

Twierdzenie i kruchość

Ćwiczenie 7A: Twierdzenie materiałów, odporność na kruche pękanie materiałów ceramicznych

Instrukcję opracowała: dr hab. inż. Alicja Rapacz-Kmita
KCiMO, WIMiC, AGH
Kwiecień 2021, wer. 0.3

Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest wyznaczenie:

- twardości Vickersa (HV) dla wybranych materiałów,
- odporności na kruche pękanie, na podstawie pomiarów krytycznego współczynnika intensywności naprężeń (K_{Ic}) dla materiałów ceramicznych,
- analiza wpływu zmiennego obciążenia materiału na jego twardość i odporność na kruche pękanie,
- dyskusja zależności pomiędzy wytrzymałością teoretyczną i rzeczywistą, energią pękania i odpornością na kruche pękanie.

1. Zagadnienia do przygotowania

Do realizacji ćwiczenia wymagana jest znajomość następujących zagadnień:

- wytrzymałość teoretyczna i rzeczywista,
- wiązania chemiczne i ich wpływ na właściwości materiałów,
- twardość materiałów,
- metody wyznaczania twardości,
- kruchość materiałów,
- odporność na kruche pękanie,
- metody wyznaczania odporności na kruche pękanie,
- typy odkształceń w różnych materiałach,
- prawo Hooke'a,
- moduł sprężystości podłużnej (moduł Younga).
- podstawy teoretyczne teorii Griffitha,
- energia powierzchniowa, energia pękania,
- założenia i podstawy teoretyczne teorii Weibulla.

Zagadnienia te zostały szczegółowo omówione w skrypcie: „Laboratorium z nauki o materiałach” [1] oraz w literaturze uzupełniającej [2–11], wyszczególnionej pod koniec instrukcji.

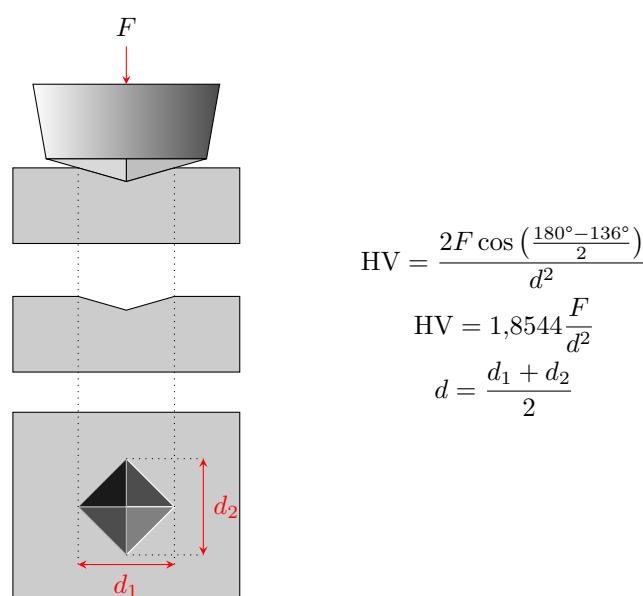
2. Metody pomiaru twardości materiałów

Twardość materiałów można mierzyć na wiele sposobów w zależności od rodzaju materiału i od tego, czego dotyczy mierzony opór materiału. Metody pomiaru twardości można podzielić na:

- **statyczne** – jeśli mierzony opór dotyczy odkształcenia plastycznego pod działaniem statycznego obciążenia (statyczna próba twardości),
- **dynamiczne** – jeśli mierzony opór dotyczy odkształcenia uderowego, czyli dynamicznego (dynamiczna próba twardości),
- **specjalne** – jeśli mierzony jest opór związany z zarysowaniem albo ścieralnością (specjalne próby twardości).

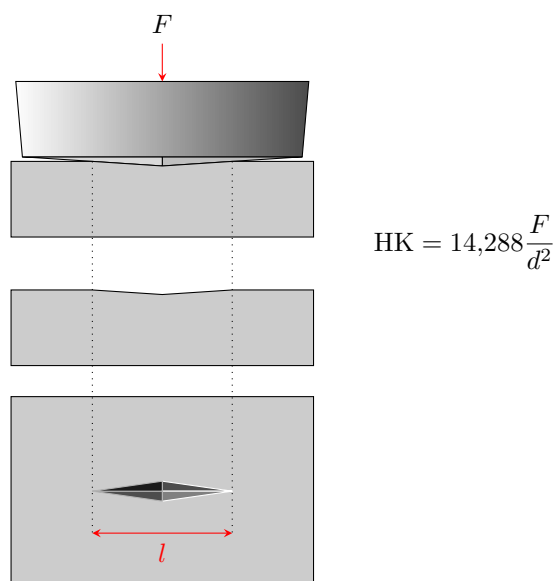
W praktyce, najczęściej stosuje się statyczne pomiary twardości, polegające na powolnym (10–15 sekund) wgniataniu wgłębnika o określonym kształcie w badany materiał. Stałe obciążenie (około 15 s dla materiałów twardych np. ceramika, około 60 s dla materiałów o niższej twardości tj. metale i polimery) daje miejscowe odkształcenie materiału. Wynik pomiaru zależy od odkształcenia plastycznego (powstającego wgłębienia w materiale), a w szczególności od wielkości powierzchni uzyskanego wgłębienia lub jego głębokości. Do najpopularniejszych metod statycznych pomiaru twardości należą:

- **metoda Vickersa** – twardość Vickersa HV – pomiar polega na wciskaniu w materiał diamentowego wgłębnika w kształcie ostrosłupa o podstawie kwadratu i kącie nachylenia ścian wierzchołka 136° . Twardość Vickersa jest wyrażona, jako stosunek siły nacisku F do powierzchni bocznej odcisku (rys. 1).



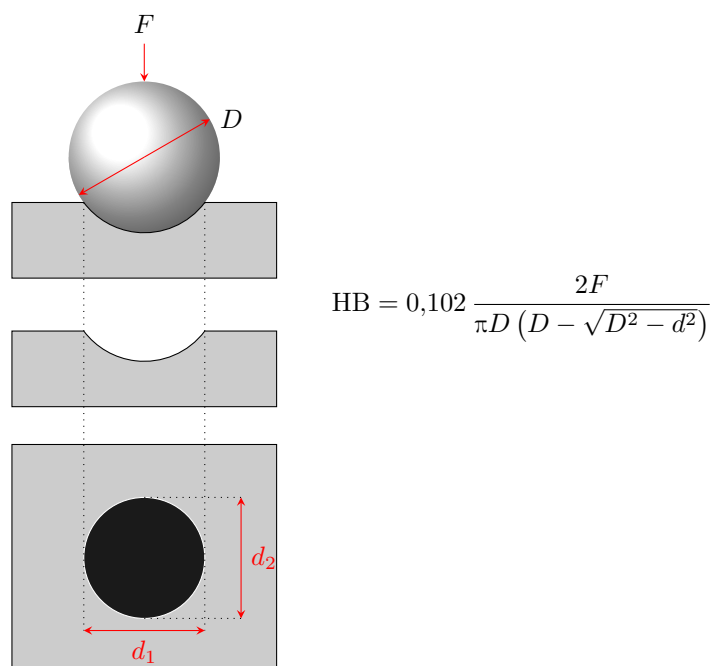
Rysunek 1. Próba twardości Vickersa

- **metoda Knoop** – twardość Knoop HK – pomiar polega na wciskaniu w materiał diamentowego wgłębnika w kształcie ostrosłupa o podstawie rombu. Twardość określa się jako stosunek wartości siły F do pola powierzchni bocznej odcisku. Zaletą metody Knoop jest mniejsza głębokość odcisku (dziesięciokrotnie w porównaniu z metodą Vickersa), wynikająca z parametrów geometrycznych stosowanego w metodzie wgłębnika, co pozwala stosować ją do pomiaru twardości warstw i pokryć np.: szkliv, emalii. Mniejsza głębokość odcisku i korzystny rozkład naprężeń wokół wgłębnika powodują, że w przypadku badań twardości kruchych materiałów (ceramika) nie obserwuje się spękań wokół wgłębień, jak również mniejsze jest prawdopodobieństwo uszkodzenia wgłębnika, nawet podczas badania najtwardszych materiałów (diament, SiC, węgliki spiekane) (rys. 2).

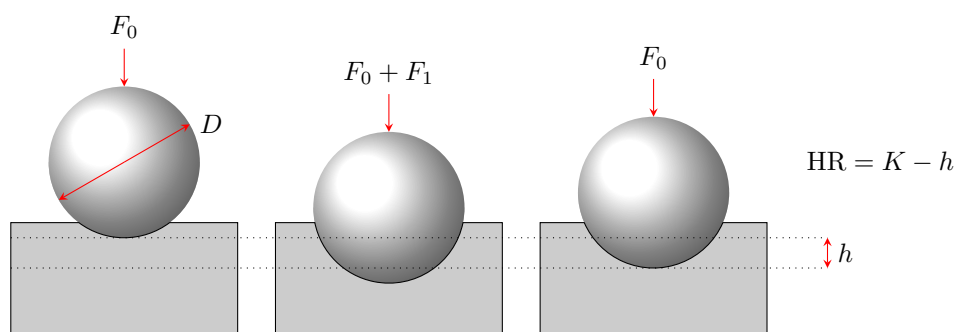


Rysunek 2. Próba twardości Knoop

- **metoda Brinella** – twardość Brinella HB – polega na wciskaniu w badany materiał kulki ze stali hartowanej lub z węglików spiekanych. Kulkę stalową można używać do próbek o twardości do 450 HB. Powyżej twardości 350 HB wyniki pomiaru kulką stalową i wykonaną z węglików różnią się istotnie, dlatego rodzaj kulki należy oznaczać dodając w skrócie nazwy literę S (HBS) dla stali i W dla węglików (HBW). Średnica kulki (1, 2,5, 5, 10 mm), czas obciążenia (od 10 s dla stali do 60 s miękkich stopów) oraz siła docisku, zależą od rodzaju materiału i grubości próbki. Twardość Brinella określa się, jako stosunek siły nacisku do powierzchni czaszy odcisniętej w materiale (rys. 3). Metoda Brinella należy do prób niszczących z uwagi na duży rozmiar odcisku.
- **metoda Rockwella** – twardość Rockwell HR – pomiar polega na wciskaniu w materiał stożka diamentowego o kącie wierzchołkowym 120° i promieniu zaokrąglenia 0,2 mm lub stalowej, hartowanej kulki o średnicy 1,5875 mm. Próba Rockwella pozostawia na badanym przedmiocie tylko słabo widoczny odcisk, dlatego może być używana do kontroli gotowych wyrobów. Miarą twardości w metodzie Rockwella jest różnica pomiędzy stałą wartością K a głębokością odcisku h . Jeśli pomiar wykonuje się za pomocą kulki ($K = 130$), wtedy twardość oznacza się symbolem **HRB**. Można także wykonać pomiar za pomocą stożka ($K = 100$) i w tym przypadku twardość oznacza się symbolem **HRC**.



Rysunek 3. Próba twardości Brinella



Rysunek 4. Próba twardości Rockwella

Statyczne metody pomiaru twardości są zwykle znormalizowane, a różnice polegają przede wszystkim na kształcie wgłębnika i sposobie obliczania wyniku. Ważne jest także, w przypadku pomiarów twardości opisanych powyżej, odpowiednie przygotowanie próbek materiałów do badań. Zwykle badania przeprowadza się na płasko-równoległych próbkach, o jednej powierzchni przygotowanej w formie zglądu (wyszlifowana i wypolerowana powierzchnia). Taki sposób przygotowania próbek jest szczególnie ważny w badaniach materiałów ceramicznych, których powierzchnie charakteryzują się stosunkowo niskim współczynnikiem odbicia światła.

Do **metod dynamicznych** należą:

- **metoda Poldi** – jest to dynamiczna odmiana metody Brinella. Pomiaru dokonuje się za pomocą tzw. młotka Poldi. Kulka stalowa o średnicy 10 mm dotyka z jednej strony próbki, a z drugiej – płytki wzorcowej o znanej twardości. Przez uderzenie „młotkiem” w trzpień dociskany sprężyną do płytki wzorcowej powstają odciski, jednocześnie na próbce i płytce wzorcowej. Twardość Poldi określa się przez porównanie wielkości tych odcisków. Głównymi zaletami metody Poldi jest możliwość wykonania szybkich porównawczych pomiarów twardości, można wykonać pomiar twardości metali w podwyższonej

temperaturze oraz doskonale nadaje się do pomiaru twardości dla dużych przedmiotów, bez potrzeby przygotowywania specjalnych próbek. Niestety jest to jednocześnie metoda mało dokładna i dość kosztowna, ze względu na szybkie zużywanie płytki wzorcowej.

- **metoda odbiciowa Shore’a** – zwana często metodą skleroskopową Shore’a – jest najbardziej rozpowszechnioną dynamiczną metodą pomiaru twardości. Pomiar twardości jest oparty o zjawisko elastyczności materiału – polega na swobodnym spadaniu kulki wewnątrz szklanej rury i pomiarze wysokości odskoku kulki. Im wyższa wysokość odbicia tym twardszy jest materiał. Metoda Shore’a polega na określaniu twardości próbki za pomocą pomiaru jej sprężystości, zaś odkształcenie trwałe materiału (odcisk) odgrywa tylko niewielką, pośrednią rolę. Przy pomiarze twardości skleroskopem Shore’a w nowszej konstrukcji bijak o masie m (najczęściej 20 g), zakończony diamentowym, zaokrąglonym ostrzem pomiarowym, opada pionowo, swobodnie, w rurce ustawionej prostopadle do mierzonej powierzchni, z wysokości h (najczęściej 112 mm). Przy uderzeniu bijaka w badany materiał część energii kinetycznej, zależna od wielkości granicy sprężystości materiału, wywołuje powstanie niewielkiego trwałego odcisku. Pozostała część energii kinetycznej wywołuje odkształcenie sprężyste próbki i bijaka oraz jest po uderzeniu przyczyną odskoku bijaka od próbki w rurce. Im twardsza jest próbka, tym większa jest wysokość odskoku bijaka. Ponieważ każde uderzenie ciężarka powoduje utwardzenie się miejscowe badanej powierzchni, zatem każdy następny pomiar powinien być wykonany w innym miejscu, odległym od poprzedniego, co najmniej o 1 mm. Zaletami metody Shore’a są: mały odcisk, który można łatwo usunąć z powierzchni, krótki czas pomiaru (1 do 2 s), twardości powyżej 500 HB są mierzone w tej metodzie z większą dokładnością niż w metodach statycznych. Wady metody Shore’a: wysokość odbicia ciężarka od badanego materiału jest uzależniona zarówno od twardości, jak i od modułu sprężystości danego materiału oraz od jego wymiarów i masy, dając podczas pomiaru różne wyniki.

Do **metod specjalnych** pomiaru twardości należy np. **porównawcza metoda Mohsa**. Polega ona na ręcznym rysowaniu powierzchni materiału wzorcowymi minerałami o wzrastającej twardości według skali Mohsa (tab. 1) i obserwacji momentu pojawienia się rys. Pozwala to przypisać odpowiednią wartość twardości dla badanej próbki.

Tabela 1. Skala twardości Mohsa

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Talk	Gips	Kaleyt	Fluoryt	Apatyt	Ortoklaz	Kwarc	Topaz	Korund	Diament

Metoda Mohsa jest najstarszą i najprostszą metodą, niestety również mało dokładną (10-stopniowa skala twardości Mohsa). Skala ta, to ułożone po kolei 10 minerałów od najmniejszego (talk) do najtwardszego (diament). Minerale znajdujący się wyżej z łatwością rysuje ten znajdujący się niżej na liście.

Wartości twardości dla różnych materiałów zostały zebrane w tabeli 2.

Tabela 2. Twardość, odporność na kruche pękanie i inne właściwości wybranych materiałów (na podst. [1])

Materiał	HV GPa	R_e GPa	E GPa	K_{Ic} MPa · m ^{1/2}
Diament ^a	81	27	1000	5,3
SiC ^b	18–25	7,0	340–450	3,0
Al ₂ O ₃ ^b	14–18	5,0	360–390	3–5
ZrO ₂ ^b	10–12	3,0	160–220	5,0
Szkło Na-Ca	5,8	1,9	70	0,6
WC-Co ^c	12–20	5,0	540–610	7–28
Stal ^c	1,6–5,0	0,3–2,0	190–210	50–210
Cu ^c	0,1–0,8	0,06	124	100
Al ^c	0,1–0,4	0,04	69	350
Żywica epoksydowa ^c	0,1–0,2	0,03–0,10	3–5	0,6–1,0
PMMA	0,16	0,06–0,11	3,4	0,9–1,4

^a Polikrystaliczna warstwa otrzymana metodą CVD.

^b Zależnie od porowatości.

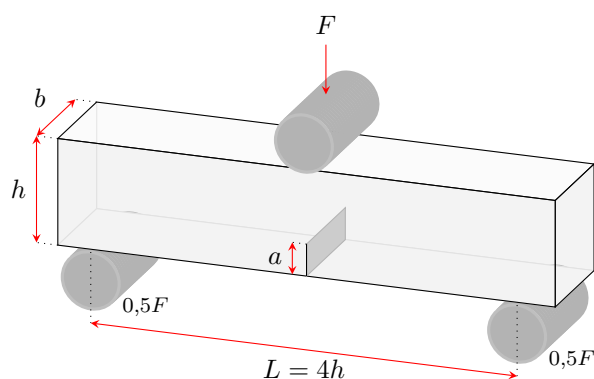
^c Zależnie od składu chemicznego oraz obróbki cieplnej i mechanicznej.

3. Metody wyznaczania K_{Ic} materiałów ceramicznych

Jest kilka metod wyznaczania wartości krytycznego współczynnika intensywności naprężeń K_{Ic} dla materiałów ceramicznych. Najpopularniejsze są jednak dwie metody:

1. **Metoda Evansa** – trójpunktowe zginanie belki z karbem.
2. **Na podstawie odcisków wykonanych metodą twardości Vickersa** – pomiary przekątnych i długości spękań wychodzących z naroży wgłębień Vickersa (długość spękań ma związek z jego odpornością na kruche pękanie, którego miarą jest współczynnik K_{Ic}).

Metoda Evansa polega na wyznaczeniu siły F powodującej złamanie belki z naciętym uprzednio karbem, podczas trójpunktowego jej zginania (rys. 5).



Rysunek 5. Schemat metody Evansa do badania współczynnika K_{Ic} metodą trójpunktowego zginania belki z karbem

Wartość siły F pozostaje w związku z wartością K_{Ic} i geometrią próbki. W związku z tym, K_{Ic} można wyznaczyć ze wzoru:

$$K_{Ic} = \frac{3YFLa^{0,5}}{2bh^2} \quad (1)$$

gdzie: F – siła łamiąca, L – długość belki, a – głębokość naciętego karbu, b – szerokość belki, h – wysokość belki, Y – czynnik korekcyjny związany ze skończonymi wymiarami próbki:

$$Y = 1,93 - 3,07\frac{a}{h} + 13,66\left(\frac{a}{h}\right)^2 + 23,98\left(\frac{a}{h}\right)^3 + 25,22\left(\frac{a}{h}\right)^4. \quad (2)$$

Z uwagi na rozrzut wartości siły powodującej niszczenie próbki, konieczne jest wykonanie pomiaru na odpowiedniej ilości próbek o kontrolowanych wymiarach (około 10 próbek). Powierzchnia próbek do pomiaru powinna być odpowiednio przygotowana przez szlifowanie. Bardzo często problematyczne jest także precyzyjne wykonanie karbu. Wszystko to sprawia, że opisana metoda jest stosunkowo pracochłonna i kosztowna.

Mniej skomplikowaną metodą do pomiaru K_{Ic} materiałów ceramicznych jest metoda polegająca na bezpośrednim pomiarze długości spękań powstających w narożach wgłębienia uzyskiwanego w trakcie pomiarów twardości Vickersa oraz przekątnych powstałego wgłębienia. W przeciwieństwie do metody Evansa, metoda ta jest stosunkowo prosta, szybka i nie wymaga próbek o dużych i kontrolowanych wymiarach. Pomiaru przekątnych wgłębienia oraz długości spękań dokonuje się w mikroskopie twardościomierza, co wymaga jedynie przygotowania zglądu przed pomiarem chyba, że badana próbka posiada wystarczająco gładką powierzchnię (emalie, szkła). Podstawą wyznaczania K_{Ic} w tej metodzie jest obserwacja Palmqvista, iż długość spękań wychodzących z naroży wgłębienia Vickersa ma związek z odpornością danego materiału na kruche pękanie (K_{Ic}). Wartość K_{Ic} ma natomiast związek z twardością i modułem Younga badanego materiału.

Obraz spękań wychodzących z naroży wgłębienia zależy od rodzaju materiału i wielkości siły nacisku wgłębniaka (rys. 6).

Dla materiałów o niskiej wartości K_{Ic} (krzem, węgiel krzemu, szkło – K_{Ic} 1–3 MPa · m^{1/2}), obserwuje się z reguły spękania radialne, wychodzące symetrycznie z naroży wgłębienia. Dla materiałów o wyższej wartości K_{Ic} (Si₃N₄, B₄C, WC/Co, ZrO₂ – K_{Ic} 4–15 MPam), dla niższych nacisków obserwuje się spękania Palmqvista, a dla wyższych ($F > 50$ N) – spękania środkowe.

Dla materiałów ceramicznych o niskiej wartości K_{Ic} , przy wyższych obciążeniach wgłębniaka, pojawiają się spękania rozgałęzione, wychodzące z naroży lub boków wgłębienia. Poniżej wgłębienia rozciąga się strefa odkształceń plastycznych. Mogą przez nią przebiegać spękania środkowe i boczne. Strefa ta charakteryzuje się znacznymi przemieszczeniami materiału i dużą ilością krótkich spękań. Jej wielkość zależy przede wszystkim od kruchości materiału, czyli od stosunku twardości materiału do jego modułu Younga lub stosunku twardości do wartości K_{Ic} .

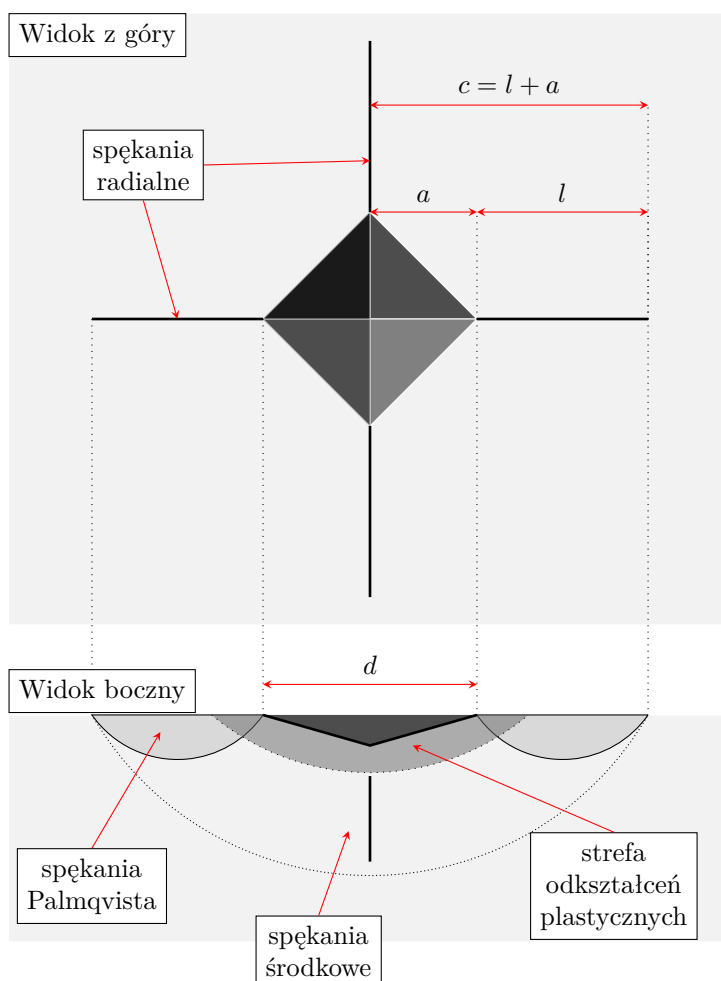
Istnieje kilka sposobów identyfikacji rodzaju powstających spękań, np.: szlifowanie powierzchni zglądu i obserwacja przebiegu spękań lub badanie zależności długości spękań od obciążenia, ale najczęściej stosuje się kryterium uwzględniające stosunek l/a .

Dla spękań Palmqvista powinien być spełniony warunek:

$$0,25 < \frac{l}{a} < 2,5, \quad (3)$$

natomiast dla spękań środkowych:

$$\frac{l}{a} > 1,5. \quad (4)$$



Rysunek 6. Geometria i rodzaje spękań wokół wgłębienia Vickersa

Można zauważyć, że warunki te pokrywają się częściowo, dlatego też dla materiałów stosunkowo kruchych (np.: szkło, SiC), do identyfikacji spękań Palmqvista przyjmuje się:

$$0,25 < \frac{l}{a} < 1,5, \quad (5)$$

natomiast dla spękań środkowych:

$$\frac{l}{a} > 1,5. \quad (6)$$

Wartość K_{Ic} dla spękań Palmqvista oblicza się ze wzoru Niihary[12]:

$$K_{Ic} = \frac{0,035 \text{ HV } a^{1/2}}{\phi (HV/E\phi)^{2/5} (l/a)^{1/2}}, \quad (7)$$

w którym ϕ oznacza współczynnik związany z naprężeniami powstającymi w materiale w czasie penetracji wgłębniaka, natomiast dla spękań środkowych najczęściej ze wzoru Anstisa:

$$K_{Ic} = 0,016 \left(\frac{E}{\text{HV}} \right)^{0,5} \frac{F}{c^{1,5}}, \quad (8)$$

gdzie: F – siła, $c = a + l$.

Jeżeli $1,5 < \frac{l}{a} < 2,5$, wtedy spękania mogą mieć charakter mieszany, dlatego w tym zakresie, dla oceny wartości K_{Ic} można używać obu wzorów i jako wynik przyjąć wyższą wartość K_{Ic} . Nie powoduje to zasadniczych błędów, ponieważ zwykle dla materiałów kruchych wartości te są i tak 10–15 % niższe od uzyskiwanych metodą trójpunktowego zginania belki z karbem.

Wartości K_{Ic} dla różnych materiałów zostały zebrane w tabeli 2 (str. 6).

4. Opis wykonania ćwiczenia

4.1. Aparatura

Podczas ćwiczenia zostanie wykorzystana następująca aparatura pomiarowa i materiały:

- twardościomierz ZWICK ZHV30 (rys. 7),
- próbki materiałów: metale, ceramika, szkło.

4.2. Materiały do badań/pomiarów

Próbki do wykonania badań twardości HV oraz K_{Ic} powinny być odpowiednio przygotowane. Jeżeli powierzchnia próbek nie jest gładka i płaska, jak to ma miejsce np. w przypadku próbek szklanych, należy przygotować zgład przez przeszlifowanie powierzchni próbki drobnym papierem ściernym, odpowiednimi proszkami lub pastami polerskimi. Ponadto, próbki powinny być płaskorównoległe lub zamocowane stabilnie na stoliku twardościomierza tak, aby badana powierzchnia była ustawiona prostopadle do osi wgłębnika i nie przemieszczała się w trakcie wykonywania pomiaru. W przeciwnym przypadku może dojść do uszkodzenia diamentowego wgłębnika. Odległość wykonywanego wgłębienia od krawędzi bocznej próbki, od widocznych pod mikroskopem twardościomierza defektów powierzchni próbki oraz odległość między środkami wgłębien powinna być większa od 3 przekątnych wgłębienia. W przeciwnym przypadku pola naprężeń pochodzące od spękań Palmqvista oraz strefy odkształceń plastycznych sąsiadujących odcisków, będą się na siebie nakładać i wpływać znacząco na wyniki pomiarów.

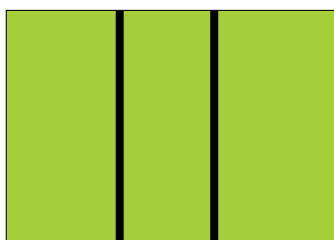
Pomiary twardości HV i K_{Ic} można przeprowadzić na próbkach bezporowatych (metale, szkło) lub próbkach o małej porowatości (ceramika specjalna).

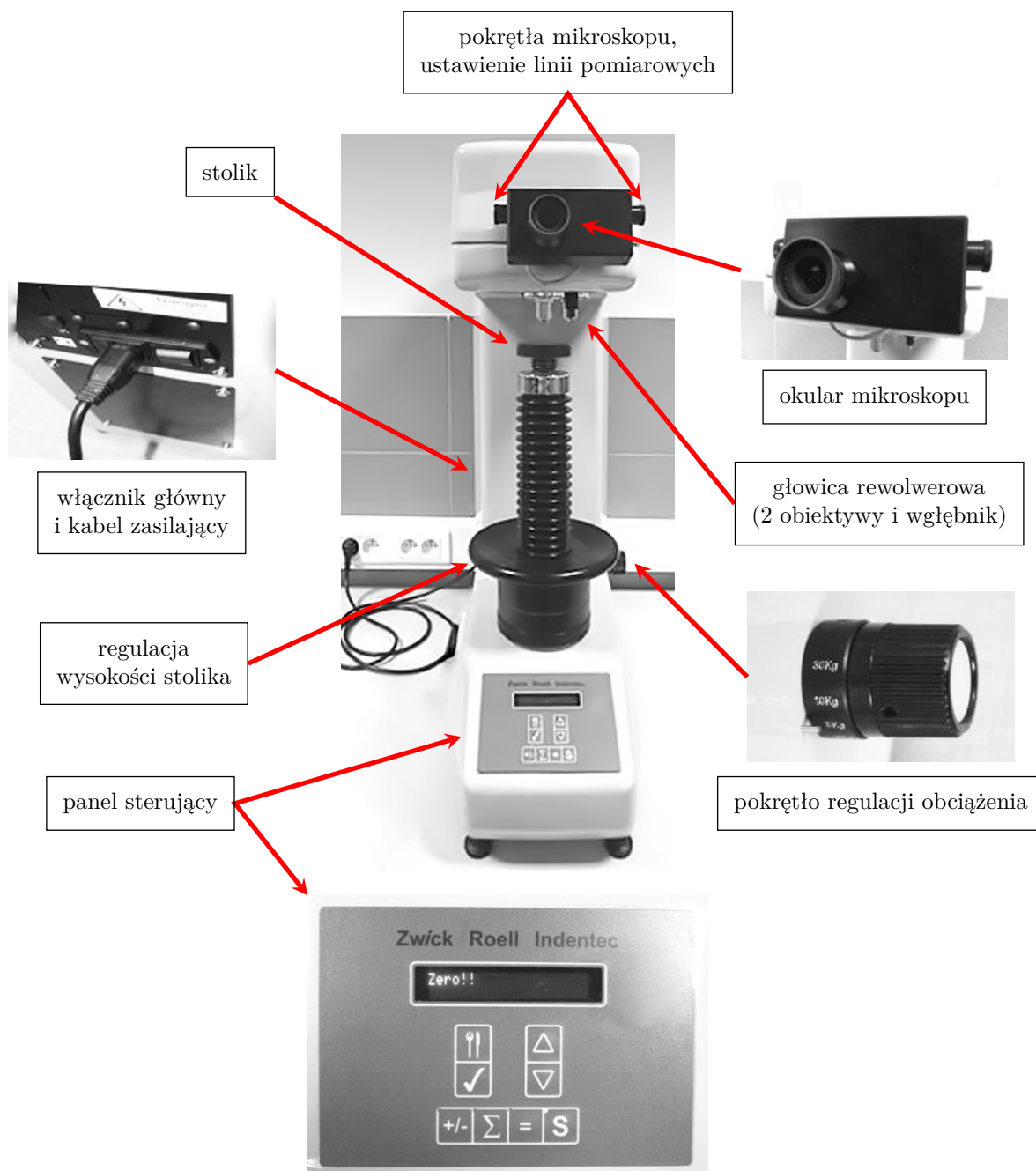
Materiały do badań przydziela dla danego zespołu prowadzący zajęcia.

4.3. Oznaczenie twardości Vickersa

Aby dokonać pomiaru długości przekątnych odcisku, potrzebnych do obliczenia twardości HV, należy wykonać kolejno następujące czynności:

- włączyć kabel zasilający do źródła zasilania,
- włączyć twardościomierz – włącznik główny na tylnej ścianie urządzenia,
- na panelu sterującym pokarze się napis „Zero!!”, a w okularze widoczne będą dwie równoległe do siebie pionowe linie pomiarowe, należy więc wyzerować urządzenie.





Rysunek 7. Twardościomierz ZWICK ZHV30

Zerowanie urządzenia polega na prawidłowym ustawieniu linii pomiarowych i jest potrzebne, aby można było przeprowadzić pomiar w sposób właściwy. Linie pomiarowe powinny stykać się ze sobą, ale nie zachodzić na siebie.

- podnieść stolik mikroskopu na taką wysokość, aby w okularze widoczne było dobrze oświetlone tło (dobrze oświetlone linie pomiarowe),
- za pomocą prawego i lewego pokrętła mikroskopu zbliżyć linie pomiarowe do siebie (aż do zetknięcia się ich krawędzi),

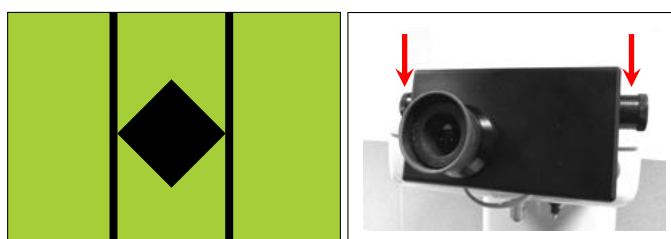


- po prawidłowym ustawieniu linii pomiarowych na panelu sterującym nacisnąć przycisk (zatwierdzenie prawidłowego ustawienia linii pomiarowych) – pojawi się wartość $0,0\ \mu\text{m}$,
- jeśli linie pomiarowe w trakcie zerowania zachodzą na siebie na zakładkę (nieprawidłowe ustawienie), pojawia się napis „-- μm ” i urządzenie zasygnalizuje to dźwiękiem,
- za pomocą przycisków wybrać obiektyw (przyciski służą do obracania głowicą rewolwerową),
- położyć wytypowaną do badań próbkę na stoliku mikroskopu – najlepiej na środku stolika,
- ustawić obserwowany obraz powierzchni próbki tak, aby był ostry i wyraźny (dolna platforma regulacji stolika góra – dół),
- wybrać na próbce miejsce dokonania pomiaru (w przypadku badań próbek niejednorodnych, o porowatości dochodzącej do 20% należy, wybrać do wykonania odcisku odpowiednie miejsce na powierzchni próbki, pozbawione porowatości/defektów lub o mniejszym jej natężeniu oraz obszar odpowiednio odległy od poprzedniego odcisku/wgłębienia),
- ustawić odpowiednie obciążenie (w twardościomierzu dostępne są obciążenia: 0,2, 0,5, 1,0, 3,0, 5,0, 10,0, 30,0 kG),

Uwaga 1!

Bardzo istotne jest, aby przed wykonaniem pomiaru lub obrotu głowicą rewolwerową poziom stolika lub próbki na stoliku nie był wyższy niż poziom wgłębniaka! Uderzając wgłębniakiem o stół lub próbkę na nim położoną można doprowadzić do jego zniszczenia!

- jeżeli został spełniony warunek → **Uwaga 1**, można wykonać pomiar naciskając przycisk **S**,
- przycisk **S** uruchamia pomiar, na wyświetlaczu pojawi się odliczanie czasu nacisku wgłębniaka na powierzchnię próbki,
- po zakończeniu pomiaru należy poczekać aż głowica rewolwerowa powróci samoczynnie w tryb obiektywu – wtedy odcisk jest gotowy do odczytu,
- ustawić linie pomiarowe na końcach przekątnych odcisku za pomocą prawego i lewego pokrętkła (jak na rysunku poniżej) i odczytać (oraz zapisać) wartości kolejno – przekątnej 1 i 2,
- dla każdego badanego materiału wykonać po 10 odcisków Vickersa.



Uwaga 2!

Twardościomierz wygasza się automatycznie po 10 minutach bezczynności! Wzbudzić go można poprzez naciśnięcie dowolnego przycisku lub poprzez regulację mikroskopu.

5. Oznaczenie K_{Ic} materiałów ceramicznych

Na wybranych przez prowadzącego próbkach wykonać pomiary potrzebne do obliczenia wartości K_{Ic} przygotowanych materiałów. W tym celu, należy na każdym z materiałów (w formie zgładów) wykonać po 10 odcisków twardościomierzem HV oraz dla każdego z wykonanych odcisków zmierzyć długości przekątnych (tak jak w przypadku pomiarów HV) oraz długości spękań wychodzących z naroży odcisku. Zanotować dla każdego odcisku wartości długości przekątnej 1 i 2 oraz wszystkich 4 spękań (jeśli pojawią się spękania wychodzące z każdego naroża odcisku).

6. Opracowanie wyników i dyskusja błędów**6.1. Zestawienie wyników pomiarów i obliczeń**

Uzyskane w trakcie ćwiczenia wyniki pomiarów należy zestawić w formie tabelarycznej. Przykład takiego zestawienia przedstawia tabela 3.

Tabela 3. Zestawienie pomiarów i obliczeń

Material	Odcisk	Przekątna 1, μm	Przekątna 2, μm	Wartość średnia z 2 przekątnych	Pęknięcie 1, μm	Pęknięcie 2, μm	Pęknięcie 3, μm	Pęknięcie 4, μm	Wartość średnia z 4 pęknięć	HV, GPa	K_{Ic} , MPa · m ^{1/2}
	1										
	2										
	3										
	...										

Twardość HV, dla każdego wykonanego odcisku, obliczyć na podstawie wzoru:

$$HV = 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2}, \quad (9)$$

gdzie:

0,1891 – stała wynikająca z geometrii odcisku (wartość stałej jest inna niż podana w równaniu na rys. 1, różnica spowodowana jest zamianą jednostek siły nacisku na N),
 F – siła nacisku piramidki na powierzchnię próbki wyrażona w N,
 d – przekątna wgłębienia w mm (średnia wartość długości 2 przekątnych odcisku).

Wartości K_{Ic} , dla każdego wykonanego odcisku, obliczyć według wzoru Niihary:

$$K_{Ic} = \frac{0,035 HV a^{1/2}}{\phi (HV/E\phi)^{2/5} (l/a)^{1/2}}, \quad (10)$$

gdzie:

- $\phi = 3$, współczynnik związany z naprężeniami powstającymi w materiale w czasie penetracji węgelnika,
- HV – twardość Vickersa w GPa,
- E – moduł Younga w GPa,
- a – połowa przekątnej odcisku w m,
- l – długość pęknięcia (średnia z 4 wartości) w m.

6.2. Szacowanie dokładności pomiaru

Do obliczonych wartości HV i K_{Ic} , dla poszczególnych materiałów, wykonać analizę statystyczną:

obliczyć przedział ufności:

- obliczyć średnią z wyników ze wzoru:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i, \quad (11)$$

- obliczyć wariancję (dla próby $n \leq 30$):

$$s_x^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2, \quad (12)$$

- odchylenie standardowe próby:

$$\sigma_x = \sqrt{s_x^2}, \quad (13)$$

- odchylenie standardowe wartości średniej:

$$\sigma_{\bar{x}} = \frac{1}{\sqrt{n}} \sigma_x, \quad (14)$$

- obliczyć przedział ufności:

$$\mu = t \cdot \sigma_{\bar{x}}, \quad (15)$$

wartość krytyczną t odczytać z tablicy rozkładu t-Studenta dla $p = 0,05$ i liczby stopni swobody $n - 1$ (tabela 4).

Ostatecznie, dla danego materiału, wynik pomiaru twardości przyjmie postać:

$$HV = \bar{x} \pm \mu, \quad (16)$$

a dla K_{Ic} :

$$K_{Ic} = \bar{x} \pm \mu. \quad (17)$$

7. Sprawozdanie

Sprawozdanie z wykonania ćwiczenia laboratoryjnego powinno zostać sporządzone w zeszycie laboratoryjnym. Oprócz standardowych elementów: tytułu, daty wykonania ćwiczenia oraz celu ćwiczenia, powinno zawierać również:

- tabelę ze wszystkimi pomiarami i wynikami HV i K_{Ic} ,

- statystykę do pomiarów HV i K_{Ic} ,
- omówienie ewentualnych niedokładności wyników,
- porównanie, o ile to możliwe, wyników obliczeń do danych tablicowych oraz ewentualną analizę rozbieżności,
- dyskusję otrzymanych wyników,
- wnioski dotyczące wpływu wiązań chemicznych występujących w badanych materiałach z wynikami HV i K_{Ic} dla tych materiałów.

8. Przykładowe pytania i zadania do dyskusji

1. Jaka jest definicja i jednostka: twardości, kruchości, energii pękania?
2. Co to jest krytyczny współczynnik intensywności naprężeń?
3. Jakie są trzy sposoby pękania materiałów kruchych, który z nich i dlaczego wymaga nakładu najmniejszej ilości energii?
4. Jaka jest różnica pomiędzy energią powierzchniową a energią pękania?
5. Jaka jest różnica pomiędzy wytrzymałością teoretyczną i rzeczywistą?
6. Na czym polega zjawisko koncentracji naprężeń na szczelinach i spękaniach w materiałach rzeczywistych?
7. Natura odkształceń plastycznych w metalach, polimerach i ceramice. Wyjaśnić dlaczego podczas badania twardości obserwuje się zwykle mikrospeknięcia w próbkach ceramicznych i ich brak w metalach i polimerach?
8. Wyjaśnić różnice w wartościach twardości metali, polimerów i ceramiki.
9. Jakie są metody pomiaru twardości?
10. Na czym polega pomiar wartości K_{Ic} metodą trójpunktowego zginania belki z karbem?
11. Rodzaje wiązań w materiałach a wartości HV i K_{Ic} – wytłumacz zależność.
12. Oblicz wartość K_{Ic} i energię pękania materiału o module Younga $E = 543$ GPa, twardości HV = 16 GPa, dla którego średnia wartość przekątnej wgłębienia jest równa 76 μm , a średnia długość spękań 53 μm , przy obciążeniu wgłębniaka 196 N.

9. Literatura uzupełniająca

- [1] J. Lis, red.: *Laboratorium z nauki o materiałach*, Skrypty Uczelniane: 1662. Wydawnictwa AGH, Kraków, 2000.
- [2] M. F. Ashby, D. R. H. Jones: *Materiały inżynierskie. Cz. 1: Właściwości i zastosowania*, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne PWN-WNT, Warszawa, 1995.
- [3] M. F. Ashby, D. R. H. Jones: *Materiały inżynierskie. Cz. 2: Kształtowanie struktury i właściwości, dobór materiałów*, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne PWN-WNT, Warszawa, 1995.
- [4] M. Blicharski: *Wstęp do inżynierii materiałowej*, WNT, Warszawa, 2013. ISBN: 978-83-636-2362-3.
- [5] *Wytrzymałość materiałów. Laboratorium badań tworzyw ceramicznych*, Skrypty Uczelniane: 1493. Wydawnictwa AGH, Kraków, 1996.
- [6] K. Kozłowski: *Kompozyty wzmocnione włóknami. Podstawy technologii*, Wydawnictwa AGH, Kraków, 1986.
- [7] K. E. Oczko: *Kształtowanie ceramicznych materiałów technicznych*, Oficyna Wydawnicza Politechniki Rzeszowskiej, Rzeszów, 1996.

-
- [8] R. Pampuch: *Budowa i właściwości materiałów ceramicznych*, Wydawnictwa AGH, Kraków, 1995.
 - [9] R. Pampuch: *Materiały Ceramiczne*, PWN, Warszawa, 1988. ISBN: 83-01-07268-7.
 - [10] R. Pampuch: *Siedem wykładów o ceramice*, AGH Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne, Kraków, 2001. ISBN: 83-88408-77-1.
 - [11] R. Pampuch: *Pomaga żyć. Ceramika wczoraj i dziś*, Wydawnictwo Naukowe Akapit, Kraków, 2008.
 - [12] K. Niihara: *A fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmqvist crack in ceramics*, Journal of Materials Science Letters, 1983, **2**(5), s. 221–223.

Tablice

Tabela 4. Wartości parametru $t_{r,\alpha}$ dla rozkładu Studenta

r	α				
	0,2	0,1	0,05	0,02	0,01
1	3,0777	6,3138	12,7062	31,8205	63,6567
2	1,8856	2,9200	4,3027	6,9646	9,9248
3	1,6377	2,3534	3,1824	4,5407	5,8409
4	1,5332	2,1318	2,7764	3,7469	4,6041
5	1,4759	2,0150	2,5706	3,3649	4,0321
6	1,4398	1,9432	2,4469	3,1427	3,7074
7	1,4149	1,8946	2,3646	2,9980	3,4995
8	1,3968	1,8595	2,3060	2,8965	3,3554
9	1,3830	1,8331	2,2622	2,8214	3,2498
10	1,3722	1,8125	2,2281	2,7638	3,1693
11	1,3634	1,7959	2,2010	2,7181	3,1058
12	1,3562	1,7823	2,1788	2,6810	3,0545
13	1,3502	1,7709	2,1604	2,6503	3,0123
14	1,3450	1,7613	2,1448	2,6245	2,9768
15	1,3406	1,7531	2,1314	2,6025	2,9467
16	1,3368	1,7459	2,1199	2,5835	2,9208
17	1,3334	1,7396	2,1098	2,5669	2,8982
18	1,3304	1,7341	2,1009	2,5524	2,8784
19	1,3277	1,7291	2,0930	2,5395	2,8609
20	1,3253	1,7247	2,0860	2,5280	2,8453
21	1,3232	1,7207	2,0796	2,5176	2,8314
22	1,3212	1,7171	2,0739	2,5083	2,8188
23	1,3195	1,7139	2,0687	2,4999	2,8073
24	1,3178	1,7109	2,0639	2,4922	2,7969
25	1,3163	1,7081	2,0595	2,4851	2,7874
26	1,3150	1,7056	2,0555	2,4786	2,7787
27	1,3137	1,7033	2,0518	2,4727	2,7707
28	1,3125	1,7011	2,0484	2,4671	2,7633
29	1,3114	1,6991	2,0452	2,4620	2,7564
30	1,3104	1,6973	2,0423	2,4573	2,7500
31	1,3095	1,6955	2,0395	2,4528	2,7440
32	1,3086	1,6939	2,0369	2,4487	2,7385
33	1,3077	1,6924	2,0345	2,4448	2,7333
34	1,3070	1,6909	2,0322	2,4411	2,7284
35	1,3062	1,6896	2,0301	2,4377	2,7238
36	1,3055	1,6883	2,0281	2,4345	2,7195
37	1,3049	1,6871	2,0262	2,4314	2,7154
38	1,3042	1,6860	2,0244	2,4286	2,7116
39	1,3036	1,6849	2,0227	2,4258	2,7079
40	1,3031	1,6839	2,0211	2,4233	2,7045
41	1,3025	1,6829	2,0195	2,4208	2,7012
42	1,3020	1,6820	2,0181	2,4185	2,6981
43	1,3016	1,6811	2,0167	2,4163	2,6951
44	1,3011	1,6802	2,0154	2,4141	2,6923
45	1,3006	1,6794	2,0141	2,4121	2,6896
46	1,3002	1,6787	2,0129	2,4102	2,6870
47	1,2998	1,6779	2,0117	2,4083	2,6846
48	1,2994	1,6772	2,0106	2,4066	2,6822
49	1,2991	1,6766	2,0096	2,4049	2,6800