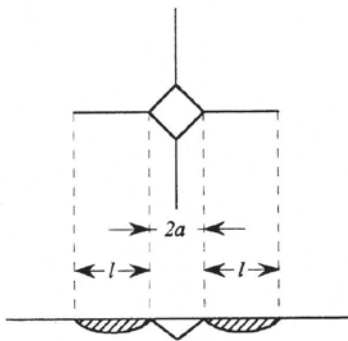


Magdalena Szutkowska, Jerzy Morgiel

Zastosowanie węgelnika Vickersa do pomiaru odporności na pękanie powierzchniowe spieków ceramicznych

Technika punktowego wciskania węgelnika diamentowego, długo stosowana jako bazowa podczas rutynowych prób twardości (Vickers, Knoop), znalazła również zastosowanie w mechanice pęknięcia do pomiaru odporności na pękanie kruchych i twardych materiałów. Trudności związane z symulowaniem pęknięć zbliżonych do naturalnych, istniejących w spieku ceramicznym, spowodowały zainteresowanie nowymi sposobami wytwarzania pęknięcia w oparciu o technikę wciskania węgelnika Vickersa. Pierwsze próby oceny odporności na pękanie powierzchniowe przeprowadził Palmqvist dla węglików spiekanych, wyznaczając tzw. siłę krytyczną P_{k300} , przy której suma długości pęknięć rozchodzących się z naroży odcisku twardości Vickersa wynosiła $300\ \mu\text{m}$ [1]. Pęknięcia te, zwane pęknięciami promieniowymi Palmqvista, rozchodzą się z naroży odcisku Vickersa, według kierunku jego przekątnych (rys. 1).

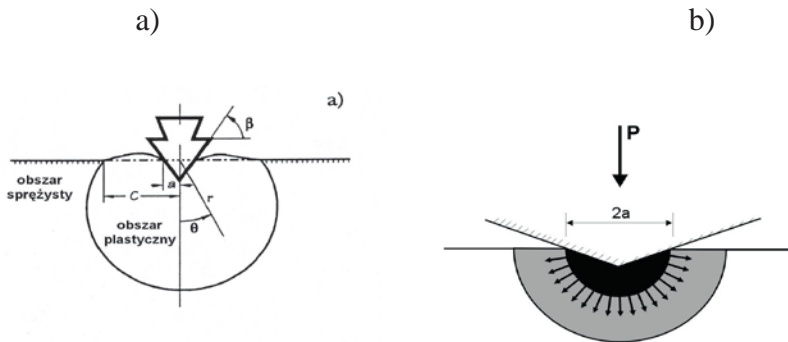


Rys. 1. Schematyczne przedstawienie pęknięć promieniowych Palmqvista [1]

Zależność siły obciążającej węgelnik twardości od długości pęknięć ma charakter liniowy. Jest to zależność empiryczna, niemająca podbudowy teoretycznej, lecz wykazująca ścisłą korelację z właściwościami mechanicznymi badanego materiału. Metoda wyznaczania odporności na pękanie bazuje na pomiarze długości pęknięć

rozchodzących się z naroży odcisku twardości Vickersa przy obciążeniu przewyższającym wartość obciążenia krytycznego P_{k300} niezbędnego do zapoczątkowania pęknięć (rys. 2).

Podczas wciskania węgelnika Vickersa w powierzchnię badanego materiału następuje uplastycznienie materiału na określonej głębokości. Proces ten przebiega według sprężysto-plastycznego modelu wciskania węgelnika do pomiaru twardości (rys. 2 a, b) [2, 3]. Na skutek działania siły obciążającej węgelnik twardości obserwuje się wysoki stopień uplastycznienia spiekanej ceramiki pod wierzchołkiem odcisku węgelnika Vickersa. Jest on wynikiem silnie zlokalizowanego pola naprężeń o natężeniu przekraczającym granicę plastyczności spiekanej ceramiki. Niezwykle silna koncentracja tego pola pozwala uniknąć pęknięcia występującego w skali makroskopowej [4].



Rys. 2. Fizyczny model wciskania węgelnika do pomiaru twardości Vickersa: a) obszar sprężysto-plastycznego odkształcenia [2], b) obszar odkształceń plastycznych z zaznaczoną strefą „idealnego” równomiernego nacisku – obszar ciemny [3]

W wyniku oddziaływania strefy odkształceń plastycznych z otaczającą ją sprężystą osnową tworzy się w materiale system pęknięć. W spiekanej ceramice występują cztery rodzaje pęknięć [5]: środkowe, usytuowane na płaszczyźnie prostopadłej do powierzchni, promieniowe (pęknięcia o kształcie półkolistym), usytuowane tak jak pęknięcia środkowe, Palmqvista (zwane też promieniowymi Palmqvista), usytuowane na płaszczyźnie prostopadłej do powierzchni w pobliżu brzegu strefy odkształceń plastycznych, boczne, powstające w pobliżu podstawy strefy odkształceń plastycznych i rozchodzące się w płaszczyźnie równoległej do powierzchni. Pęknięcia środkowe, promieniowe oraz Palmqvista powstają podczas obciążania węgelnika do pomiaru twardości Vickersa siłą P , propagują zaś podczas jego odciążania. Pojedyncze pęknięcie środkowe powstaje poniżej wierzchołka strefy plastycznej, utworzonej pod węgelnikiem Vickersa. Średnica pęknięcia środkowego jest porównywalna z wielkością odcisku. W materiałach polikrystalicznych, nieprzeźroczystych pęknięcia środkowe są słabo widoczne. Siłą napędową powstawania pęknięć środkowych jest naprężenie rozciągające, działające prostopadle do kierunku obciążania na granicy oddziaływań sprężysto-plastycznych, gdzie następuje relaksacja obciążenia zewnętrznego. Zarodkowane pęknięcie środkowe rozwija się spontanicznie, aż do osiągnięcia określonego rozmiaru wady. Jeżeli średnica pęknięcia

środkowego osiągnie wartość wyższą od przekątnej odcisku to pęknięcie propaguje do powierzchni, zmieniając przy tym swój kształt. Uzyskane w ten sposób pęknięcia promieniowe mają kształt półkolisty. Pęknięcia te są widoczne na powierzchni materiału. Pęknięcia promieniowe Palmqvista są krótkie i płytkie. Powstają one na końcu przekątnych odcisku przy stosunkowo niskich obciążeniach. Istnieją sugestie, że pęknięcia promieniowe Palmqvista mogą się tworzyć w spiekach ceramicznych równocześnie z pęknięciami środkowymi zanim powstaną pęknięcia promieniowe [6]. Pęknięcia boczne powstają i propagują tylko w wyniku działania naprężeń szczątkowych podczas odciażania wgłębnika do pomiaru twardości Vickersa. Pęknięcia boczne są dość płytkie i ich propagacja do powierzchni materiału często wiąże się z jej uszkodzeniem w postaci wykruszeń i odłupań. Kształt pęknięć zależy od rodzaju materiału i zastosowanej siły obciążającej wgłębnik twardości. Na skutek stosowania różnorodnych mechanizmów pęknięcia uzyskuje się dość skomplikowany obraz pola naprężeń powstających pod działaniem siły obciążającej oraz pola naprężeń wewnętrznych. Trudności związane z analizą naprężeń mogą doprowadzić do pewnych niezgodności we wzorach do obliczeń odporności na pęknięcie. Udoskonalenie i rozwinięcie koncepcji Palmqvista [1] przez Evansa i Charlesa [7] niewątpliwie przyczyniło się do opracowania wzorów pozwalających na wyznaczenie odporności na pęknięcie. Równanie przyjmuje wtedy postać (1):

$$K_{Ic} \phi / H_v \sqrt{a} = 0,15 k_I (c/a)^{-3/2} \quad (1)$$

gdzie: H – twardość

a – połowa długości przekątnej odcisku twardości

c – suma długości pęknięcia i połowy przekątnej odcisku

ϕ – współczynnik korekcyjny, dla spieków ceramicznych ($\phi \approx 3$)

Wartość współczynnika k_I autorzy wyznaczają doświadczalnie. Dla materiałów charakteryzujących się twardością $(1-70) \cdot 10^3$ MPa, $K_{Ic} = 0,9-16,0 \text{ MP}\sqrt{m}$ i liczbą Poissona 0,2-0,3 zalecają wartość $k_I = 2,6$. Biorąc również pod uwagę kształt pęknięć, obserwowanych na przełomie próbki, Niihara i in. [8] wyznaczyli odporność na pęknięcie materiałów twardych i kruchych (2, 3):

$$(K_{Ic} \phi / H a^{1/2}) (H/E\phi)^{2/5} = 0,129 (c/a)^{-3/2} \quad (2)$$

gdzie: E – moduł sprężystości wzdłużnej (moduł Younga)

ϕ , H , a , c , oznaczenia jak we wzorze (1)

Wzór (2) stosuje się dla pęknięć środkowych/promieniowych w kształcie „półpensówki” przy zachowaniu warunku $c/a \leq 2,5$, gdy nachylenie krzywej wzorcowania wynosi $(-n) = 3/2$. Dla pęknięć o kształcie promieniowym Palmqvista, przy zachowaniu warunku $0,25 \leq l/a \leq 2,5$, nachylenie krzywej wzorcowania wynosi $(-m) = 1/2$ i wówczas słuszne jest równanie (3):

$$K_{Ic} \phi / H a^{1/2}) (H/E\phi)^{2/5} = 0,035 (l/a)^{-1/2} \quad (3)$$

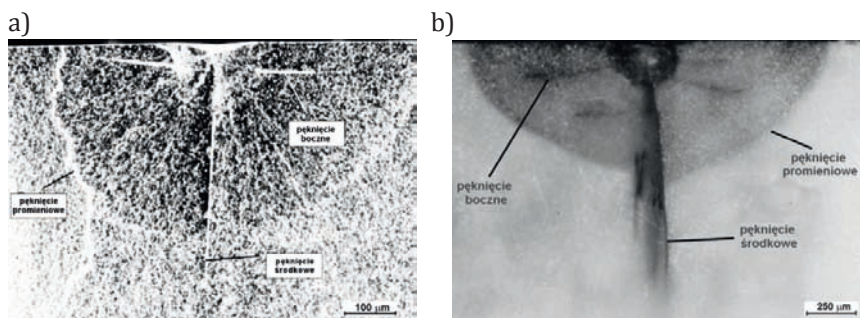
gdzie: l – długość pęknięcia

Badania własne

Badania przeprowadzono na trzech spiekach ceramicznych na bazie tlenku glinu: α - Al_2O_3 i kompozycie ziarnistym z układu Al_2O_3 -10% masy ZrO_2 z dodatkiem ZrO_2 niestabilizowanego (ZrO_2N) i ZrO_2 stabilizowanego 3% mol. Y_2O_3 (ZrO_2S). Do wytworzenia spieków ceramicznych wykorzystano proszkek o zawartości 99,8% masy α - Al_2O_3 o submikronowej wielkości ziarna (poniżej $0,5\ \mu\text{m}$) gatunku A16SG, produkcji ALCOA. Powierzchnia właściwa tlenku glinu zmierzona metodą adsorpcji azotu w temperaturze ciekłego azotu wynosiła $S_{\text{BET}}=4,54\ \text{m}^2/\text{g}$. Technologię otrzymywania tlenku cyrkonu opracowano w Katedrze Ceramiki Specjalnej AGH w Krakowie. Powierzchnia właściwa dla $\text{ZrO}_2\ \text{N}$ wyniosła $S_{\text{BET}}=41,3\ \text{m}^2/\text{g}$, zaś dla $\text{ZrO}_2\ \text{S}$, $S_{\text{BET}}=47,0\ \text{m}^2/\text{g}$. Z proszków z dodatkiem 0,3% masy MgO , wyprasowano w formie stalowej płytki o wymiarach $60,0\times 70,0\times 7,0\ \text{mm}$. Ciśnienie prasowania wynosiło 50 MPa. Płytki prasowano izostatycznie pod ciśnieniem 250 MPa. Próbkę z tlenku glinu oraz kompozytu ziarnistego z układu Al_2O_3 -10% masy ZrO_2 spiekano w atmosferze powietrza. Maksymalna temperatura spiekania wynosiła 1923 K. Odciski twardości przy siłach obciążających wgłębnik powyżej 9,81 N wykonano na spiekach polerowanych przy pomocy uniwersalnego twardościomierza firmy Frankoskop. Kształt pęknięć obserwowano na przełomie próbki przy pomocy mikroskopu skaningowego firmy JEOL typ JSM-644LV oraz częściowo przy pomocy mikroskopu optycznego Neophot 2. Obserwacje mikrostruktury w obszarze oddziaływania wgłębnika twardości Vickersa prowadzono z wykorzystaniem transmisyjnej mikroskopii elektronicznej TEM w Instytucie Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN.

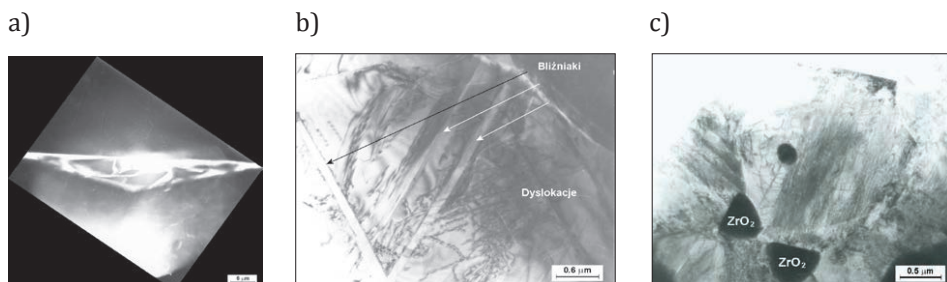
Wyniki badań

Obserwacje przełomu próbek wykonane wzdłuż przekątnej odcisku twardości Vickersa, prowadzone techniką mikroskopii skaningowej, potwierdziły, że w obszarze oddziaływania odcisku twardości tworzą się różnego rodzaju pęknięcia. Przy małych siłach obciążających wgłębnik $P = 9,81\ \text{N}$ (HV1) obserwacja kształtu pęknięcia na przełomie próbki jest znacznie utrudniona. Kształt pęknięć jest dobrze widoczny w spieku α - Al_2O_3 i w kompozycie ziarnistym z układu Al_2O_3 -10% masy ZrO_2 dopiero przy zastosowaniu siły obciążającej wgłębnik $P=294,3\ \text{N}$. W kompozycie ziarnistym z układu Al_2O_3 -10% masy ZrO_2S obserwuje się pęknięcia: środkowe/promieniowe i boczne (rys. 3 a, b).



Rys. 3. Pęknięcia środkowe/promieniowe oraz boczne na przełomie próbek z kompozytu ziarnistego z układu Al_2O_3 -10% masy ZrO_2S przy sile obciążającej wgłębnik twardości Vickersa P : a) 294,3 N; b) 981,0 N

Obserwacje mikrostruktury w obszarze oddziaływania węglownika do pomiaru twardości Vickersa prowadzono na cienkich foliach wycinanych prostopadłe do powierzchni próbki, na której uprzednio wykonano odciski węglownika do pomiaru twardości Vickersa przy sile obciążającej $P=98,1\text{N}$ (rys. 4a).



Rys. 4. Obraz TEM: a) przekroju odcisku węglownika do pomiaru twardości Vickersa w płaszczyźnie działania siły P ; b) splątanych dyslokacji przy znacznym udziale bliźniaków dla Al_2O_3 w obszarze pod wierzchołkiem odcisku; c) dyslokacji dla kompozytu $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{N}$

Badania te pozwoliły stwierdzić, że najsilniejszemu zdefektowaniu podlegały ziarna z obszaru pęknięć środkowych/promieniowych, usytuowane bezpośrednio pod powierzchnią boczną odcisku węglownika twardości. W obszarze tym dominującym elementem jest duża gęstość silnie splątanych dyslokacji (rys. 4 b, c), a źródłem defektów są najczęściej naroża sąsiednich ziaren. Występujące w tym obszarze bliźniaki mogą być udziałem odkształcenia lub efektem rekrytalizacji zachodzącej podczas procesu spiekania. Ziarna ZrO_2 są silnie zdefektowane (ZrO_2 w odmianie jednoskośnej). W obszarach oddalonych od odcisku powyżej jego dwukrotnej głębokości, w ziarnach Al_2O_3 występują pojedyncze dyslokacje, sporadycznie bliźniaki, a zdefektowanie ziaren ZrO_2 nie jest tak silne i obserwuje się ziarna pozbawione charakteru defektu płytkowego, co wskazuje na obecność ZrO_2 w odmianie tetragonalnej.

Wyniki wartości odporności na pękanie, obliczone według wzorów (2, 3) podanych przez Niihare [8], przedstawiono w tabeli 1.

Tab. 1. Wartości odporności na pękanie powierzchniowe uzyskane według wzorów (2, 3)

| Spiek ceramiczny | K_{IC} dla $P=9,81\text{ N}$ [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$] | K_{IC} dla $P=40,09\text{ N}$ [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$] | K_{IC} dla $P=98,1\text{ N}$ [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$] | K_{IC} dla $P=294,3\text{ N}$ [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$] | K_{IC} dla $P=490,5\text{ N}$ [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$] | Wartość średnia K_{IC} [$\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$] |
|--|--|---|--|---|---|--|
| Al_2O_3 | 3,7(0,3)* | 3,71(0,2) | 3,72(0,3) | 3,81(0,1) | 3,81(0,01) | 3,75(0,05) |
| $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{S}$ | 3,69(0,3) | 3,98(0,2) | 4,17(0,1) | 3,93(0,1) | 4,08(0,02) | 3,97(0,2) |
| $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{N}$ | 4,62(0,3) | 4,75(0,3) | 5,00(0,1) | 4,89(0,3) | 4,93(0,04) | 4,842(0,2) |

* liczby w nawiasach odnoszą się do odchylenia standardowego s

Dla najniższej siły obciążającej 9,81 N nie można stosować wzorów, które dotyczą tylko pęknięć środkowych/promieniowych, bowiem dla tych sił obciążających najczęściej występują pęknięcia Palmqvista i otrzymane wyniki są znacznie zawyżone. Dla zastosowanych sił obciążających w zakresie od 9,81 N do 490,5 N

wartości K_{Ic} są zbliżone i porównywalne z wartościami K_{Ic} otrzymanymi w sposób konwencjonalny.

Wnioski

- Wartości odporności na pękanie powierzchniowe obliczone metodą wgłębnikową na podstawie wzoru zaproponowanego przez Niiharę są porównywalne z wartościami odporności na pękanie wyznaczonymi metodą konwencjonalną (zginanie belek z karbem – próbki typu SENB).
- Ze względów użytkowych, biorąc pod uwagę różne techniki wytwarzania ostrego pęknięcia, duże znaczenie ma ocena odporności na pękanie powierzchniowe wyznaczona z pęknięć wywołanych wgłębnikiem Vickersa jako: prosta, szybka, tania i możliwa do realizacji w standardowo wyposażonym laboratorium badawczym, metoda kontroli jakości płytek wielostrzowych ze spieków ceramicznych.

Literatura

- [1] Palmqvist S., *Rißbildungsarbeit bei Vickers-Eindrücken als Maß für die Zähigkeit von Hartmetallen*, Arch. Eisenh., nr 33, 1962, s. 629–634.
- [2] Perrot C.M., *Elastic-plastic indentation hardness and fracture*, Wear, nr 45, 1977, s. 293–309.
- [3] Lawn B., Wilshaw R., *Review. Indentation fracture. Principles and applications*, J. Mat. Sci., nr 10, 1975, s. 1049–1081.
- [4] Olszyna A.R., *Ceramika supertwarda*, Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa 2001.
- [5] McColm I.J., *Ceramic hardness*, Plenum Press, New York 1990.
- [6] Binner J.G.P., Stevens R., *The measurement of toughness by indentation*, Brit. Ceram., nr 83, 1984, s. 168–172.
- [7] Evans A.G., Charles E.A., *Fracture toughness determinations by indentation*, J. Amer. Ceram. Soc.-Discussions and Notes, tom 59, nr 7–8, 1976, s. 371–372.
- [8] Niihara K., Morena R., Hasselman, D.P.H., *Evaluation of K_{Ic} of brittle solid by the indentation method with low crack-to-indent ratios*, J. Mater. Sci. Lett, nr 1, 1982, s. 13–16.

Using of Vickers cracks to measurement of indentation fracture toughness of ceramics

Abstract

Results of research into determination of indentation fracture toughness measurement of advanced ceramics for example of α - Al_2O_3 and Al_2O_3 - ZrO_2 composite has been presented in this work. Indentation fracture toughness has been determined from direct measurement of the crack length, developed from Vickers indent corner along his diagonal as a load function.

Indentation fracture toughness was calculated basis of a formula proposed by Niihara, in accordance with crack shape observed on a specimen cross-section.

Key words: Indentation fracture toughness, Vickers cracks, Alumina, Alumina-zirconia composites

Magdalena Szutkowska
UP – Kraków
Instytut Techniki
Instytut Zaawansowanych Technologii Wytwarzania
Kraków

Jerzy Morgiel
Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN
Kraków