OŚRODEK Naukowo-Produkcyjny Materiałów Półprzewodnikowych Warszawa

PRACE ON PMP

BADANIA WŁASNOŚCI MECHANICZNYCH Materiałów ceramicznych



OŚRODEK NAUKOWO-PRODUKCYJNY MATERIAŁÓW PÓŁPRZEWODNIKOWYCH

Andrzej Cieślawski, Tadeusz Drożdż

BADANIA WŁASNOŚCI MECHANICZNYCH MATERIAŁÓW CERAMICZNYCH

WYDAWNICTWA PRZEMYSŁU MASZYNOWEGO "WEMA"

http://rcin.org.pl

KOLEGIUM REDAKCYJNE

Redaktor Naczelny: Bolesław Jakowlew Z-ca Redaktora Naczelnego: Paweł Drzewiecki

Redaktorzy Działowi: Jan Bekisz Bohdan Ciszewski Zenon Horubała Andrzej Hruban Czesław Jaworski Edward Szabelski Andrzej Taczanowski Władysław Włosiński

Sekretarz Redakcji: Katarzyna Adamiak-Lenartowicz

Adres Redakcji: ul. Konstruktorska 6, 02–673 Warszawa tel. 43–74–61, 43–54–24

http://rcin.org.pl

WSTĘP

Konieczność ciągłego udoskonalania materiałów ceramicznych stosowanych w przemyśle elektronicznym wymaga opracowania i stosowania efektywnych metod umożliwiających określenie własności materiału zarówno dla celów badawczych, jak i kontroli jakości. Własności mechaniczne są w ocenie materiału ceramicznego równie ważne jak jego parametry elektryczne. Stanowią one kryterium przydatności nowych tworzyw wdrażanych do produkcji, warunkują możliwości stosowania materiału w określonym wyrobie gotowym; są one również sprawdzianem jakości produkowanych materiałów. Znajomość własności wytrzymałościowych oraz stałych sprężystości jest niezbędna przy projektowaniu wyrobów gotowych z materiałów ceramicznych, jak również pomaga we właściwym doborze parametrów technologicznych, np. czasu i temperatury spiekania ceramiki.

Badania własności mechanicznych ceramiki różnią się znacznie od podobnych badań przeprowadzanych dla metali. Wynika to ze specyficznych własności, przede wszystkim kruchości ceramiki. Stąd jest niezbędne opracowanie metodyki tych badań specjalnie dla materiałów ceramicznych.

Problemom tym poświęcono niniejszą pracę.

Własności mechaniczne materiału obejmują zarówno własności wytrzymałościowe określające naprężenia, przy których następuje zniszczenie materiału, jak również własności sprężyste, określające zależność naprężenia – odkształcenia, charakterystyczną dla danego materiału w zakresie stosowalności prawa Hooka. Własności wytrzymałościowe uzyskuje się z badań niszczących, podczas gdy własności sprężyste materiału mogą być określone z badań nieniszczących.

Celem pracy było omówienie metody badań oraz opracowanie metodyki określania własności mechanicznych materiałów ceramicznych. Na podstawie krytycznej analizy dotychczas stosowanych metod zaproponowano najwłaściwsze metody badawcze, ustalono kształty i wymiary próbek, wytypowano urządzenia oraz oprzyrządowanie niezbędne do prowadzenia prób. Zamierzono ustalić zakres badań własności mechanicznych niezbędnych w przypadku opracowania nowego tworzywa ceramicznego oraz w przypadku kontroli jakości ceramiki już wdrożonej do produkcji.

Niniejsza praca obejmuje zarówno niszczące badania wytrzymałościowe jak i nieniszczące próby określenia stałych sprężystości materiału.

1. BADANIA WYTRZYMAŁOŚCIOWE CERAMIKI

1.1. Próba rozciągania ceramiki

Próba rozciągania jest analitycznie najprostszą ze stosowanych prób wytrzymałościowych. Teoretycznie osiowo przyłożona siła, powoduje naprężenia rozciągające oraz odkształcenia jednakowe na całym przekroju poprzecznym próbki, równe gdzie: F – przyłożona siła, A – przekrój próbki.

Chociaż próba ta jest bardzo łatwa do analizy, w przypadku ceramiki jej prawidłowe przygotowanie i przeprowadzenie nastręcza wiele trudności. Ceramika jako materiał kruchy jest wrażliwa na dodatkowe naprężenia zginające, pojawiające się przy nieosiowym zamocowaniu próbki.

 $\beta = \frac{F}{\Lambda}$

Momenty gnące, pojawiające się przy nieosiowym przyłożeniu siły w próbie rozciągania, zakłócają jednorodny, teoretyczny stan naprężenia. Brak odkształceń plastycznych ceramiki, koniecznych do złagodzenia i wyrównania nadwyżki dodatkowych naprężeń, prowadzi do wcześniejszego zerwania próbki [1]. Uzyskane wyniki próby na rozciąganie ceramiki są obarczone często przez to poważnym, trudnym jednak do ilościowej oceny, błędem. Na rysunku 1 przedstawiono rozkład naprężeń i odkształceń w przypadku osiowego /linia przerywana/ i nieosiowego /linia ciągła/ obciążenia próbki siłą F.





W przypadku nieosiowego obciążenia naprężenie jest równe

$$\vec{C} = \frac{F}{A} + \frac{F \cdot e \cdot x}{I}, \qquad (2)$$

gdzie:

4

- F siła obciążająca,
- A pole przekroju poprzecznego,
- moment bezwładności przekroju poprzecznego,
- e mimoosiowość obciążenia,
- x odległość od osi.

Dla przekroju kołowego próbki o średnicy d maksymalne naprężenie przy obciążeniu nieosiowym siłą F wynosi [1]

$$\vec{6} \max = \frac{F}{A} / 1 + \frac{8e}{d} / . \tag{3}$$

Przy założeniu, że nieosiowość obciążenia jest niezależna od średnicy próbki, błąd wynikający z nieosiowości obciążenia jest mniejszy dla próbek o większej średnicy.

Nieosiowe obciążenie w próbie rozciągania może być spowodowane zarówno niedokładnością maszyny wytrzymałościowej i oprzyrządowania jak i nieprawidłową geometrią próbki. Na rysunku 2 przedstawiono źródła nieprawidłowego obciążenia podczas próby rozciągania.



Rys. 2. Przyczyny odstępstw od teoretycznego rozkładu naprężeń w rozciąganej próbce: /a/ obciążenie nieosiowe, /b/ obciążenie przyłożone ukośnie, /c/ dodatkowy moment gnący, /d/ skrzywiona próbka, /e/ dodatkowy moment skręcający

Do próby rozciągania stosuje się próbki o kształcie w maksymalnym stopniu zmniejszającym możliwość koncentracji naprężeń przy przejściu między częścią próbki, która jest mocowana w uchwycie, a wąską szyjką, w której jest przewidywane zerwanie. W tablicy 1 przedstawiono kształty próbek oraz podstawowe parametry próby rozciągania ceramiki zalecane przez normy Polski, NRD, NRF [2] - [4].

Dużym problemem w próbie rozciągania ceramiki jest częste pękanie próbki w szczękach. Przyczyną tego pękania jest najczęściej niedokładność powierzchni lub kształtu próbki.

KSZTAŁTY I WYMIARY PRÓBEK DO PROBY ROZCIĄGANIA CERAMIKI, ZALE-CANE PRZEZ NORMY ROŻNYCH KRAJOW

Norma	Kształty i wymiary próbek	Warunki próby
PN-69/E-C6307	20 -	Między uchwytem a powierzchnią próbki mocuje się przekładki z materiału elastycz- nego /skóry lub tworzywa sztucznego/ o gru- bości ok. 3 mm. Prędkość przyrostu obciążenia 30±40 kG/s. Za wynik oznaczenia przyjmuje się średnią arytmetyczną wyników co najmniej 8 pomia- rów.
TGL 20469	Kształt i wy– miary próbki identyczne jak PN–69/E–06307	Między uchwytami a powierzchnią próbki mocuje się przekładki ze skóry o grubości 2 mm. Prędkość przyrostu obciążenia 30±40 kG/s. Za wynik oznaczenia przyjmuje się średnią arytmetyczną wyników co najmniej 5 pomia- rów.
DIN 40685	550 Sta	Prędkość przyrostu obciążenia ok. 30÷40 kG/ Za wynik oznaczenia przyjmuje się średnią arytmetyczną co najmniej 5 pomiarów.

Wskutek tych niedokładności występuje spiętrzenie naprężeń prowadzące do zniszczenia; dla ich kompensacji między wewnętrzną powierzchnię szczęki a część próbki mocuje się wkładki, najczęściej z miękkiej skóry lub teflonu. Mocowanie próbek bezpośrednio w uchwycie stalowym powoduje prawie zawsze pękanie próbki w szczękach [5].

Gibas [6] stosował do próby rozciągania ceramiki alundowej próbki płaskie, uzyskane drogą prasowania. Nie podaje on jednak opisu oprzyrządowania, techniki próby ani kształtu próbek użytych do badań.

Jak wynika z powyższych uwag przeprowadzenie próby rozciągania ceramiki jest trudne do realizacji, wymaga bowiem bardzo starannego przygotowania próbek o kształtach dość trudnych do wykonania w żądanych tolerancjach. Próba rozciągania ceramiki stawia też wysokie wymagania maszynie wytrzymałościowej i oprzyrządowaniu używanemu do jej przeprowadzania. Niewielkie nawet uchybienia w osiowości obciążenia próbki prowadzą do niepowodzenia próby lub są powodem błędnych wyników. Nieosiowość obciążenia jest dość trudna do wykrycia; bywa często przeoczana w analizie wyników. Może to powodować dużą rozbieżność między rzeczywistą a obliczoną wytrzymałością materiału.

1.2. Próba ściskania ceramiki

Ceramika, podobnie jak inne materiały kruche, odznacza się najwyższą wytrzymałością na naprężenia ściskające [11] . Stąd siły obciążające w niszczącej próbie ściskania ceramiki są największe w porównaniu z innymi próbami wytrzymałościowymi. Wytrzymałość na ściskanie oblicza się ze wzoru

$$R_s = \frac{Fs}{S}$$
,

gdzie: F - obcigżenie niszczące przy ściskaniu

S - pole przekroju próbki

Wymiary próbek zalecane przez normy polską [2] i zagraniczne [3], [8] - [10] zestawione w tapl. 2. Tablica 2

KSZTAŁTY	I WYWIARY	PROBEK	DO PRÓBY	SCISKANIA	CERAMIKI,	ZALECA-
NE PRZEZ	NORMY RO	ŻNYCH	KRAJÓW			

Norma	Kształt i wymiary próbek	Warunki próby
PN-69/E-06307	Walec Ø 25x?5 Walec Ø 15x15	Prędkość przyrostu obciążenia 300‡400 kG/s. Za wynik oznaczenia przyjmuje się średnią arytmetyczną wyników co najmniej 5 pomiarów.
BS 1398	Walec ø 16±2x x16±2 Walec ø 20±2x x20±2	Za wynik oznaczenia przyjmuje się śred- nią arytmetyczną wyników co najmniej 6 pomiarów.
DIN 40685	Walec ø 25x25 Walec ø 10x10	Prędkość przyrostu obciążenia 300±400 kG/s. Za wynik oznaczenia przyjmuje się średnią arytmetyczną wyników co najmniej 5 pomiarów.
ASTM C 528-63T	Walec ∅ 6,35x12,7	Za wynik oznaczenia przyjmuje się śred- nią arytmetyczną wyników co najmniej 10 pomiarów.
ASTM C773-74	Walec-wymiary za- leżne od spodziewa- nej wytrzymałości, siła niszcząca po- winna wynosić ok. £0% maks. obciąże- nia realizowanego przez maszynę. Stosunek wysokości walca do średnicy 2:1	Za wynik oznaczenia przyjmuje się śred- nią arytmetyczną wyników co najmniej 10 pomiarów

(4)

Największym problemem w próbie ściskania ceramiki jest przeciwdziałanie miejscowym spiętrzeniom naprężeń, wynikającym z nierównomiernego przylegania czołowych powierzchni próbek do talerzyków przenoszących obciążenie. Stąd wąskie tolerancje równoległości powierzchni czołowych próbek i ich prostopadłości w stosunku do osi.

Wysokie wymagania są stawiane odnośnie do wykończenia powierzchni czołowych próbek. Powierzchnie te nie mogą wykazywać żadnych skaz, pęknięć i szczelin i powinny być szlifowane. Polska norma próby ściskania ceramiki zaleca również stosowanie między talerzykiem obciążającym a powierzchnią czołową próbki podkładek kartonowych /o grubości 0,2 ± 0,4 mm/. Spełniają one podobną funkcję jak wkładki do szczęk w próbie rozciągania ceramiki, tzn. kompensują pewne niedokładności powierzchni. Powierzchnie talerzyków przenoszących obciążenie na próbkę muszą być również szlifowane i odznaczać się wystarczającą twardością. Według amerykańskiej normy [9] twardość talerzyków kontaktowych powinna wynosić 60 HRC.

W trakcie obciążenia próbki należy zanotować siłę, przy której następuje pierwsze pęknięcie próbki; charakteryzuje się ono lekkim trzaskiem. Przy dostatecznie równoległym doszlifowaniu podstaw próbek różnica między obciążeniem, przy którym powstaje pierwsze pęknięcie a obciążeniem niszczącym nie powinna przekraczać 5% [2].

1.3. Próba zginania ceramiki

Trudności związane z prawidłową realizacją próby rozciągania powodują, że w przypadku ceramiki powszechnie stosuje się wywoływanie naprężeń rozciągających metodą pośrednią, najczęściej przez zginanie ceramiki [1], [11], [12].

Zginanie ceramiki przeprowadza się według dwóch schematów obciążenia, przy czym rozróżniamy zginanie 3-punktowe i 4-punktowe [12], [13]. Schematy obciążeń, wykresy momentów gnących oraz sił tnących dla obu rodzajów zginania zostały przedstawione na rys. 3.

Rozkład naprężeń i odkształceń wzdłuż przekroju próbki pokazano na rys. 4.

Maksymalne naprężenia występują w częściach najbardziej oddalonych od osi obojętnej próbki. Są to z jednej strony naprężenia rozciągające, z drugiej zaś ściskające.

Decydujący wpływ na zniszczenie przy zginaniu ceramiki mają naprężenia rozciągające, gdyż wytrzymałość na ściskanie ceramiki wielokrotnie przewyższa wytrzymałość na rozciąganie. Naprężenie maksymalne w punkcie, gdzie działa moment gnący, wyraża się wzorem

$$\widetilde{O} \max = \frac{M \mathbf{x} \cdot \mathbf{d}}{2 \cdot \mathbf{l}}, \qquad ($$

5)

gdzie: d - średnica lub wysokość próbki,

1 - moment bezwładności przekroju próbki.

Poniżej omówiono niektóre czynniki mające wpływ na wyniki uzyskiwane z próby zginania ceramiki. W czasie przeprowadzania próby zginania, na skutek odkształcenia próbki, pojawiają się siły tarcia jako wynik oddziaływania: "próbka – stempel obciążający" i "próbka – podpora" [1], [12]. Schemat działania tych sił przedstawiono na rys. 5.

Momenty sił tarcia mają przeciwny znak niż momenty wynikające z obciążenia próbki siłą zewnętrzną.

Newnham [12] podaje, że średnia doraźna wytrzymałość na zginanie materiału ceramicznego, na którym przeprowadził badania wg schematu obciążenia 4-punktowego, była o 13% wyższa w przypadku podpór i stempli nieruchomych, niż w przypadku zastosowania jako podpór obrotowych rolek.







Rys. 4. Rozkład naprężeń i odkształceń w zginanej próbce

Istotny wpływ na uzyskiwane wyniki z próby zginania ceramiki ma dokładność rozmieszczenia stempli i podpór [1] . W przypadku 4-punktowego zginania niesymetryczne rozmieszczenie stempli obciążających powoduje, że moment gnący między nimi nie jest stały, lecz zmienia się liniowo. Poniewoż działający moment siły jest wprost

http://rcin.org.pl

9

proporcjonalny do wielkości (a) /odległość między podporą a stemplem/, stąd względny błąd $\frac{\Delta a}{a}$ powoduje względny przyrost momentu $\frac{\Delta M}{M}$.



Rys. 5. Schemat działania sił tarcia "próbka-podpora" i "próbka-stempel obciążający" w czasie próby zginania

Ponieważ błąd 🛆 a umieszczenia stempla jest zwykle niezależny od wielkości (a), stąd zaleca się, aby wielkość (a) była maksymalnie duża /w celu zminimalizowania

AM /.

Marshall i Rudnick [1], analizując czynniki wpływające na wyniki wytrzymałości na rozciąganie i zginanie ceramiki, zauważyli, że w przypadku rozciągania ceramiki dodatkowe naprężenie jest wynikiem nieidealnego stanu obciążenia /przede wszystkim nieosiowości/ i dodaje się do naprężeń rozciągających, wynikających z działania siły zewnętrznej i w przypadku zaś zginania niektóre czynniki zakłócające teoretyczny stan naprężeń /np. siły tarcia/ częściowo kompensują naprężenia pochodzące od obciążenia zewnętrznego. Jest to prawdopodobnie jedna z przyczyn na skutek których wytrzymałość na zginanie materiału ceramicznego jest zwykle 1,5 do 2 razy wyższa niż wytrzymałość na rozciąganie. Marshall i Rudnick [1] zauważyli, że różnica między wartościami wytrzymałości na rozciąganie i zginanie ceramiki zmniejsza się w miarę, gdy próby są przeprowadzane z większą dokładnością. Potwierdza to ich wcześniej postawioną tezę. W tablicy 3 przedstawiono kształty i wymiary próbek oraz warunki próby na zginanie ceramiki zalecane przez normy różnych krajów [2], [3], [14], [15].

Z tablicy 3 wynika, że kształty próbek do zginania ceramiki, zalecane przez Polską Normę, są identyczne z proponowanymi przez normy niemieckie DIN i TGL. Normy GOST oraz BS dopuszczają do badań również próbki ceramiczne o przekroju kwadratowym. Należy zauważyć, że wszystkie przedstawione w tabl. 3 normy zalecają badania wytrzymałości na zginanie na próbkach o przekroju kołowym. W związku z tym do badań w ramach niniejszej pracy przyjęto próbki o przekroju kołowym w celu ułatwienia ewentualnego porównania z wynikami badań przeprowadzonymi zgodnie z wyżej przedstawionymi normami.

KSZTAŁTY I WYMIARY PRÓBEK DO PRÓBY ZGINANIA CERAMIKI, ZALECA-NE PRZEZ NORMY RÓŻNYCH KRAJÓW

Norma	Kształt i wymiary próbek	Warunki próby
PN-69/E-06307		Zginanie wg schematu 3-punk- towego. Rozstaw podpór-5 cm. Prędkość przyrostu obciążenia 5 kG/s. Za wynik oznaczenia przyjmuje się średnią arytmetyczną wyników co najmniej 8 pomiarów.
DIN 40685		Zginanie wg schematu 3-punk- towego. Rozstaw podpór -10 cm. Prędkość przyrostu obciążania taka, aby zniszczenie nastąpiło w ciągu 10-30 s. Za wynik oznaczenia przyjmuje się średnią arytmetyczną wyników co najmniej 5 pomiarów
GOST 5458-64	1240 60 ± 5 6 ± 5 77 77	Zginanie wg schematu 3-punk- towego. Rozstaw podpór-5 cm. Prędkość przyrostu obciążenia maks. 4 kG/s. Za wynik ozna- czenia przyjmuje się średnią arytmetyczną 10 pomiarów.
BS 1598, 1964		Zginanie wg schematu 3-punk- towego. Rozstaw podpór-10 cm. Prędkość przyrostu obciążenia 8% przewidywanej wartości siły niszczącej na sekundę. Za wynik oznaczenia przyjmuje się średnią arytmetyczną 6 pomiarów.

2. MECHANIZM PEKANIA CERAMIKI

W urządzeniach posiadających elementy wykonane z materiałów ceramicznych często jest istotne określenie ich odporności na kruche pękanie. Dla oceny odporności kruchości oraz ustalenia przyczyn ewentualnych pęknięć jest celowe zapoznanie się z podstawowymi postulatami mechaniki pękania.

Powszechnie uważa się, że największą rolę w mechanizmie pękania materiałów kruchych, a więc także ceramiki, odgrywają mikropęknięcia pierwotne, zarówno powierzchniowe, jak i wewnętrzne [12], [16]. Proces utraty spójności materiału, w wyniku którego w pewnych obszarach następuje rozdzielenie się materiału i powstaje szczelina – oto definicja pękania. Można w nim rozróżnić dwa stadia: zapoczątkowanie pęknięcia oraz rozprzestrzenianie się szczeliny. Drugie stadium uważa się za niebezpieczne i może prowadzić do katastrofalnego zniszczenia konstrukcji.

Mechanika pękania jest gałązią liniowej teorii sprężystości i zajmuje się zapoczątkowaniem pęknięcia i rozprzestrzenianiem się szczeliny, kierunkiem i szybkością rozprzestrzeniania oraz naprężeniami i odkształceniami w materiale otaczającym szczelinę. W praktyce wyniki tych badań są wykorzystywane do ilościowej oceny funkcji wielkości szczeliny /jej długości/ od pola naprężeń w obszarze występowania szczeliny i własności materiałów decydujących o zachowaniu się szczeliny pod obciążeniem.

2.1. Teoria Griffitha

Według Griffitha [17] mała wytrzymałość materiałów, kruchych w porównaniu z wytrzymałością teoretyczną, jest spowodowana obecnością licznych szczelin, które powodują miejscowe spiętrzenie naprężeń. Spiętrzenia te mogą być tak duże, że przekraczają siły kohezji już przy naprężeniach nominalnych, znacznie niższych od wytrzymałości teoretycznej. Kruche pękanie występuje tylko wtedy, gdy rozprzestrzeniająca się szczelina uwalnia energię odkształcenia sprężystego. Energia ta musi być większa /co najmniej równa/ energii niezbędnej do utworzenia nowej powierzchni szczeliny.

W swojej pracy Griffith założył, że płyta poddana jednorodnym naprężeniom rozciągającym jest nieskończenie duża i posiada znikomą grupość. W środku płyty istnieje szczelina o długości 2a w kierunku prostopadłym do naprężen. Można więc przyjąć, że płyta ma energię sprężystą U_e oraz energię powierzchniową U_t, wynikającą z napięcia powierzchniowego t, rozłożoną równomiernie na powierzchniach płyty. Aby szczelina mogła się rozprzestrzeniać, jak wspomniano wcześniej, musi być wykonana praca niezbędna do utworzenia nowych powierzchni szczeliny. Praca ta może być dostarczona z zewnątrz lub pochodzić od energii sprężystej zmagazynowanej w płycie.

U podstaw teorii Griffitha leżą prace Inglisa [18], [19], który przeprowadził analize stanu naprężenia i energii potencjalnej w płycie zawierającej eliptyczny otwór. Szczelinę można traktować jako taki otwór, gdy jedna oś elipsy jest znacznie większa od drugiej. Zmniejszenie energii sprężystej U_e na jednostkę grubości płyty, wywołane obecnością szczeliny, jest równe według tej analizy:

$$U_{e} = - \frac{\int \mathcal{L}_{e} e^{2} d^{2}}{E}$$

(6)

(7)

adzie: 6 - naprężenie rozciągające działające prostopadle do szczeliny

2a - długość szczeliny

E - moduł sprężystości Younga

Energię powierzchniową szczeliny można wyrazić wzorem:

$$J_{+} = 4 \text{ at}$$

gdzie: t – energia powierzchniowa niezbędna do utworzenia nowej powierzchni szczeliny, odniesiona do jednostki powierzchni Całkowita zmiana energii potencjalnej wywołana pojawieniem się szczeliny jest więc równa:

$$U = U_{t} + U_{e'}$$
(8)

co po podstawieniu wzorów (1) i (2) do (3) daje:

$$U = 4 \text{ at} - \frac{\mathcal{T} a^2 \mathcal{G}}{E}$$
(9)

Jeżeli szczelina ma się rozprzestrzeniać samorzutnie, pod wpływem stałego zadanego naprężenia, to wzrost energii powierzchniowej może nastąpić tylko kosztem energii odkształcenia sprężystego. Całkowita zmiana energii potencjalnej wywołana przyrostem długości szczeliny musi być co najmniej równa zero. Czyli:

$$\frac{d}{da} / \Delta U / \leq 0;$$

po zróżniczkowaniu (9) otrzymymy

$$4 + -\frac{2\pi a G^2}{E} = 0$$
 (10)

Jest to warunek konieczny i wystarczający, by w materiale sprężystym mogło się samorzutnie rozprzestrzeniać kruche pęknięcie. Z równania (10) można wyznaczyć naprężenie, przy którym szczelina o wymiarze 2a może się rozprzestrzeniać samorzutnie:

$$\widetilde{G} = \sqrt{\frac{2Et}{\pi a}}$$
(11)

Dla płaskiego stanu odkształcenia, gdy grubość płyty jest duża w porównaniu z długością szczeliny, kryterium Griffitha przybiera postać

$$\tilde{G} = \sqrt{\frac{2Et}{\alpha/1 - \sqrt[3]{2}}}$$
(12)

gdzie:) - liczba Poissona

Przyjmując doświadczalne wartości \tilde{G} , ϑ , E i t określono długość szczeliny równą dla szkła 0,001:0,002, która jest odpowiedzialna za obniżenie wytrzymałości w porównaniu do wartości teoretycznej.

Sack [22] rozszerzył teorię Griffitha na wewnętrzną szczelinę soczewkową. W przypadku istnienia wewnętrznego pęknięcia o długości 2a w materiale, na który działa siła rozciągająca, całkowita energia swobodna różni się od analogicznej wielkości dla materiału bez pęknięcia o wartość [16]

$$\Delta U = 2\pi \cdot a^{2} t - \frac{36 \frac{2a^{3}}{a}/1 - v^{2}}{3E} .$$
 (13)

13

Na rysunku 6 przedstawiono wykresy funkcji $\Delta U(a)$ dla różnych wartości naprężenia.



Rys. 6. Wykresy funkcji $\Delta U/a/dla różnych wartości naprężeń$

Z analizy funkcji wynika, że dla danej długości pęknięcia pierwotnego 2a istnieje graniczna wartość naprężenia, przy której przyrost długości pęknięcia nie jest połączony ze wzrostem całkowitej energii swobodnej materiału /jest to zgodne z założeniem teorii pękania Griffitha/. Inaczej mówiąc w przypadku, gdy pęknięcie pierwotne ma długość 2a, to jest ono stabilne dla naprężeń mniejszych niż wartość graniczna \mathcal{O}_{C} i dla takich naprężeń nie następuje rozwój pęknięcia pierwotnego. Dla naprężeń $\mathcal{O} > \mathcal{O}_{C}$ pęknięcie o długości początkowej 2a jest niestabilne i następuje jego rozwinięcie.

2.2. Modyfikacja teorii Griffitha przez Orowana

Griffith brał pod uwagę materiał nie wykazujący żadnych odkształceń plastycznych. Okazuje się, że w materiałach gdzie ten warunek nie jest spełniony, można również stosować przedstawioną teorię. Wykazał to Orowan, który przyjął, że napreżenie występujące w wierzchołku szczeliny nie powoduje samorzutnego pęknięcia, gdy nie przekroczy wartości granicy plastyczności pomnożonej przez współczynnik plastycznego sprzeciwu, którego wartość leży między 2 i 3. Metodami rentgenograficznymi stwierdzono, że warstwa powierzchniowa kruchych przełomów jest plastycznie odkształcona /w materiałach wykazujących własności plastyczne/. Grubość odkształconej warstewki wynosi 0,3 ÷ 0,4 mm. Z tego względu, aby w materiale wykazującym własności plastyczne pęknięcie mogło rozprzestrzeniać się samorzutnie, zwolniona energia sprężysta musi zrównoważyć energie powierzchniową nowo powstałej powierzchni oraz wykonać dodatkową prace potrzebną do utworzenia nowej powierzchni. Jeżeli plastycznie odkształcona warstwa przypowierzchniowa przełomu jest stosunkowo cienka, można pracę zużytą na jej utworzenie traktować tak samo, jak i energię powierzchniową. Należy w tym przypadku we wzorze Griffitha do wielkości t dodać wielkość p uwzględniającą te prace.

Według Orowara [20] wzór ten przyjmuje postać:

$$\vec{\mathbf{6}} = \sqrt{\frac{2\mathbf{E}/t+\mathbf{p}/}{\mathbf{\pi}_{\alpha}/1-\mathcal{V}^2}}, \qquad (14)$$

gdzie: p – powierzchniowa energia plastyczna /praca zużyta na plastyczne odkształcenie/

Energia p jest o parę rzędów wielkości większa od energii t.

2.3. Modyfikacja Irwina

Irwin [21] w odróżnieniu od Griffitha przyjął, że praca dw na zwiększenie przetomu nie zostaje zużyta tylko na rzecz energii powierzchniowej, ale obejmuje pracę proporcjonalną do powierzchni przetomu, jak i proporcjonalną do objętości plastycznie odksztatcanego materiatu.

Wartość energii odkształcenia sprężystego zmagazynowanego w próbce, zwolnionej przez szczelinę rozprzestrzenioną o jednostkę powierzchni, oznaczył Irwin przez G i nazwał ją siłą rozprzestrzeniającą szczelinę. Siła ta działa w płaszczyźnie szczeliny i jest prostopadła do jej krawędzi. Zmodyfikowany wzór Griffitha ma postać:

$$\widetilde{G} = \sqrt{\frac{E\,\mathcal{G}}{a}} \,. \tag{15}$$

Wielkość \mathcal{G} można uważać z jednej strony za siłę rozprzestrzeniającą szczelinę, z drugiej strony po zmianie jej znaku – za siłę oporu stawianego przez materiał wzrostowi szczeliny. Miarą tego oporu jest $\frac{dw}{dA}$, gdzie A – powierzchnia przełomu. Gdy $\frac{dw}{dA} = \mathcal{G}$, co następuje wskutek wzrostu naprężenia lub długości szczeliny, bądź też wzrostu tak naprężenia jak i szczeliny, wielkość \mathcal{G} staje się miarą własności materiału. Tę własność materiału przeciwstawiania się rozprzestrzenianiu pęknięcia nazwał Irwin odpornością na pękanie i oznaczył przez \mathcal{G}^{c} . Odporność na pękanie \mathcal{G}_{c} uważa się za taką samą własność materiału, jak granicę plastyczności, czy też wytrzymałość na rozciąganie. Podobnie jak i tamtych wielkości nie można jej obliczyć teoretycznie i należy ją określić doświadczalnie.

Obliczenie praktyczne & jest stosunkowo skomplikowane, gdyż należy znaleźć zależność pomiędzy & a wymiarami szczeliny, kształtem próbki, modułem sprężystości, liczbą Poissona i polem naprężeń 6 . Znacznie prościej jest określić wskaźnik intensywności pola naprężeń K, który jest najczęstszą miarą odporności na pękanie.

Irwin wykazał bliski związek między G i polem naprężeń istniejącym u krawędzi szczeliny. Przyjął on, że grubość płyty, w której znajduje się szczelina, jest stosunkowo mała w porównaniu z długością szczeliny, która wydłuża się w kierunku prostopadłym do największej siły rozciągającej, a naprężenie ścinające w kierunku rozprzestrzeniania się szczeliny jest równe zeru /tak rozważony układ sprowadza się do układu dwuwymiarowego i stan naprężenia można uważać za płaski/.

Rozpatrując pracę, którą należy wykonać aby zamknąć szczelinę na pewnej małej długości ć, poczynając od krawędzi i porównując jej wielkość z wielkością zwolnienia energii sprężystej, Irwin wykazał, że:

$$\mathcal{K} = \sqrt{\frac{E \cdot \mathcal{G}'}{\pi}}$$
(16)

Pole naprężeń u krawędzi szczeliny można zatem scharakteryzować jednym parametrem K , który jest funkcją długości szczeliny, zadanego obciążenia i kształtu próbki. Od wielkości tego parametru zależy zachowanie się szczeliny. Aby otrzymać jego przybliżoną wartość dla próbki o szerokości W, ze szczeliną środkową o długości 2a, można posłużyć się wzorem:

$$\mathcal{K} = 6 \ \mathcal{M}_{tan} \frac{\mathcal{\pi}^{a}}{W} / \frac{1/2}{(17)}$$

Modyfikacja tego wzoru służy również do określenia odporności na pękanie K_c na próbkach płaskich.

http://rcin.org.pl

15

2.4. Statystyczna teoria pękania Weibulla

Weibull [24], rozwijając statystyczną teorię wytrzymałości materiałów kruchych, założył, że prawdopodobieństwo zniszczenia R, materiału o objętości V, poddanego działaniu naprężenia G można wyrazić następującym wzorem:

$$R = \int f(\mathcal{C}) dV, \qquad (18)$$

gdzie: $f(6) = \left(\frac{6}{5}\right)^m$

.6 – stała związana z teoretyczną wytrzymałością tworzywa

m - stała zależna od jednorodności materiału.

Weibull założył, że podczas zniszczenia znaczenie mają tylko naprężenia rozciągające /czyli całkowanie wykonuje się tylko po obszarach zajętych przez te naprężenia/. Wzrost wartości m oznacza wzrost jednorodności materiału: gdy m $\rightarrow 0$ to f $(G) \rightarrow 1$; oznacza to, że zniszczenie następuje przy najmniejszej nawet wartości naprężenia, gdy m $\rightarrow \infty$ to f $(G) \rightarrow 0$ dla wartości $G < G_0$ if (G) = 1 gdy $G = G_0$.

Z teorii pękania Griffitha i jej modyfikacji Orowana i Irwina, jak i statystycznej teorii materiałów kruchych wynika, że istotny wpływ na mierzoną wytrzymałość ceramiki mają wady mikrostruktury ceramiki, jak również objętość próbki poddanej naprężeniom.

Efekt wpływu wymiarów próbki obserwowano w praktyce. Zauważono [12], że przy zginaniu próbek ceramicznych o większych wymiarach, uzyskiwane wartości wytrzymałości doraźnej były niższe niż w przypadku podobnych badań na próbkach mniejszych. Jest to zgodne z teorią mechanizmu pękania ceramiki. W próbce o większych wymiarach istnieje powiem większe prawdopodobieństwo obecności mikropęknięcia o wymiarach dostatecznych do jego rozwinięcia się przy danym naprężeniu. Wpływ wymiarów próbek ceramicznych na wytrzymałość ma szczególnie istotne znaczenie przy porównawczym analizowaniu wyników. Zaleca się porównywanie wyników uzyskanych dla próbek o takich samych kształtach i wymiarach.

3. KRYTERIA DOBORU MASZYNY WYTRZYMAŁOŚCIOWEJ DO 3ADAŃ WYTRZYMAŁOSCIOWYCH CERAMIKI

Jak zaznaczono przy omawianiu prób wytrzymałościowych materiałów ceramicznych, istotny wpływ na wyniki uzyskiwane z niszczących prób wytrzymałościowych ma jakość użytej do badań aparatury. Poniżej wymieniono podstawowe kryteria doboru maszyny wytrzymałościowej.

Maszyna wytrzymałościowa powinna:

- 1. Zapewnić realizację siły obciążającej, wystarczającej do przeprowadzenia zamierzonych prób.
- Odznaczać się sztywnością na tyle dużą, aby można było pomijać odkształcenia maszyny w czasie próby. Preferowane są pod tym względem maszyny, na których można przeprowadzać ściskanie i zginanie bez stosowania rewersora, zamieniającego posuw rozciągający na ściskanie.
- 3. Zapewniać pomiar siły i odkształcenia podczas próby z niezbędną dokładnością.
- 4. Umożliwiać rejestrację wykresu "obciążania odkształcenia" w czasie próby.
- 5. Zapewnić osiowe obciążanie próbki podczas próby rozciągania.
- 6. Zapewniać stabilny i wymagany posuw układu obciążenia próbki.

Kryterium sformułowane w ostatnim punkcie jest szczególnie ważne w przypadku materiałów ceramicznych. Ceramika jako materiał kruchy jest szczególnie wrażliwa na dynamiczne obciążenia. Stąd przy przeprowadzaniu prób na rozciąganie, ściskanie bądź zginanie ceramiki, w których stan naprężenia w próbce rozpatruje się przy założeniu warunków statycznych, jest szczególnie ważny wolny i stabilny przyrost obciążenia próbki badanej. Z tego powodu normy warunków, przeprowadzania tych prób zawierają określone wartości prędkości obciążenia.

Wg PN-69/E-06307 [2] prędkość obciążenia próbki podczas próby powinny wynosić przy rozciąganiu 30÷40 kG/s

przy ściskaniu 300±400 kG/s przy zginaniu 5 kG/s.

Wiodące wśród producentów urządzeń do badań wytrzymałościowych firmy Zwick i Instron oferują uniwersalne maszyny do przeprowadzenia rozciągania, ściskania i zginania, charakteryzujące się bardzo dużą sztywnością i możliwością przeprowadzania badań w szerokim zakresie stosowanych sił oraz dużą dokładnością pomiaru zarówno odkształcenia jak i obciążenia. Maszyny te nadają się doskonale do wszechstronnych badań ceramicznych. Poniżej przedstawione zostały podstawowe dane wybranych maszyn obu firm:

Dane techniczne	Firma				
	Instron	Zwick			
typ maszyny	1195	1474			
siła maks.	100 kN	100 kN			
prędkość posuwu	0,05 ÷ 600 mm/min	0,05 ° 1000 mm/min			
błąd graniczny wskazywanej siły	1%	1%			
błąd graniczny pomiaru posuwu	±0,5 mm	<u>+</u> 0,5 mm			

Z przedstawionych uwag wynika, że ściskanie i rozciąganie jest w przypadku ceramiki trudne do realizacji ze względu na kłopotliwość odpowiedniego przygotowania próbek do badań oraz z powodu wysokich wymagań stawianych maszynie wytrzymałościowej i oprzyrządowaniu używanemu podczas przeprowadzania tych prób. Dużą zaletą prób ściskania i rozciągania jest jednak fakt, że w trakcie ich przeprowadzania jest wywoływany w próbce jednorodny, łatwy do analizy stan naprężenia. Z powyższych względów próby rozciągania i ściskania ceramiki są stosunkowo rzadko stosowane w kontroli jakości, częściej zaś przeprowadza się je w celach badawczych.

Nie mając do dyspozycji maszyny wytrzymałościowej, odpowiedniej do przeprowadzenia prób ściskania i rozciągania ceramiki, autorzy byli zmuszeni zrezygnować z tych badań.

Stosunkowo łatwą w realizacji jest próba zginania ceramiki. Wymagania odnośnie do przygotowania próbek nie są tak wysokie jak to ma miejsce przy ściskaniu i rozciaganiu ceramiki. Proste kształty próbek do zginania powodują, że wykonanie ich nie nastręcza trudności. Znacznie mniejsze są również siły potrzebne do przeprowadzenia złamania stąd możliwość prowadzenia badań na mniejszych zrywarkach. Wszystko to spowodowało, że zginanie jest najpowszechniej stosowaną niszczącą próbą wytrzymałościową ceramiki, przeprowadzaną zarówno w celach badawczych, jak i kontroli jakości. Biorąc pod uwagę rozeznanie w literaturze oraz możliwości aparatury w zakresie niszczących badań wytrzymałościowych, postanowiono skoncentrować się na próbie zginania ceramiki, ze szczególnym uwzględnieniem nie objętego normami zginania według 4-punktowego schematu obciążenia. W zginaniu 4-punktowym schemat obciążenia próbki jest bowiem korzystniejszy /rys. 3/ niż to ma miejsce w przypadku zginania 3-punktowego. W 4-punktowym zginaniu na całą objętość próbki, jaka znajduje ję między stemplami obciążającymi, działa maksymalny moment gnący, podczas gdy w przypadku zginania 3-punktowego maksymalny moment gnący działa w punkcie przyłożenia siły.

Ponieważ przy zginaniu 4-punktowym działaniu maksymalnych naprężeń jest poddana większa niż w przypadku zginania 3-punktowego objętość próbki, wydaje się, że wyniki uzyskiwane z tej próby są bardziej reprezentatywne dla całej próbki.

W związku z tym postanowiono opracować metodykę przeprowadzania próby zginania 4-punktowego dla ceramiki oraz ustalić wpływ stosowanej metody zginania na uzyskiwane wartości wytrzymałości.

4. METODY OZNACZANIA STAŁYCH SPRĘŻYSTOŚCI MATERIAŁU

Własności sprężyste materiału są określone wartościami jego stałych sprężystości. Określają one zależności między naprężeniem a odkształcaniem w zakresie odkształceń sprężystych materiału. Znajomość stałych sprężystości ma duże znaczenie praktyczne, pozwala bowiem na ustalenie stanu naprężenia w sprężyście odkształconym materiale /co jest niezbędne np. przy konstruowaniu elementów urządzeń z ceramiki/. Wartość stałych sprężystości jest również miernikiem jakości materiału.

Dla izotropowego ciała stałego istnieją dwie niezależne stałe sprężystości. W praktyce używa się dla wygody różnych stałych do rozmaitych zagadnień.

F

Moduł sprężystości wzdłużnej /Younga/ E

$$=\frac{6}{\epsilon}$$
 (19

gdzie: 6 - naprężenie normalne, 6 - względne odkształcenie.

Moduł sprężystości poprzecznej G

$$G = \frac{T}{\gamma}$$
(20)

gdzie: T – naprężenie styczne, γ – odkształcenie postaciowe /kąt ścinania/.

Moduł odkształcenia objętościowego K

$$K = \frac{F}{\frac{\Delta V}{V}}$$
(21)

gdzie: F - siła ściskania /lub rozciągania/ hydrostatycznego,

AV V – względna zmiana objętości w wyniku działania ciśnienia hydrostatycznego, współczynnik Poissona, który jest równy stosunkowi poprzecznego skrócenia do podłużnego wydłużenia w przypadku jednoosiowego rozciągania.

Dla materiałów izotropowych obowiązuje zależność wiążąca powyższe stałe sprężystości [12].

$$E = 2G/1 + \sqrt{3} / = 3K/1 - 2\sqrt{3} / (22)$$

4.1. Metody statyczne określania stałych sprężystości

Metody statyczne określania stałych sprężystości są szeroko stosowane w badaniach metali i tworzyw sztucznych. Moduł Younga i stałą Poissona można wyznaczyć bezpośrednio z pomiarów podczas prób rozciągania, są one bowiem zdefiniowane dla pręta o przekroju kołowym poddanego działaniu podłużnej sile rozciągającej.

W przypadku ceramiki, ze względu na wcześniej omówione trudności w przeprowadzaniu próby rozciągania, metody tej do określania E i V nie stosuje się. Norma PN-69/E-06307 [2] zaleca oznaczanie modułu Younga poprzez 3-punktowe

Norma PN-69/E-06307 [2] zaleca oznaczanie modułu Younga poprzez 3-punktowe zginanie okrągłych próbek ceramicznych o średnicy 16÷20 mm i długości 500 cm /przy rozstawie podpór co 400 mm/. W czasie próby mierzy się strzałkę ugięcia próbki przy dwóch różnych obciążeniach. Moduł Younga jest obliczany ze wzoru:

$$E = \frac{l^{3} / F - F_{0} / F_{0}}{48 l / f - f_{0} / F_{0}}$$
(23)

gdzie: L - odległość między podporami,

F-Fo - różnica między obciążeniami,

l - moment bezwładności przekroju próbki,

f-f_ - różnica między strzałkami ugięcia próbki dla różnych obciążeń.

Metoda ta nie pozwala na określenie modułu Younga z dokładnością wymaganą przez konstruktorów.

Polskie normy metod badań ceramiki nie przewidują oznaczania innych stałych sprężystości, jak również badań modułu sprężystości podłużnej E, innymi niż opisana powyżej metodami.

W piśmiennictwie oraz w normach zagranicznych [3], [25] - [28] zaleca się badania stałych sprężystości ceramiki metodami pomiaru prędkości rozchodzenia się fali sprężystej w badanym ośrodku. Metody te można podzielić na metody impulsowe i metody rezonansowe.

4.2. Metody impulsowe pomiaru stałych sprężystości

Zasada pomiaru w impulsowych metodach wyznaczania stałych sprężystości polega na pomiarze prędkości propagacji impulsów fal ultradźwiękowych w badanym ośrodku. Stosowane są częstotliwości od kilkudziesięciu kHz do kilku MHz. Wybór częstotliwości jest determinowany tłumieniem jakie występuje w badanym ośrodku oraz długością próbki, która powinna być odpowiednio większa od długości fali ultradźwiękowej. W czasie pomiaru przetwornik ultradźwiękowy przyłożony do próbki zostaje pobudzony do drgań impulsem elektrycznym i wysyła fale sprężyste o częstotliwości charakterystycznej dla danego przetwornika. Fala sprężysta po przejściu drogi I /długość próbki/ odbija się od drugiego końca próbki i wraca do przetwornika, który zamienia ją na impuls elektryczny. W zbudzając falę podłużną w próbce prętowej, w zbudza się jednocześnie falę poprzeczną. Mechanizm tego zjawiska został opisany przez Wehra 30 . Schematycznie zjawisko to oraz przykładowy wykres amplitudy w funkcji czasu pokazano na rys. 7.



Rys. 7. a. Mechanizm powstawania impulsów opóźnionych w prętach na skutek rozbieżności wiązki fal ultradźwiękowych: /1/ przetwornik ultradźwiękowy, /2/ badana próbka, /3/ fale podłużne padające, /4/ fale podłużne odbite, /5/ fale poprzeczne odbite

b. Obraz oscyloskopowy impulsów ultradźwiękowych odbitych od końca próbki: t₁ - czas przejścia fali podłużnej, t₂ - czas przejścia fali poprzecznej

Zapisując za pomocą rejestratora amplitudę drgań w funkcji czasu możemy z wykresu wyznaczyć czas przejścia fali wzdłużnej t₁ oraz czas przejścia fali poprzecznej t₂.

Moduł Younga E oraz stałą Poissona ϑ oblicza się w tej metodzie z wzorów (24) i (25).

$$E = Q \cdot C_{T}^{2} \frac{3C_{L}^{2} - 4C_{T}^{2}}{C_{L}^{2} - C_{T}^{2}}$$
(24)

$$\hat{V} = \frac{C_{L}^{2} - 2C_{T}^{2}}{2C_{L}^{2} - 2C_{T}^{2}}$$
(25)

gdzie: C, - prędkość fal wzdłużnych

C_T – prędkość fal poprzecznych o – gęstość próbki

Prędkość propagacji fal jest określona wzorami:

$$C_{L} = \frac{2L}{t_{1}}$$
(26)
$$C_{T} = \frac{C_{L}}{\sqrt{1 + \frac{t_{2}^{2} \cdot C_{L}}{D^{2}}}}$$
(27)

http://rcin.org.pl

20

adzie: L - długość próbki

D - średnica próbki

t, - czas przejścia fali wzdłużnej

to - czas przejścia fali poprzecznej

4.3. Metody rezonansowe określania stałych sprężystości materiału

Zasada pomiaru polega na doprowadzeniu badanej próbki do drgań rezonansowych i wyznaczeniu częstotliwości tych drgań. Znając częstotliwość drgań, ich rodzaj oraz wymiary i gęstość próbki, można określać stałe sprężystości. Do wyznaczenia modułu sprężystości wzdłużnej można stosować próbki w postaci prętów, w których są wzbudzane dylatacyjne fale podłużne [31].

Moduł Younga wyznacza się z wzoru:

$$\Xi = \frac{4 l^2 \cdot f_n^2 \cdot Q}{n^2}$$
(28)

gdzie: L - długość próbki

f – częstotliwość rezonansowa n-tego rzędu

n - rząd rezonansu

Q - gęstość próbki

Dokładniejsza postać wzoru uwzględnia stałą Poissona i kształt próbki:

$$\Xi = \frac{4 \cdot l^2 \cdot f^2 \cdot \mathcal{D}}{n^2} \cdot /1 + \frac{n^2 \cdot \Pi \mathcal{D}^2 r^2}{2 l^2} /$$
(29)

gdzie: V - współczynnik Poissona r - promień preta

Stałą Poissona można więc obliczyć z zależności wynikającej z wzoru [29] :

$$\mathcal{V} = \frac{L}{\mathcal{T} \cdot \mathbf{n} \cdot \mathbf{r}} \cdot \sqrt{\frac{2\left[n^2 - \left(\frac{f_n}{f_1}\right)^2\right]}{\left(\frac{f_n}{f_1}\right)^2 - 1}}$$
(30)

gdzie: f₁ - częstotliwość rezonansu pierwszego rzędu

- częstotliwość rezonansu n-tego rzędu

In - długość próbki

- promień pręta r

n - rząd rezonansu

Wpływ stałej Poissona V na zmianę stosunku częstotliwości rezonansowych jest jednak bardzo niewielki i dlatego wyznaczanie tą drogą wartości 👌 jest mało dokładne. Gdy chcemy metodami rezonansowymi wyznaczyć dwie stałe sprężystości materiału, trzeba dokonać dwóch niezależnych pomiarów odpowiednich wielkości fizycznych.

- Mogą to być np.:
- a/ pomiary częstotliwości dwóch różnych rezonansów fal tego samego rodzaju. Taki sposób określania) i E dla fal giętych w płycie kołowej opisuje Ryll-Nardzewski [29], [31];
- b/ pomiary częstotliwości rezonansowych dwóch typów fal. W przypadku prętów stosuje się zwykle fale prętowe /podłużne fale dylatacyjne/ i drgania skrętne. Ustalenie rezonansowych częstotliwości drgań skrętnych pozwala na określenie modułu sprężystości poprzecznej:

$$S = \frac{4 l^2 f_T^2 \cdot S}{n^2}, \qquad (31)$$

gdzie f_T – częstotliwość rezonansowa – n–tego rzędu drgań skrętnych

L - długość próbki

0 - gęstość

n – rząd rezonansu

c/ pomiary częstotliwości rezonansowych w 2 próbkach z tego samego materiału lecz o innych wymiarach. W tym przypadku można wykorzystać fakt, że częstotliwość rezonansowa drgań podłużnych pręta jest zależna nie tylko od E i β , ale także od stałej Poissona i stosunku wymiarów pręta.

5. METODYKA BADAN

Badania przeprowadzono na kształtkach wykonanych z masy ceramicznej Al-19 o zawartości 97,5% Al₂O₃, wypalanych w temperaturze 1750°C. Masę ceramiczną Al-19 wybrano jako materiał badawczy ze względu na to, że jest ona obecnie najszerzej stosowanym materiałem ceramicznym produkowanym w ONPMP.

5.1. Badania wytrzymałości na zginanie

Na rysunku 8 pokazano rewersor oraz oprzyrządowanie stosowane w próbach zginania według schematu 4-punktowego.

W badaniach wytrzymałości na zginanie część próbek, pochodzących z tej samej serii, wykonanych w identycznych warunkach, łamano według schematu zginania 3-punktówego, pozostałe zaś według schematu zginania 4-punktowego. W kolejnej serii badań kształtki były na tyle długie, że można było przeprowadzić na tej samej próbce zginanie 3-punktowe, następnie zaś na części próbki nie obciążonej w czasie pierwszej próby, wykonanie zginania według schematu 4-punktowego. Zapewniono w ten sposób maksymalną porównywalność wyników uzyskiwanych z obu metod. Wymiary próbek do oznaczania doraźnej wytrzymałości na zginanie: seria nr 1 ø 10 mm, 1 = 65 mm; seria nr 2 ø 10 mm, I = 130 mm

Srednica próbek użytych do oznaczania doraźnej wytrzymałości na zginanie jest zalecana przez polską normę metod badawczych tworzyw ceramicznych [2].



Rys. 8. Rewersor wraz z oprzyrządowaniem do zginania 4-punktowego: /1/ górna część urządzenia do zginania 4-punktowego, /2/ stemple obciążające, /3/ próbka /4/ podpory, /5/ dolna część urządzenia do próby zginania

Powierzchnie przełomów złamanych podczas badań próbek obserwowano dodatkowo przy użyciu mikroskopu skanningowego, przy powiększeniu od 600 do 3000 razy.

Próby zginania prowadzono na zrywarce WPM-500 przy stosowaniu zakresu pomiarowego maszyny C/0÷500 kG/. Dokładność odczytu siły - 1 kG. Rozstaw podpór zarówno w przypadku zginania 3-punktowego, jak i 4-punktowego - 5 cm. Rozstaw stempli obciążających próbkę w przypadku zginania 4-punktowego - 2 cm. Promień zaokrąglenia wszystkich podpór i stempli wynosił 5 mm prędkość posuwu - ok. 10 mm/min.

Do obliczenia wytrzymałości doraźnej na zginanie stosowano wzory:

- w przypadku zginania 3-punktowego:

$$R_{g} = \frac{F_{g} \cdot l}{4W} , \qquad (32)$$

gdzie: R_a – doraźna wytrzymałość na zginanie

F - siła łamiąca

L - odległość między podporami

W - wskaźnik wytrzymałości przekroju badanej próbki /dla próbek o przekroju kołowym

W =
$$\frac{\pi d^3}{32} \approx 0,1 d^3$$
, gdzie d - średnica próbki/

- w przypadku zginania 4-punktowego:

$$Rg = \frac{Fg \cdot a}{2W}$$
(33)

gdzie: a - odległość między podporą a stemplem obciążającym.

http://rcin.org.pl

Dla oceny rozproszenia wyników uzyskiwanych w jednej serii badań obliczono odchylenie standardowe w próbce, określone wzorem:

$$S = \sqrt{S^2}$$
(34)

gdzie: S² – średnia arytmetyczna kwadratów odchyleń pojedynczych od średniej arytmetycznej serii wyników.

S² obliczono z wzoru:

$$s^2 = \frac{\sum y^2}{n} - \bar{y}^2 \tag{35}$$

gdzie: y - pojedynczy wynik z serii

ý – arytmetyczna średnia serii wyników

n - ilość wyników w serii.

Jako względną miarę rozproszenia wyników przyjęto współczynnik zmienności [32]. Określamy go wzorem:

$$W = \frac{\sqrt{V}}{\bar{y}}$$
(36)

(37)

gdzie: V - średni kwadrat = $\frac{nS^2}{n-1}$.

Porównywano współczynniki zmienności serii wyników doraźnych wytrzymałości na zginanie uzyskanych różnymi metodami zginania.

5.2. Badania oznaczania stałych sprężystości materiału metodami rezonansową i impulsową

Badania rezonansowe i impulsowe oznaczania stałych sprężystości ceramiki prowadzono przy współpracy i wykorzystaniu aparatury Zakładu Drgań Instytutu Podstawowych Problemów Techniki PAN.

5.2.1. Badania rezonansowe

W celu oznaczenia modułu Younga w próbkach ceramicznych wzbudzano drgania prętowe /dylatacyjne fale podłużne/.

Schemat stanowiska do oznaczania modułu sprężystości wzdłużnej przedstawiono na rys. 9.



Rys. 9. Schemat stanowiska do oznaczania modułu Younga metodą rezonansową: /1/ generator drgań sinusoidalnych, /2/ cyfrowy miernik częstotliwości, /3/ przetwornik wzbudzający, /4/ próbka, /5/ druty podporowe, /6/ przetwornik odbiorczy, /7/ wzmacniacz, /8/ oscyloskop Dla oznaczania modułu G w próbkach starano się wzbudzić drgania skrętne, umieszczając przetworniki wzbudzający i odbiorczy w sposób pokazany na rys. 10.



Rys. 10. Schemat stanowiska do oznaczania modułu sprężystości poprzecznej G metodą rezonansową: /1/ generator drgań sinusoidalnych, /2/ cyfrowy miernik częstotliwości, /3/ przetwornik odbiorczy, /4/ próbka, /5/ druty podporowe, /6/ przetwornik.odbiorczy, /7/ wzmacniacz, /8/ oscyloskop

W obu przypadkach do wzbudzania, jak i odbioru drgań, zastosowano metodę pojemnościową. W związku z tym pokrywano cienką warstwą metaliczną te części powierzchni próbek, które współpracowały przy wzbudzaniu i odbiorze drgań z przetwornikami. Wykonano to nakładając cienką warstwą pasty srebr**o**wej na odpowiednie wycinki powierzchni próbki, a następnie wypalając próbkę w temperaturze 750°C. W przypadku wzbudzenia drgań prętowych metalizowano czołowe powierzchnie próbek, zaś w przypadku wzbudzania drgań skrętnych, odpowiednie, współpracujące z przetwornikami wycinki powierzchni bocznej. Pometalizowane powierzchnie łączono metalicznym paskiem nanoszonym na próbkę w sposób opisany wyżej. Pasek ten nanoszono tak, aby kładąc próbkę na uziemionych stalowych drutach podporowych uzyskać uziemienie pometalizowanych wycinków powierzchni próbki.

Napięcie zmienne z generatora impulsów sinusoidalnych wywoływało w przestrzeni "elektroda – próbka" zmienne pole sił elektrostatycznych. Płynnie zmieniano częstotliwość sygnału elektrycznego aż do wzbudzenia w próbce rezonansowych drgań mechanicznych. Częstotliwość impulsów podawanych z generatora mierzono za pomocą cyfrowego miernika częstotliwości z dokładnością do ± 1 Hz. Częstotliwość drgań mechanicznych próbki była równa podwojonej wartości mierzonej częstotliwości generatora.

W wyniku drgań próbki zmieniała się odległość próbka – elektroda odbiorcza. Elektroda odbiorcza była spolaryzowana napięciem stałym, co umożliwiło przetworzenie sygnału mechanicznego na sygnał elektryczny. Sygnał ten obserwowano na ekranie oscyloskopu. Wyraźny wzrost sygnału świadczył o rezonansie drgań w próbce.

Próbki do określania stałych sprężystości miały różne kształty i wymiary. Wymiary próbek są podane w tabelach wyników. W celu określenia wpływu stanu powierzchni część próbek szlifowano po wypaleniu, część zaś miała powierzchnię nie szlifowaną. Generator impulsów sinusoidalnych pozwalał na wzbudzanie drgań od 0,5 kHz do 128 Hz. Masę objętościową próbki obliczano zgodnie z PN-69/E-06307. Próbkę mierzono za pomocą suwmiarki, a ważono na wadze analitycznej z dokładnością do 0,01 g. Do obliczeń modułu Younga wykorzystywano częstotliwości rezonansowel rzędu.

5.2.2. Badania impulsowe

Badania impulsowe oznaczania stałych sprężystości przeprowadzono na tych samych próbkach, na których prowadzono badania rezonansowe.

Próbki badano w układzie pomiarowym pokazanym na rys. 11. W próbkach wzbudzano drgania podłużne za pomocą głowicy ultradźwiękowej firmy Unipan. W czasie pomiaru przetwornik ultradźwiękowy pobudzano do drgań impulsem elektrycznym; wysyłał on falę sprężystą o częstotliwości charakterystycznej dla danego przetwornika. W badaniach stosowano przetwornik wzbudzający drgania o częstotliwości 4 MHz.



Rys. 11. Schemat stanowiska pomiarowego do oznaczania modułu Younga i współczynnika Poissona metodą impulsową: /1/ próbka, /2/ przetwornik ultradźwiękowy, /3/ defektoskop, /4/ rejestrator

Fala sprężysta po przejściu drogi l, równej długości próbki, odbijała się od drugiego końca próbki i wracała do przetwornika zamieniając się w impuls elektryczny.

Na ekranie defektoskopu obserwowano przebieg amplitudy w funkcji czasu. Przebiegi te jednocześnie zapisywano na rejestratorze X-Y. Przed pomiarem aparaturę cechowano za pomocą wzorca. Była to specjalna próbka o kształcie określonym normami międzynarodowymi, dla której jest dokładnie znana wartość czasu przejścia impulsu ultradźwiękowego.

Z wykresu uzyskanego dla badanej próbki odczytywano wartości czasów przejścia fal wzdłużnych t₁ i fal poprzecznych t₂. Moduł sprężystości wzdłużnej oraz współczynnik Poissona obliczano ze wzorów [24] i [25].

6. WYNIKI BADAN

6.1. Omówienie wyników badań wytrzymałości na zginanie ceramiki metodą 3- i 4-punktową

W tablicy 4 zestawiono wyniki badań doraźnej wytrzymałości na zginanie próbek ceramicznych z serii nr 1, złamanych według 4-punktowego schematu obciążenia. Wyniki badań doraźnej wytrzymałości na zginanie próbek z tej samej serii, złamanych według schematu zginania 3-punktowego przedstawiono w tabl. 5.

Tablica ó zawiera wyniki badań doraźnej wytrzymałości na zginanie próbek o długości 130 mm. Taka długość próbek umożliwiła przeprowadzenie na tej samej próbce zginania według schematu 3-punktowego a następnie na nie obciążonej podczas pierwszej próby części próbki, zginania 4-punktowego.

Analizując przedstawione wyżej wyniki można zauważyć dużą różnicę w średnich doraźnych wytrzymałościach na zginanie uzyskanych różnymi metodami zginania. W obu seriach średnia doraźna wytrzymałość na zginanie, uzyskana z badań według schematu 4-punktowego, jest mniejsza niż ta sama wielkość uzyskana z badań według schematu 3-punktowego. Różnica ta w stosunku do wartości średniej doraźnej wytrzymałości na zginanie, uzyskanej z badań według schematu 3-punktowego obciążenia, wyniosła w przypadku serii nr 1 10%, zaś w przypadku serii nr 2 – 16%. Należy zauważyć, że w serii nr 2 wynik doraźnej wytrzymałości na zginanie 3-punktowe dla każdej próbki z serii był wyższy od wyniku doraźnej wytrzymałości na zginanie 4-punktowe. Metodą współczynnika zmienności oceniono względne rozproszenie wyników uzyskanych różnymi metodami badań. W serii nr 1 współczynnik zmienności wyników doraźnej wytrzymałości na zginanie 3-punktowe wynosi 9,2%, zaś ten sam współczynnik dla wyników serii nr 1 doraźnej wytrzymałości na zginanie 4-punktowe wynosi 7,5%.

Tablica 4

WYNIKI BADAN DORAŹNEJ WYTRZYMAŁOŚCI NA ZGINANIE WEDŁUG 4-PUNKTOWEGO SCHEMATU OBCIĄŻENIA /SERIA NR 1/

Nr próbki	Siła łamiąca Fg /kG/	Srednica próbki d /cm/	Doraźna wytrzymałość na zginanie Rg /kG/cm ² /	Šrednia doraźna wytrzymałość na zginanie R /kG/cm ² /
1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14	280 270 312 270 283 273 268 234 290 273 315 268 253 270	1,0 1,0 1,0 1,0 1,0 1,0 1,0 1,0 1,0 1,0	2100 2025 2340 2025 2123 2047 2010 1755 2175 2047 2363 2010 1897 2025	2067

Tablica 5

WYNIKI BADAN DORAŻNEJ WYTRZYMAŁOŚCI NA ZGINANIE WEDŁUG 3-PUNKTOWEGO SCHEMATU OBCIĄŻENIA /SERIA NR 1/

Nr próbki	Siła łamiąca Fg /kG/	Srednica próbki d /cm/	Doraźna wytrzymałość na zginanie Rg /kG/cm ² /	Srednia doraźna wytrzymałość na zgina– nie Rgsr /kG/cm ² /
1 2 3 4 5 6 7 8	205 200 170 155 187 180 176 197	1,0 1,0 1,0 1,0 1,0 1,0 1,0	2563 2500 2128 1937 2337 2250 2200 2466	2297

WYNIKI BADAN DORAŻNEJ WYTRZYMAŁOŚCI NA ZGINANIE /SERIA NR 2/

owe	€rednia doražna wytrzymałość na zginanie ∕kG/cm²/	2366
Zginanie 4-punkt	doraźna wy tr zy małość na zginanie Rg /kG/cm ² /	2288 2190 2288 2288 2040 2310 2310 2310 2310 2840 2840 2840 2840 2840 2840 2840 284
	siła łamiąca Fg /kG/	305 305 305 305 305 377 377 377 377 377 377 377 377 377 37
	średnia doraźna wytrzymałość na zginanie Rg AG/cm ² /	2854
e 3-punktowe	doraźna wytrzymałość na zginanie Rg AG/cm ² /	3212 2417 2675 2675 2675 2913 2505 3656 3056 3056 3037 3037 3037 3037
Zginani	Siła łamiąca /kG/	257 193 214 218 218 230 230 247 247 247 247 247 243 243 243 243 243 243
	Średnica próbki d /cm/	000000000000000
	Nr próbki	- 0 0 4 5 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0

http://rcin.org.pl

W ser.i nr 2 współczynnik zmienności wyników doraźnej wytrzymałości na zginanie 3-punktowe wynosi 10,9%, zaś doraźnej wytrzymałości na zginanie 4-punktowe 10,6%. Zjawisko niniejszej wytrzymałości na zginanie 4-punktowe w porównaniu z wynikami uzyskanymi z prób na zginanie 3-punktowego można tłumaczyć w sposób następujący:

W przypadku zginania 4-punktowego, jak to już było omówione, większa niż w zginaniu 3-punktowym objętość próbki jest poddawana maksymalnym naprężeniom rozciągającym. Istnieje więc większe prawdopodobieństwo, że w obszarze działania dużych naprężeń rozciągających znajdzie się mikropęknięcie pierwotne o wymiarach dostatecznie dużych do jego rozwinięcia się przy danym naprężeniu. Jak już wspomniano, zaobserwowano [12] że próbki o większych wymiarach wykazywały mniejszą wytrzymałość na zginanie niż próbki mniejsze.

W przeglądzie literatury opisano niektóre, często w analizie wyników pomijane, zjawiska towarzyszące próbie na zginanie. Ich wpływ na ostateczny wynik doraźnej wytrzymałości na zginanie nie jest jednakowy w przypadku każdej z metod /np. siły tarcia "próbka – podpora" i "próbka – stempel obciążający" mają większe znaczenie w metodzie 4-punktowej/. Mogą więc one również mieć wpływ na wielkość różnicy w wynikach otrzymywanych z dwóch różnych metod zginania ceramiki.

Na rysunkach 12-19 przedstawiono obrazy powierzchni przełomów obserwowane za pomocą mikroskopu skanningowego. Ze zdjęć wynika, że złom następował po granicach ziaren ceramiki. Obrazy powierzchni przełomów uzyskiwanych różnymi metodami złomowania, obserwowane pod mikroskopem skanningowym nie wykazuje istotnych różnic.

6.2. Omówienie wyników badań oznaczania stałych sprężystości materiału metodami ultradźwiękowymi

W tablicach 7-9 przedstawiono wyniki oznaczanie modułu Younga przy zastosowaniu fal prętowych, dla próbek z tworzywa Al-19, wykonanych w tych samych warunkach, lecz różniących się bądź stanem powierzchni bądź kształtem.

Wartości średnie wyników uzyskanych z poszczególnych serii badań są bardzo zbliżone. Różnice względne między średnimi wartościami modułu Younga, uzyskanymi z różnych serii badań, nie przekraczają 1%. Dla oceny rozproszenia wyników w poszczególnych seriach obliczono wartości odchyleń standardowych oraz współczynników zmienności.

Dla serii 1 /próbki w kształcie prostopadłościanów szlifowane po wypalaniu/ odchylenie standardowe wynosi 232 kG/mm², zaś współczynnik zmienności C,7%. Dla serii 2 /próbki w kształcie prostopadłościanów – nie szlifowane po wypalaniu/ odchylenie standardowe wynosi 355 kG/mm² a współczynnik zmienności 1,0%. Dla serii 3 /próbki w kształcie prętów o przekroju kołowym/ odchylenie standardowe wynosi 360,5 kG/mm², współczynnik zmienności 1,1%. We wszystkich więc seriach rozproszenie wyników było bardzo niewielkie. Nie stwierdzono wpływu kształtu i wymiarów próbek użytych do badań na uzyskiwane wyniki. Również wpływ stanu powierzchni próbek na uzyskiwane wyniki okazał się niewielki. Najwygodniejsze do pomiaru były próbki o przekroju w kształcie kwadratu o boku 10 mm oraz pręty o przekroju okrągłym o średnicy 10 mm.

Na próbkach użytych do oznaczania modułu Younga metodą rezonansową przeprowadzono również próby oznaczania E metodą impulsową. W przypadku próbek o przekroju kwadratowym niemożliwe było jednak określenie czasu przejścia fal poprzecznych t₂ z wykresu "amplituda-czasu". Wynika to z faktu, że w przypadku kwadratowego

WYNIKI BADAŃ OZNACZANIA MODUŁU YOUNGA NA PROBKACH W KSZTAŁCIE PROSTOPADŁOŚCIANÓW Szlfowanych po wypaleniu

				_						
Est /kG/mm ² /					34469					
Moduł Younga E /kG/mm ² /	33960	I	ı	34438	34536	34536	34497	34429	34874	34484
ivlasa objętościowa /g/cm ³ /	3,76	3,76	3,76	3,76	3,76	3,76	3,76	3,76	3,76	3,76
Wymiary próbki /mm/	5, Cx5, Cx80, 0	5, 0×5, 0×60, C	5, 0×5, 0×80, 0	5, Cx5, Cx80,0	10, 6×10, 0×60, 0	10,0×10,C×60,C	10, C×10, C×80, C	16, C×10, C×80, 0	10,0×1C,C×110,0	10,6×16,0×116,0
Rezonans III rzędu · ^f 3 /Hz/					176600		176820	176700	129560	128860
Rezonans II rzędu f2 /Hz/	1176年()				118320	116366	116340	116240	86780	56050
Rezona <i>ns</i> I rzędu f ₁ /Hz/	58940	1	1	59240	5934U	59340	59300	5924C	43360	43120
Nr próbki	1	/×¢	3×/	4	2	9	7	co	6	10

×/ próbki uszkodzone

WYNIKI BADAŃ OZNACZANIA MODUŁU YOUNGA NA PRÓBKACH W KSZTAŁCIE PROSTOPADŁOŚCIANÓW, KTÓRYCH POWIERZCHNIE NIE BYŁY DODATKOWO SZLIFOWANE

E _{śr} /kG/mm ² /	34725	
Moduł Younga 	34345 34495 35258 34990 34391 35060 3438 34438 35043	
Masa objętościowa /g/cm³/	3,76 3,76 3,76 3,76 3,76 3,76 3,76 3,76	
Wymiary próbki /mm/	10,0×10,0×80,7 10,0×10,0×80,4 10,0×10,0×80,7 10,0×10,0×80,7 10,0×10,0×80,7 5,1×5,1×79,3 5,1×5,1×79,3 5,1×5,1×79,3 5,1×5,1×79,3 5,1×5,1×79,3	
Rezonans III rzędu f ₃ /Hz/	175760 176380 129280 128460 176080 178680 1778520 -	
Rezonans II rzędu f ₂ /Hz/	117900 118180 86580 117860 85860 117900 117900 118340 117980	
Rezonans I rzędu f ₁ /Hz/	58860 59000 43400 59200 59260 59260 59760 59760 59760	ta uszkodzoni
Nr próbki	11 12 13 15 17 17 17 18 18 19 20×	×/ Probk

http://rcin.org.pl

31

WYNIKI BADAŃ OZNACZANIA MODUŁU YOUNGA METODĄ REZONANSOWĄ NA PRĘTACH O PRZEKROJU KOŁOWYM

Est /kG/mm ² /	34601
Moduł Y.ounga E /kG/mm ² /	34834 34833 34517 34517 34777 34462 34962 34962 34305 34304 34371 34041 35145 34673
Masa objętościowa /g/cm ³ /	3,76 3,76 3,76 3,76 3,76 3,76 3,76 3,76
Długość próbki /mm/	131,2 130,8 130,6 130,6 130,6 131,2 131,2 131,2 131,2 131,2 131,2 131,2 131,2
\$rednica próbki /mm/	222222222222222
Rezonans III rzędu f ₃ /Hz/	108878 - 109112 109730 - 108830 - 108830 108830 108830 108376 - 107488 109566
Rezonans II rzędu f ₂ /Hz/	72792 72820 72880 73216 72882 72158 72150 72150 72120 72120 72348 73188 73188 73188
Rezonans I rzędu f /Hz/	36340 36412 36412 3648 3648 36494 36494 36150 36146 36146 36136 36356 36398 36398 363914 36606 36244
Nr próbki	- 0 8 4 9 9 7 8 9 9 1 2 2 2 1

http://rcin.org.pl

32

•



Rys. 12. Przełom próbki nr 6, serii nr 2, złamanej metodą zginania 3-pun-ktowego; miejsce A /pow. 600x/



Rys. 14. Przełom próbki nr 6, serii nr 2, złamanej metodą zginania 3-pun-ktowego; miejsce B /pow. 1800x/



Rys. 13. Przełom próbki nr 6, serii nr 2, złamanej metodą zginania 3-pun-ktowego; miejsce A /pow. 1800x/







Rys. 16. Przełom próbki nr 6 serii nr 2, złamanej metodą zginania 4-punktowego; miejsce C /pow. 600x/



Rys. 18. Przełom próbki nr 6, serii nr 2, złamanej metodą zginania 4-punktowego; miejsce D /pow. 1800x/



Rys. 17. Przełom próbki nr 6, serii nr 2, złamanej metodą zginania 4-punktowego; miejsce C /pow. 1800×/



Rys. 19. Przełom próbki nr 6, serii nr 2, złamanej metodą zginania 4-punktowego; miejsce D /pow. 3000x/

WYNIKI OZNACZANIA MODUŁU YOUNGA I WSPÓŁCZYNNIKA POISSONA METODĄ IMPULSOWĄ DLA PRĘTÓW O PRZEKROJU KOŁOWYM

W spółczynnik Poissona	0,09 0,10 0,15 0,16 0,16 0,16 0,16
Moduł Younga /kG/mm ² /	30167 30138 30138 30005 28840 27857 27857 27967 28751 27967
Masa objętościowa /g/cm ³ /	3,75 3,76 3,76 3,76 3,76 3,76 3,76 3,76
C _T /m/s/	8952 8948 8942 8865 8788 8865 8788 8830 8938 8938 8787
C_L /m/s/	6008 6005 5973 5756 5596 5646 5646 5686 5686 5632
t2 /µs/	1,39 1,38 1,39 1,32 1,32 1,33 1,36
t1 /ps/	29,31 29,21 29,44 29,79 29,78 29,38 29,86
Średnica /mm/	2222222222
Długość próbki /mm/	131,2 131,2 130,8 130,5 130,6 131,2 131,2 131,2 131,2
Nr próbki	1 1 1 1 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2 2

kształtu przekroju próbki odbicia od ścian bocznych mają bardziej skomplikowany charakter niż to zakłada teoria [12] opracowana dla prętów o przekroju kołowym. Stąd wykres "amplituda – czas" jest trudny do interpretacji. Wyniki oznaczania wartości modułu Younga i współczynnika Poissona metodą impulsową dla części próbek serii nr 3 /próbki o przekroju okrągłym/ zostały przedstawione w tabl. 10. Wyniki te istotnie różnią się od wartości modułu Younga uzyskanych dla tych samych próbek za pomocą badań rezonansowych.

W tablicy 11 przedstawiono orientacyjne wartości modułu Younga oraz współczynnika Poissona dla alundowych tworzyw ceramicznych oraz produkcji amerykańskiej zaczerpnięte z katalogu handlowego firmy Lava Corporation.

Tablica 11

WARTOŚCI MODUŁU YOUNGA I WSPÓŁCZYNNIKA POISSONA DLA ALUNDOWYCH TWORZYW CERAMICZNYCH PRODUKOWANYCH PRZEZ FIRMĘ LAVA CORP. /DANE PRODUCENTA/

Nazwa tworzywa	Alsimag 771	Alsimag 614	Alsimag 748	Alsimag 753
Zawartość Al ₂ O ₃	94%	96%	98%	99,5%
Moduł Younga E /kG/mm²/	30200	3000	33000	38700
Współczynnik Poissona	0,22	0,22	0,22	0,22

Wartości E i V uzyskane metodą impulsową /tabl. 10/ są istotnie niższe od podawanych dla podobnych do AI-19 tworzyw alundowych. Wyniki oznaczania modułu Younga dla tworzywa AI-19 metodą rezonansową są natomiast bardzo zbliżone do danych podawanych dla tworzyw amerykańskich o podobnej zawartości Al₂O₃.

Wykonano również oznaczenie wartości modułu Younga metodą rezonansową dla próbek przygotowanych z tworzywa ceramicznego AI 95/K o zawartości 95% AL₂O₃.

Wyniki tych badań przedstawiono w tabl. 12. Również w tym przypadku wartość obliczonego modułu Younga była zbliżona do danych podawanych dla tworzyw amerykańskich o zawartości Al₂O₃ bliskiej 95%.

O użyteczności pomiaru modułu sprężystości podłużnej E świadczą badania dwóch tworzyw ceramicznych o składzie podawanym w tabl. 13. Jak widać tworzywa różnią się jedynie zawartością Cr_2O_3 i MgO. Tworzywo IX czawiera dodatkowo 0,15%

Cr203 i zmniejszoną o 0,15% zawartość MgO. Przeprowadzono badania eksploatacyjne

dysz Mackensena wykonanych z wymienionych tworzyw. Na podstawie wyników tych badań stwierdzono, że materiał o wyższym module E odznacza się znacznie wyższą odpornością na ścieranie. Teoria ścierania ustala zależności funkcyjne odporności na ścieranie od modułu sprężystości poprzecznej G. Ścieranie jest zależne od stanu naprężenia w płaszczyznach poślizgu, który jest określony za pomocą modułu G. Wyższym dopuszczalnym naprężeniom ścinającym /wyższe G/ odpowiada wyższa odporność na ścieranie. Należy tutaj przypomnieć, że w przypadku materiałów izotropowych istnieje jednoznaczna zależność pomiędzy wielkościami E, G i V. Ponieważ można przyjąć,

WYNIKI BADAŃ OZNACZANIA MODUŁU YOUNGA METODĄ REZONANSOWĄ DLA PRÓBEK CERAMICZNYCH WYKONANYCH Z MASY AI-95/K

Moduł Younga E /kG/mm ² /	31987 31873 31814
Masa objętościowa /g/cm ³ /	3,71 3,71 3,71
Wymiary próbki /mm/	97,2x9,6x0,6 97,0x9,6x9,6 97,1x9,6x9,6
Rezonans III rzędu f ₃ '/Hz/	141630 -
Rezonans II rzędu f ₂ /Hz/	94794 94566 94464
Rezónans I rzędu f1 /Hz/	47406 47322 47278
Nr próbki	3 7 -

WYNIKI BADAN OZNACZANIA MODUŁU YOUNGA METODĄ REZONANSOWĄ DLA PROBEK CERAMICZNYCH WYKONANYCH Z MASY IX I IX4

Moduł Younga /kG/mm ² /	32402	32111	31768 32146	26513	26581	26288	26486
Mása objętościowa /g/cm ³ /	3,64	3, 63	3,64 3,64	3,44	3,44	3,44	3,44
Wymiary próbki /cm/	1,0×1,0×8,82	1,0×1,0×8,80	1,0×1,0×8,81 1,0×1,0×8,82	1,0×1,0×9,26	1,0×1,0×9,50	1,0×1,0×9,25	1,0×1,0×9,25
Rezonans I rzędu /Hz/	52976	52857	52514 52838	46951	45824	46802	46978
Nr próbki	-	2	W 4	-	2	e	4
Temperatura wypalania C/	1750			1750			
Skład tworzywa	95,4% AI ₂ O ₃	0,35% MgO 0,9% CaF ₂ 0,5% BaF	1,9% glina	95,4% AI203	0, 2% MgU 6, 15% Cr ₂ O ₃	0,5% BaF ₂	1, 9% glina 0, 95% talk
Nazwa tworzywa	×			×°			

http://rcin.org.pl

że współczynnik Poissona V dla obu tworzyw ma wartość bardzo podobną /sugeruje to tabl. 11/, stąd moduł sprężystości podłużnej E charakteryzuje podobnie jak G odporność na ścieranie. Pomiary modułów sprężystości mogą stanowić więc dobrą i szybką metodę dla oceny odporności na ścieranie tworzyw ceramicznych.

Należy zwrócić uwagę, że w przypadku metody rezonansowej, wszystkie dane niezbędne do obliczenia modułu Younga z wzoru (18), są uzyskiwane z dużą i niezależną od interpretacji przeprowadzającego badania, dokładnością. W przypadku natomiast metody impulsowej odczyt wartości t₂ i t₁ z wykresu "amplituda – czas" jest

zależny od interpretacji samego wykresu. W czasie badań metodą impulsową zauważono niestabilność przebiegu "amplituda – czas" na ekranie defektoskopu. Było to spowodowane trudnościami we właściwym sprzężeniu mechanicznym "przetwornik – próbka". Stąd wykres zapisany przez rejestrator nie zawsze odpowiadał rzeczywistemu przebiegowi "amplituda – czas". Jest to prawdopodobnie główna przyczyna błędów w uzyskanych wynikach z metody impulsowej. Metoda rezonansowa oznaczania modułu sprężystości wzdłużnej okazała się znacznie dokładniejsza niż metoda impulsowa.

W próbkach o przekroju w kształcie kwadratu o boku 10 mm próbowano również wzbudzać rezonansowe drgania skrętne w celu oznaczania modułu sprężystości poprzecznej G. W próbce wzbudzały się jednak silne drgania innego typu, prawdopodobnie giętne, które uniemożliwiały prawidłowe przeprowadzenie próby. Wzbudzanie niepożądanych drgań wynikało najprawdopodobniej ze zbyt dużej średnicy używanych przetworników. Opracowanie metodyki oznaczania modułu sprężystości poprzecznej G za pomocą drgań skrętnych wymaga dalszych badań.

7. PODSUMOWANIE I WNIOSKI

Na podstawie danych z literatury oraz doświadczeń własnych można ocenić poszczególne metody badań własności mechanicznych ceramiki. Można również, jak się wydaje, określić zakres niezbędnych badań w przypadku kontroli jakości materiału ceramicznego, jak również w przypadku badań nowych tworzyw ceramicznych.

Próba zginania ceramiki jako łatwa w realizacji i nie wymagająca skomplikowanego oprzyrządowania, jest podstawowym i zwykle wystarczającym testem wytrzymałościowym w przypadku kontroli jakości tworzyw ceramicznych. W analizie porównawczej wyników próby zginania należy szczególną uwagę zwrócić na kształt i wymiary próbek poddanych testowi, jak również na schemat obciążenia podczas przeprowadzania próby.

Wpływ wymiarów próbki na wynik oznaczanej wytrzymałości ceramiki w sposób istotny ogranicza możliwości porównawcze wyników. W praktyce, aby uniknąć błędu, należy porównywać wyniki wytrzymałości oznaczonej na próbkach o takich samych wymiarach i kształcie.

Do oznaczania wytrzymałości ceramiki na zginanie najodpowiedniejsze są próbki o przekroju kołowym. Ten kształt próbek jest zalecany przez komitety normalizacyjne wielu krajów /Polska, NRD, RFN, Anglia, ZSRR/, podczas gdy próbki o innych kształtach są zalecane sporadycznie. Przykładowo próbki o przekroju kwadratowym, objęte normami GOST-5458-64 i BS 1598, nie są zalecane przez normy DIN 40685, TGL 20470 i PN-69/E-06307. Istotną zaletą próbek o przekroju kołowym, w porównaniu z próbkami o przekrojach kwadratowych, jest to, że nie występują dodatkowo niepożądane mikropęknięcia na krawędziach próbki, powstające przy ich obróbce. Mikropęknięcia te mogą istotnie wpływać na uzyskiwane wartości wytrzymałości na zginanie. Jak to wynika z wcześniej omówionego mechanizmu pękania ceramiki, mikropęknięcia występujące na krawędziach próbki mogą powodować obniżenie wytrzymałości oznaczanej w stosunku do wytrzymałości rzeczywistej. W niniejszej pracy porównywano próbę zginania według schematu 3-punktowego, zalecanego normami, z testem zginania ceramiki według schematu 4-punktowego.

W przypadku zginania 4-punktowego relatywnie większa niż w zginaniu 3-punktowym objętość próbki jest poddana działaniu maksymalnego momentu zginającego. Stąd wyniki z 4-punktowego zginania są bardziej reprezentatywne, niż wyniki ze zginania 3-punktowego, jak również jest to przyczyną nieporównywalności wyników wytrzymałości na zginanie uzyskanych tymi dwiema różnymi metodami.

W przypadku zginania 4-punktowego, ze względu na to, że większa niż w zginaniu 3-punktowym część próbki jest poddana maksymalnym naprężeniom rozciągającym, zwiększa się prawdopodobieństwo znalezienia się w tym obszarze mikropęknięcia o wymiarach krytycznych do samorzutnego rozprzestrzeniania się. Potwierdziły to wyniki badań własnych. Wytrzymałość próbek na zginanie 4-punktowe była niższa niż na zginanie 3-punktowe. Wydaje się, że zginanie 4-punktowe zasługuje na to, aby traktować je jako pełnowartościowy test wytrzymałościowy ceramiki, użyteczny zarówno dla celów badawczych jak i dla kontroli jakości. Próba ta powinna być, jak się zdaje, uwzględniona przy nowelizacji normy PN-69/E-06307.

Oznaczanie wytrzymałości na ściskanie i rozciąganie ceramiki jest, jak wynika z przeglądu literatury, trudne do realizacji, wymaga bowiem bardzo starannego przygotowania próbek, jak również używania do badań oprzyrządowania i maszyny wytrzymałościowej wysokiej jakości.

Dla wielu problemów badawczych oznaczanie wytrzymałości ceramiki na rozciąganie jest jednak niezbędne. Podstawową zaletą tej próby jest fakt, że w próbce jest wywoływany jednoosiowy i jednorodny stan naprężenia, stan, w którym równy wpływ na wytrzymałość mają mikropęknięcia powierzchniowe, jak i wewnętrzne. W zginaniu ceramiki wytrzymałość jest determinowana mikropęknięciami powierzchniowymi ze względu na niejednorodny stan naprężenia w próbce.

Spośród statycznych prób wytrzymałościowych ceramiki stosunkowo najmniejsze znaczenie ma próba ściskania. Wynika to z naturalnej, bardzo dużej wytrzymałości ceramiki na naprężenia ściskające, jak również z omówionych wcześniej trudności w prawidłowym przeprowadzaniu oznaczenia. Stąd próbę tę przeprowadza się jedynie wtedy, gdy jest to niezbędne.

Prace nad metodyką oznaczania stałych sprężystości tworzyw ceramicznych wykazały, że metoda rezonansowa wykorzystująca drgania prętowe dobrze nadaje się do oznaczania modułu Younga tych materiałów. W porównaniu z normą PN-69/E-06307, zalecającą określanie wartości modułu Younga za pomocą pomiarów strzałek ugięcia zginanej próbki ceramicznej, oznaczanie metodą rezonansową jest wygodniejsze, łatwiejsze w realizacji. Próbki zalecane przez PN-69/E-06307 cechują się dużą smukłością /ø 16 ÷ 20 x 500 mm/, stąd łatwo mogą ulegać skrzywieniu podczas przygotowywania. Należy zauważyć, że próbki użyte do oznaczania modułu sprężystości wzdłużnej metodą pomiarów strzałek ugięcia nie powinny być następnie używane do badań wytrzymałościowych; w czasie oznaczania modułu E mogą zostać bowiem wywołane dodatkowe mikropęknięcia, jak również mogą ulec rozszerzeniu mikropęknięcia pierwotne.

Niekłopotliwość przygotowywania próbek do oznaczania modułu Younga metodą rezonansową, łatwość przeprowadzania oznaczenia, nie niszczący charakter próby oraz duża dokładność pomiaru – to główne zalety metody rezonansowej oznaczania wartości modułu Younga próbek z tworzyw ceramicznych.

Jest również bardzo przydatna możliwość wykorzystania następnie próbek użytych w oznaczaniu modułu Younga tą metodą do określenia wytrzymałości na zginanie.

Duże praktyczne znaczenie znajomości wartości modułu sprężystości wzdłużnej z jednej strony, z drugiej zaś łatwość przeprowadzania oznaczenia wartości modułu E metodą rezonansową powodują, że oznaczanie modułu Younga powinno być szeroko stosowane jako metoda zarówno badawcza jak i kontroli jakości. Oznaczanie modułu Younga metodą wzbudzania rezonansowych drgań prętowych w próbkach ceramicznych powinna obejmować, jak się autorom niniejszej pracy wydaje, znowelizowana PN-69/E-06307. Należy zaznaczyć, że oznaczanie E dla ceramiki metodami rezonansowymi jest zalecane w niektórych normach zagranicznych np. ASTMC623 i DIN 4068T.

W wielu zagadnieniach konstrukcyjnych jest szczególnie ważna znajomość wartości modułu sprężystości poprzecznej G. W ramach niniejszej pracy nie udało się z zadawalającą dokładnością określać bezpośrednio wartości tego parametru poprzez wzbudzanie w próbkach ceramicznych rezonansowych drgań skrętnych. Najprawdopodobniej będzie to możliwe po odpowiednim usprawnieniu aparatury, a przede wszystkim stosowanych przetworników ultradźwiękowych. Należy jednak zwrócić uwagę, że znajomość war-tości modułu Younga daje nam często jednocześnie pewne informacje o wielkości mo-dułu G. Wynika to z równania (22) wiążącego parametry sprężystości /E, G, \aleph , K/ materiału izotropowego. Należy zauważyć, że współczynnik Poissona w przypadku tworzyw ceramicznych jest wielkością, która zmienia się w niewielkich granicach. Przykładowo, z danych firmy Lava Corporation dla różnych tworzyw alundowych o zawartości od 94 aż do 99,5% Al₂O₃ wartość współczynnika Poissona jest stała i wynosi 0,22 /tabl. 11/. Można więc z dużym prawdopodobieństwem stwierdzić, porównu-

jąc dwa podobne tworzywa ceramiczne, że to które cechuje się wyższym modułem E odznacza się również wyższym modułem sprężystości poprzecznej G. Oczywiście w niektórych przypadkach konstrukcyjnych bezpośrednie oznaczanie dokładnej wartości G jest niezbędne. Zagadnienia te wymagają dalszych badań.

Ze względu na częste wykorzystywanie tworzyw ceramicznych na elementach pracujących w podwyższonych temperaturach, dla określenia stanu naprężeń jest niezbędna znajomość wartości stałych sprężystości w funkcji temperatury. Metoda określania stałych sprężystości materiału poprzez wzbudzanie rezonansowych drgań metodą pojemnościową stwarza możliwość prowadzenia w przyszłości takich badań.

Na zakończenie autorzy pragną podziękować dr Włosińskiemu za cenne uwagi dotyczące pracy oraz dr J. Ryll-Nardzewskiemu za pomoc i współpracę w prowadzeniu badań oznaczania stałych sprężystości metodami rezonansowymi.

LITERATURA

- 1. Marshall C.W, Rudnick A.: Conventional Strength Testing of Ceramics. Fracture Mechanics of Ceramics, Vol.1. Plenum Press. 1974
- 2. PN-69/E-06307. Elektroizolacyjne materiały ceramiczne. Metody badań
- 3. DIN 40685 VDE-Bestimmungen für keramische Isolierstoffe Prüfverfahren
- 4. TGL 20469 Bestimmung fer Zugfestigkeit
- 5. Wolski K.: Sprawozdanie nr 2 z tematu "Opracowanie metod badania mikrostruktury i własności mechanicznych tworzyw ceramicznych". Nr zlec. 12/8013/71
- 6. Gibas T.: Spieki ceramiczne i cermetale. Warszawa WNT 1961
- 7. BS 1568 Specification for Ceramic Insulating Materials for General Electrical Purposes. Determination of Compressive Strength
- 8. ASTM C 528-63T Compressive Strength of High Strength Ceramic Materials
- 9. ASTM C773-74 Compressive /Crushing/ Strength of Fired Whiteware Materials
- 10. TGL 20472 Bestimmung der Druckfestigheit
- 11. A. Cottrell A.H.: Własności mechaniczne materii. Warszawa PWN 1970
- 12. Newnham R.C.: Strength Tests for Brittle Materials. Proceedings of The British Ceramic Society 25, 1975
- Katarzyński S., Kocańda S., Zakrzewski M.: Badania własności mechanicznych metali. Warszawa PWT 1961
- 14. TGL 20470 Bestimmung der Biegefestigkeit
- 15. GOST 5458-64. Materijaly keramičeskie radiotechničeskie
- Lange F.F.: Origin and Use of Fracture Mechanics, Fracture Mechanics of Ceramics, Vol.1. Plenum Press. 1974
- 17. Griffith A.A.: Phil, Trans. Rogal Soc. London A, 221, 1922 163-196
- 18. Inglis C.E.: Engineering 95, 1913, 414
- 19. Inglis C.E.: Trans. Instn. Naval. Arch. 55, 1913, 219-230
- 20. Orowan E., Welding J.: 34, 1955- Res. Suppl. 1575-1603
- 21. Irwin G.E.: W ksigżce: Parker R.E. Frachring of Metals a Seminar ASM Cleveland s. 3-31 i 147-166
- 22. Sack. R.A.: Proc. Phys. Soc. 58, 1946, 729
- 23. David L., Oyler S.M.: Jour of the Amer. Soc. 59, 11-12
- Weibull W. Statistical Distribution Function of Wide Applicability. J. Appl. Mechn. 18/3/, 1951, 293-297
- 25. ASTM C623. Young's Modulus, Shear Modulus and Poisson's Ratio By Resonance
- 26. Hennicke H.W.: Lears K-J die Bestimmungen elastische Konstanten mit dynamischen Methoden
- 27. TGL 20472 Bestimmungen des Elastizitätmoduls
- 28. TGL 20473 Bestimmungen des Schubmoduls
- Ryll-Nardzewski J.: Elastometr rezonansowy zestaw pomiarowy do badań stałych sprężystości. Pomiary – Automatyka – Konstrola 5
- 30. Filipczyński L., Pawłowski Z. Wehr I.: Ultradźwiękowe metody badania materiałów. Warszawa, PWT 1959
- Ryll-Nardzewski J.: Zastosowanie właściwości rezonansowych płyt kołowych do wyznaczania stałych sprężystości. Prace IPPT 44/1973
- 32. Oktaba W: Elementy statystyki matematycznej i metodyka doświadczalna.

http://rcin.org.pl

c	D	IC	T	D	C	d	C	
С	r	IS.		κ	C	Э	C	L

Weten	
1) Badania wytrzymałościowe ceramiki	
1 1 Próba rozciaganja ceramiki	
1.2. Próba ściskanja ceramiki	
1.3. Próba zajnanja ceramiki	
2. Mechanizm pekania ceramiki	1
2.1. Teoria Griffitha	1
2.2. Modyfikacja teorii Griffitha przez Orowana	1
2.3. Modyfikacja Irwina	1
2.4. Statystyczna teoria pekania Weibulla	1
3. Kryteria doboru maszyny wytrzymałościowej do badań wytrzymałościowych ceramiki	1
4. Metody oznaczania stałych sprężystości materiału	1
4.1. Metody statystyczne określania stałych sprężystości	1
4.2. Metody impulsowe pomiaru stałych sprężystości	1
4.3. Metody rezonansowe określania stałych sprężystości materiału	2
5. Metodyka badań	2
5.1. Badania wytrzymałości na zginanie	2
5.2. Badania oznaczania stałych sprężystości materiału metodami rezonansową i impulsową	2
5.2.1. Badania rezonansowe	2
5.2.2. Bedania impulsowe	2
6. Wyniki badań	2
6.1. Omówienie wyników badań wytrzymałości na zginanie ceramiki metodą 3- i 4-punktową	2
6.2. Omówienie wyników badań oznaczania stałych sprężystości materiału metodami ultradźwiękowymi	2
7. Podsumowanie i wnioski	3
Literatura	4

WPM ,,WEMA''. Warszawa 1977. Nakł. 250+25 egz. Zam. 376/77-Z/C Druk: Zakład Poligraficzny WPM ,,WEMA''. Zam. 349/77

. http://rcin.org.pl

http://rcin.org.pl

64



http://rcin.org.pl

http://rcin.org.pl