

Magdalena Szutkowska, Marek Boniecki

Występowanie krzywych R

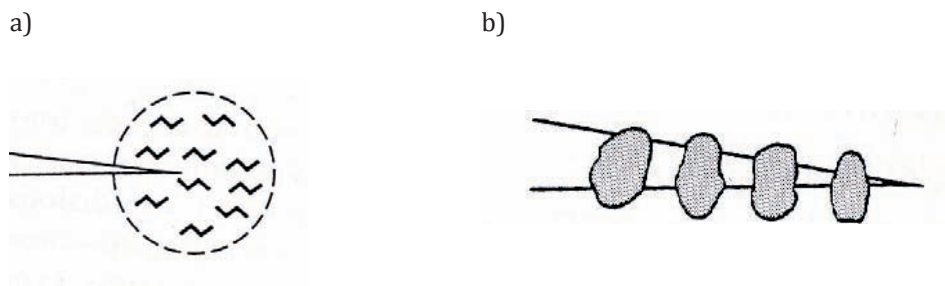
w kompozytach narzędziowych na osnowie tlenku glinu

Wprowadzenie

Spieki ceramiczne na bazie Al_2O_3 charakteryzują się wieloma zaletami, takimi jak: odporność chemiczna, stabilność w atmosferze obojętnej i utleniającej, odporność na ścieranie, dostępność surowców oraz stosunkowo proste i tanie technologie wytwarzania, jednak znaczna kruchość i zmęczenie cieplne ogranicza ich szersze zastosowanie w przemyśle narzędziowym. Ocena podatności na pękanie i wykruszenia, prowadzona często w warunkach toczenia przerywanego, jest próbą dość drogą i pracochłonną [1]. Dlatego bardzo istotnym problemem ze względu na zachowanie się narzędzia w warunkach eksploatacyjnych staje się ocena jego odporności na pękanie. Stosowanie różnych technik wytwarzania kontrolowanego ostrego pęknięcia przy braku międzynarodowych norm ISO, ujmujących to zagadnienie, powoduje niezgodność w wartościach odporności na pękanie. Zachowanie się pęknięcia podczas jego wzrostu zwykle ocenia się za pomocą odporności na pękanie, wyrażonej poprzez krytyczny współczynnik intensywności naprężeń K_{Ic} lub krytycznej szybkości uwalniania energii sprężystej G_{Ic} . Do pełnej charakterystyki zachowania się rozwoju pęknięcia należy wyznaczyć zmianę odporności na pękanie w miarę stabilnego wzrostu długości pęknięcia $K_R - \Delta c$ (krzywa R). Krzywa R przedstawia w sposób graficzny zależność oporu stawianego przez materiał podczas powolnego i stabilnego rozwoju pęknięcia od jego długości c . Wyraża ona pracę konieczną do wzrostu pęknięcia. Analiza warunków rozwoju pęknięcia z zastosowaniem krzywej R jest inną wersją bilansu energetycznego Griffitha. Liczne publikacje z ostatnich lat wskazują na występowanie w spieku z tlenku glinu oraz kompozytach utworzonych na jego osnowie krzywych R [2–6]. Wyróżnia się dwa rodzaje krzywych R : płaską krzywą R , gdy K_R przyjmuje wartość stałą, niezależną od długości rozwijającego się pęknięcia (występuje ona w materiałach doskonale kruchych o liniowo sprężystej charakterystyce odkształcenia), i rosnącą krzywą R . Krzywa taka występuje w spiekach ceramicznych o dużych ziarnach, a także wzmacnianych przemianą polimorficzną lub charakteryzujących się anizotropią rozszerzalności cieplnej. Dotychczas uważano, że krzywa R jest stałą materiałową niezależną od geometrii próbki, rozmiaru pęknię-

cia i rodzaju obciążenia (rozciągania, zginania). Jednak dalsze badania potwierdzają istnienie różnych czynników, mających wpływ na wzrost krzywej R [7].

Zjawisko wzrostu odporności na pęknięcie w miarę rozwoju pęknięcia początkowo wyjaśniano za pomocą teorii powstawania stref mikropęknięć wokół płaszczyzn pęknięcia (rys. 1a) [8], chociaż bardziej preferowana jest teoria mostków spinających płaszczyzny powstałe za czołem pęknięcia (rys. 1b) [9].



Rys. 1. Schemat mechanizmu wzmocnienia na bazie: a) stref mikropęknięć, b) mostkowania poprzez wytrzymałe ziarna materiału ceramicznego

Obydwie teorie za punkt wyjścia przyjmują istnienie w wielofazowym polikrystalicznym spieku ceramicznym wewnętrznych naprężeń cieplnych (zwanymi również naprężeniami własnymi), wywołanych różnicą ich liniowych współczynników rozszerzalności cieplnej α tych faz. Naprężenia wewnętrzne istnieją również w materiałach jednofazowych, takich jak spiek $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, na skutek anizotropii krystalograficznej i towarzyszącej jej różnicy we współczynnikach rozszerzalności cieplnej α , dla poszczególnych kierunków krystalograficznych. Naprężenia te w pewnych obszarach są ściskające, a ziarna poddane takim naprężeniom pełnią rolę mostków, zaś sąsiednie ziarna, poddane naprężeniom rozciągającym, pełnią rolę osnowy. Mostki te przeciwstawiają się rozwojowi pęknięcia, zwiększając tym samym odporność materiału na pęknięcie. Przedmiotem prezentowanej pracy jest wyznaczenie krzywych R podczas kontrolowanego rozwoju pęknięć w kompozycie narzędziowym na osnowie tlenku glinu oraz dla porównania dla tlenkowej ceramiki $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Badania własne

Badania przeprowadzono na dwóch gatunkach ceramicznych spieków narzędziowych: tlenku glinu $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ i kompozycie ziarnistym z układu $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-10\%}$ masy ZrO_2N (ZrO_2 niestabilizowany i dla uproszczenia przyjęto oznaczenie N). Do wytworzenia spieków wykorzystano proszek o zawartości 99,8% masy $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, z submikronową wielkością ziarna (poniżej $0,5\ \mu\text{m}$) gatunku A16SG, produkcji ALCOA. Powierzchnia właściwa tlenku glinu zmierzona metodą adsorpcji azotu w temperaturze ciekłego azotu wynosiła $S_{\text{BET}}=4,54\ \text{m}^2/\text{g}$, zaś dla ZrO_2N $S_{\text{BET}}=41,3\ \text{m}^2/\text{g}$. Proszki mieszano z dodatkiem MgO i prasowano w formie stalowej. Płytki o wymiarach $60\times 70\times 7\ \text{mm}$ prasowano pod ciśnieniem 50 MPa. Następnie płytki dogęszczano izostatycznie w temperaturze otoczenia pod ciśnieniem 250 MPa i spiekano

w atmosferze powietrza w piecu firmy Seco-Warwick, wyposażonym w elementy grzewcze Superkanthal 1900, znajdującym się w Katedrze Ceramiki Specjalnej AGH. Maksymalna temperatura spiekania wynosiła 1923 K, przy czasie wytrzymania w tej temperaturze 2 godziny. Uzyskane w ten sposób płytki szlifowano, a następnie cięto na belki o wymiarach $4 \times 1.5 \times 50$ mm. Aby ułatwić obserwację przebiegu rozwijającego się pęknięcia, powierzchnię boczną belek o wymiarach 4×1.5 mm polerowano i napylano próżniowo cienką warstwą glinu o grubości ok. 150 nm. W połowie długości belek nacinano karby za pomocą pił diamentowych o grubości 200 μm na głębokość 0.9 mm i 25 μm na głębokość 0.2 mm. Uzyskane w ten sposób próbki typu SENB charakteryzowały się „ostrym” zakończeniem karbów, na dniach których następowało zainicjowanie pęknięcia. Badania kontrolowanego (stabilnego) rozwoju pęknięć przeprowadzono na próbkach typu SENB podczas trójpunktowego statycznego zginania, za pomocą maszyny wytrzymałościowej Zwick 1446. Prędkość odkształcenia wynosiła 1 $\mu\text{m}/\text{min}$. Obciążanie belek przerywano w chwili zapoczątkowania pęknięcia obserwowanego na wykresie obciążenie–odkształcenie jako zakrzywienie prostej. Postępowanie powtarzano wielokrotnie, rejestrując każdorazowo dla określonego przyrostu długości pęknięcia odpowiadające mu obciążenie. Poszczególne etapy stabilnego wzrostu pęknięcia rejestrowano za pomocą układu optycznego z kamerą. Stosując odpowiedni program komputerowy, odczytywano z ekranu monitora długość pęknięcia i wartość siły odpowiadającej momentowi zatrzymania wzrostu pęknięcia. Gdy długość pęknięcia osiągała wartość ok. 2.5 mm, próbę przerywano. Wartość odporności na pęknięcie $K_R = f(c)$ wyznaczano na podstawie wzoru Fetta i Munza [7]:

$$K_R = 1.5 \frac{PL}{W^2B} Y c^2 \quad (1)$$

$$Y = \frac{\sqrt{\pi}}{(1-\beta)^2} \left[0.3738\beta + (1-\beta) \sum_{i,j=0}^4 A_{ij} \beta^i \left(\frac{W}{L}\right)^j \right] \quad (2)$$

P – obciążenie, L – rozstaw podpór, W – wysokość próbki, B – szerokość próbki, c – sumaryczna długość pęknięcia i nacięcia, $\beta = c/W$, A_{ij} – współczynniki podane przez Fetta i Munza [7]

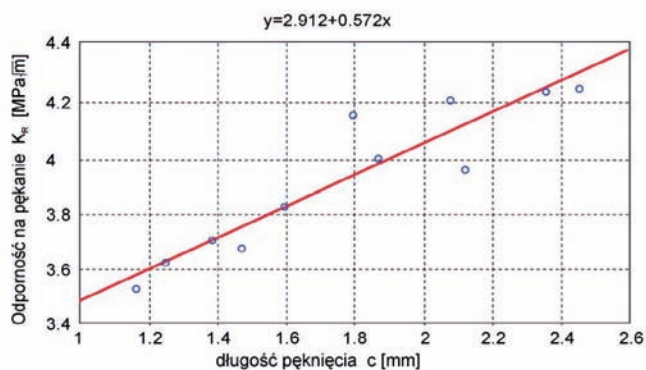
Mikrostrukturę badanych materiałów obserwowano przy pomocy mikroskopu skaningowego Jeol JSM-6440LV.

Wyniki badań

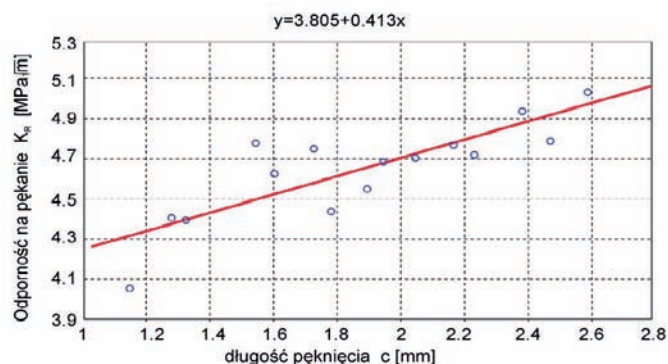
Na podstawie prowadzonych badań kontrolowanego wzrostu pęknięć wyznaczano wartości współczynnika intensywności naprężeń K_R od momentu zapoczątkowania pęknięcia aż do osiągnięcia jego długości równej 2,5 mm. W tym okresie wielokrotnie (średnio 10-krotnie) zatrzymywano wzrastające pęknięcie i mierzono jego długość oraz odpowiadającą jej wartość siły obciążającej układ. Gdy długość pęknięcia osiągała wartość około 2,5 mm, próbę przerywano. Stosując wzór (1, 2) wyznaczono wartości K_R dla odpowiadających im długości pęknięcia c w wybranych

punktach pomiarowych, podczas jego stabilnego wzrostu. Otrzymano w ten sposób krzywe R dla badanych materiałów. Wyznaczone punkty pomiarowe opisano równaniami prostej typu $y = ax + b$, gdzie: $y = K_R$, zaś $x = c$ (długość pęknięcia), a = współczynnik kierunkowy (nachylenia) prostej, b = wyraz wolny. Współczynnik nachylenia prostej a wykorzystano jako parametr opisujący własności krzywych R badanych spieków na osnowie tlenku glinu. Wykresy zależności odporności na pękanie K_R od długości pęknięcia c (krzywe R) dla: spieku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ i kompozytu ziarnistego z układu Al_2O_3 -10% masy ZrO_2N przedstawiono na rysunku 2. Analiza równań prostej typu $y = ax + b$ badanych spieków ceramicznych wskazuje na podobny charakter zachowania się odporności na pękanie ze wzrostem długości pęknięcia. Dla tych spieków ceramicznych obserwuje się rosnącą krzywą R , co oznacza, że ze wzrostem długości pęknięcia wzrasta w sposób liniowy odporność na pękanie. Współczynnik kierunkowy prostej a dla spieku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ wyniósł $a = 0,572$, zaś dla kompozytu ziarnistego z układu Al_2O_3 -10% masy ZrO_2N wyniósł $a = 0,413$.

a)

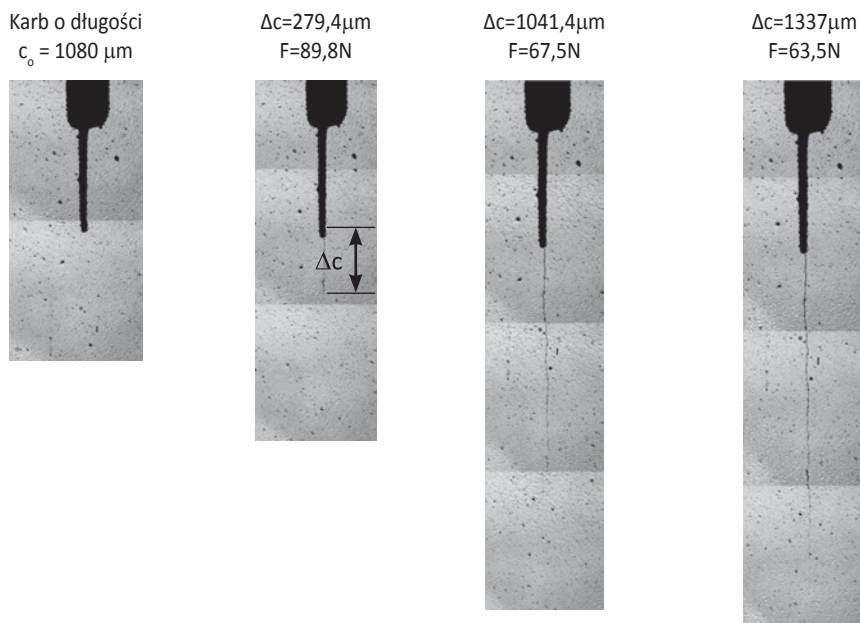


b)



Rys. 2. Wykres K_R w funkcji długości pęknięcia c (krzywa R): a) ceramika Al_2O_3 , b) kompozyt ziarnisty typu Al_2O_3 -10% masy ZrO_2N

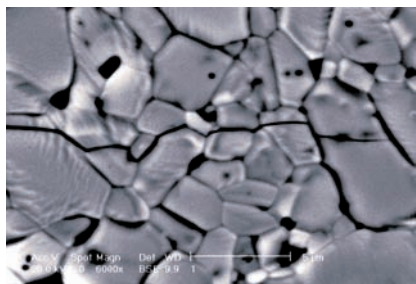
Profil stabilnie wzrastającego pęknięcia zainicjowanego na dnie karbu dla próbek typu SENB ze spieku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ przedstawiono na rysunku 3.



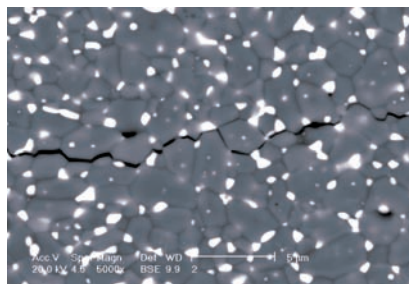
Rys. 3. Profil stabilnie wzrastającego pęknięcia w próbce ze spieku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Efektom wzmocnienia kompozytu ziarnistego z układu $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}10\%$ masy ZrO_2N jest występowanie rosnących krzywych R . Największym współczynnikiem kierunkowym prostej a spośród badanych materiałów charakteryzuje się spiek $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Jest to niewątpliwie związane z efektem mostkowania występującym w tym materiale. Średnia wielkość ziarna dla spieku $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ zmierzona na próbkach trawionych termicznie wynosi $2,1 \mu\text{m}$.

a)



b)



Rys. 4. Mikrostruktura próbek trawionych termicznie: a) ceramika α - Al_2O_3 , b) kompozyt ziarnisty typu Al_2O_3 - ZrO_2 N.

Na podstawie obserwacji mikrostruktury stwierdzono również występowanie dużych pojedynczych ziaren ($\sim 20 \mu\text{m}$), które mogą pełnić rolę mostków spinających powierzchnie pęknięcia (rys. 4).

Wnioski

Badania stabilnego rozwoju pęknięć ujawniły występowanie rosnących krzywych R zarówno w spieku Al_2O_3 , jak i w kompozycie ziarnistym typu Al_2O_3 -10% masy ZrO_2 N. Dla tych materiałów obserwuje się wzrost odporności na pękanie wraz ze wzrostem długości propagującego pęknięcia. Zjawisko to związane jest z tzw. mechanizmem mostkowym, występującym w badanych materiałach ceramicznych.

Współczynnik kierunkowy prostej a dla spieku α - Al_2O_3 jest większy ($a=0,572$) niż dla kompozytu ziarnistego z układu Al_2O_3 -10% masy ZrO_2 N ($a=0,413$), co wskazuje na występowanie silniejszego efektu mostkowania w spieku α - Al_2O_3 .

Literatura

- [1] Szutkowska M., Boniecki M., *Badania krzywych R w materiałach narzędziowych-tworzywie tlenkowym i w kompozycie tlenkowo-węglkowo-azotkowym*, „Kompozyty”, 2, nr 5, 2002, s. 378–383
- [2] Deng Zhen-Yan, Kobayashi T., *Microstructure and R -curve behavior of Al_2O_3 -SiC ceramic matrix composites*, J. Mater. Sci. Lett., nr 18, 1999, s. 489–492
- [3] Pezzotti G, Sbaizero O. et al., *In situ measurements of frictional bridging stresses in alumina using fluorescence spectroscopy*, J. Am. Ceram. Soc., t. 81, nr 1, 1998, s. 187–192
- [4] Munz D., Fett T., *Ceramics. Mechanical Properties, Failure Behaviour, Materials Selection*, Springer-Verlag, Berlin–Heidelberg–New York 1999
- [5] Bleise D., Steinbrech R.W., *Flat R -curve from stable propagation of indentation cracks in coarse-grained alumina*. J. Am. Ceram Soc., t. 77, nr 3, 1994, s. 315–322
- [6] Tomaszewski H., Boniecki M., Węglarz H., *Krzywe R w kompozytach Al_2O_3 -SiC i (Al_2O_3 + ZrO_2)-SiC*, Inżynieria Materiałowa, nr 6, 1999, s. 614–619
- [7] Fett T., Munz D., *Subcritical crack growth of macrocracks in alumina with R -curve behaviour*, J. Amer. Ceram. Soc., t. 75, nr 4, 1992, s. 958–963
- [8] Evans A.G., Faber K.T., *Crack growth resistance of macrocracking brittle materials*. J. Am. Ceram. Soc., t. 67, nr 4, 1984, s. 255–260
- [9] Swanson P.L., Fairbanks C.J. et al., *Crack-interface grain bridging as fracture resistance mechanism in ceramics: I. Experimental study on alumina*, J. Am. Ceram. Soc., t. 70, nr 4, 1987, s. 279–289

R-curve occurrence in tool composites based on alumina

Abstract

Investigations of R -curve behaviour during controlled crack growth of alumina ceramics and Al_2O_3 -10% mass ZrO_2N (nonstabilised) tool composite were presented. The set of points received during measurement of fracture resistance (K_{R}) versus crack extension (c) have been described by means of linear equation. The value of line directional coefficient affects R -curve behaviour.

Keywords: R -curve, alumina ceramics, tool composite type Al_2O_3 -10% mass ZrO_2N (nonstabilised)

Magdalena Szutkowska
Uniwersytet Pedagogiczny w Krakowie
Instytut Techniki
ul. Podchorążych 2, 30-084 Kraków

Instytut Zaawansowanych Technologii Wytwarzania
ul. Wrocławska 37
30-011 Kraków

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