

# BADANIE WŁAŚCIWOŚCI CERAMIKI METODĄ KONTROLOWANEGO ROZWOJU PĘKNIĘĆ VICKERSA

Marek Boniecki

Praca poświęcona jest opracowaniu metody wyznaczania odporności na pękanie opartej na obserwacji mikroskopowej propagacji pęknięć wprowadzonych na powierzchni próbek wgłębnikiem Vickersa. Testy prowadzono na polerowanych jednostronnie belkach z ceramiki korundowej, na których wprowadzono pęknięcia wgłębnikiem Vickersa. Próbki obciążano w układzie zginania czteropunktowego. Zastosowana metoda pozwala na jednoczesne wyznaczenie parametru  $\chi$  charakteryzującego pole naprężeń szczątkowych wokół odcisku Vickersa. Przedstawiono hipotezę wyjaśniającą różnice pomiędzy wynikami uzyskanymi opracowaną metodą, a metodą belki z karbem.

## 1. WSTĘP

Technika wgłębnika Vickersa, w ostatnich latach, jest często stosowana w badaniach procesów kruchego pękania w tworzywach ceramicznych. Jest to spowodowane faktem, że wprowadzane wgłębnikiem Vickersa pęknięcia mają długości porównywalne z tymi jakie mają naturalne wady występujące w materiałach ceramicznych. Pęknięcie o długości  $c$  wyraża równowagę pomiędzy tzw. szczątkowym współczynnikiem intensywności naprężeń  $K_r$ , a odpornością na pękanie materiału  $K_{Ic}$ . Według Anstis'a i innych [1]  $K_r$  można przedstawić jako:

$$K_r = \chi P c^{-1.5} \quad (1)$$

gdzie:  $P$  - obciążenie wgłębnika,

$c = \xi(E/H)^{1/2}$  - współczynnik charakteryzujący pole naprężeń szczątkowych wokół odcisku Vickersa,

$\xi$  - stała kalibracyjna,

$E$  - moduł Younga,

$H$  - twardość.

Wartości współczynnika  $\chi$  wyznaczane na podstawie rozważań teoretycznych [2] i metodami doświadczalnymi [1] (przez podstawianie wartości  $K_{Ic}$  dla danego mate-

---

<sup>1)</sup> Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych  
ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa

riału do wzoru (1)) różnią się między sobą. Kurth i Steinbrech [3] oraz Sglavo i inni [4] zaproponowali metodę obserwacji stabilnie propagującego pęknięcia w trakcie testu na zginanie. Wprowadzonego je wgłębnikiem Vickersa na rozciągającym boku belki. Metoda ta pozwala równocześnie wyznaczać zarówno  $K_{Ic}$  jak i  $\chi$  przy uwzględnieniu kształtu propagującego pęknięcia.

Gdy do próbki z wgnieceniem Vickersa przyłożone jest zewnętrzne naprężenie  $\sigma$  to wtedy sumaryczny współczynnik naprężeń  $K_{tot} = K_r + K_{app}$  można przedstawić w postaci:

$$K_{tot} = \chi P c^{-1.5} + \psi \sigma c^{1/2} \quad (2)$$

gdzie:  $\psi$  - współczynnik geometryczny zależny od kształtu pęknięcia i sposobu obciążenia.

Ponieważ początkowo ze wzrostem  $c$   $K_r$  zmniejsza się bardziej aniżeli rośnie  $K_{app}$ , pęknięcie może powiększać się w sposób stabilny od wielkości początkowej  $c_0$  do krytycznej  $c_m = 2.52c_0$  [5], gdy odporność na pękanie  $K_{Ic}$  nie zmienia się w funkcji długości pęknięcia  $c$ . Ogólnie odpowiada to warunkowi:

$$\frac{dK_{tot}}{dc} \leq \frac{dK_{Ic}}{dc} \quad (3)$$

gdy  $K_{Ic}$  jest stałe w funkcji  $c$  to wyrażenie (3) jest mniejsze lub równe zero. Prowadząc pomiar  $c$  w przedziale  $c_0$  do  $c_m$  w funkcji przyłożonego naprężenia można wyznaczyć jednocześnie  $\chi$  i  $K_{Ic}$ . Równanie (2) można przekształcić do postaci [4]:

$$\psi \sigma c^2 / P = K_{Ic} c^{1.5} / P - \chi \quad (4)$$

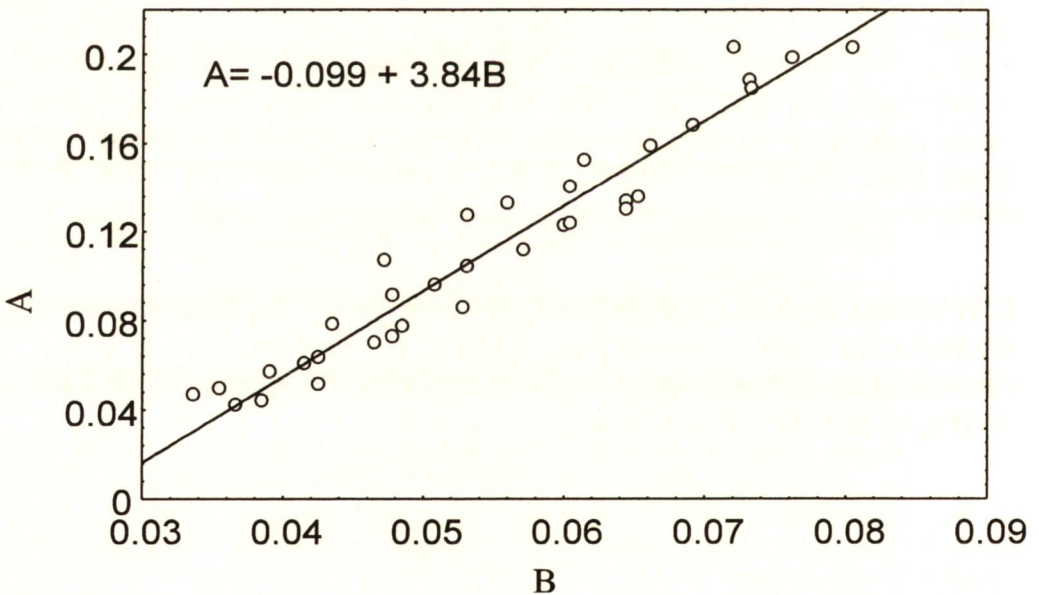
Wyrażenia  $A = \psi \sigma c^2 / P$  oraz  $B = c^{1.5} / P$  wyznacza się eksperymentalnie. Przedstawienie wielkości  $A$  w funkcji  $B$  pozwala wyznaczyć  $K_{Ic}$  z nachylenia prostej prowadzonej przez punkty doświadczalne, a  $\chi$  jako punkt przecięcia tej prostej z osią rzędnych.

## 2. WYZNACZANIE ODPORNOŚCI NA PĘKANIE $K_{Ic}$ ORAZ WSPÓŁCZYNNIKA NAPRĘŻEŃ RESIDUALNYCH $\chi$ NA PRÓBKACH Z PĘKNIĘCIAMI WSTĘPNYMI WPROWADZONYMI WGŁĘBNIKIEM VICKERSA

$K_{Ic}$  i  $\chi$  wyznaczano na pięciu próbkach z ceramiki korundowej o zawartości około 99.5%  $Al_2O_3$  (resztę składu stanowił:  $MgO$  - 0.2% oraz  $Y_2O_3$  - 0.25%) i wypalanej w piecu gazowym Bricesco w 2000 K przez 6 h [6]. Otrzymano tworzywo o średniej wielkości ziaren 3.9  $\mu m$ . Próbki miały kształt belek o wymiarach 3 x 4 x 45 mm. Próbki te następnie polerowano z jednego boku do gładkości optycznej umożliwiającej precyzyjną obserwację pęknięcia wprowadzonego wgłębnikiem Vic-



kersa. Pośrodku wypolerowanej powierzchni próbek wykonywano wgłębnikiem Vickersa trzy oddalone od siebie o 2 mm wgniecenia przy obciążeniu  $P = 100$  N w ten sposób, żeby jedna para pęknięć była prostopadła do krawędzi belki, a druga równoległa. Obciążenie przykładano za pomocą maszyny wytrzymałościowej z szybkością 0.05 mm/min, przytrzymywano przy maksymalnej sile przez 10 s, a następnie odciążano z prędkością 10 mm/min. Tak przygotowane próbki obciążano stopniowo w teście na zginanie czteropunktowe przy rozstawie 40 mm podpór dolnych, a górnych rolek naciskających 20 mm za pomocą maszyny wytrzymałościowej, aż do momentu w którym jedno z pęknięć Vickersa rozwinęło się gwałtownie, prowadząc do zniszczenia próbki. Próbki układano tak, żeby wypolerowana powierzchnia z wgnieceniami podlegała rozciąganiu, a same wgniecenia znajdowały się pomiędzy rolkami naciskającymi. Test prowadzono w ten sposób, że do próbki przykładano początkowo obciążenie stanowiące około 50% przewidywanego obciążenia zniszczenia z szybkością 1 mm/min. Po odjęciu obciążenia z szybkością 10 mm/min próbkę przenoszono pod mikroskop optyczny Neophot 2, gdzie mierzono długości pęknięć prostopadłych do krawędzi belek. Po powtórnym umieszczeniu próbki w uchwycie na zginanie obciążano ją siłą większą o 25 N niż poprzednio i cały cykl pomiarowy powtarzano jak to opisano powyżej. Po złamaniu próbki, do obliczeń brano pod uwagę pomiary długości pęknięć, które doprowadziły do zniszczenia. Powyższą procedurę pomiarową powtórzono dla pęknięć wprowadzonych wgłębnikiem Vickersa przy obciążeniu  $P = 50$  N. Wykorzystano w tym celu połówki próbek



Rys.1. Zależność (4) we współrzędnych  $A = \psi\sigma^2/P$  oraz  $B = c^{1.5}/P$

Fig.1. Plot of  $A = \psi\sigma^2/P$  as a function of  $B = c^{1.5}/P$  for Eq. (4)

opisanych wyżej. Obciążano je na uchwycie do zginania czteropunktowego o rozstawie zewnętrznym 20 i wewnętrznym 10 mm.

Punkty pomiarowe dla obydwu obciążeń wgłębnika Vickersa przedstawiono we współrzędnych A i B ( $A = \psi\sigma c^2/P$  oraz  $B = c^{1.5}/P$ , wzór (4)) na rys. 1. W obliczeniach uwzględniono zależność parametru  $\psi$  od długości pęknięcia  $c$  (mierzonej na powierzchni próbki) wyprowadzoną w [7,8] przy założeniu, że przekrój poprzeczny pęknięcia jest elipsą tzn.  $e = a/c < 1$  gdzie  $a$  oznacza głębokość pęknięcia.

$$\psi = 1.29 \frac{1.71e - 0.138e^2}{\sqrt{1 + 1.464e^{1.65}}} \quad (5)$$

dla  $e = 1$ ,  $\psi = 1.29$ .

Wartość  $e$  można wyliczyć z zależności (6) z [9]:

$$e = 0.826 - 1.486 (a/h), \quad (6)$$

gdzie  $h$  - grubość próbki.

Zależność (6) jest słuszna dla  $a/h < 0.2$ . Sglavo i inni [4] mierzyli  $a$  w ceramice korundowej (90%  $Al_2O_3$ ) zabarwiając pęknięcie Vickersa przed złamaniem próbki. Podane przez nich dane spełniają zależność (6).

Wyliczona z wykresu na rys.1 wartość  $K_{Ic} = 3.84 \text{ MPam}^{1/2}$ , a  $\chi = 0.099$ .

Ze względu na planowane pomiary w podwyższonej temperaturze wykonano test polegający na sprawdzeniu przy jakiej temperaturze współczynnik  $\chi = 0$ . W pracy Sglavo i innych [4] w celu usunięcia naprężeń szczątkowych wokół wgniecenia wgłębnikiem Vickersa na próbkach z ceramiki korundowej o zawartości 90%  $Al_2O_3$  i 10% fazy szklistej wygrzewano je w temperaturze 1000°C przez 2 h. Wysłunięto przypuszczenie, że dla ceramiki korundowej o zawartości ponad 99%  $Al_2O_3$  należy zastosować wyższą temperaturę. Pięć próbek napunktowano na wypolerowanej powierzchni wgłębnikiem Vickersa siłą 100 N, a następnie wygrzewano w powietrzu w temperaturze 1200°C przez 2 h. Po wyjęciu z pieca na próbkach mierzono długość pęknięć, a następnie obciążano je w układzie zginania czteropunktowego, aż do zniszczenia.  $K_{Ic}$  liczone ze wzoru  $K_{Ic} = \psi\sigma_c c_0^{1/2}$ , gdzie  $\sigma_c$  oznacza naprężenie zniszczenia, a  $c_0$  zmierzona długość pęknięć zakładając, że współczynnik  $\chi = 0$  (wzór (2)). Zmierzona w ten sposób wartość  $K_{Ic} = 3.88 \pm 0.21 \text{ MPam}^{1/2}$  i jest porównywalna z otrzymaną z rys.1. Analogiczny test dla temperatury 1100°C wykazał występowanie naprężeń szczątkowych wokół odcisku. Przeprowadzony test ma duże znaczenie praktyczne dla planowanych w przyszłości badań w funkcji temperatury (do 1100°C) próbek z kontrolowaną wadą wprowadzaną wgłębnikiem Vickersa. Przystępując do tych badań należy wiedzieć jaka jest wartość  $\chi$  w danej temperaturze. Z badań przeprowadzonych w pracach [3,4] wynika, że w miarę wzrostu temperatury  $\chi$  maleje aż do zera. Jeśli przed pomiarami wytrzymałości próbki z wadami Vickersa zostaną wygrzane w temperaturze, w której znikają naprężenia szczątkowe ( $\chi = 0$ ) to wtedy ze wzoru (2) można wyznaczyć  $K_{Ic}$  w funkcji długości pęknięcia w różnych temperaturach, mierząc, dłu-



gość pęknięcia wstępnego  $c_0$  i naprężenie krytyczne  $\sigma_c$ .

### 3. DYSKUSJA WYNIKÓW POMIARÓW I BADAŃ

Wartości  $K_{Ic}$  i  $\chi$  otrzymane dla badanej ceramiki korundowej porównano z danymi własnymi otrzymanymi innymi metodami i z danymi literaturowymi.  $K_{Ic}$  zmierzono na belkach z karbem metodą zginania trójpunktowego, a do liczenia zastosowano wzór Fetta i Munza [10]. Otrzymana wartość  $K_{Ic} = 3,70 \pm 0,08$  jest mniejsza od wyliczonej z wykresu na rys.1. Z kolei wartość  $\chi = 0,099$  jest zgodna z danymi literaturowymi (w [4]  $\chi = 0,10 \pm 0,01$  dla ceramiki zawierającej 90%  $Al_2O_3$  i 10% fazy szklistej), a wartości  $K_{Ic}$  otrzymane z interpolacji danych (rys.1) oraz z pomiarów wytrzymałości próbek wygrzewanych są prawie równe. Jak widać bardziej wiarygodna jest wartość  $K_{Ic}$  zmierzona z zastosowaniem węgelnika Vickersa. Zanizona wartość  $K_{Ic}$  uzyskana na belce z karbem może brać się stąd, że w obliczeniach przyjmuje się zbyt małą wartość długości pęknięcia krytycznego, zakładając, że jest ona równa głębokości karbu, ale w trakcie przykładania obciążenia z wierzchołka karbu mogą się rozwijać pęknięcia podkrytyczne. Przypuszczenia te potwierdza fakt, że wstawienie do wzoru Fetta i Munza [10] długości pęknięcia większej o  $\sim 0,05$  mm, niż zmierzona głębokość karbu powoduje, że wyliczona wartość  $K_{Ic}$  wynosi ok.  $3,82 \text{ MPam}^{1/2}$ . Jest to tyle samo ile otrzymano z zastosowaniem węgelnika Vickersa. Trzeba w tym miejscu zauważyć, że oprócz wzoru Fetta i Munza [10] do obliczania  $K_{Ic}$  dla belki z karbem stosowane są jeszcze następujące wzory: Evansa [11] oraz ASTM E399-90. Obydwa dają wartości mniejsze od wzoru Fetta i Munza [10]. W omawianym przypadku otrzymujemy odpowiednio wartości  $3,47$  wg [11] i  $3,56 \text{ MPam}^{1/2}$  wg ASTM.  $K_{Ic}$  policzono również z pomiarów długości pęknięć Vickersa przed próbą obciążania, wykorzystując wzór (1) i wartość  $\chi = 0,099$  (rys.1). Otrzymano wartość  $K_{Ic} = 3,16 \text{ MPam}^{1/2}$  znacznie mniejszą od uzyskanych innymi metodami. Jest to spowodowane faktem, że zaraz po nagnieceniu węgelnikiem Vickersa pod wpływem szczątkowego naprężenia i wilgoci, w otoczeniu następuje rozwój pęknięć podkrytycznych. Wynikiem czego zmierzone pod mikroskopem długości pęknięć są zawyżone [1]. Z tego też powodu na rys.1 nie uwzględniono punktów doświadczalnych dla  $\sigma = 0$ . Przedstawione dane wskazują na to, że aktualnie nie dysponujemy metodą, której wyniki nie byłyby obciążone czynnikami pozostającymi poza kontrolą eksperymentatora, takimi jak: rozwój pęknięć podkrytycznych, stan wierzchołka karbu i itp. Opracowana metoda częściowo unika tych niekontrolowanych czynników, uśredniając przy tym po wielu punktach pomiarowych, przy stosunkowo niewielkiej liczbie użytych próbek.

## 4. WNIOSKI KOŃCOWE

Praca dotyczy doskonalenia metody pomiarów odporności na pękanie z użyciem węgelnika Vickersa z myślą o zastosowaniu ich w przyszłości do pomiarów w podwyższonej temperaturze. Przeprowadzone próby wykazały, że zastosowana metoda obserwacji propagacji pęknięcia w funkcji przykładanego obciążenia daje dobre rezultaty pozwalając jednocześnie wyznaczyć  $K_{Ic}$  oraz współczynnik  $\chi$  charakteryzujący naprężenia szczątkowe związane z odciskiem Vickersa. Zaobserwowane rozbieżności wyników pomiędzy ww. metodą, a metodą belki z karbem dają się wyjaśnić niedoskonałością tej ostatniej. Aby wynik otrzymany na belce z karbem był wiarygodny należy zastosować dużą szybkość przykładania obciążenia w celu zminimalizowania efektu rozchodzenia się pęknięć podkrytycznych, co wymaga jednak zastosowania specjalnej aparatury do rejestrowania bardzo szybkich przebiegów obciążenia. Okazuje się też, że zaniżone wyniki  $K_{Ic}$  otrzymuje się na podstawie pomiarów długości pęknięć po nagnieceniu próbki węgelnikiem Vickersa. Jest to spowodowane rozwojem pęknięć podkrytycznych w czasie pomiędzy próbą, a pomiarem pod mikroskopem. Przeprowadzanie pomiaru długości pęknięć natychmiast po próbie nagniatania byłoby rozwiązaniem, które wymagałoby umieszczenia mikroskopu na maszynie wytrzymałościowej.

Przeprowadzono, również udaną próbę usuwania naprężeń szczątkowych wprowadzonych węgelnikiem Vickersa przez wygrzewanie próbek w temperaturze 1200°C przez 2 h. Pomiary wytrzymałości na wygrzewanych próbkach pozwoliły również na wyznaczenie wartości  $K_{Ic}$ . Wyniki te były zgodne z otrzymanymi wcześniej przez interpolację liniową danych, uzyskanych przez obserwację rozwoju pęknięć, w funkcji przyłożonego obciążenia.

## BIBLIOGRAFIA

- [1] 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
- [2] Chiang S.S., Marshall D.B., Evans A.G.: The response of solids to elastic/plastic indentation. I. Stresses and residual stresses. *J.Appl.Phys.*, 53, 1982, 1, 298-317
- [3] Kurth R., Steinbrech R.W.: Influence of annealing on residual stress intensity of indentation cracks in  $Si_3N_4$ . *Fourth Euro-Ceramics*. 3, 1995, 219-226
- [4] Sglavo V.M., Melandri C., Guicciardi S., De Portu G., Dal Maschio R.: Determination of fracture toughness in fine-grained alumina with glassy phase by controlled indentation-induced cracks at room and high temperature, *ibid.*, 99-106



- [5] Boniecki M.: Wyznaczanie odporności na pękanie ceramiki korundowej i korundowo-cyrkonowej metodą wprowadzania kontrolowanych pęknięć wstępnych wgłębnikiem Vickersa. *Materiały Elektroniczne* 22, 1994, 3, 34-51
- [6] Librant Z., Boniecki M., Rečko W.: Badania degradacji właściwości mechanicznych ceramiki konstrukcyjnej  $Al_2O_3$  i  $Al_2O_3-ZrO_2$  w warunkach korozji w wysokich temperaturach. Sprawozdanie końcowe z realizacji projektu badawczego nr 7 7317 92 03
- [7] Newman C., Raju I.S.: An empirical stress-intensity factor equation for the surface crack. *Eng.Fract.Mech.*, 15, 1981, 1-2, 185-92
- [8] Smith S.M., Scattergood R.O.: Crack-shape effects for indentation fracture toughness measurements. *J.Am.Ceram.Soc.*, 75, 1992, 2, 305-15
- [9] Krause R.F.: Flat and rising R-curves for elliptical surface cracks from indentation and superposed flexure. *ibid.*, 77, 1994, 1, 172-78
- [10] Fett T., Munz D.: Subcritical crack growth of macrocracks in alumina with R-curve behavior. *ibid.*, 75, 1992, 4, 958-63
- [11] Evans A.G.: Fracture mechanics determination. *Fracture Mechanics of Ceramics*. 1, 1974, 17-48

## SUMMARY

### FRACTURE TOUGHNESS DETERMINATION FOR CERAMICS BY THE CONTROLLED PROPAGATION OF INDENTATION CRACKS

The paper is devoted to the methodology of toughness obtaining with aid of Vickers pyramid.

Bend, alumina bars were mirror polished on the prospective tensile surface and next were precracked using Vickers pyramid. The indented samples were loaded stepwise in a 4 point bending apparatus. After unloading the microscopic observations of crack growth were made. The test allowed to obtain simultaneously fracture toughness and a residual stress parameter  $\chi$ . The obtained results were consistent with the literature data.

## КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТРЕЩИНОСТОЙКОСТИ КЕРАМИКИ МЕТОДОМ КОНТРОЛИРОВАННОГО РАЗВИТИЯ ТРЕЩИН ВИККЕРСА

В статье описан метод определения трещиностойкости основанный на наблюдению с помощью микроскопа последовательных этапов развития трещин, вводимых индентором Виккерса на поверхность образцов. Тесты проводились на односторонне полированных балках из корундовой керамики на поверхность которых вводили трещины индентором Виккерса. Образцы нагружали в системе четырёхточечного изгиба. Применённый метод позволил на одновременное определение параметра  $\chi$  характеризующего поле остаточных напряжений иокруг отпечатка Виккерса. Полученные результаты совпали с литературными данными.