https://doi.org/10.62753/ctp.2003.24.8.8

Magdalena Szutkowska[1]
Instytut Obróbki Skrawaniem, Zakład Inżynierii Materiałowej, ul. Wrocławska 37a, 30-011 Kraków

Marek Boniecki[2]
Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, Zakład Ceramiki, Złączy i Kompozytów, ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa

OCENA ODPORNOŚCI NA PĘKANIE KOMPOZYTU Al_2O_3-ZrO_2 METODĄ KONTROLOWANEGO ROZWOJU PĘKNIĘĆ

Wyznaczono odporność na pękanie K_{Ic} oraz parametr χ, charakteryzujący pole naprężeń szczątkowych wokół odcisku po próbie twardości Vickersa, dla kompozytu Al_2O_3-ZrO_2 i porównawczo dla ceramiki tlenkowej Al_2O_3. Zastosowano metodę wprowadzania kontrolowanych pęknięć wstępnych, wytwarzanych podczas wciskania wgłębnika twardości Vickersa w badany materiał. Wartości K_{Ic} porównano z danymi otrzymanymi z badań własnych, metodą konwencjonalną, podczas trójpunktowego statycznego zginania próbek typu SENB w kształcie belek z karbem naciętym mechanicznie. Przeprowadzono obserwację zachowania się krzywych *R* podczas kontrolowanego rozwoju pęknięć dla obu prezentowanych metod.

Słowa kluczowe: odporność na pękanie, kompozyt Al_2O_3-ZrO_2, twardość Vickersa, kontrolowany wzrost pęknięcia, krzywe *R*

FRACTURE TOUGHNESS EVALUATION OF Al_2O_3-ZrO_2 COMPOSITE BY MEANS OF CONTROLLED VICKERS CRACK GROWTH

Fracture toughness K_{Ic} and χ dimensionless parameter characterizing the integrated effect of the residual indentation stress field over the half-penny crack for the Al_2O_3-ZrO_2 composite and comparatively for alumina ceramics has been determined. Indentation induced crack growth in bending based on controlled precracks generated by indentation of Vickers hardness indenter into tested material was used. Plot with relationship $Y = \psi\sigma c^2/P$ in function of $X = c^{1.5}/P$ for Al_2O_3-ZrO_2 composite and alumina ceramics was presented.These K_{Ic} values with data obtained from own measurements by means of conventional method based on static three-point bending of SENB bends mechanically notched were compared. The relations of K_R versus crack length *c* (*R* curve) for alumina ceramics and alumina-zirconia composite were revealed only for conventional method.

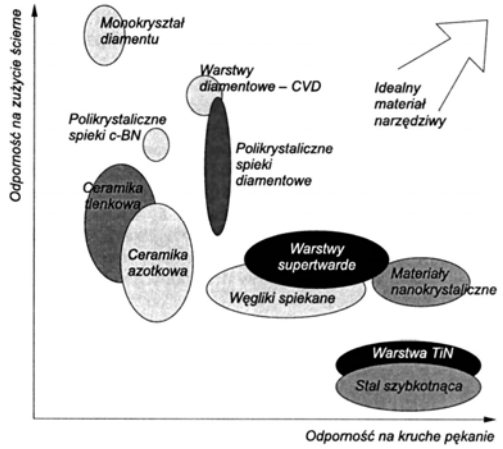
Key words: fracture toughness, Al_2O_3-ZrO_2 composite, Vickers hardness, controlled crack growth, *R*-curve

WPROWADZENIE

Dzięki swoim właściwościom materiały ceramiczne mogą pracować w trudnych warunkach, jakie występują w wielu technologiach, np. obróbce skrawaniem. W obróbce skrawaniem metali dominują nadal narzędzia ze stali szybkotnącej i węglików spiekanych, ale do celów specjalnych (pracy narzędzia przy dużych szybkościach skrawania i szybkościach posuwu) stosuje się ceramiczne materiały narzędziowe na bazie tlenku glinu (rys. 1).

Narzędzia z ceramiki tlenkowej odznaczają się dużą odpornością na zużycie ścierne i są przeznaczone do obróbki wiórowej szerokiego asortymentu materiałów, takich jak stal normalizowana i utwardzona, żeliwa i stopy specjalne. Umożliwiają one wydajną obróbkę wykańczającą materiałów, do której zwykle stosuje się szlifowanie. Możliwość wyeliminowania w określonych przypadkach operacji szlifowania oraz prowadzenie procesu skrawania „na sucho", bez stosowania chłodzenia cieczami obróbkowymi, daje wymierne efekty ekonomiczne na skutek obniżenia kosztów obróbki skrawaniem. Pomimo znacznego potencjalnego wzrostu wydajności skrawania, jaki uzyskuje się dla ceramiki tlenkowej w optymalnych warunkach skrawania, jej szersze rozpowszechnienie w przemyśle narzędziowym jest ograniczone z powodu małej odporności na pękanie tych materiałów. Krytyczny współczynnik intensywności naprężeń K_{Ic} dla ceramiki tlenkowej wynosi około 3,5 MPa$\sqrt{m}$. Dla porównania K_{Ic} dla węglików spiekanych typu WC-Co w zależności od zawartości fazy wiążącej kobaltowej mieści się w zakresie od 10 do 25 MPa$\sqrt{m}$. Jednym ze sposobów zwiększania odporności na pękanie ceramiki tlenkowej jest modyfikacja jej mikrostruktury przez wprowadzenie ziaren „drugiej fazy" o znacznej różnicy współczynnika rozszerzalności cieplnej w stosunku do materiału matrycy. Prowadzone w ostatnich latach badania nad zjawiskiem wzmacniania transformacyjnego kompozytów ziarnistych typu Al_2O_3-ZrO_2 potwierdziły skuteczność tego działania.

[1] dr inż., [2] dr



Rys. 1. Odporność na zużycie ścierne i odporność na pękanie materiałów narzędziowych [1]

Do najbardziej rozpowszechnionych należy grupa kompozytów ziarnistych zawierających w kruchej osnowie Al_2O_3 dyspersyjne cząstki ZrO_2 w ilości 3÷15%. ZrO_2. Podczas chłodzenia od temperatury spiekania w zakresie temperatur od 1473 do 1273 K ZrO_2 podlega bezdyfuzyjnej martenzytycznej przemianie odmiany tetragonalnej w trwałą odmianę jednoskośną. Przemiana ta przebiega ze zwiększeniem objętości w zakresie do 3 do 5% [2]. Możliwość podwyższenia energii pękania ceramiki tlenkowej istnieje w przypadku wprowadzenia ziaren ZrO_2 odmiany tetragonalnej o wielkości zapewniającej stabilność tej odmiany w temperaturze pokojowej. Przemiana polimorficzna zachodzi tu w momencie dojścia pola naprężeń przesuwającego się frontu spękania do ziarna ZrO_2 w odmianie tetragonalnej. „Wymuszenie" zajścia przemiany polimorficznej wiąże się z pochłonięciem energii, co w efekcie zwiększa całkowitą energię tak przygotowanego materiału ceramicznego. Do niedawna uważano, że wzmocnienie ceramiki tlenkowej związane jest z powstaniem strefy kontrolowanych mikropęknięć wokół płaszczyzny pęknięcia, ostatnio zaś efekt wzmoc- nienia tłumaczy się teorią mostków spinających płaszczyzny powstałe za czołem pęknięcia. Podczas studzenia kompozytów tlenkowo-cyrkonowych od temperatury spiekania do temperatury pokojowej generowane są lokalne pola naprężeń, które w zależności od znaku (ściskające lub rozciągające) mogą wspomagać obecne w osnowie mechanizmy, odpowiedzialne za odporność na pękanie (krzywe R), bądź je ograniczać [3]. Ziarna poddawane ściskaniu pełnią rolę mostków przeciwstawiających się rozszerzeniu szczeliny propagującego pęknięcia, powodując zwiększenie odporności na pękanie. Ocena odporności na pękanie i podatności na wykruszenia narzędzi wykonanych z ceramiki tlenkowej, stosowana dość często w warunkach toczenia przerywanego, jest próbą pracochłonną i kosztowną. Z tego względu ocena kruchości tych materiałów w sposób ilościowy przez pomiar odporności na pękanie nabiera bardzo istotnego znaczenia. Stosowanie różnych technik wytwarzania kontrolowanego pęknięcia w materiale przy braku norm ujmujących to zagadnienie dla materiałów ceramicznych powoduje niezgodność otrzymywanych wartości K_{Ic}. W pracy przedstawiono sposób wyznaczania odporności na pękanie ceramiki narzędziowej opartej na obserwacji mikroskopowej kontrolowanego rozwoju pęknięć wytworzonych na powierzchni próbek z kompozytu tlenkowo-cyrkonowego za pomocą wgłębnika twardości Vickersa. Zaletą tej metody jest wytworzenie pęknięć symulujących pęknięcia naturalne istniejące w materiale. Pęknięcie o długości c wyraża równowagę pomiędzy tzw. szczątkowym współczynnikiem intensywności naprężeń K_{RD} a odpornością na pękanie materiału K_{Ic}. Obserwując stabilnie propagujące pęknięcie na powierzchni rozciąganej belki, poddanej próbie trójpunktowego statycznego zginania, można równocześnie wyznaczyć odporność na pękanie, jak i parametr χ. Parametr ten charakteryzuje pole naprężeń szczątkowych wokół odcisku twardości Vickersa. Krytyczny współczynnik intensywności naprężeń K_T wyznaczony z pęknięć Vickersa na próbce w kształcie belki, poddanej działaniu naprężenia zewnętrznego σ, jest sumą krytycznego współczynnika intensywności naprężeń K_{RD}, pochodzącego od naprężeń szczątkowych powstałych wokół odcisku twardości (tzw. szczątkowy współczynnik intensywności naprężeń) i krytycznego współczynnika intensywności naprężeń K_A pochodzącego od przyłożonego naprężenia [4]

$$K_T = K_{RD} + K_A \tag{1}$$

Równanie to zapisuje się w postaci

$$K_T = \chi P c^{-3/2} + \psi \sigma c^{1/2} \tag{2}$$

gdzie: χ - współczynnik charakteryzujący pole naprężeń szczątkowych wokół odcisku Vickersa, ψ - współczynnik zależny od geometrii kształtu pęknięcia, σ - naprężenie przyłożone do próbki.

Jeżeli pęknięcie propaguje w sposób stabilny od wartości początkowej c_o do wartości krytycznej c_m, to spełniony jest warunek (4)

$$\frac{dK_T}{d_c} \le \frac{dK_{Ic}}{d_c} \tag{3}$$

Gdy K_{Ic} nie zmienia się w funkcji długości pęknięcia, to wyrażenie (3) jest mniejsze lub równe zeru. Wówczas równanie (2) można przekształcić do postaci (4)

gdzie: $$\psi \sigma c^2 / P = K_{Ic}\, c^{3/2} / P - \chi \tag{4}$$

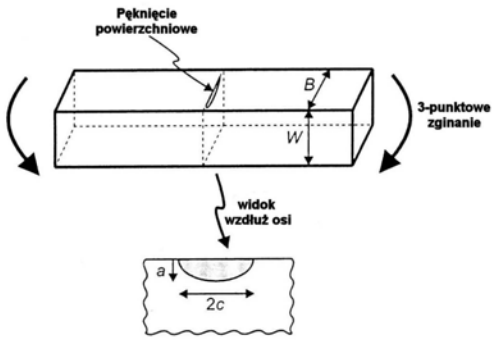
Wyrażenie $X = c^{3/2}/P$ oraz $Y = \psi \sigma c^2 / P$ wyznacza się eksperymentalnie. Z wykresu zależności Y w funkcji X otrzymuje się wartości K_{Ic} i χ. K_{Ic} wyznacza się z nachy-

lenia prostej prowadzonej przez punkty doświadczalne, zaś χ z punktu przecięcia tej prostej z osią rzędnych.

MATERIAŁY I METODYKA BADAŃ

Odporność na pękanie oraz parametr charakteryzujący pole naprężeń wokół odcisku twardości Vickersa χ wyznaczono dla kompozytu ziarnistego Al_2O_3-ZrO_2 oraz dla porównania wyników, badaniami objęto również ceramikę na bazie tlenku glinu Al_2O_3. Tworzywo tlenkowe typu A16SG o zawartości 99,8% wag. tlenku glinu i wielkości ziarna poniżej 0,5 μm wyprodukowane przez firmę ALCOA mieszano z dodatkiem MgO i prasowano w formie stalowej. Czysty tlenek cyrkonu otrzymano drogą strącania z wodnego roztworu tlenochlorku cyrkonu ($ZrOCl_2$) za pomocą wodnego roztworu amoniaku (NH_3). Powierzchnia właściwa proszku ZrO_2 zmierzona metodą adsorpcji azotu w temperaturze ciekłego azotu wyniosła S_{BET} = 4,13 m^2/g, zaś tlenku glinu S_{BET} = 4,54 m^2/g. Proszek ZrO_2, wytworzony w Katedrze Ceramiki Specjalnej AGH, wprowadzono do proszku glinu w ilości 10% masowych. Płytki prasowano pod ciśnieniem 50 MPa, a następnie doprasowywano izostatycznie pod ciśnieniem 250 MPa. Próbki spiekano w atmosferze powietrza w piecu firmy Seco-Warwick w Katedrze Ceramiki Specjalnej AGH, stosując temperaturę spiekania 1923 K. Uzyskane w ten sposób płytki szlifowano, a następnie cięto na belki o wymiarach 4,0x2,5x50,0 mm. Dla obserwacji drogi pęknięcia płaszczyznę 4x50 mm polerowano i napylano warstwą aluminium (ok. 150 nm). W środku powierzchni próbki wykonano odcisk przy użyciu wgłębnika twardości Vickersa z siłą P = 200 N. Próbkę umieszczano na podporach w taki sposób, aby odcisk znajdował się na powierzchni podlegającej rozciąganiu (rys. 2). Dynamiczny rozwój pęknięcia w funkcji przyłożonego obciążenia obserwowano za pomocą układu optycznego zamocowanego w trójpunktowym układzie zginania [5]. Odległość pomiędzy podporami wynosiła 40 mm. Próbki obciążano na maszynie wytrzymałościowej ZWICK 1446 z szybkością przesuwu głowicy obciążającej 5 μm/min, do momentu wyraźnego wzrostu jednego z dwóch prostopadłych do krawędzi próbki pęknięć. Po odciążeniu próbki mierzono długość pęknięcia, a następnie obciążano ją powtórnie. Procedurę powtarzano aż do momentu zniszczenia próbki bądź osiągnięcia przez jedno z pęknięć długości powyżej 1 mm. Początkowa długość pęknięcia dla kompozytu Al_2O_3-ZrO_2 wynosiła średnio 210 i 314 μm dla Al_2O_3. Kształt próbki z odciskiem twardości Vickersa stosowaną do oceny odporności na pękanie metodą kontrolowanego rozwoju pęknięć przedstawiono na rysunku 2.

Obserwację mikrostruktury badanych materiałów przeprowadzono przy użyciu mikroskopu skaningowego PHILIPS XL 30, wyposażonego w detektor dyspersji energii promieniowania rentgenowskiego EDS LINK ISIS. Urządzenie znajduje się w Instytucie Metalurgii i Inżynierii Materiałowej PAN w Krakowie.



Rys. 2. Próbka z odciskiem twardości Vickersa stosowana do oceny odporności na pękanie metodą kontrolowanego rozwoju pęknięć

Fig. 2. Specimen with Vickers hardness indent used to evaluation of fracture toughness by means of controlled crack growth

WYNIKI BADAŃ I ICH OMÓWIENIE

Wyniki otrzymane z próby trójpunktowego statycznego zginania próbek z odciskiem Vickersa przy obciążeniu 200 N przedstawiono w postaci współrzędnych X i Y ($X = c^{3/2}/P$ oraz $Y = \psi\sigma c^2/P$).

Dla półeliptycznego kształtu pęknięcia obserwowanego na przełomie próbki parametr ψ obliczono ze wzoru [6]

$$\psi = 1{,}29\frac{1{,}71e - 0{,}138e^2}{\sqrt{1 + 1{,}464e^{1{,}65}}} \tag{5}$$

Znając wysokość próbki W i długość pęknięcia c, można wyznaczyć wartość e na podstawie wzoru [7]

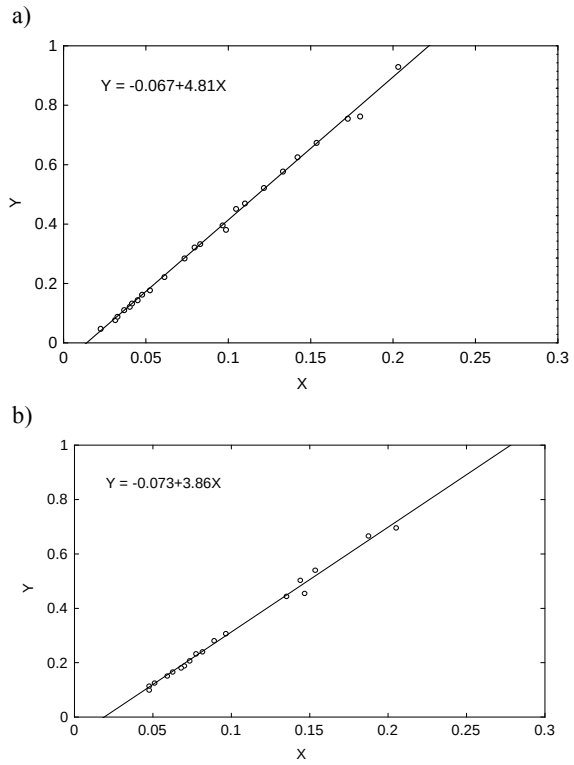
$$e = \frac{0{,}826W}{W + 1{,}486c} \tag{6}$$

Zależność (4) we współrzędnych $X = c^{3/2}/P$ i $Y = \psi\sigma c^2/P$ dla kompozytu Al_2O_3-ZrO_2 i ceramiki Al_2O_3 przedstawiono na rysunku 3.

Wartości K_{Ic} i χ wyznaczone dla kompozytu cyrkonowo-tlenkowego i ceramiki z tlenku glinu, otrzymane metodą obserwacji kontrolowanego wzrostu pęknięć Vickersa (podczas wciskania wgłębnika twardości Vickersa w badany materiał), porównano z wartościami otrzymanymi na próbkach typu SENB (metodą konwencjonalną). Pomiar odporności na pękanie metodą konwencjonalną przeprowadzono w układzie szybkiego zginania trójpunktowego na próbkach z karbem nacinanym piłą tarczową z nasypem diamentowym [5, 8, 9]. Wyniki przedstawiono w tabeli 1.

Analizę składu fazowego kompozytu Al_2O_3-ZrO_2 przeprowadzono na podstawie obrazów widm fluores-

cencyjnych Ramana przy użyciu spektrometru firmy DILOR. Analiza wykazała 75% obj. metatrwałego roztworu stałego ZrO_2 o symetrii tetragonalnej i 25% obj. roztworu stałego ZrO_2 o symetrii jednoskośnej. Trzykrotnie wyższy udział metatrwałego roztworu stałego ZrO_2 o symetrii tetragonalnej w odniesieniu do roztworu stałego ZrO_2 o symetrii jednoskośnej wskazuje na wzmocnienie kompozytu na drodze przemiany polimorficznej (tzw. wzmocnienie transformacyjne), a tym samym na wzrost K_{Ic}. Wartości K_{Ic} kompozytu Al_2O_3-ZrO_2 (4,81 MPa√m) są większe o ok. 20% w porównaniu z K_{Ic} ceramiki tlenkowej (3,86 MPa√m). Na podstawie obserwacji zależności $Y = \psi\sigma c^2/P$ w funkcji $X = c^{3/2}/P$, wyznaczonych metodą kontrolowanego wzrostu pęknięć Vickersa, nie stwierdzono występowania krzywych R w badanych materiałach (rys. 3). Punkty na wykresach układają się wzdłuż linii prostych. Natomiast krzywe R są widoczne podczas powolnego obciążania próbek typu SENB (rys. 4) [8, 9].



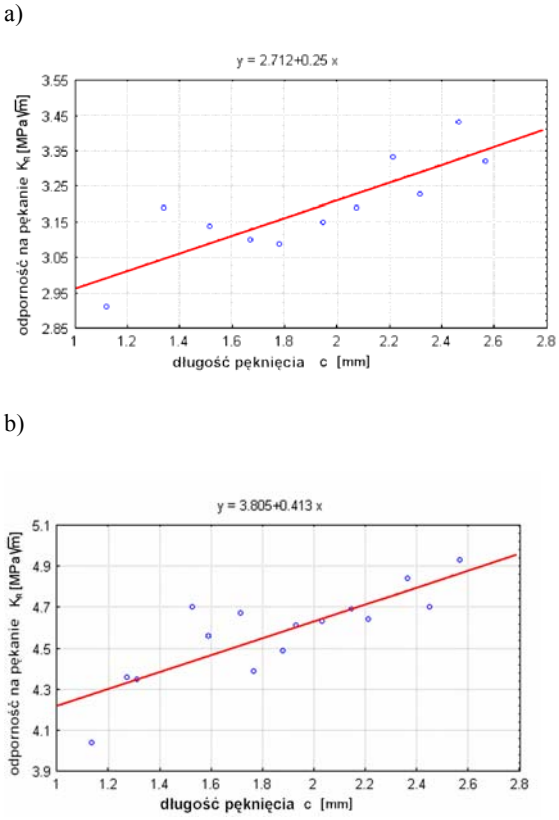
Rys. 3. Zależność (4) we współrzędnych $X = c^{3/2}/P$ i $Y = \psi\sigma c^2/P$ dla: a) kompozytu Al_2O_3-ZrO_2, b) ceramiki Al_2O_3

Fig. 3. Relationship equation (4) in co-ordinates $X = c^{3/2}/P$ i $Y = \psi\sigma c^2/P$ for: a) composite Al_2O_3-ZrO_2, b) oxide ceramic Al_2O_3

TABELA 1. **Zestawienie wyników otrzymanych z pomiarów parametru χ i K_{Ic} metodą kontrolowanego rozwoju pęknięć Vickersa z wartościami K_{Ic} uzyskanymi na belkach z karbem (próbki typu SENB)**

TABLE 1. **Values of χ and K_{Ic} obtained by means of the controlled Vickers crack growth method and K_{Ic} determined on the notched beams (specimens type SENB)**

Rodzaj materiału	Parametr χ	K_{Ic} [MPa√m] (pęknięcia Vickersa)	K_{Ic} [MPa√m] *(próbki SENB)
Al_2O_3	0,073 ±0,008	3,86 ±0,07	3,75±0,18
Al_2O_3-ZrO_2	0,067±0,004	4,81±0,04	4,68±0,09



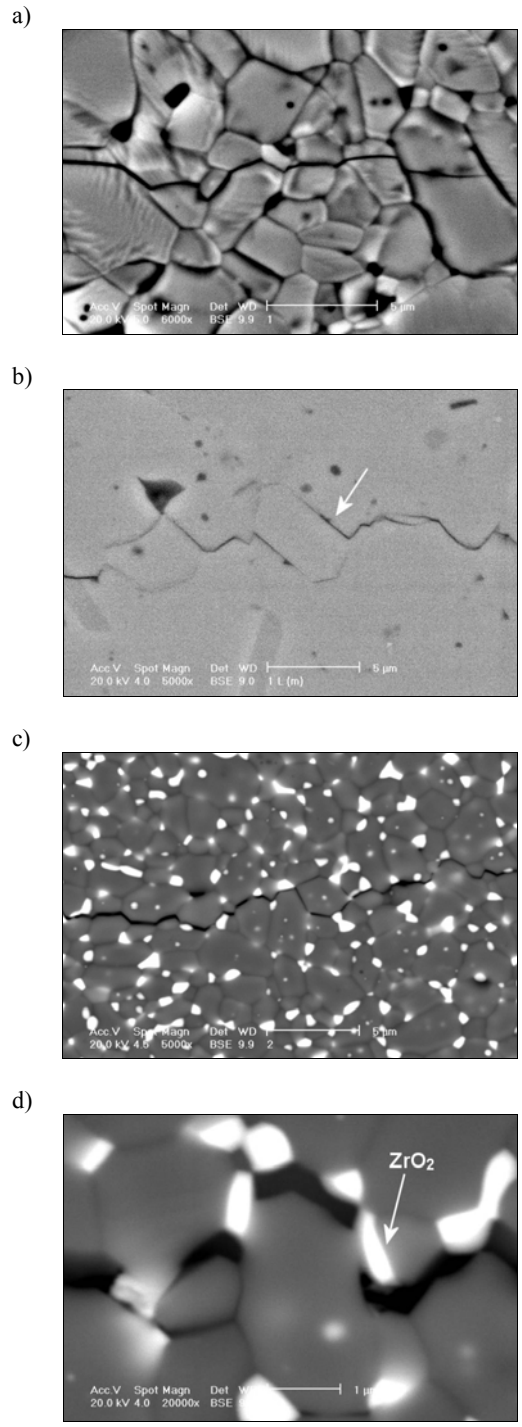
Rys. 4. Wykres odporności na pękanie wyznaczonej na próbkach typu SENB w funkcji długości pęknięcia dla: a) ceramiki tlenkowej, b) kompozytu Al_2O_3-ZrO_2

Fig. 4. Plot of fracture toughness determined on the specimen type SENB versus crack length for: a) alumina ceramics, b) Al_2O_3-ZrO_2 composite

Można to wytłumaczyć innym charakterem propagacji pęknięcia w obydwu przypadkach. Pęknięcie od wgłębnika Vickersa rozwija się głównie w warstwie przy powierzchni rozciąganej próbki (rys. 2), podczas gdy dla próbki z naciętym karbem przez całą grubość belki (równą 1,5 mm). Oznacza to, że temu samemu przyrostowi pęknięcia Δc w belce z karbem towarzyszy większy przyrost powierzchni pęknięcia aniżeli dla przypadku rozwoju pęknięcia od wgłębnika Vickersa. Tym samym liczba ewentualnych mostków spinających tworzące się za czołem pęknięcia powierzchnie (powodujących tzw. zjawisko krzywej R [8, 9]) jest dla belek z karbem większa niż dla pęknięć Vickersa i stąd ww. efekt krzywej R jest tu bardziej widoczny, chociaż obserwuje się znaczny rozrzut wyników (rys. 4).

Profil propagującego się pęknięcia zmienia się w zależności od rodzaju stosowanego materiału. Ceramika tlenkowa charakteryzuje się zróżnicowaną wielkością

ziarna (rys. 5a). Pęknięcia rozchodzą się po granicach ziaren i poprzez ziarna. Widoczne są duże ziarna pełniące rolę mostków (rys. 5b). W kompozytach Al_2O_3-ZrO_2 pęknięcia rozchodzą się głównie po granicach ziaren tlenku glinu i tlenku cyrkonu. Ziarna ZrO_2 stanowią barierę na drodze rozchodzącego się pęknięcia i są przez nie omijane (rys. 5c, d).



Rys. 5. Mikrostruktura próbek z profilem pęknięcia Vickersa dla a),b) ceramiki tlenkowej: a) próbka trawiona termicznie, b) próbka nietrawiona z zaznaczonym strzałką ziarnem-mostkiem, c),d) kompozytu tlenkowo-cyrkonowego trawionego termicznie

Fig. 5. SEM micrograph of microstructure specimens with Vickers crack profiles in: a), b) alumina ceramics: a) thermal eaching specimen, b) non eaching specimen with bridging effect indicated by the arrow, c), d) alumina-zirconia composite with thermal eaching surface

WNIOSKI

- Zastosowana metoda kontrolowanego rozwoju pęknięć Vickersa pozwala na jednoczesne wyznaczenie odporności na pękanie K_{Ic} i parametru χ charakteryzującego pole naprężeń szczątkowych wokół odcisku twardości Vickersa.
- Na podstawie obserwacji zależności $Y = \psi\sigma c^2/P$ w funkcji $X = c^{3/2}/P$, wyznaczonych metodą kontrolowanego wzrostu pęknięć Vickersa, nie stwierdzono występowania krzywych R w badanych materiałach. Punkty na wykresach układają się wzdłuż linii prostych.
- Badania ujawniły występowanie rosnących krzywych R w tworzywie tlenkowym na bazie Al_2O_3 oraz w kompozycie ziarnistym Al_2O_3-ZrO_2 tylko w przypadku zastosowania metody konwencjonalnej. Zjawisko to związane jest z tzw. mechanizmem mostkowym w badanym materiale.
- Wartości K_{Ic} wyznaczone dla kompozytu Al_2O_3-ZrO_2 i ceramiki z tlenku glinu, otrzymane metodą obserwacji kontrolowanego wzrostu pęknięć Vickersa (podczas wciskania wgłębnika twardości Vickersa w badany materiał), są porównywalne z wartościami otrzymanymi na próbkach typu SENB (metodą konwencjonalną) dla tych samych materiałów.

Podziękowania

Dziękujemy prof. Krzysztofowi Haberce, drowi Zbig- niewowi Pędzichowi za pomoc przy realizacji pracy
i drowi Markowi Farynie za skaningową mikrografię badanych materiałów

Referat prezentuje wyniki prac wykonanych w ramach projektu badawczego nr 7T08D 029 20 (realizowanego w latach 2001-2003), finansowanego przez Komitet Badań Naukowych

LITERATURA

[1] Olszyna A.R., Ceramika, supertwarda, Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa 2001, 121.
[2] Lange F.F., Transformation Toughening, J. Mater. Sci. 1982, 17, 225-262.
[3] Tomaszewski H., Boniecki M., Węglarz H., Wpływ wielkości ziarna i naprężeń wewnętrznych na krzywe R w kompozytach na osnowie tlenku glinu, Inżynieria Materiałowa 2001, 3, 137-142.
[4] Gilbert C.J, Cao J.J., De Jonghe L.C., Ritchie R.O., Resistance Curve Behavior in Silicon carbide: Small versus Long Cracks, J. Am. Ceram. Soc. 1997, 80, 9, 2253-2261.
[5] Librant Z., Boniecki M., Gładki A., Daszkiewicz M., Galas J., Recko W., Properties of Ceramics Derived from Direct Observation of Crack, Bulletin of the Polish Academy of Sciences 1999, 47, 4, 365-377.

[6] Smith S.M., Scattergood R.O., Crack-shape effects for the surface crack, Eng. Fract. Mech. 1981, 15, 1, 2, 185-192.
[7] Krause R.F., Flat and Rising R-curves for Elliptical Surface Cracks from Indentation and Superposed Flexure, J. Am. Ceram. Soc. 1994, 77 [1], 172-178.
[8] Szutkowska M., Boniecki M., Crack Growth Resistance of Alumina Tool Ceramics, Proc. 2002 World Congress on Powder Metallurgy & Particulate materials 2002, 634-641.
[9] Szutkowska M., Boniecki M., Badania krzywych R w materia- łach narzędziowych - tworzywie tlenkowym i kompozycie tlen- kowo-węglikowo-azotkowym, Kompozyty 2002, 2, 5, 378-383.

Recenzent
Kazimierz Puciłowski