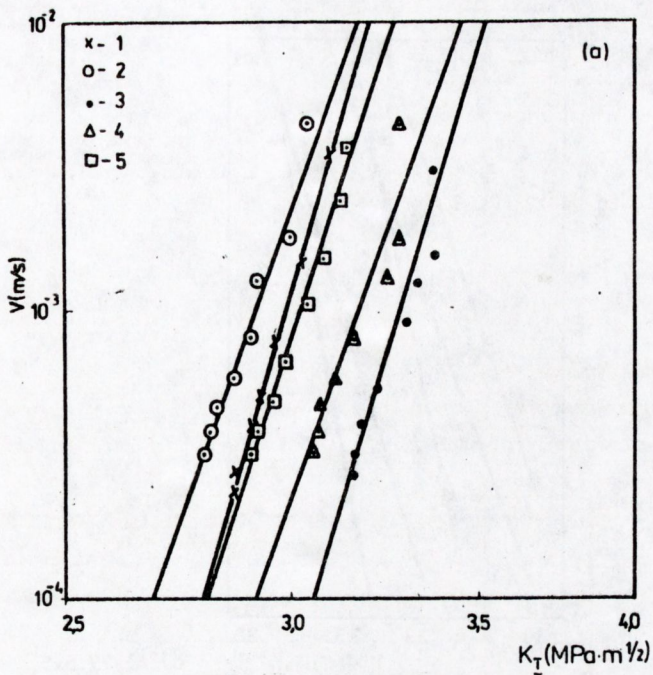
Odpowiadające prędkości V wartości współczynnika K_I liczonym ze wzoru (6) wg [7]:

$$K_I = F \times W_m \times \left[\frac{3 \times (1 + \nu)}{W \times h^3 \times h_n \times \xi} \right]^{1/2} \quad (6)$$

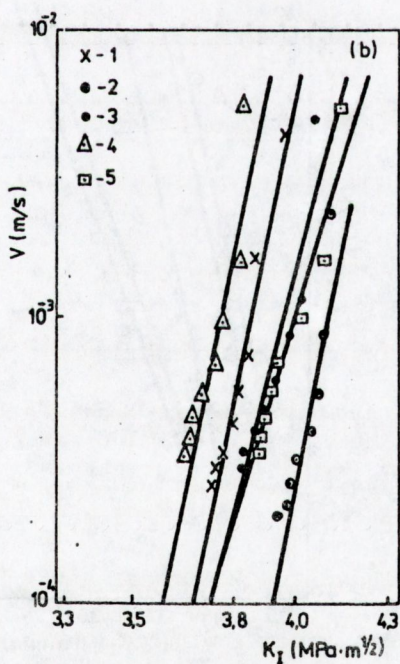
gdzie: $\xi = 1 - 5/4 \times h/W$, a inne oznaczenia wg rys. 2.

Wartości stałej ν oraz E wyznaczono przez pomiar prędkości rozchodzenia się akustycznej fali ultradźwiękowej w próbkach (dla $Al_2O_3 - 15\% ZrO_2$ $\nu = 0.20$, a dla $Al-99.5 - 0.25$).

Wartości E zamieszczono w tabeli 2.

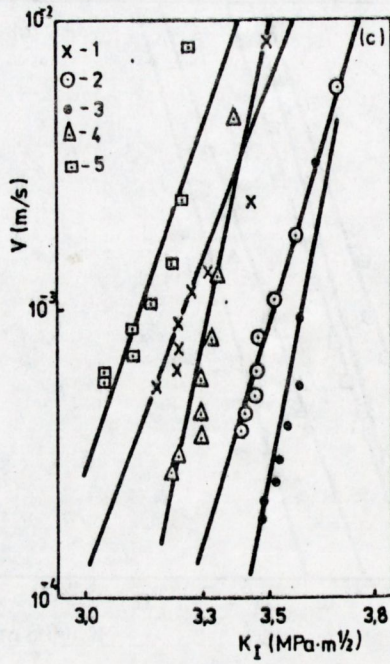


a) $Al_2O_3 - 15\% ZrO_2 \times 1$,

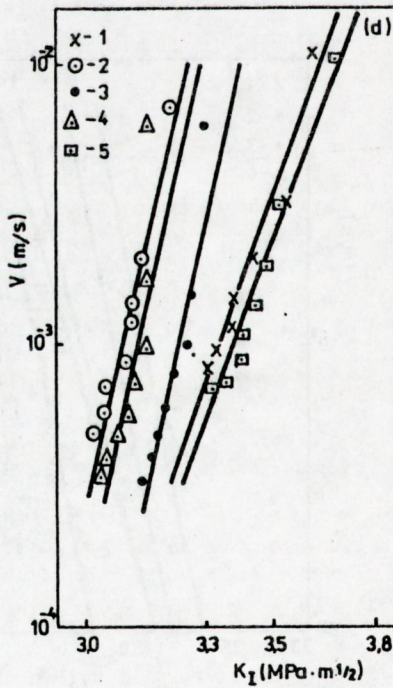


b) Al-99.5 x1,

Rys. 5. Zależność prędkości propagacji pęknięć V od współczynnika intensywności naprężeń K_I dla badanych tworzyw.



c) Al-99.5x5,



d) Al-99.5x10

Rys. 5. Zależność prędkości propagacji pęknięć V od współczynnika intensywności naprężeń K_I dla badanych tworzyw.

Zgodnie ze wzorem (2), między zmiennymi $\log(V)$ i $\log(K_I)$ istnieje zależność liniowa. Rys. 5 przedstawia tę zależność na przykładzie pięciu próbek dla każdej z czterech mierzonych grup próbek.

Współczynniki n i $\log(A)$ tej zależności są poszukiwanymi parametrami propagacji pęknięć podkrytycznych. Wyznaczano je dla każdej próbki metodą najmniejszych kwadratów dla 40 punktów pomiarowych. Współczynniki korelacji dla wszystkich próbek były większe od 0.9. Jako stałe materiałowe dla każdej partii materiału przyjęto średnie wartości n i $\log(A)$ dla 15-20 próbek.

Pomiarzone powyżej opisaną metodą średnie wartości n i $\log(A)$ wraz z odchyleniami standardowymi zamieszczono w tab. 1.

Tabela 1. Parametry propagacji pęknięć podkrytycznych badanych tworzyw mierzone metodą PS

Materiał	n	$\log(A)$
$Al_2O_3 - 15\% ZrO_2 \times 1$	32.0 (6.9)	-18.63 (3.48)
Al-99.5x1	49.1 (15.6)	-32.35 (9.23)
Al-99.5x5	30.5 (12.3)	-18.79 (6.73)
Al-99.5x10	29.4 (18.7)	-18.40 (10.48)

(liczby w nawiasach oznaczają odchylenie standardowe)

3.2. Metoda wytrzymałościowa

Pomiary wytrzymałości na zginanie trójpunktowe w funkcji szybkości obciążania przeprowadzono na 125 belkach dla każdej partii próbek. Zastosowano pięć różnych prędkości przesuwu głowicy maszyny y (tab. 2). Dla każdej prędkości badano 25 próbek. Wytrzymałości liczone ze wzoru (7) wg [8]:

$$\sigma_f = \frac{1.5 \times F_k \times l}{b \times h^2} \quad (7)$$

gdzie: F_k - krytyczna siła zginająca,
 b i h - szerokość i wysokość próbki,
 l - odległość podpór (wynosząca 25 mm).

Szybkości obciążania próbek $\dot{\sigma}$ określono ze wzoru (8):

$$\dot{\sigma} = \frac{1.5 \times F \times l}{b \times h^2} \quad (8)$$

gdzie: F - szybkość narastania siły zginającej.

Wytrzymałość próbek materiałów kruchych opisuje się za pomocą rozkładu Weibulla [1]:

$$P_i = 1 - \exp[-(\sigma_i / \sigma_w)^m], \quad (9)$$

gdzie: P_i - prawdopodobieństwo zniszczenia dla naprężenia σ_i ,
 σ_w i m - parametry rozkładu.

Tabela 2. Parametry propagacji pęknięć podkrytycznych badanych tworzyw mierzone metodą wytrzymałościową, odporność na pękanie K_{IC} , moduł Younga E oraz wytrzymałość σ_c

Materiał	n	log(A)	K_{IC} (MPa x m ^{1/2})	E (GPa)	σ_c (MPa)
Al ₂ O ₃ - 15% ZrO ₂ x1	26.1 (1.8)	-14.12	2.83 (0.07)	118	175 (21)
Al ₂ O ₃ - 15% ZrO ₂ x5	23.2 (1.1)	-7.322	1.72 (0.1)	36.1	68 (7)
Al ₂ O ₃ - 15% ZrO ₂ x10	47.8 (12.8)	-23.19	2.69 (0.49)	121	152 (14)
Al - 99.5x1	29.8 (5.9)	-21.46	4.12 (0.18)	380	353 (34)
Al - 99.5x5	29.3 (2.2)	-22.58	4.78 (0.37)	354	413 (40)
Al - 99.5x10	31.2 (0.8)	-24.57	5.0 (0.4)	368	410 (43)

(liczby w nawiasach oznaczają odchylenie standardowe)

Wyniki pomiarów przedstawione są na rys. 6 na papierze probabilistycznym rozkładu Weibulla we współrzędnych:

$$\log(\ln(1/(1-P_i))) \quad \text{oraz} \quad \log(\sigma_i).$$

Prawdopodobieństwo zniszczenia P_i liczono wg wzoru (10):

$$P_i = i/(N_p + 1) \quad (10)$$

gdzie: i - numer miejsca w uporządkowanym szeregu N_p wyników σ_i od najmniejszej do największej wartości.

Metodą najmniejszych kwadratów wyliczono parametry prostych na rys. 6, tzn. wielkości m i J; gdzie: $J = -m \times \log(\sigma_w)$. Współczynniki korelacji dla wszystkich prędkości obciążania są większe od 0.9, co świadczy o tym, że funkcja Weibulla dobrze opisuje rozkład wytrzymałości badanego materiału. Znając parametry rozkładu Weibulla m i σ_w wyliczono dla poszczególnych prędkości obciążania mediany rozkładów $\sigma_{0.5}$, tzn. σ_i dla $P_i = 0.5$. Następnie zbadano zależność $\sigma_{0.5}$ od $\dot{\sigma}$ (rys. 7) wg wzoru (9) z [6]:

$$\log(\sigma_f) = \frac{1}{n+1} \times \log(\dot{\sigma}) + \frac{1}{n+1} \times \log\left[B \times (n+1) \times \sigma_c^{n-2}\right], \quad (11)$$

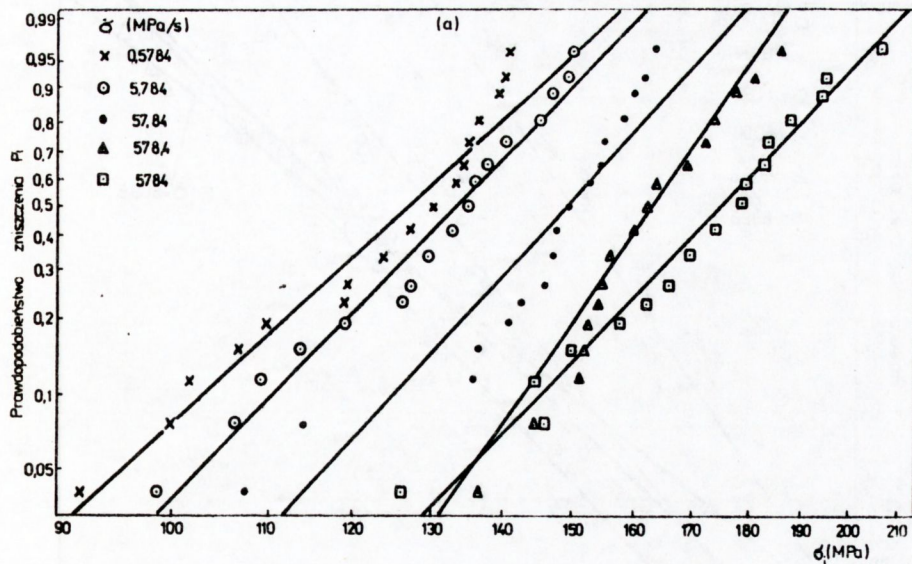
gdzie: $B = 2/[(n-2) \times A \times Y^2 \times K_{IC}^{n-2}]$,

σ_f - wytrzymałość dla danej prędkości obciążania,

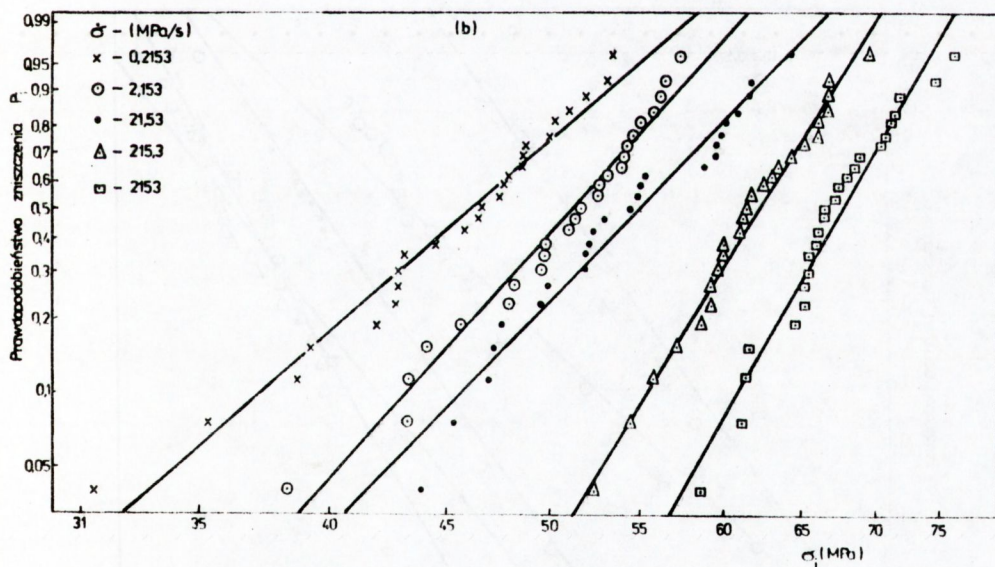
σ_c - wytrzymałość materiału (mierzona przy prędkości przesuwu głowicy maszyny wytrzymałościowej 100 mm/min - tab. 2),

$\dot{\sigma}$ - szybkość obciążania,

podstawiając $\sigma_f = \sigma_{0.5}$. Metodą najmniejszych kwadratów wyliczono parametry równania (11), a stąd otrzymano poszukiwane wartości n i A (tab. 2). Współczynnik korelacji

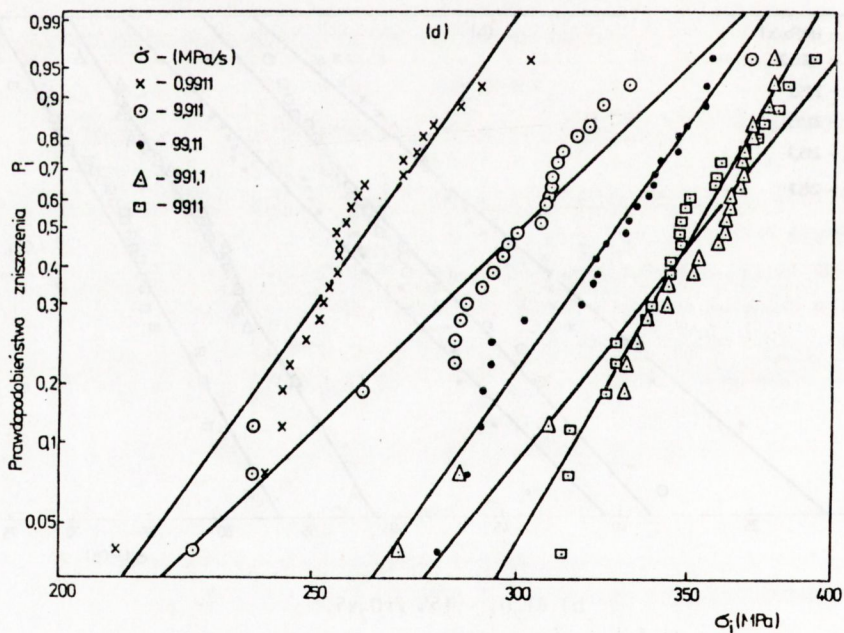
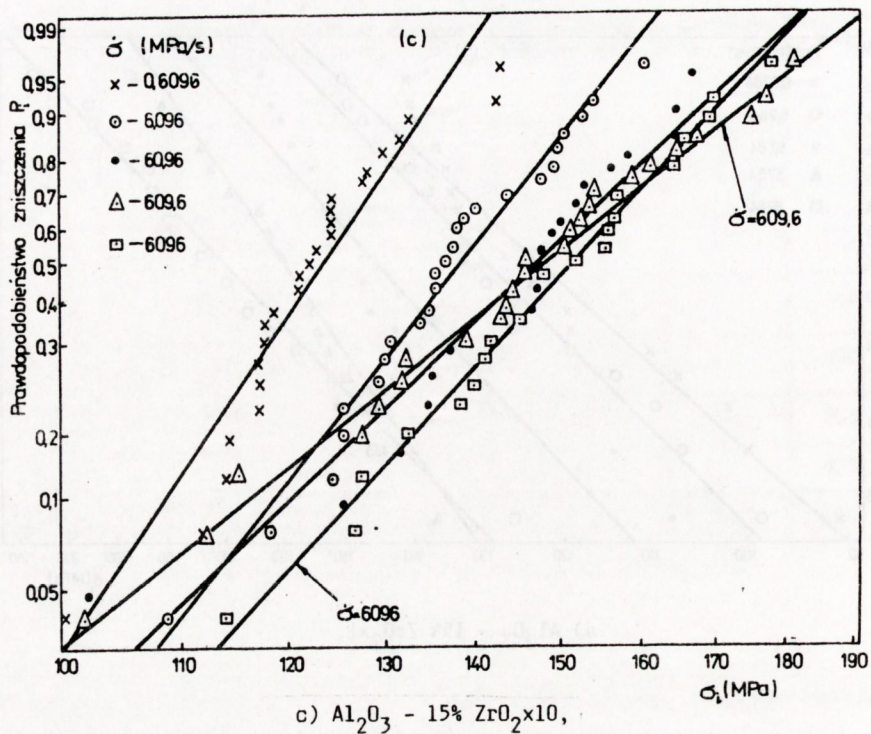


a) $Al_2O_3 - 15\% ZrO_2 \times 1,$

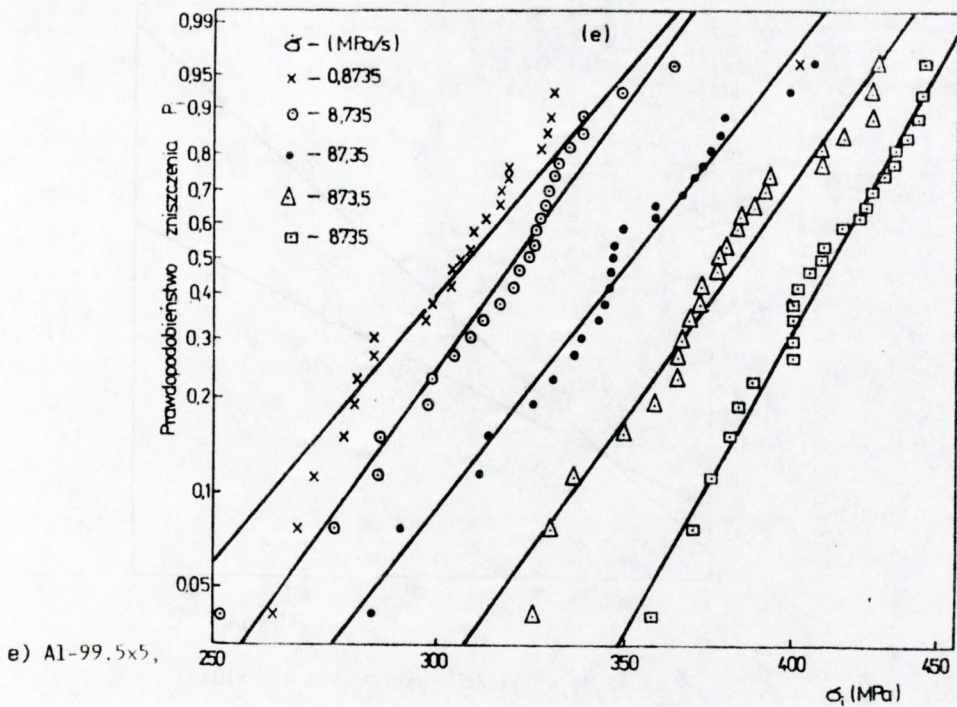


b) $Al_2O_3 - 15\% ZrO_2 \times 5,$

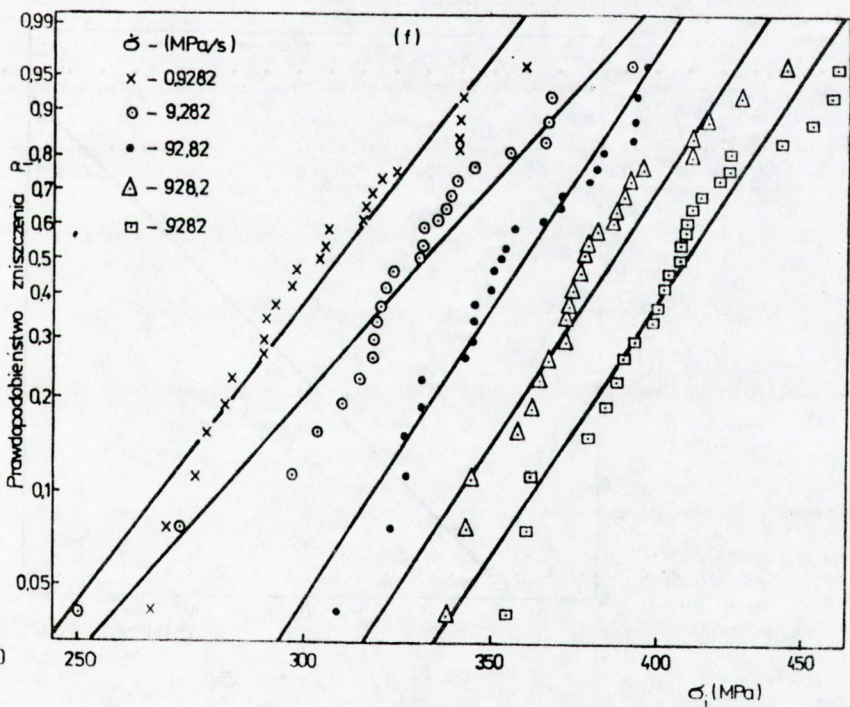
Rys. 6. Rozkłady wytrzymałości dla próbek z badanych tworzyw przedstawione na papierze probabilistycznym rozkładu Weibulla dla pięciu różnych szybkości obciążania $\dot{\sigma}$



Rys. 6. Rozkłady wytrzymałości dla próbek z badanych tworzyw przedstawione na papierze probabilistycznym rozkładu Weibulla dla pięciu różnych szybkości obciążania $\dot{\sigma}$

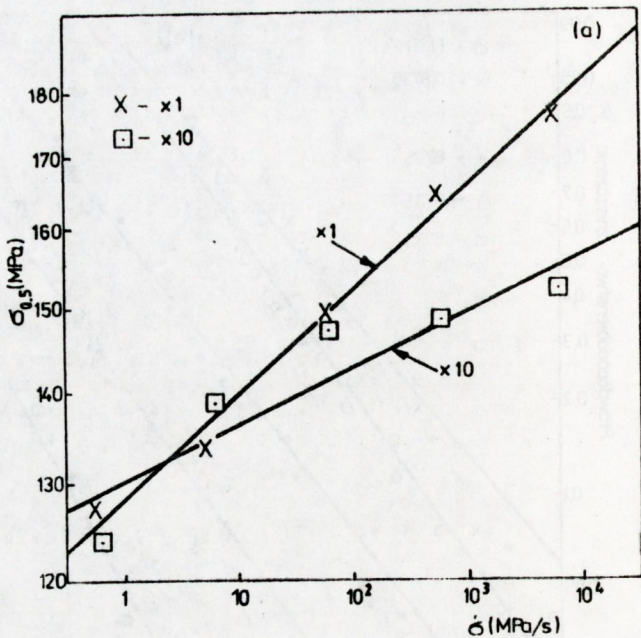


e) Al-99.5x5,

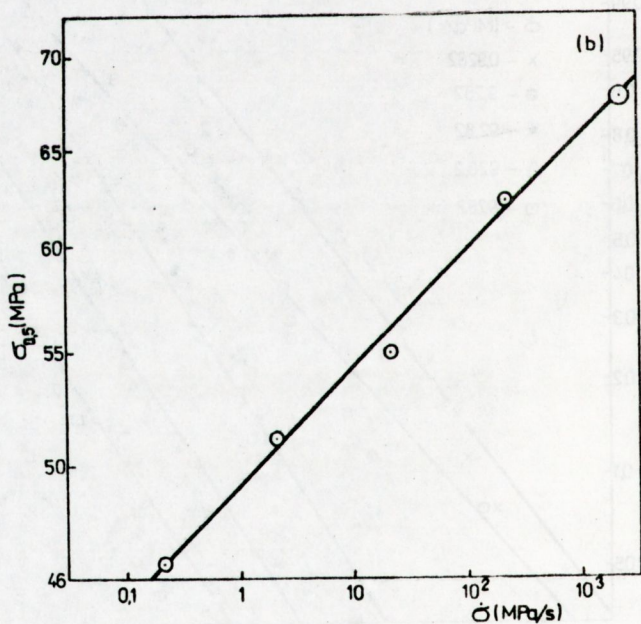


f) Al-99.5x10

Rys. 6. Rozkłady wytrzymałości dla próbek z badanych tworzyw przedstawione na papierze probabilistycznym rozkładu Weibulla dla pięciu różnych szybkości obciążania $\dot{\sigma}$



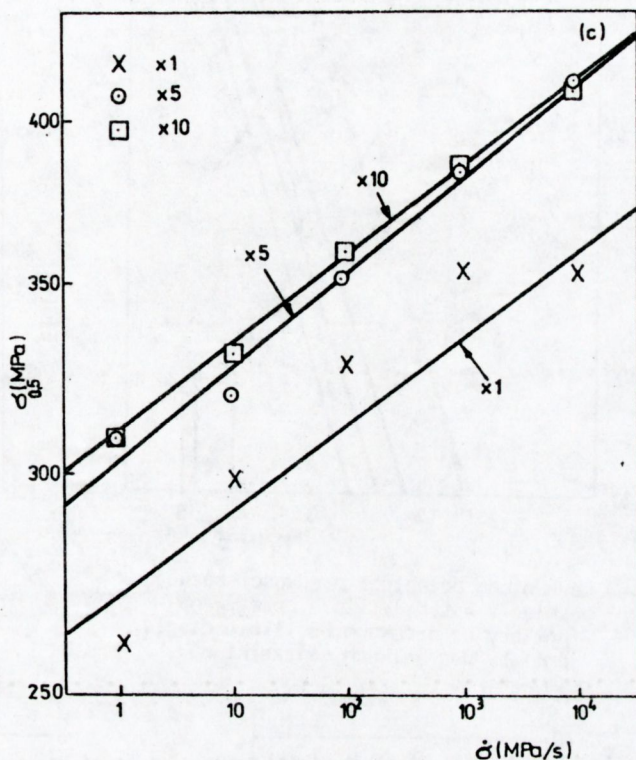
a) Al_2O_3 - 15% ZrO_2 wygrzewane $\times 1$, $\times 10$,



b) Al_2O_3 - 15% $\text{ZrO}_2 \times 5$,

Rys. 7. Średnia wytrzymałość na zginanie $\sigma_{0.5}$ w funkcji szybkości obciążania $\dot{\sigma}$

zmiennych $\log(\dot{\sigma})$ i $\log(\dot{\sigma}_{0.5})$ przekraczał dla wszystkich grup próbek wartość 0.9. Parametr $\log(B)$ liczono przyjmując za $\dot{\sigma}_c$ wartość $\dot{\sigma}_{0.5}$ dla rozkładu $\dot{\sigma}_i$ przy szybkości $y = 100$ mm/min.



c) Al-99.5 wygrzewane
 x1, x5, x10

Rys. 7. Średnia wytrzymałość na zginanie $\sigma_{0.5}$ w funkcji szybkości obciążania $\dot{\sigma}$

Na 10 belkach (dla każdej grupy) z naciętym karbem o głębokości ok. 2 mm wykonano pomiary K_{IC} z szybkością 100 mm/min. Wyniki (tab. 2) policzono zgodnie ze wzorem (12) z [1]:

$$K_{IC} = \sigma_c \times Y \times c^{1/2} \quad (12)$$

gdzie: σ_c - liczone wg wzoru (7),

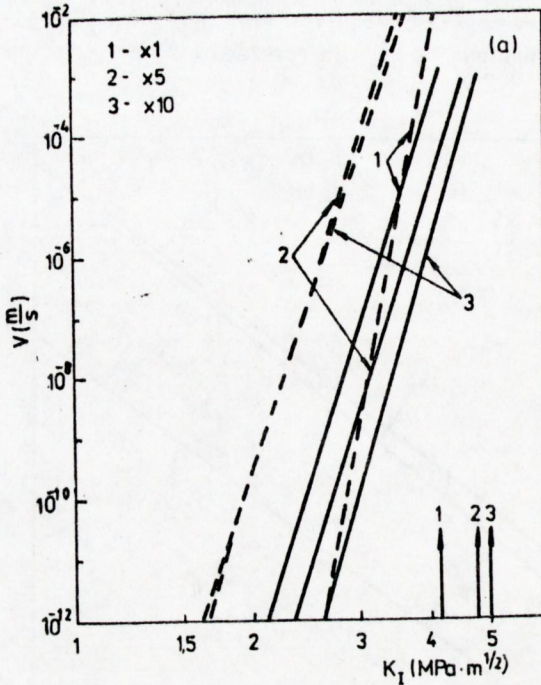
$$Y = 1.93 - 3.07 \times c/h + 13.66 \times (c/h)^2 - 23.98 \times (c/h)^3 + 25.22 \times (c/h)^4,$$

c - głębokość nacięcia karbu,

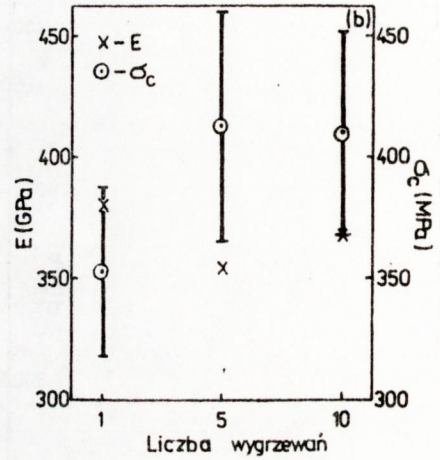
h - wysokość próbki.

4. DYSKUSJA WYNIKÓW POMIARÓW

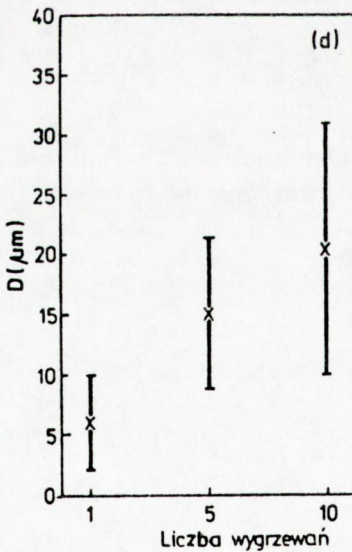
Na rys. 8 i 9 przedstawiono zależności badanych parametrów mechanicznych, rozwoju pęknięć podkrytycznych oraz mikrostrukturalnych od czasu wygrzewania. Wyjaśnienia wymaga w tym miejscu fakt istnienia różnic pomiędzy wartościami parametrów n i A wyznaczonymi metodą PS i wytrzymałościową. W przypadku tworzyw niewygrzewanych, wartości n



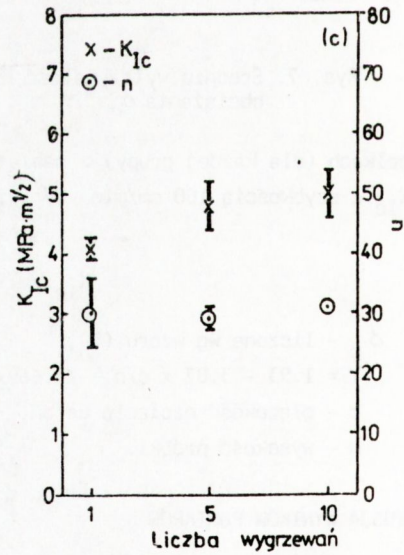
a) uśrednione przebiegi prędkości rozwoju pęknięć $V = f(K_I)$ (linia przerywana - pomiary na próbkach PS, linia ciągła - pomiary na belkach, strzałki na dole - K_{Ic}),



b) moduł Younga E oraz wytrzymałość σ_c ,



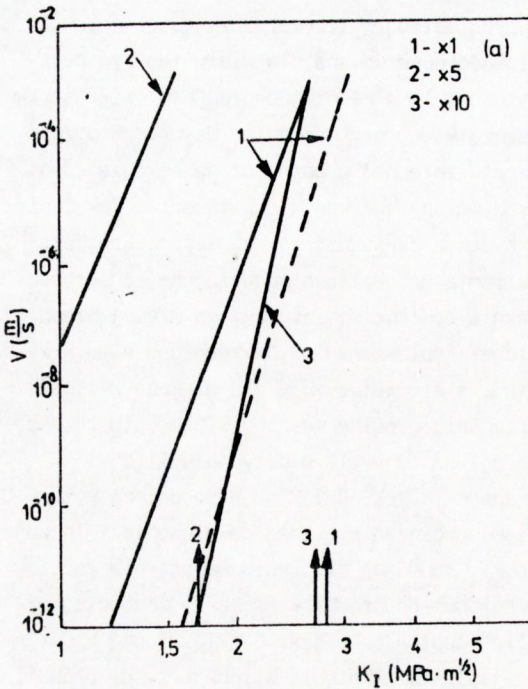
c) współczynnik K_{Ic} oraz parametr propagacji pęknięć n ,



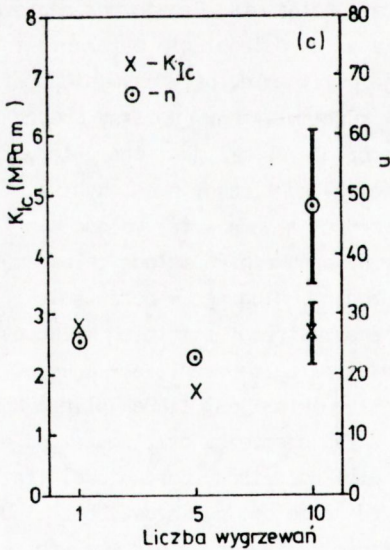
d) wielkość ziarn \bar{D}

Rys. 8. Wykresy zależności badanych parametrów mechanicznych, rozwoju pęknięć podkrytycznych oraz wielkości ziarn tworzywa Al-99.5 od czasu wygrzewania, (pionowymi kreskami zaznaczono odchylenie standardowe o znaczącej wielkości)

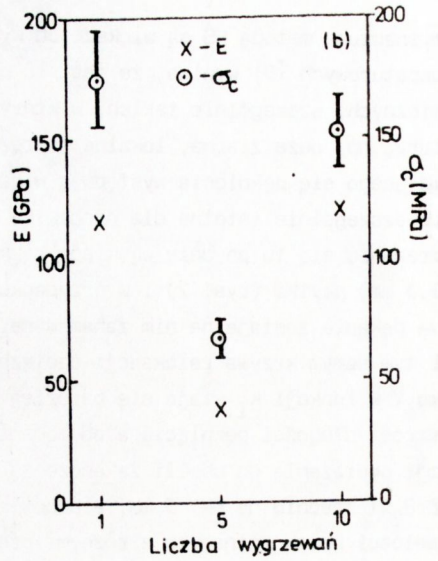
wyznaczone metodą PS są większe od wyznaczonych metodą wytrzymałościową. Z danych literaturowych [9] wynika, że jest to prawidłowość obserwowana dla wielu tworzyw ceramicznych, szczególnie takich, w których występują lokalne niejednorodności mikrostruktury, np. duże ziarna, lokalne naprężenia szczątkowe, czy spękania. Na drodze przesuwanego się pęknięcia występują więc obszary o zmiennej odporności na pękanie. Jest to szczególnie istotne dla próbek PS badanych metodą relaksacji obciążenia. Pęknięcie przesuwa się tu po dnie wąskiego rowka (maksymalna szerokość rowka nie przekraczała 0.3 mm) płytki (rys. 2) i w przypadku natrafienia na obszar o podwyższonej odporności na pękanie zostaje na nim zahamowane. Pokonanie takiego obszaru wymaga więcej czasu i tym samym krzywa relaksacji obciążenia ulega "spłaszczeniu". Wyznaczona stąd krzywa V w funkcji K_I staje się bardziej "stroma", a więc otrzymuje się większe wartości n . Wzrost długości pęknięcia a od momentu zatrzymania głowicy maszyny w procesie relaksacji obciążenia do chwili zakończenia obserwacji szacuje się w przypadku Al_2O_3 -15% ZrO_2 średnio na ok. 3 mm, a odpowiada mu spadek K_I ok. 0.3 MPa. W badaniach wytrzymałości belek zginanych z różnymi prędkościami obciążania proces powstawania i rozwoju pęknięcia rozpoczyna się na powierzchni próbki, poddanej działaniu naprężenia rozciągającego, od znajdującej się tam wady wprowadzonej do próbki w procesie technologicznym. Jeśli teraz to rozwijające się pęknięcie napotka na obszar o zwiększonej odporności na pękanie, to albo go ominie, albo pojawi się pęknięcie w innej części próbki, które doprowadzi do jej zniszczenia. Dlatego też metoda wytrzymałościowa jest mniej "czuła" na lokalne niejednorodności badanego materiału niż metoda relaksacji obciążenia próbek PS. W wyniku tego otrzymywane z wykresów $\sigma_{0.5} = f(\sigma)$ wartości parametru n są mniejsze niż otrzymywane z wykresów relaksacji obciążenia. Przyłożone naprężenie prowadzi do stopniowego powiększania się pęknięcia aż do osiągnięcia przez nie takiej długości, przy której proces zniszczenia następuje gwałtownie, przy czym długości pęknięć wstępnego i końcowego nie przekraczają kilkuset mikronów. Opisany powyżej proces rozchodzenia się pęknięcia prowadzący do zniszczenia próbki jest charakterystyczny dla pracujących pod obciążeniem ceramicznych elementów konstrukcyjnych. Wynika z tego, że pomiary parametrów propagacji pęknięć podkrytycznych metodą wytrzymałościową lepiej opisują charakter omawianego zjawiska niż pomiary na próbkach PS metodą relaksacji obciążenia, gdzie bada się rozwój sztucznie wprowadzonego, długiego w porównaniu z wymiarami płytki, pęknięcia. W literaturze światowej na przestrzeni ostatnich kilkunastu lat można znaleźć dużą liczbę danych dotyczących parametrów rozchodzenia się pęknięć podkrytycznych w ceramikach, w których podstawowym składnikiem jest tlenek glinu. Różnią się one znacznie między sobą ze względu na różny skład chemiczny oraz zawartość procentową domieszek, różną mikrostrukturę (a więc np. wielkość ziarn, porowatość, liczba mikrospektań skład fazowy), a także ze względu na różne metody pomiarowe. Przegląd tych danych można znaleźć w pracy [9]. Zebrane tam wartości n zawierają się w zakresie od 10.3 - 180.6. Dane na temat ceramiki zawierającej ZrO_2 znaleziono w pracy [10]. Zestawiono je w tabeli 3. Pomiary wykonywano na próbkach DCB (double cantilever beam - opis próbek w [1]) w warunkach pokojowych. W tworzywie 1 ok. 95% a w tworzywie 2 ok. 85% ZrO_2 znajdowało się w fazie tetragonalnej i było ułożonych w postaci ziarn ($D \approx 0.5 \mu m$) wewnątrz ziarn Al_2O_3 o średnicy ok. 4 μm , reszta w fazie jednoskośnej



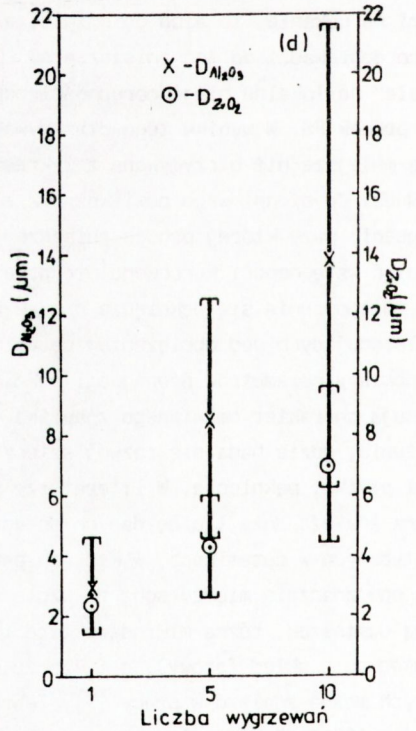
a) uśrednione przebiegi prędkości rozwoju pęknięć $V = f(K_I)$ (linia przerywana - pomiary na próbkach PS),



c) współczynnik K_{Ic} oraz parametr propagacji pęknięć n ,

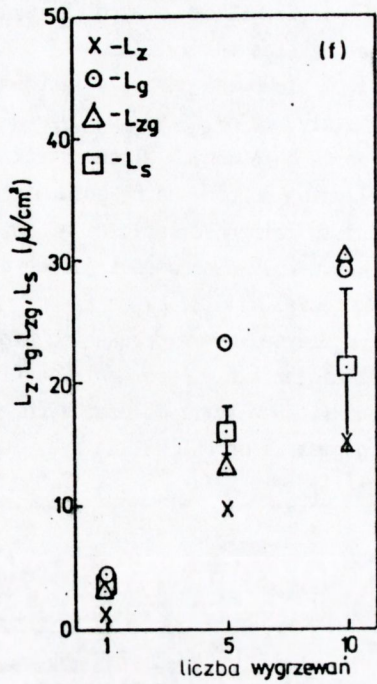
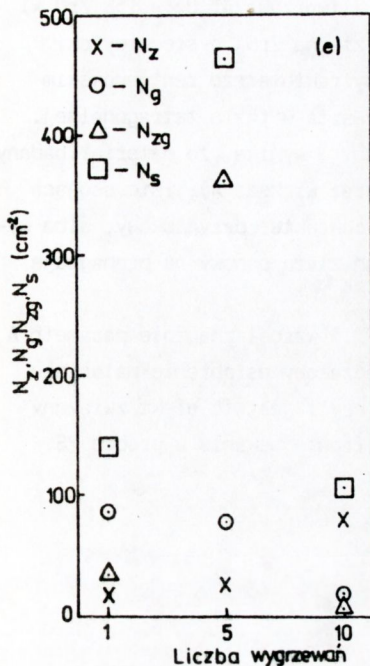


b) moduł Younga E oraz wytrzymałość σ_c ,



d) wielkości ziarn D_{ZrO_2} oraz $D_{Al_2O_3}$,

Rys. 9. Wykresy zależności badanych parametrów mechanicznych, rozwoju pęknięć podkrytycznych oraz mikrostrukturalnych tworzywa $Al_2O_3 - 15\% ZrO_2$ od czasu wygrzewania (pionowymi kreskami zaznaczono odchylenie standardowe o znaczącej wielkości)



e) gęstości spękań: N_s (całkowita liczba spękań), N_z (liczba spękań przez ziarna), N_g (liczba spękań po granicach), N_{zg} (liczba spękań po granicach i ziarnach),

f) długość spękań: L_s (średnia długość spękania trzech rodzajów), L_z (średnia długość spękania przez ziarna), L_g (średnia długość spękania po granicach), L_{zg} (średnia długość spękania po granicach i ziarnach)

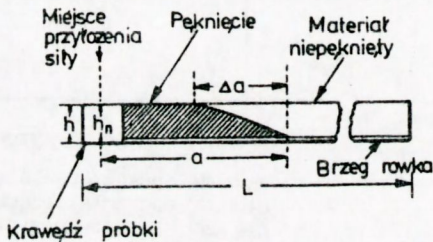
w postaci ziarn ($D \geq 1 \mu m$) na granicach ziarn alundu. Stwierdzono też, że propagacji pęknięcia w tworzywie 1 nie towarzyszy wymuszona naprężeniem przemiana fazowa ZrO_2 z fazy tetragonalnej w jednoskośną, natomiast w tworzywie 2 tak i stąd tak duży wzrost wartości K_{Ic} oraz zmniejszenie A w porównaniu z tworzywem 1. Widać na tym przykładzie, że nawet niewielka zmiana w składzie chemicznym (Y_2O_3 pełni tu rolę stabilizatora fazy tetragonalnej ZrO_2) może spowodować dużą zmianę wartości omawianych parametrów.

Tabela 3. Wartości parametrów propagacji pęknięć podkrytycznych wg [10]

Lp.	Tworzywo	n	log(A)	K_{Ic} ($MPaxm^{1/2}$)
1	Al_2O_3 - 20 vol% (ZrO_2 - 3 mol% Y_2O_3)	27	-20.51	4.5
2	Al_2O_3 - 20 vol% (ZrO_2 - 1 mol% Y_2O_3)	27	-27.32	8.5

Z pomiarów mikroskopowych [5] wynika, że próbki własne z tworzywa $Al_2O_3 - 15\% ZrO_2$ miały ziarna osnowy alundowej o średnicy ok. $3 \mu m$ oraz ziarna ZrO_2 o średnicy ok. $2.4 \mu m$ ulokowane pomiędzy ziarnami osnowy. Badania na dyfraktometrze rentgenowskim wykazały, że ok. 96% ZrO_2 było w fazie jednoskośnej a reszta w fazie tetragonalnej. Z porównania danych własnych z tab. 1 i 2 z danymi z tab. 3 wynika, że materiał badany był mniej odporny na pękanie niż w [10] (mniejsze K_{IC} oraz większe A); interesująca jest tu zbieżność wartości n. Może mieć ona oczywiście charakter przypadkowy, albo wynikać z wpływu obecności jednoskośnego ZrO_2 na granicach ziarn osnowy na propagację pęknięcia.

W przypadkach wygrzewanych próbek PS z ceramiki Al-99.5 wzrósł znacznie parametr A i zmniejszył n w porównaniu do niewygrzewanych, co oznaczałoby osłabienie materiału. Wyniki badań wytrzymałościowych nie potwierdzają tego, czyli jest to efekt związany z geometrią próbki PS. Na rys. 10 przedstawiono profil frontu pęknięcia w próbce PS wg [11].



Rys. 10. Profil frontu pęknięcia w próbce PS wg [11]

Wg [11] wartości prędkości rozwoju pęknięć wyliczane ze wzoru (4) należy korygować o współczynnik $\phi = h_n / (\Delta a^2 + h_n^2)^{1/2}$. Prędkość propagacji pęknięcia zmienia się wzdłuż frontu spękania [12]; największa jest w dolnej części próbki PS tzn. przy powierzchni rowka prowadzącego (rys. 2 i 10), a najmniejsza przy górnej powierzchni. Wynika z tego, że Δa , a więc i ϕ , zmieniają się w funkcji czasu. W pracy [11] szacuje się, że dla ceramiki alundowej $\phi \approx 1/5$ średnio, tzn., że wyliczone z (4) wartości V należałoby zmniejszać ok. pięciokrotnie. Rozrost ziarn w wygrzewanych próbkach powoduje osłabienie spoiwości warstwy przypowierzchniowej materiału ułatwiając propagację pęknięcia. Większa podatność na pękanie wyraża się właśnie zwiększeniem się wartości parametru A oraz zmniejszeniem się n w porównaniu z tworzywem niewygrzewanym. Efektu tego nie obserwuje się w belkach, gdyż pęknięcie przemieszcza się tam w kierunku prostopadłym do powierzchni próbek.

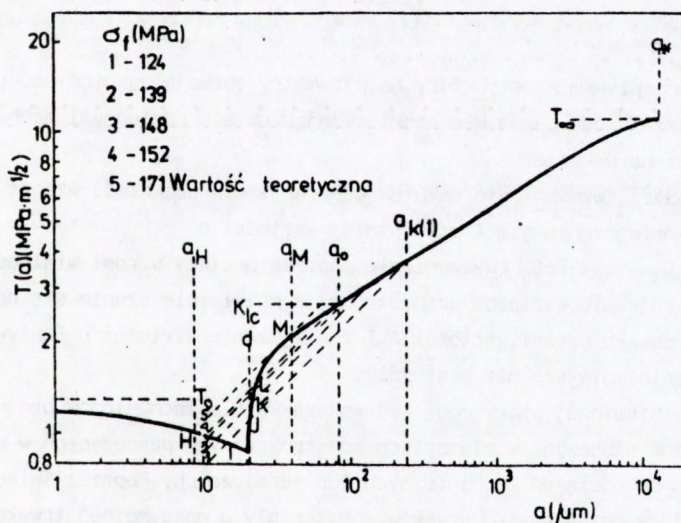
W związku z powyższym przy interpretacji wyników pomiarów w funkcji zmieniających się parametrów mikrostruktury będą brane pod uwagę jedynie dane z pomiarów wytrzymałościowych.

W przypadku ceramiki Al-99.5, w której dominujący jest mechanizm wzrostu odporności na pękanie poprzez tworzenie się strefy mikropęknięć rozrost ziarn powodował zwiększenie się odporności na pękanie, parametr n nie zmieniał się, w wyniku czego parametr A zmniejszał się. Na wykresie θa (dla pomiarów wytrzymałościowych) obserwuje się przesunięcie wykresów $V = f(K_I)$ w prawo, wzdłuż osi K_I w funkcji czasu wygrzewania, a więc wielkości ziarn. Widać tu pewną analogię pomiędzy opisywanym wcześniej przykładem

z pracy [10] polegającą na tym, że w jednym i drugim przypadku mechanizm odporności na pękanie jest związany z tworzeniem się strefy zmian strukturalnych (w [10] jest to strefa przemiany fazowej ZrO_2 z fazy tetragonalnej w jednoskośną). Zmiany w mikrostrukturze w obydwu przypadkach prowadziły do jednakowego efektu, a więc wzrostu K_{Ic} , zmniejszenia A przy stałej wartości parametru n . Na podstawie danych z pracy [10] i wyników własnych można więc postawić tezę, że dla tworzyw, których odporność na pękanie wiąże się z powstawaniem strefy zmian strukturalnych, zmiany w mikrostrukturze prowadzące do zwiększenia tej odporności powodują zmniejszenie się parametru A , a wartość n pozostaje stała.

W przypadku tworzywa $Al_2O_3 - 15\% ZrO_2$, gdzie występuje mostkowy charakter odporności na pękanie, wpływ na badane własności materiału ma kilka zmieniających się jednocześnie parametrów mikrostruktury takich, jak: wielkość ziarn oraz gęstość powierzchniowa i długość spękań (rys. 9). Niemniej jednak można stwierdzić, że wzrost rozmiarów ziarn powoduje z jednej strony zmniejszenie się odporności na pękanie oraz wytrzymałości, a z drugiej wzrost wartości parametru n . Wzrost gęstości i długości spękań prowadzi do degradacji wszystkich badanych wielkości.

Zaobserwowane powyżej zależności badanych wielkości od rozmiarów ziarn dają się zinterpretować na podstawie krzywej odporności na pękanie tzw $T(a)$ wyprowadzonej w [5] dla ceramiki $Al_2O_3 - 15\% ZrO_2$ (rys. 11).



Rys. 11. Przewidywany przebieg krzywej $T(a)$ dla ceramiki $Al_2O_3 - 15\% ZrO_2 \times 10 \text{ wg}$ [5]

(liniami przerywanymi naniesione są wykresy tzw. przyłożonego współczynnika intensywności naprężeń $K_{Ia} = Y \times \sigma_a \times a^{1/2}$ gdzie $\sigma_a = \sigma_f = \sigma_{0.5}$ dla różnych prędkości obciążania)

Wzrost wielkości ziarn powoduje jednocześnie powiększanie się odległości między mostkami d , a więc przesuwanie się wykresu $T(a)$ w prawo, wzdłuż osi a . Oznacza to, w sytuacji gdy długość wady pierwotnej a_0 nie zmienia się w sposób znaczący:

po pierwsze - zmniejszanie się wytrzymałości materiału,
 po drugie - możliwość znalezienia w tzw. przedziale tolerancji [5] $\langle a_H, a_M \rangle$ gdzie wytrzymałość materiału nie zależy od a_0 . To ostatnie spostrzeżenie ma istotne znaczenie przy badaniu prędkości rozwoju pęknięć podkrytycznych $V = f(K_I)$ metodą wytrzymałościową. Znaczny rozwój pęknięcia w belce rozpoczyna się, gdy $\sigma_a \approx 0.96 \times \sigma_f$; K_I zaczyna rosnąć na skutek wzrostu a . Przykładowo: próbka odkształcana jest z prędkością 0.01 mm/min; gdy dochodzi się do $\sigma_a = \sigma_f$, określonego krzywą 1 na rys. 11, pęknięcie rozwija się gwałtownie aż do zniszczenia dla $K_I = T(a_k)$, gdzie a_k - krytyczna długość pęknięcia dla danego naprężenia. Jeżeli $a_0 \subset \langle a_H, a_M \rangle$, to wtedy - zgodnie z tym co było powiedziane wcześniej - σ_f nie powinno zależeć od prędkości obciążania próbek (pod warunkiem, że rozwój pęknięcia nie spowoduje, że a_k przewyższy znacznie a_M , co może wystąpić w przypadku gdy $a_0 \approx a_M$). Inaczej mówiąc, w tym zakresie a_0 parametr rozwoju pęknięć podkrytycznych $n \rightarrow \infty$. Dla ceramiki $Al_2O_3 - 15\% ZrO_2 \times 10$ parametr n ma wartość dużo większą niż dla pozostałych tworzyw. Jeżeli teraz porówna się wartości a_M z a_0 dla poszczególnych tworzyw, to okazuje się, że najmniejsza różnica pomiędzy tymi wartościami występuje dla $Al_2O_3 - 15\% ZrO_2 \times 10$. Niewykluczone, że w tym przypadku a_M leży w rzeczywistości nawet bliżej a_0 niż to wynika z rys. 11, co powoduje, że szczególnie dla trzech największych prędkości obciążania σ_f jest prawie jednakowe, a w związku z tym n bardzo duże.

5. PODSUMOWANIE

W pracy zbadano wpływ mikrostruktury na parametry rozwoju pęknięć podkrytycznych n i A na przykładzie dwóch ceramik charakteryzujących się odmiennymi mechanizmami wzrostu odporności na pękanie.

W ceramice Al-99.5 (wzmacnianie wskutek generacji mikropeęknięć) wzrost wielkości ziarn powodował zmniejszenie się A przy stałej wartości n .

W ceramice $Al_2O_3 - 15\% ZrO_2$ (wzmacnianie poprzez mostki) wzrost wielkości ziarn powodował zwiększenie się wartości parametru n , z kolei zwiększenie się gęstości i długości spękań powodowało wzrost wartości A i zmniejszenie wartości n (wpływ długości spękań jest wyraźnie mniejszy niż gęstości).

Wnioski z przedstawionej pracy mogą być wskazówką dla technologów projektujących tworzywa ceramiczne stosowane w elementach konstrukcyjnych pracujących w warunkach stałych lub cyklicznych obciążeń mechanicznych lub termicznych. Poprzez świadome kształtowanie mikrostruktury można bowiem uzyskiwać materiały o maksymalnej trwałości w danych warunkach pracy.

BIBLIOGRAFIA

1. Evans A.G., Langdon T.G.: Progress in Materials Science, Pergamon Press, 21, 1976, 181
2. Clarke D.R., Faber K.T.: Fracture of ceramics and glasses, J. Phys. Chem. Solids, 48, 1987, 11, 1145
3. Freiman S.W.: Brittle fracture behavior of ceramics, Ceram. Bull., 67, 1988, 2, 392
4. Evans A.G.: High toughness ceramics, Mater., Sci. Eng., A105/106, 1988, 65
5. Boniecki M.: Prace ITME, 1991, zesz. 35
6. Boniecki M., Librant Z.: Analiza własności mechanicznych materiałów ceramicznych metodami mechaniki pęknięcia, Prace ITME, 1984, zesz. 14
7. Evans A.G., Linzer M., Russell L.R.: Acoustic emission and crack propagation in polycrystalline alumina, Mater. Sci. Eng., 15, 1974, 253
8. PN-76/E-06307, Elektroizolacyjne materiały ceramiczne - Metody badań
9. Pletka B.J., Wiederhorn S.M.: A comparison of failure prediction by strength and fracture mechanics techniques, J. Mater. Sci., 17, 1982, 1247
10. Becher P.F.: Slow crack growth behavior in transformation toughened Al_2O_3 - $ZrO_2(Y_2O_3)$ ceramics, J. Am. Ceram. Soc., 66, 1983, 7, 485
11. Evans A.G.: A method for evaluating the time-dependent failure characteristics of brittle materials - and its application to polycrystalline alumina, J. Mat. Sci., 7, 1972, 1137
12. Virkar A.V., Gordon R.S.: Crack front profiles in double-torsion specimen, J. Am. Ceram. Soc., 58, 1975, 11-12, 536