

WYZNACZANIE ODPORNOŚCI NA PĘKANIE CERAMIKI KORUNDOWEJ I KORUNDOWO-CYRKONOWEJ METODĄ WPROWADZANIA KONTROLOWANYCH PĘKNIĘĆ WSTĘPNYCH WGŁĘBNIKIEM VICKERSA

Marek Boniecki

Udowodniono, że podstawowym mechanizmem wzmacniania odporności na pękanie badanych tworzyw: korundowego i korundowo-cyrkonowego jest mechanizm mostkowy. Na podstawie badań wytrzymałości próbek w funkcji wielkości wad wprowadzonych wgłębnikiem Vickersa oraz wyznaczonych numerycznie wartości wewnętrznych naprężeń cieplnych wyznaczono krzywe R dla badanych ceramik.

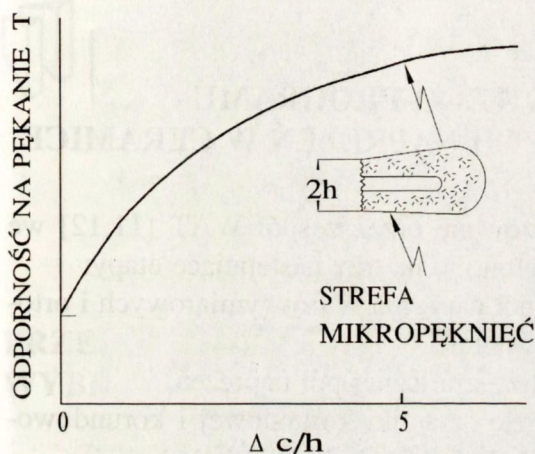
WSTĘP

Liczne publikacje [1-10] z ostatnich lat wskazują na występowanie w ceramice korundowej zjawiska wzrostu odporności na pękanie w funkcji rozwijającego się pęknięcia (krzywe R). Zjawisko to próbowano początkowo wyjaśniać za pomocą teorii powstawania stref mikropęknięć wokół płaszczyzn pęknięcia [10], a ostatnio za pomocą teorii mostków spinających powstałe za czołem pęknięcia płaszczyzny [3-9]. Obydwie teorie za punkt wyjścia przyjmują istnienie w polikrystalicznym tworzywie na osnowie tlenku glinu wewnętrznych naprężeń cieplnych. Do opisu odporności na pękanie ceramiki liczonej jako funkcja parametrów mikrostruktury oraz długości pęknięcia σ stosuje się ostatnio [4,5] oznaczenie T w odróżnieniu od oznaczenia K_{Ic} , które zwykle się stosować do wyznaczanej doświadczalnie odporności na pękanie. Terminologia "krzywe T" jest równoważna terminologii "krzywe R" gdyż $T = [R \cdot E']^{1/2}$ [5],

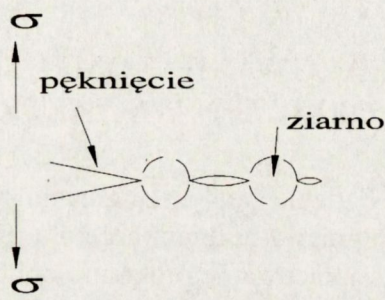
Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych
ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa

gdzie $E' = E/(1-\nu^2)$ dla płaskiego stanu odkształceń, $E' = E$ dla płaskiego stanu naprężeń, E - moduł Younga, ν - stała Poissona.

Mechanizm wzmacniania ceramiki związany z powstawaniem w niej mikropęknięć pokazano na Rys.1. Jest on analogiczny do mechanizmu wzmacniania w materiałach, w których propagacji pęknięcia towarzyszą przemiany fazowe pochłaniające część dostarczonej energii [10].



Rys. 1 Zależność odporności na pęknięcie od przyrostu długości pęknięcia dla modelu stref mikropęknięć wg [10].



Rys. 2 Mechanizm wzmacniania mostkowego poprzez niektóre ziarna materiału.

Z kolei Swanson i inni [3], w wyniku przeprowadzenia wnikliwej obserwacji mikroskopowej kolejnych stadiów pęknięcia próbek z ceramiki korundowej stwierdzili jednoznacznie, że podstawowym mechanizmem wzmacniania odporności na pęknięcie w miarę powiększania się pęknięcia jest mechanizm mostkowy. Nie zaobserwowali natomiast istnienia stref mikropęknięć sugerowanych przez Evansa i Fabera [10]. Rolę mostków zdaniem autorów [3], pełnią niektóre ziarna, które łączą powierzchnie utworzone po przejściu czoła pęknięcia Rys.2. Ziarna te przeciwstawiają się rozszerzaniu szczeliny pęknięcia, zwiększając tym samym odporność materiału na pęknięcie. Występowanie niektórych ziaren w roli mostków wynika z istnienia w materiale wymienionych wcześniej wewnętrznych naprężeń termicznych σ_R . Naprężenia te są w pewnych obszarach ściskające; ziarna poddane naprężeniom ściskającym mogą pełnić rolę mo-

stków, bowiem trudniej jest je wyciągnąć ze ściskającego otoczenia aniżeli pozostałe ziarna, poddane naprężeniom rozciągającym i rozważane jako matryca. Przy powyższych założeniach w pracy [5] wyprowadzono wzory na odporność na pękanie $T(c)$. Zmodyfikowaną formę tych wzorów przedstawił autor niniejszej pracy w [9]. Celem niniejszej pracy jest weryfikacja przedstawionych powyżej modeli odporności na pękanie dla tworzyw: korundowego i korundowo-cyrkonowego, w których rozchodzeniu się pęknięć nie towarzyszą przemiany fazowe.

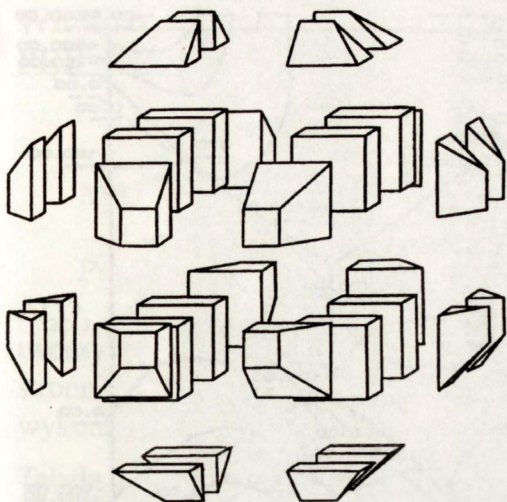
OPRACOWANIE KOMPUTEROWEGO PROGRAMU DO OBLICZEŃ WEWNĘTRZNYCH NAPRĘŻEŃ W CERAMICE

Zadanie powyższe zostało zrealizowane przez zespół WAT [11,12] we współpracy z autorem artykułu. Podzielono je na trzy następujące etapy:

- opracowanie programu obliczeń pól naprężeń w trójwymiarowych i ortotropowych ciałach obciążonych cieplnie,
- opracowanie programów do analizy graficznej pól naprężeń,
- wykonanie obliczeń na przykładzie ceramiki korundowej i korundowo-cyrkonowej.

Programy komputerowe opracowano przy wykorzystaniu metody elementów skończonych i napisano w języku FORTRAN na mikrokomputer typu IBM PC. Opracowane w pierwszym etapie programy posłużyły do obliczenia rozkładu przemieszczeń i naprężeń w ciałach trójwymiarowych, zaś w drugim, pozwoliły na przeprowadzenie graficznej analizy wyników obliczeń tzn. umożliwiły analizę deformacji struktury oraz analizę składowych stanu naprężenia w postaci planów warstwicznych. Opracowane programy pozwoliły na obliczenie naprężeń dla modelu będącego fragmentem jednofazowej, polikrystalicznej płytki ceramicznej. Przy budowie tego modelu przyjęto następujące założenia:

- ziarna ceramiki o jednakowych wymiarach wypełniają całą objętość materiału (brak porów),
- ziarna są czternastościanami foremnyymi (składają się z 6 ścian kwadratowych i 8 ścian sześciobocznych; krawędzie spotykają się pod kątami 90° i 120° , a ściany pod kątami $125^\circ 16'$ (kwadratowa i sześcioboczna) i $109^\circ 28'$ (sześcioboczne)) - bryła ta stanowi według Kelvina [13] model rzeczywistego ziarna.
- własności mechaniczne ziaren są jednakowe i izotropowe; ziarna wyka-



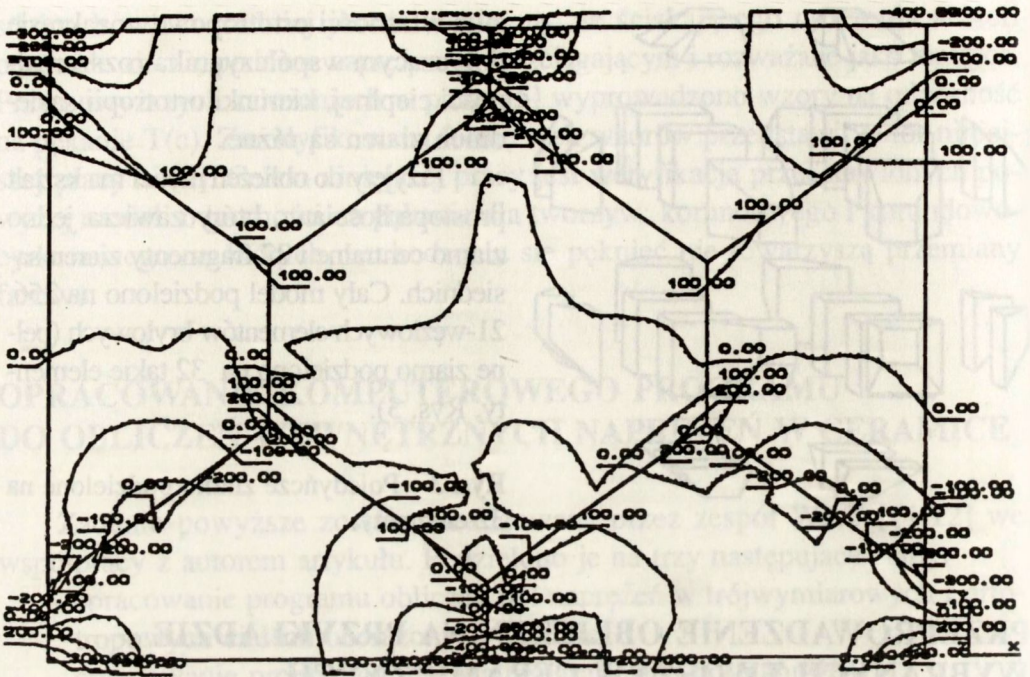
zują własności ortotropowe w zakresie dotyczącym współczynnika rozszerzalności cieplnej, kierunki ortotropii sąsiednich ziaren są różne.

Przyjęty do obliczeń model ma kształt prostopadłościanu, który zawiera jedno ziarno centralne i 22 fragmenty ziaren sąsiednich. Cały model podzielono na 256, 21-węzłowych elementów bryłowych (pełne ziarno podzielono na 32 takie elementy, Rys. 3).

Rys. 3 Pojedyncze ziarno podzielone na 32 elementy.

PRZEPROWADZENIE OBLICZEŃ NA PRZYKŁADZIE WYBRANYCH TWORZYW CERAMICZNYCH

Do obliczeń dla rozważanej ceramiki korundowej oznaczonej jako Al-99 przyjęto następujące dane: moduł Younga $E = 388$ GPa, stała Poissona $\nu = 0.24$ (zmierzone metodą ultradźwiękową) oraz współczynnik rozszerzalności cieplnej $\alpha_a = \alpha_b = 8.6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, $\alpha_c = 9.5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [9]). Jako obciążenie termiczne przyjęto schłodzenie ciała o $\Delta T = 1000$ K (ceramikę korundową spieka się w temp. ok. 1973 K, w przedziale 1973-1273 K naprężenia wewnętrzne relaksowane są w procesie pełzania). Ponadto założono, że wszystkie ściany mają ograniczony ruch (model znajduje się wewnątrz otaczającego go polikryształu). Biorąc powyższe pod uwagę, rozkład naprężeń w ceramice wyliczono jako różnicę pomiędzy stanem naprężeń istniejącym w modelu ortotropowym z przyjętymi powyżej warunkami brzegowymi, a stanem naprężeń w takim samym modelu dla przypadku izotropowego dla $\alpha_{sr} = \Sigma\alpha_i/3 = 8.9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Wyniki obliczeń (Rys.4) w postaci planów warstwowych, przedstawiających rozkłady wybranych składowych stanu naprężenia w określonych płaszczyznach przekroju modelu, świadczą o występowaniu spiętrzenia naprężeń rozciągających w pobliżu niektórych naroży ziarna. W innych miejscach ziarna występują naprężenia ściskające. Maksymalne wartości naprężeń rozciągających oszacowano na ok. 250 MPa, a ściskających na 350 MPa.



Rys. 4 Rozkład naprężeń w płaszczyźnie symetrii analizowanego prostokątnianu ceramicznego. Liczby w pobliżu warstwic oznaczają naprężenie w MPa. Obliczenia prowadzono dla ceramiki Al-99.

Naprężenia wewnętrzne w ceramice korundowo-cykonowej typu Al-Zr zostały oszacowane w ten sam sposób, co dla ceramiki korundowej Al-99, bez uwzględnienia faktu, że ZrO_2 ma mniejszy współczynnik rozszerzalności cieplnej (około $1 \cdot 10^{-6} K^{-1}$) od Al_2O_3 . Ziarna ZrO_2 w czasie studzenia w zakresie temperatur od 1473 - 1273 K transformują z odmiany tetragonalnej w jednoskośną. Przemianie tej towarzyszy wzrost objętości szacowany na 3 - 5%, co powoduje powstanie licznych spękań w korundowej osnowie. Można przypuszczać, że dalsze studzenie materiału do temperatury pokojowej w wyniku dużej różnicy współczynników rozszerzalności cieplnej pomiędzy jego składnikami zwiększa liczbę i długość tych spękań. Trudno jest jednak ocenić jaka część energii sprężystości wyzwala się w postaci tych spękań. Dlatego też fakt obecności ZrO_2 został pominięty przy obliczaniu naprężeń wewnętrznych w ceramice Al-Zr. Opierając się o powyższe założenia maksymalne wartości naprężeń rozciągających obecnych w ceramice oszacowano na 133 MPa, a ściskających na 187 MPa ($E = 207 \text{ GPa}$, $\nu = 0.2$).

WERYFIKACJA PRZYJĘTEGO MODELU ODPORNOŚCI NA PĘKANIE

MATERIAŁY

Przedmiotem badań były: tworzywo korundowe, Al-99, o zawartości 99.5% Al_2O_3 i Al-Zr o składzie 84.5% Al_2O_3 i 15% ZrO_2 . Wykonane z wymienionych tworzyw krążki o średnicy 24.5 mm i grubości ok. 2 mm spolerowano jednostronnie do gładkości optycznej. Wyniki badań mikrostrukturalnych obu tworzyw wykonane mikroskopem optycznym przedstawiono w Tabeli 1.

Tabela 1. Wyniki pomiarów wielkości ziaren D oraz długości spękań L_s , w badanych tworzywach ceramicznych.

Materiał	$D_{\text{Al}_2\text{O}_3}$ (μm)	D_{ZrO_2} (μm)	L_s (μm)
Al-99	4.6 (3.8)		
Al-Zr	2.4 (1.1)	1.9 (0.8)	5.7 (1.5)

(Liczby w nawiasach oznaczają odchylenia standardowe)

Badania składu fazowego próbek tworzywa Al-Zr wykazały, że około 89% ZrO_2 występuje w odmianie jednoskośnej.

WYKONANIE POMIARÓW

Pomiary odporności na pękanie bezpośrednio z odcisków Vickersa

Dla oceny odporności na pękanie badanych tworzyw, po 10 próbek każdego tworzywa nagniatano piramidką Vickersa w środku polerowanej powierzchni z siłą P wynoszącą odpowiednio 4.9, 9.81, 19.62, 50 i 100 N. Próby dla trzech pierwszych obciążeń przeprowadzono twardościomierzem f-my Zwick, zaś dla dwóch kolejnych, maszyną wytrzymałościową przy szybkości przykładania obciążenia ok. 1 $\mu\text{m/s}$. Wygniecenie przez wgłębnik pewnej objętości materiału powoduje powstanie wokół odcisku pola naprężeń, które istnieje również po odjęciu obciążenia P. Można je opisać

za pomocą współczynnika intensywności naprężeń K_{Ir} następująco [14]:

$$K_{Ir} = \chi \cdot P/c^{3/2} \quad (1)$$

gdzie: $\chi = \xi \cdot (E/H)^{1/2}$ - współczynnik charakteryzujący pole naprężeń szczątkowych wokół odcisków Vickersa,

- ξ - stała kalibracyjna,
- E - moduł Younga,
- H - twardość .

Po odjęciu obciążenia pęknięcie pozostanie stabilne jeśli $K_{Ir} = K_{Ic}$.

Wówczas równanie (1) można wykorzystać do wyznaczania odporności na pęknięcie. Jak wynika z przeprowadzonego rozeznania literaturowego [15] istnieje co najmniej kilkanaście wzorów określających K_{Ic} na podstawie bezpośrednich pomiarów odcisku Vickersa i pęknięć wokół niego. Większość z nich opiera się na zależności (1). Różnice pomiędzy wzorami proponowanymi przez poszczególnych autorów polegają przede wszystkim na przyjęciu różnych wartości stałej ξ oraz wykładnika potęgi przy ilorazie E/H (u niektórych autorów ten wykładnik ma wartość 0.4 lub 2/3). Ponadto okazuje się, że oprócz pęknięć tzw. centralnych mogą powstawać tzw. pęknięcia Palmqvista.

Badania ceramiki korundowej [15] wykazały jednak, że pod naciskiem piramidki Vickersa powstają pęknięcia centralne. Z porównania pomiarów K_{Ic} z wykonanymi przy zastosowaniu belek z karbem wynika, że najbardziej zbliżone wartości obliczone wg wzoru (1) otrzymuje się dla stałej $\xi = 0.016$ wg [14]. W tabelach 2 i 3 zestawiono pomierzone za pomocą mikroskopu optycznego połowy długości przekątnych odcisków a , długości pęknięć c i wyliczone na tej podstawie wartości $H = 1.8544 \cdot P/(2a)^2$ i K_{Ic} wg wzoru (1).

Tabela 2. Wyniki pomiarów odcisków Vickersa dla ceramiki korundowo-cyrykonowej Al-99.

P (N)	a (μm)	c (μm)	H (GPa)	K_{Ic} wg (1) ($\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$)
4,9	12,2 (0,9)	28,8 (1,7)	15,4 (2,2)	2,55 (0,25)
9,81	17,5 (1,4)	43,7 (8,5)	15,2 (2,4)	2,86 (0,71)
19,62	23,8 (0,9)	70,3 (7,4)	16,1 (1,3)	2,69 (0,40)
50	40,5 (2,0)	115 (23)	14,2 (1,4)	3,44 (0,96)
100	57,9 (1,4)	175 (16)	13,9 (0,6)	3,49 (0,43)

Tabela 3. Wyniki pomiarów odcisków Vickersa dla ceramiki korundowo-cyrkonowej Al-Zr.

P (N)	a (μm)	c (μm)	H (GPa)	K_{Ic} wg (1) ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)
4,9	14,3 (0,8)	32,2 (3,9)	11,2 (1,3)	1,89 (0,35)
9,81	20,2 (0,9)	47,7 (5,0)	11,2 (1,0)	2,08 (0,34)
19,62	29,1 (1,4)	65,4 (4,5)	10,8 (1,1)	2,57 (0,28)
50	48,3 (2,7)	111 (8)	10,6 (1,0)	2,98 (0,32)
100	70,2 (1,4)	158 (12)	9,4 (0,4)	3,49 (0,41)

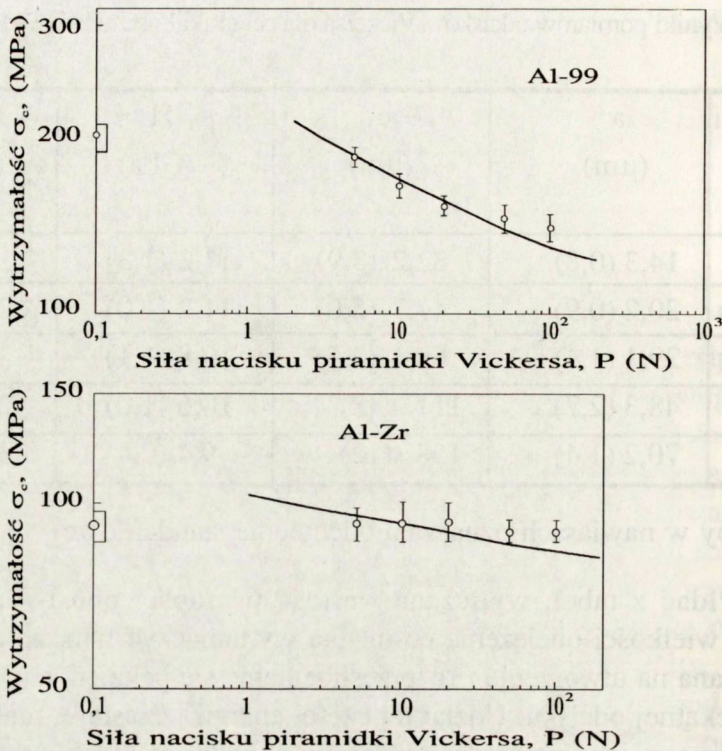
(Liczby w nawiasach oznaczają odchylenia standardowe)

Jak widać z tabel, wyliczana wartość twardości obu tworzyw maleje w funkcji wielkości obciążenia co można wytłumaczyć tym, że część energii jest zużywana na utworzenie i rozprzestrzenianie się pęknięć, a nie na powiększanie przekątnej odcisku. Udział tej części energii wzrasta w funkcji obciążenia. Dlatego też, jako najbardziej zbliżone do rzeczywistych wartości twardości badanych materiałów, przyjęto wartości otrzymane dla najmniejszego stosowanego obciążenia tj. dla $P = 4.9$ N. W przypadku odporności na pękanie, obserwuje się wzrost K_{Ic} w funkcji obciążenia. Fakt ten stwierdzono również stosując kilka innych wzorów na obliczanie K_{Ic} .

Charakter powyższych zależności sugerowałby występowanie zjawiska krzywych R w obu badanych materiałach.

Pomiary wytrzymałości

Opisane w poprzednim rozdziale próbki poddano następnie testowi wytrzymałości na dwuosiowe zginanie przy wykorzystaniu maszyny wytrzymałościowej. Schemat stanowiska pomiarowego przedstawiono wcześniej [9]. Próbki podpierano w trzech równoodległych punktach leżących na okręgu o średnicy $2R = 18.6$ mm, a z góry pośrodku naciskano poprzez trzpień o średnicy $2r = 4$ mm. Wytrzymałość próbek σ_c obliczono ze wzoru podanego w pracy [16].



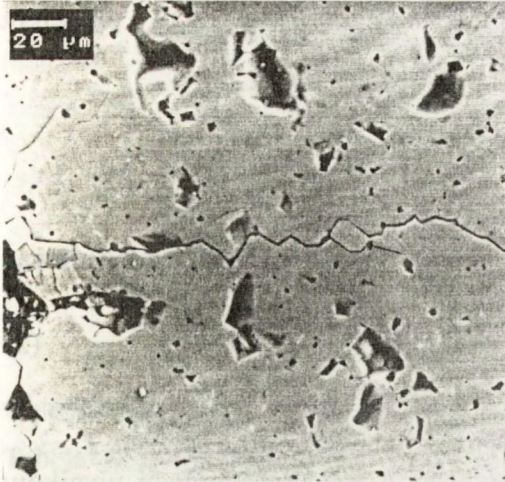
Rys. 5 Wytrzymałość σ_c w funkcji siły nacisku P piramidki Vickersa dla badanych ceramiek (prostokąty na osi σ_c oznaczają wytrzymałość dla P = 0). Wykres poprowadzono przyjmując założenia teorii mostkowej.

Próbki z ceramiki Al-99 obciążano z szybkością ok. 17 MPa/s, a z ceramiki Al-Zr z szybkością 6.5 MPa/s (prędkość przesuwu belki obciążającej w obydwu wypadkach wynosiła 1mm/min). Po przetłamaniu, próbki oglądano pod mikroskopem optycznym; nie brano pod uwagę wyników dla tych próbek, w których pęknięcie nie przechodziło przez odcisk wykonany piramidką Vickersa. Uzyskane wyniki wytrzymałości przedstawiono na wykresie (Rys.5) w funkcji siły nacisku piramidki Vickersa.

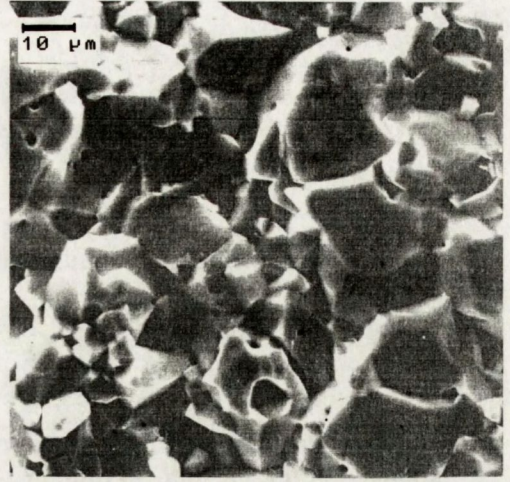
BADANIA MIKROSKOPOWE

Na Rys. 6 i 7 przedstawiono zdjęcia z mikroskopu skaningowego profili pęknięć i przetłomów w próbkach badanych materiałów.

Międzyziarnowy charakter pęknięcia oraz istnienie ziaren-mostków sugerują mostkowy mechanizm odporności na pęknięcie.



(a)

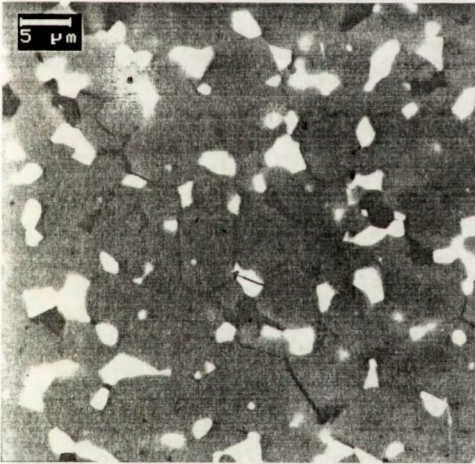


(b)

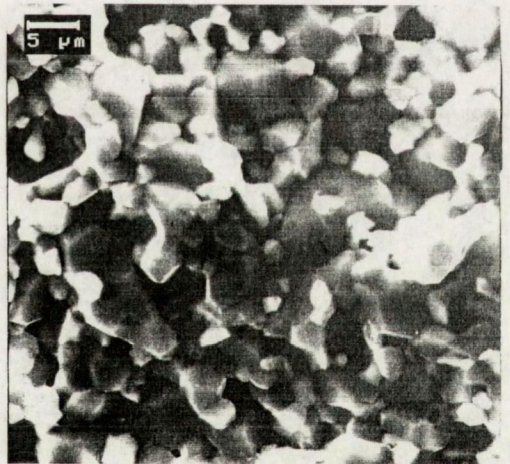
Rys.6 Tworzywo Al-99:

(a) profil pęknięcia biegnącego od odcisku Vickersa, strzałka pokazuje ziarno-mostek,

(b) przetóm.



(a)



(b)

Rys.7 Tworzywo Al-Zr:

(a) profil pęknięcia biegnącego od odcisku Vickersa, strzałka pokazuje ziarno-mostek (ZrO₂ oznaczone białym kolorem)

(b) przełom

DYSKUSJA WYNIKÓW POMIARÓW

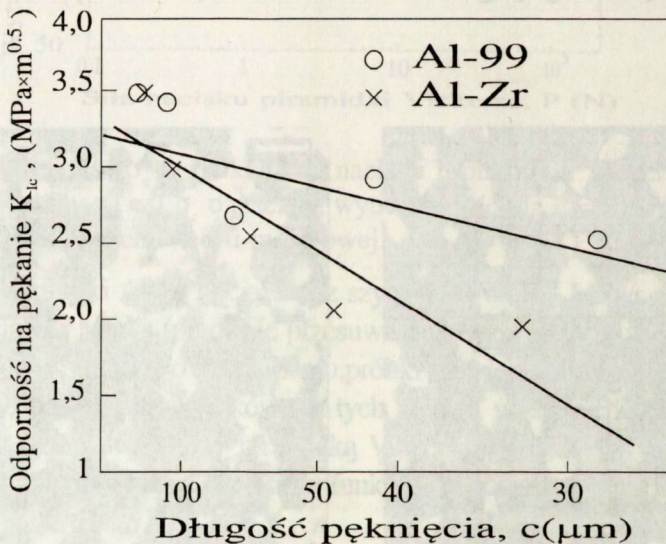
Zachowując formalizm równania (1) zależność na $T(c)$ można zdefiniować [17] jako:

$$T(c) = T_{\infty} - Q/c^{3/2} \quad (2)$$

gdzie: T_{∞} - odporność na pękanie dla bardzo długich pęknięć

Q - "mikrostrukturalna" siła związana ze zjawiskiem krzywych T .

Należy podkreślić, że przyjęcie zależności (2) dla interpretacji wyników bezpośrednich pomiarów K_{Ic} nie stoi w sprzeczności z zależnościami na $T(c)$ z [5,8,9], które stosuje się do interpretacji wyników pomiarów wytrzymałości próbek z uprzednio wprowadzonym pęknięciem o określonej długości. Czynn



nik Q w (2) można zastąpić przez $\chi \cdot P^*$ gdzie $\chi = \xi \cdot (E/H)^{1/2}$ [14]. Na Rys. 8 przedstawiono K_{Ic} wyliczone wg wzoru (1) w funkcji $c^{-3/2}$. Metodą najmniejszych kwadratów wyliczono parametry zależności (2) dla obydwu ceramik.

Rys. 8 Odporność na pękanie z pomiarów bezpośrednich w funkcji $c^{-3/2}$.

Przyjęto, że $\chi = 0.08$ dla Al-99 i 0.069 dla Al-Zr (wartości te wyliczono wsta-

wiając do wzoru na $\chi \xi = 0.016$ z [14] i odpowiednie wartości E i H dla oma-

Materiał	T_{∞} (MPa·m ^{1/2})	P^* (N)
Al-99	3,37	1,8
Al-Zr	3,30	4,3

wianych tworzyw). Wyznaczone parametry T_{∞} i P^* przedstawiono w tabeli 4.

Tabela 4. Wartości parametrów T_g i P^* dla K_{Ic} wyznaczonych z pomiarów bezpośrednich.

Wartości T_{∞} można traktować jako najbardziej zbliżone do wartości K_{Ic} otrzymywanych metodami standardowymi (np. na belkach z karbem). Widać również, że wpływ tzw. siły "mikrostrukturalnej" na pomiar $T(c)$ dla nacisków rzędu kilku N jest już bardzo istotny.

Rozważmy sposób wyznaczenia krzywej T z pomiarów wytrzymałości w funkcji siły nacisku piramidki Vickersa (Rys. 5). Warunek równowagi dla próbki materiału, w którym występuje zjawisko krzywych T i wałę wprowadzoną piramidką Vickersa można zdefiniować w formalizmie współczynnika intensywności naprężeń następująco [5-7]:

$$K_*(c) = K_{\alpha} + K_r + K_{\mu} = \psi \cdot \sigma_a \cdot c^{1/2} + \chi \cdot P/c^{3/2} + K_{\mu}(c) = T_0 \quad (3)$$

gdzie: K_* - opisuje pole naprężeń w wierzchołku pęknięcia,

K_a - współczynnik związany z przyłożonym naprężeniem σ_a ,

K_r - charakteryzuje pole naprężeń wokół odcisku Vickersa,

K_{μ} - charakteryzuje wpływ mikrostruktury (odpowiada za zjawisko krzywych T)

φ - współczynnik geometryczny zależny od kształtu pęknięcia i sposobu obciążania,

T_0 - współczynnik T dla osnowy materiału, do którego umownie wprowadza się wzmacniające go mostki,

Równanie (3) można przekształcić do postaci funkcji $T(c)$ podstawiając

$K_{\mu}(c) = -T_{\mu}(c)$ wówczas:

$$\psi \cdot \sigma_a \cdot c^{1/2} + \chi \cdot P/c^{3/2} = T_0 + T_{\mu}(c) = T(c) \quad (4)$$

Jeśli teraz przedstawi się przyłożone naprężenie σ_a jako funkcję długości

pęknięcia:

$$\sigma_a(c) = 1/\psi/c^{1/2} \cdot (T(c) - c \cdot P/c^{3/2}) \quad (5)$$

to porównując maksima funkcji (5) σ_m ze zmierzonym σ_c dla różnych sił nacisku P można dobrać takie parametry T(c), dla których różnice te są minimalne [5].

Dla przypadku $T = T_0$ (materiału ze stałą odpornością na pęknięcie) pęknięcie wprowadzone piramidką Vickersa ma długość c_0 :

$$c_0 = (\chi \cdot P / T_0)^{2/3} \quad (6)$$

Rozwija się ono stabilnie pod wpływem rosnącego naprężenia σ_a do długości c_m i odpowiadającej jej wartości naprężenia σ_m , przy których następuje gwałtowny, prowadzący do zniszczenia rozwój pęknięcia. Z warunku $d\sigma_a/dc = 0$ dla (5):

$$c_m = (4 \cdot \chi \cdot P / T_0)^{2/3} \quad (7)$$

$$\text{stąd} \quad \sigma_m = 0.75 \cdot T_0 / \psi \cdot (T_0 / 4 / \chi / P)^{1/3} \quad (8)$$

Ze wzorów (6) i (7) wynika, że dla $T = T_0$, $c_m/c_0 = 4^{2/3} = 2.52$, a $\sigma_m \cdot P^{1/3} = \text{const.}$ Gdy $T = T(c)$ to wtedy $c_m > 2.52 \cdot c_0$ co potwierdzają obserwacje mikroskopowe [3], a $\sigma_m \cdot P^{1/3}$ rośnie w funkcji P. W Tabeli 5 przedstawiono wartość wyrażenia $\sigma_c \cdot P^{1/3}$ w funkcji P dla badanych ceramik.

	Al-99	Al-Zr
P (N)	$\sigma_c \cdot P^{1/3}$ (MPa·N ^{1/3})	$\sigma_c \cdot P^{1/3}$ (MPa·N ^{1/3})
4,9	306	156
9,81	347	200
19,62	407	251
50	531	329
100	645	416

Tabela 5. $\sigma_c \cdot P^{1/3}$ w funkcji obciążenia P piramidką Vickersa dla badanych ceramik ($\sigma_m = \sigma_c$).

Wyniki pomiarów przedstawione w tabelach 2, 3 i 5 oraz obserwacje mikroskopowe (Rys. 6 i 7) świadczą o tym, że w obu badanych materiałach występuje zjawisko krzywych R oraz, że związane jest ono z mostkowym mechanizmem wzmacniania odporności na pęknięcie.

Sprawą istotną przy wyznaczaniu krzywych T metodą badania wytrzymałości próbek z wadami wprowadzonymi piramidką Vickersa jest wybór odpowiedniej wartości współczynnika χ . Według [18] wartość tego współczynnika dla pomiarów bezpośrednich (wzór (1)) jest większa niż dla pomiarów wytrzymałościowych. W pracy [6] podano iż $\chi = 0.018$, natomiast w pracy [7] określono doświadczalnie wartość $\chi = 0.076$ dla ceramiki korundowej z $T = T_0$.

Dlatego też autor zdecydował się używać w równaniu (5) $\chi = 0.08$ dla ceramiki Al-99 i 0.069 dla ceramiki Al-Zr wyliczone ze wzoru $\chi = 0.016 \cdot (E/H)^{1/2}$ [14].

Wartość współczynnika ψ dla wad Vickersa też nie jest ściśle ustalona, chociaż

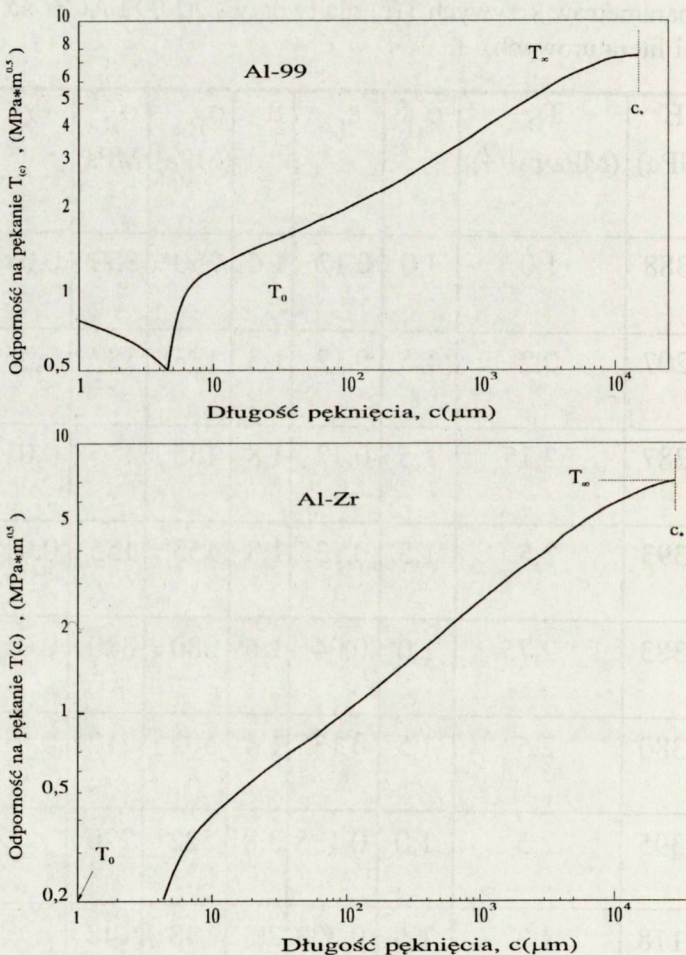
Tabela 6. Wartości parametrów krzywych T(c) dla tworzyw Al-99 i Al-Zr na podstawie badań własnych i literaturowych.

Materiał	D (μm)	E (GPa)	T_0 ($\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$)	α_d	ϵ_L	μ	σ_{R+} (MPa)	σ_{R-} (MPa)	χ	ψ
Al-99	4,6	388	1,0	1,0	0,12	1,4	250*	350*	0,08	0,93
Al-Zr	2,4	207	0,2	1,5	0,12	1,3	133*	187*	0,069	0,93
korund z [19]	23	387	2,15	1,5	0,12	1,8	155	155	0,018	1,24
korund z [5]	20	393	2,5	1,5	0,135	1,8	155	155	0,018	1,24
korund z [6]	2,5- 80	383	2,75	1,0	0,04	1,6	380	380	0,018	1,24
Al-99 ₁ z [9]	4,5	380	2,5	1,5	0,135	1,4	502*	212*	0,018	1,24
Al-99 ₂ z [9]	3,8- 467	395	2,5	1,0	0,135	3,8	522*	220*		1,93
Al-Zr z [8]	3,0	118	1,3	1,5	0,333	2,3	48	48		1,93

różnice pomiędzy wartościami przyjmowanymi przez poszczególnych autorów nie są tak duże jak w przypadku χ i oscylują pomiędzy wartościami 0.77 i 1.24 [7]. Trzeba jednak zauważyć, że wybór takiej a nie innej wartości ψ nie ma istotnego wpływu na przebieg wyznaczonej tą metodą krzywej $T(c)$, a jedynie rzutuje na wartości innych jej parametrów zdefiniowanych poniżej.

Przyjąwszy postać $T(c)$ z pracy [9] obliczono w kolejnych krokach jej przebieg zmieniając za każdym razem wartość jednego z wyznaczanych jej parametrów tj. α_d , ε_L , μ i T_0 zdefiniowanych następująco [5,8,9]:

$\alpha_d = d/D$, gdzie d - odległość między mostkami, a D - średnia wielkość ziaren,
 $\varepsilon_L = 2 \cdot u_*/L$, gdzie u_* - rozwarcie szczeliny pęknięcia, przy którym mostki



Rys. 9 Przebieg krzywych $T(c)$ dla badanych ceramiek.

ulegają zerwaniu, a L - długość mostka, μ - współczynnik tarcia między ścianką mostka a osnową, T_0 - jak w (3).

Reszta parametrów funkcji $T(c)$ została ustalona wcześniej na podstawie danych literaturowych lub badań własnych. Następnie obliczano przebiegi funkcji $\sigma_a(c)$ z (5) dla każdego P , wyznaczano maksimum σ_m tej funkcji i szacowano wartość wyrażenia:

$$w = \sum_{i=1}^5 (\sigma_{m_i} - \sigma_c)^2, \text{ gdzie: } 5 - \text{liczba stosowanych obciążeń piramidką Vickersa.}$$

Cykl obliczeń kontynuowano aż do momentu wyznaczenia minimum wyrażenia w . Parametry krzywych $T(c)$ zebrano w tabeli 6 i porównano je z danymi z literatury.

Dla tworzyw: Al-99₂ z [9] i Al-Zr z [8] krzywe $T(c)$ wyznaczono dla wad naturalnych (na podstawie pomiarów wytrzymałości na zginanie belek z karbem i bez karbu). Wartość ϕ dla Al-99 i Al-Zr przyjęto jako średnią z $\phi = 0.96$ wyznaczonej w [7] i $\phi = 0.89$ wyznaczonej w [20]. Wartości σ_{R+} (naprężenia rozciągające) i σ_{R-} (naprężenia ściskające) zaznaczone gwiazdką wyznaczono numerycznie metodą MES. W pozostałych przypadkach naprężenia te wyznaczano tak samo jak inne parametry $T(c)$.

Na Rys. 9 wykreślono krzywe $T(c)$ dla badanych tworzyw ceramicznych.

PODSUMOWANIE

W pracy niniejszej autor udowodnił, że podstawowym mechanizmem odporności na pęknięcie, powodującym jednocześnie zjawisko krzywych R w badanych materiałach: korundowym i korundowo-cyrkonowym (ZrO_2 w fazie jednoskośnej) jest mechanizm mostkowy. Wykonano serie pomiarów, w których zbadano wytrzymałość próbek w funkcji wielkości wad wprowadzanych piramidką Vickersa. Wyniki pomiarów długości pęknięć wokół odcisków Vickersa, charakter zależności wytrzymałości od siły nacisku piramidki, jak również obserwacje mikroskopowe profili i przełomów pęknięć wskazują niezbicie na występowanie mostkowego mechanizmu wzmacniania w badanych materiałach. Źródłem tego mechanizmu jest anizotropia współczynnika rozszerzalności cieplnej ziaren badanych materiałów w wyniku czego pojawiają się tam wewnętrzne naprężenia. Oszacowane metodą elementów skończonych naprężenia wewnętrzne oraz wyniki badań wytrzymałościowych posłużyły do wyznaczenia krzywych $T(c)$ dla badanych materiałów. Badane materiały charakteryzują się słabą zależnością wytrzymałości od wielkości wady oraz większą odpornością na rozwój pęknięć

podkrytycznych niż materiały ze stałą w funkcji długości pęknięcia odpornością na pękanie [21], co jest istotne w praktycznych zastosowaniach.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Hübner H., Jillek W.: Sub-critical crack extension and crack resistance in polycrystalline alumina. *J.Mat.Sci.*, 12, 1977, 117-25
- [2] Knehans R., Steinbrech R.: Memory effect of crack resistance during slow crack growth in notched Al_2O_3 bend specimens. *J.Mat.Sci.Lett.*, 1, 1982, 327-29
- [3] Swanson P.L., Fairbanks C.J., Lawn B.R., Mai Y-W., Hockey B.J.: Crack-interface grain bridging as fracture resistance mechanism in ceramics: I. Experimental study on alumina. *J.Am.Ceram.Soc.*, 70, 1987, 4, 279-89
- [4] Mai Y-W., Lawn B.R.: Crack-interface grain bridging as a fracture resistance mechanism in ceramics: II. Theoretical fracture mechanics model, *ibid.*, 289-94
- [5] Bennison S.J., Lawn B.R.: Role of interfacial grain-bridging sliding friction in the crack-resistance and strength properties of nontransforming ceramics. *Acta Metall.*, 37, 1989, 10, 2659-71
- [6] Chantikul P., Bennison S.J., Lawn B.R.: Role of grain size in the strength and R-curve properties of alumina, *J.Am.Ceram.Soc.*, 73, 1990, 8, 2419-27
- [7] Braun L., Bennison S.J., Lawn B.R.: Objective evaluation of short-crack toughness curves using indentation flaws: case study on alumina-based ceramics, *ibid.*, 75, 1992, 11, 3049-57
- [8] Boniecki M.: Rola mikrostruktury i wewnętrznych naprężeń cieplnych w zwiększeniu odporności na pękanie ceramiki na bazie Al_2O_3 , *Prace ITME*, 1991, z.35
- [9] Boniecki M.: Weryfikacja modeli odporności na pękanie na przykładzie ceramiki korundowej 99.5% Al_2O_3 . *Materiały Elektroniczne* 20, 1992, 3, 21-34
- [10] Evans A.G., Faber K.T.: Crack-growth resistance of microcracking brittle materials. *J.Am.Ceram.Soc.*, 67, 1984, 4, 255-60
- [11] Niezgoda T.: Opracowanie programu do obliczeń wewnętrznych naprężeń termicznych w ceramice, Niepublikowana praca wykonana na zamówienie ITME 1992
- [12] Boniecki M., Niezgoda T.: Internal thermal stresses in anisotropic polycrystalline ceramics. *The Proceedings of European Ceramic Society Third Conference, Madrid, September 12-17, 1993*, 3 (Engineering Ceramics), 925-929
- [13] Pampuch R., Haberko K., Kordek M.: *Nauka o procesach ceramicznych*. Warszawa PWN 1992, 376 s.

- [14] Anstis G.R., Chantikul P., Lawn B.R., Marshall D.B.: A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, Direct crack measurements. *J.Am.Ceram.Soc.*, 64, 1981, 9, 533-38
- [15] Boniecki M.: Pomiary wytrzymałości i odporności na pękanie tworzyw ceramicznych z wykorzystaniem węgelnika Vickersa do wprowadzania do próbek wad o określonej wielkości. Niepublikowana praca ITME, 1992
- [16] Marshall D.B.: An improved biaxial flexure test for ceramics, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 59, 1980, 5, 551-53
- [17] Cook R.F., Lawn B.R., Fairbanks C.J.: Microstructure-strength properties in ceramics: I, Effect of crack size on toughness, *ibid.*, 68, 1985, 11, 604-15
- [18] Chantikul P., Anstis G.R., Lawn B.R., Marshall D.B.: A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: II, Strength method, *J.Am.Ceram.Soc.*, 64, 1981, 9, 539-43
- [19] Lathabai S., Lawn B.R.: Fatigue limits in noncycling loading of ceramics with crack-resistance curves. *J.Mat.Sci.*, 24, 1989, 4298-4306
- [20] Marshall D.B., Lawn B.R.: Flaw characteristic in dynamic fatigue. *J. Am. Ceram. Soc.*, 63, 1980, 9-10, 532-36
- [21] Fett T., Munz D.: Subcritical crack growth of macrocracks in alumina with R-curve behavior. *ibid.*, 75, 1992, 4, 958-63

Badania zostały wykonane w ramach grantu nr 7 1013 91 01,
kierowanego przez doc.dr hab.inż. Henryka Tomaszewskiego
finansowanego przez Komitet Badań Naukowych.