

**Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej, Inżynieria Ciepła**  
**Materiały Inżynierskie – laboratorium**  
**Ćwiczenie nr 10**

**Wyznaczanie odporności na pękanie tworzyw ceramicznych metodą  
nakłuc wgłębniakiem Vickersa**

## 1. Cel ćwiczenia

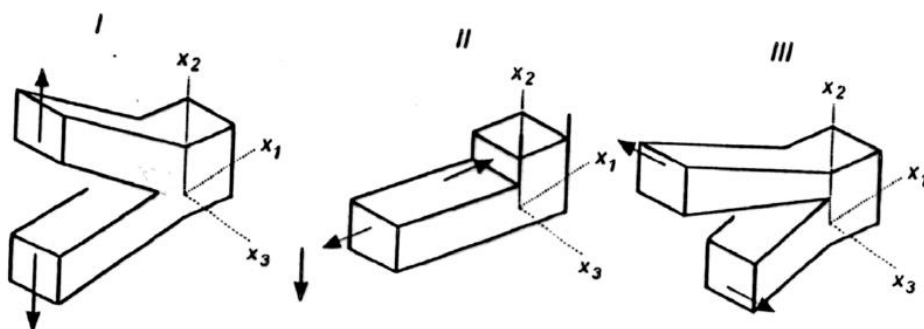
Celem ćwiczenia jest wyliczenie odporności na kruche pękanie materiału ceramicznego ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ , WC-Co) z wykorzystaniem metody wgłębnikowej.

## 2. Odporność na kruche pękanie

### a) Krytyczny współczynnik intensywności naprężeń

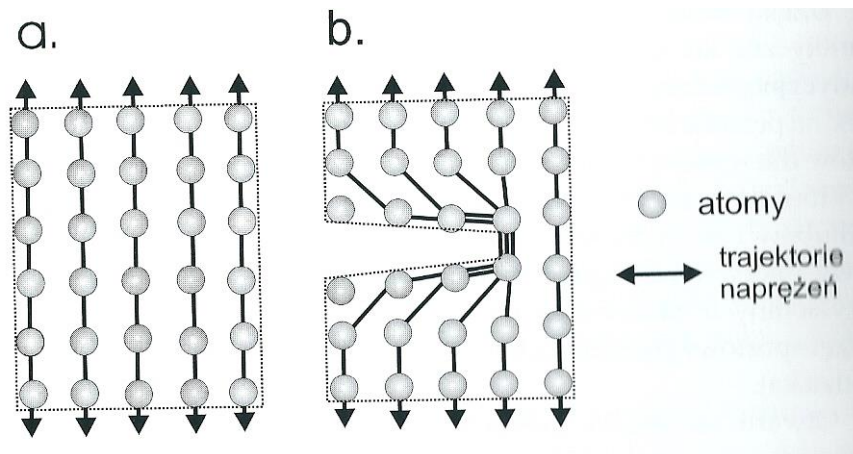
Ze względu na strukturę materiały ceramiczne są tworzywami kruchymi. Warunki kruchego pękania materiałów, a więc rozprzestrzeniania się spękań pod wpływem zewnętrznych naprężeń skoncentrowanych na szczelinach, określa mechanika pękania. Najczęściej odporność na kruche pękanie wyrażona jest poprzez podanie krytycznej wartości współczynnika naprężeń  $K_{Ic}$ . Istota pojęcia odporności na kruche pękanie polega na tym, że **współczynnik intensywności naprężeń  $K_I$** , określający zmianę rozkładu naprężeń w materiale sprężystym w obecności pęknięcia, osiąga swą wartość krytyczną  $K_{Ic}$  w momencie zapoczątkowania katastrofalnego rozprzestrzeniania się pęknięcia obecnego w materiale.

Jeśli rozpatruje się zachowanie pojedynczego pęknięcia w obciążonym mechanicznie jednorodnym ośrodku, to należy przeanalizować trzy proste mechanizmy pękania [1]:



**Rys. 1** Trzy typy naprężeń powodujących kruche pękanie

W przypadku typu pierwszego koncentrację naprężeń u wierzchołka szczeliny przedstawia Rys. 2b.



Rys. 2 Schemat koncentracji naprężeń u wierzchołka pęknięcia [2]

Zwielokrotnione, przez proces koncentracji naprężeń, obciążenie materiału ma wartość określoną następującym wzorem:

$$\sigma = (E\gamma/\pi c)^{1/2}$$

Zależność Griffitha ma zatem postać:

$$\sigma(\pi c)^{1/2} = (E\gamma)^{1/2}$$

gdzie:

c – długość wady (pęknięcia);

E – moduł Younga;

$\gamma$  – energia pęknięcia.

Jeżeli wartość naprężeń ( $\sigma$ ) osiągnie wartość wytrzymałości teoretycznej materiału (lub ją przekroczy), to wystąpi kruche zniszczenie tworzywa. Wtedy lewa strona równania stanowi **krytyczny współczynnik intensywności naprężeń**.

### b) Energia pęknięcia $\gamma$

Energia pęknięcia to podstawowa wielkość, która decyduje o odporności materiału na kruche pęknięcie. Na energię tą składa się wiele przyczynków, z których najważniejsze to:

- energia powierzchniowa

- energia powstawania nowych spękań (rozgałęzianie, mikropęknięcia)

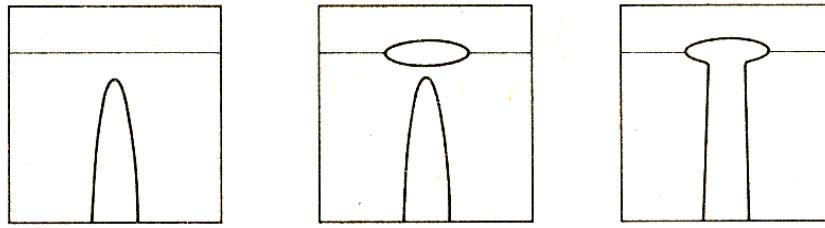
- energia odkształcenia plastycznego (dyslokacje)
- energia przemian polimorficznych
- energia związana z wyciąganiem, mostkowaniem pęknięcia
- energia związana z wikłaniem pęknięcia
- energia innych procesów

### c) Czynniki wpływające na wartość odporności na kruche pękanie [3]

W odniesieniu do tworzyw polikrystalicznych wolnych od naprężeń droga pęknięcia może ulegać wikłaniu, tj. rozgałęzianiu i odchyłaniu, w wyniku oddziaływania wierzchołka szczeliny z granicami międzyziarnowymi. Sytuację tą opisuje mechanizm zaproponowany przez Cooka i Gordona.

Niezależnie od promienia krzywizny wierzchołka pęknięcia, rozmiarów pęknięcia i sposobu przykładania naprężeń zewnętrznych, stosunek maksymalnych naprężeń równoległych i prostopadłych do powierzchni spękania ma stałą wartość, która wynosi  $1/5$  wytrzymałości ziaren krystalicznych. Przy takim rozkładzie naprężeń wewnętrznych istotne znaczenie dla rozprzestrzeniania pęknięcia ma fakt istnienia w materiale granic międzyziarnowych lub międzyfazowych. Gdy obszar maksymalnych naprężeń równoległych do płaszczyzny pęknięcia, wyprzedzających wierzchołek pęknięcia, dociera do granicy prostopadłej do płaszczyzny pęknięcia, występuje tendencja do rozwarstwienia się materiału wzdłuż granicy międzyziarnowej i tym samym do rozgałęzienia pęknięcia.

Jeśli jednak wytrzymałość granic międzyziarnowych jest mniejsza od  $1/5$  wytrzymałości ziaren krystalicznych, to pod wpływem naprężeń równoległych granica międzyziarnowa ulega rozwarstwieniu przed dojściem do niej wierzchołka pęknięcia. Pierwotne pęknięcie łączy się z nowo powstałym pęknięciem poprzecznym i kierunek rozprzestrzeniania się pęknięcia ulega odchyleniu w kierunku równoległym do działania naprężeń. Zjawisko to zostało zilustrowane na Rys. 3.

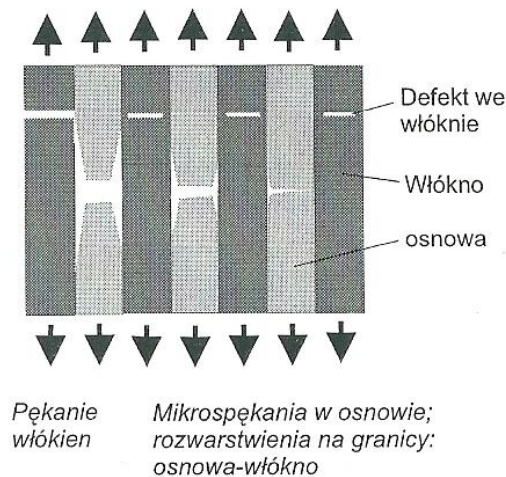


**Rys. 3** Schemat działania mechanizmu Cooka – Gordona.

Proces taki hamuje rozprzestrzenianie się pęknięć, ponieważ tendencja do rozprzestrzeniania się pęknięć równoległych do kierunku przyłożonej z zewnątrz siły jest praktycznie znikoma.

### **Zbrojenie włóknami [4]**

W przypadku tworzyw kompozytowych zbrojonych włóknami propagujące pęknięcie po dojściu do granicy włókno/osnowa ulega rozgałęzieniu w kierunku prostopadłym. Naprężenia związane z głównym kierunkiem rozprzestrzeniania się pęknięcia są wyższe od naprężeń związanych z rozgałęzieniem. W związku z tym, wraz ze wzrostem obciążenia, rozwarstwienia pojawiają się również w innych miejscach kompozytu do momentu przejścia obciążenia prze niezniszczone włókno, którego wytrzymałość zależy od długości występujących w nim defektów.

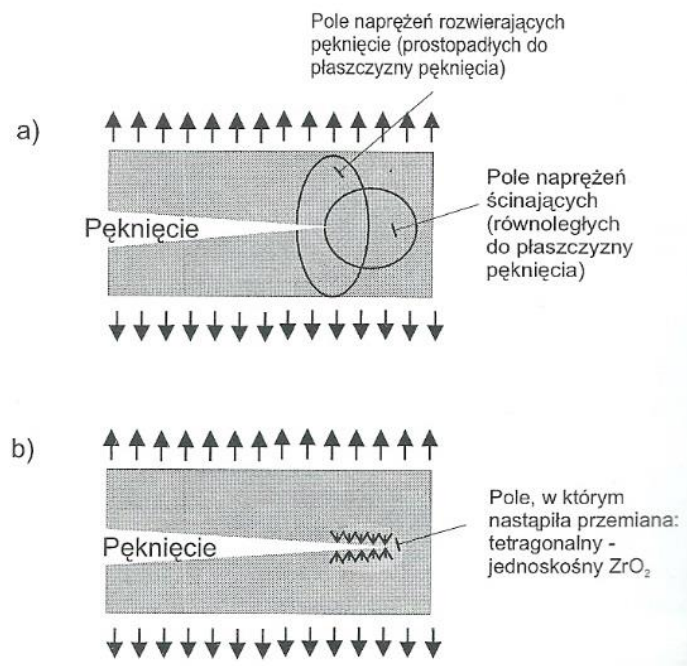


**Rys. 4** Rozprzestrzenianie pęknięcia w tworzywach zbrojonych włóknami

Reasumując, w mechanice pęknięcia kompozytów zbrojonych włóknami duże znaczenie odgrywa wytrzymałość granicy rozdziału włókno osnowa. Duże znaczenie mają także resztkowe naprężenie cieplne wynikające z różnicy współczynników rozszerzalności cieplnej osnowy i włókna.

## Przemiany polimorficzne [4]

Jedną z metod podnoszenia odporności na kruche pękanie materiałów ceramicznych jest wykorzystanie faz zdolnych do pochłaniania energii sprężystej wskutek przemian polimorficznych, zachodzących pod wpływem naprężeń mechanicznych. Przykładem takich tworzyw jest  $ZrO_2$ . W obecności naprężeń rozciągających może dojść do przemiany odmiany tetragonalnej tego związku w postać jednoskośną. Podczas przemiany, która ma charakter martenzytyczny, dochodzi do ścinania struktury krystalicznej. W wyniku tej przemiany w obszarze wierzchołka pęknięcia mogą się pojawić naprężenia ściskające hamujące pęknięcie, a wynikające w większej objętości komórki odmiany jednoskośnej.

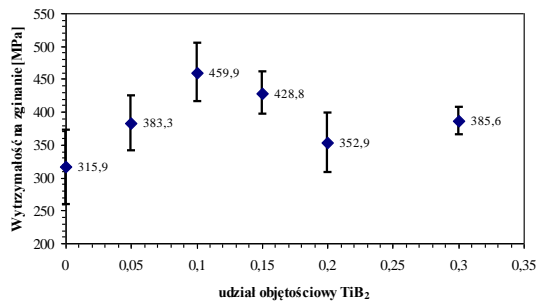


**Rys. 5** Schemat pól naprężeń w obszarze wierzchołka pęknięcia jednofazowego polikryształu (a), schemat pól naprężeń w tym obszarze dla kompozytu zawierającego cząstki dwutlenku cyrkonu.

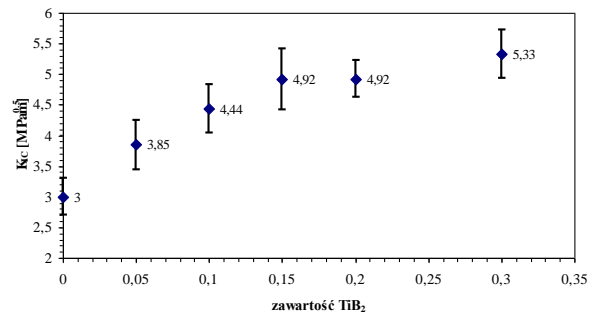
## Pola naprężeń cieplnych

Reszkowe naprężenia cieplne pojawiają się w materiale znajdują się co najmniej dwie fazy znacznie różniące się współczynnikiem rozszerzalności cieplnej. W wyniku

procesu otrzymywania materiału (spiekania) podczas chłodzenia ziarna powstają naprężenia w materiale.

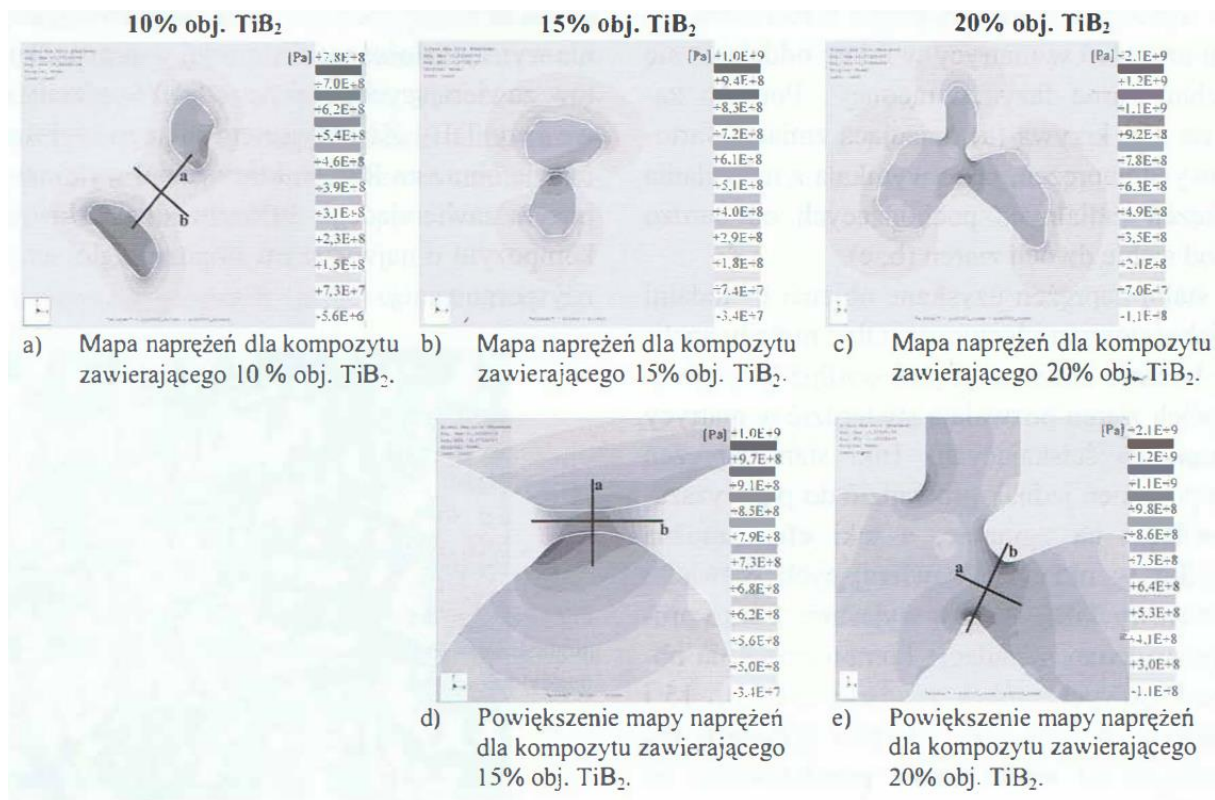


**Rys. 6** Wytrzymałość na zginanie tworzyw AlN-TiB<sub>2</sub> [5]



**Rys. 7** Krytyczny współczynnik intensywności naprężeń tworzyw AlN-TiB<sub>2</sub> [5]

Za wartość wytrzymałości na zginanie oraz odporności na kruche pękanie ( $K_{Ic}$ ) w przypadku kompozytów ziarnistych (zawierających zbrojenie w formie cząstek zdyspergowanych w osnowie) odpowiadają naprężenia cieplne. Podnoszenie wartości odporności na kruche pękanie zachodzi gdy współczynnik rozszerzalności cieplnej fazy wtrąconej jest dużo wyższy niż dla osnowy (fazy ciągłej kompozytu). W takiej sytuacji rozproszone równomiernie ziarna będą wytwarzały w osnowie naprężenia ściskające, a zatem będą prowadziły do hamowania propagującego pęknięcia i wzrostu odporności na kruche pękanie. Wraz ze wzrostem tej wartości wzrasta wytrzymałość na zginanie materiału ale, w wielu przypadkach, tylko do momentu gdy mamy do czynienia z dobrze rozproszonymi izolowanymi cząstkami fazy rozproszonej. W momencie gdy ziarna zaczynają tworzyć skupiska między ziarnami pojawiają się naprężenia rozciągające (tak jak w przypadku ściskania sprężyny). Prowadzą one do powstawania mikrospękań w tym obszarze, co objawia się z jednej strony podwyższeniem wartości krytycznego współczynnika intensywności naprężeń a z drugiej strony spadkiem wytrzymałości materiału.



Rys. 6 Mapy naprężeń dla tworzyw AlN- $\text{TiB}_2$  wykonane metodą elementów skończonych [5]

d) Przykładowe dane literaturowe dla materiałów ceramicznych [6]

Material	$G_c$ [ $\text{kJ}\cdot\text{m}^{-2}$ ]	$K_c$ [ $\text{MN}\cdot\text{m}^{-3/2}$ ]
Metale czyste, plastyczne (np. Cu, Ni, Ag, Al)	100–1000	100–350
Stale na wirniki (A533; Discalloy)	220–240	204–214
Stale na zbiorniki ciśnieniowe (HY130)	150	170
Stale o wysokiej wytrzymałości	15–118	50–154
Stale miękkie	100	140
Stopy tytanu (Ti6Al4V)	26–114	50–115
GFRP**	10–100	20–60
Żywice epoksydowe wzmocnione włóknem szklanym	40–100	42–60
Stopy aluminium (wysokiej wytrzymałości - niskiej wytrzymałości)	8–30	23–45
CFRP**	5–30	32–45
Zwykłe drewno, pęknięcie prostopadle do włókna	8–20	11–13



Material	$G_c$ [kJ·m <sup>-2</sup> ]	$K_{Ic}$ [MN·m <sup>-3/2</sup> ]
Żywice epoksydowe wzmacniane włóknem boru	17	46
Stale średnio węglowe	13	51
Polipropylen	8	3
Polietylen (małej gęstości)	6-7	1
Polietylen (dużej gęstości)	6-7	2
Akrylobutadienostyren (ABS)	5	4
Nylon	2-4	3
Cement wzmacniany stalą	0,2-4	10-15
Żeliwo	0,2-3	6-20
Polistyren	2	2
Zwykłe drewno (pęknięcie równoległe do włókna)	0,5-2	0,5-1
Poliwęglan	0,4-1	1-2,6
Węglik spiekane (W w osnowie Co)	0,3-0,5	14-16
PMMA**	0,3-0,4	0,9-1,4
Żywice epoksydowe	0,1-0,3	0,3-0,5
Granit (Westerly Granite)	0,1	3
Poliester	0,1	0,5
Azotek krzemu, Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	0,1	4-5
Beryl	0,08	4
Węglik krzemu SiC	0,05	3
Tlenek magnezu, MgO	0,04	3
Beton niezbrojony	0,03	0,2
Kalcyt (marmur, wapień)	0,02	0,9
Tlenek aluminium Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,02	3-5
Łupki naftowe	0,02	0,6
Szkło sodowe	0,01	0,7-0,8
Porcelany elektrotechniczne	0,01	1
Lód	0,003	0,2*

**Rys. 7** Przykładowe wartości odporności na kruche pękanie [7]

### 3. Metody pomiaru odporności na kruche pękanie

Wyznaczenie eksperymentalne wartości  $K_{Ic}$ , według obowiązujących norm opracowanych pierwotnie dla materiałów metalicznych i potem rozszerzanych na tworzywa ceramiczne, polega na określeniu wytrzymałości na trójpunktowe zginanie próbki z naciętym karbem o określonej geometrii. Ponieważ metoda ta jest bardzo pracochłonna, ze względu na kłopoty z obróbką przy przygotowaniu większej ilości próbek o określonej geometrii, często określa się wartość współczynnika  $K_{Ic}$  na podstawie pomiarów parametrów odcisku Vickersa z pęknięciami wywołanymi w narożach odcisku.

#### a) Pomiar długości spękań z odcisku Vickersa

Wykorzystywana w ćwiczeniu metoda korzysta z faktu, że pod wpływem użycia w teście Vickersa odpowiednio dużej siły wokół naroży odcisku zaczynają się pojawiać pęknięcia

Palmqvista (Rys. 7) [7]. Mierzac długość tych pęknięć i znając moduł Younga materiału można wyznaczyć współczynnik  $K_{Ic}$  stosując wzór Niihary [8]:

$$K_{Ic} = 0.018HV^{0.6}E^{0.4}al^{-0.5}$$

gdzie:

HV – twardość Vickersa [MPa]

E – moduł Younga [MPa]

2a – przekątna wgłębienia [m]

l – średnia długość spękań [m]

Z powyższego wzoru można skorzystać jedynie, gdy spełniona jest zależność  $0,25 < l/a < 1,5$ . W przypadku większych nacisków dla materiałów o wysokiej odporności na kruche pękanie pojawiają się pęknięcia środkowe i konieczne jest zastosowanie wzoru Anstisa. Różnicę pomiędzy spękaniami Palmqvista i środkowymi ukazuje rys. 8.

$$K_{Ic} = 0,016 \left( \frac{E}{HV} \right)^{0,5} \cdot \frac{P}{c^{1,5}}$$

gdzie:

c = a+l

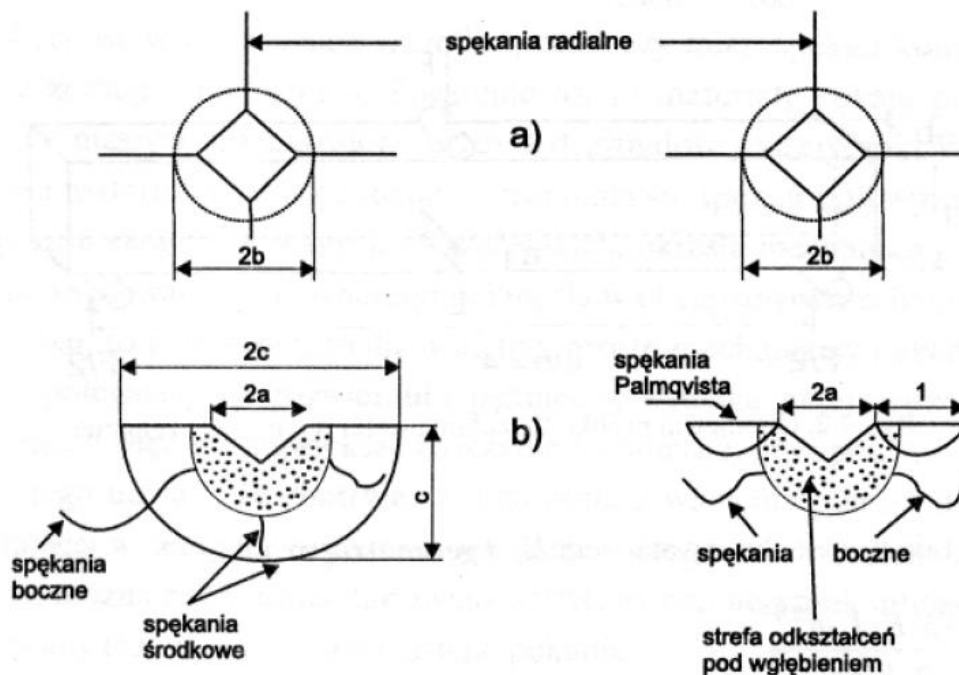
2a – przekątna wgłębienia [m]

l – średnia długość spękań [m]

P – przyłożone o obciążenie

HV – twardość Vickersa [MPa]

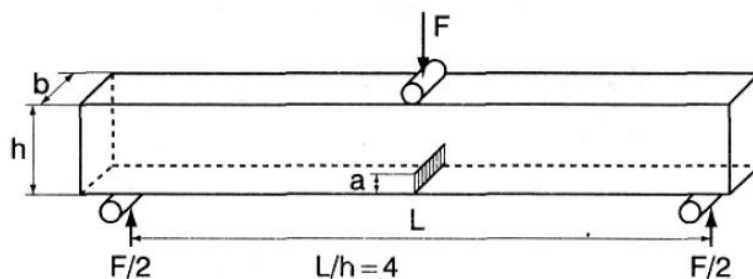
E – moduł Younga [MPa]



**Rys. 8** Mapy Geometria i rodzaje spękań wokół wgłębienia Vickersa: a) widok z góry, b) przekrój pionowy [7]

### b) Metoda łamania belki z karbem

Najbardziej miarodajną metodą wyznaczania wartości odporności na kruche pękanie jest pomiar zginania belki z karbem. Schemat tej metody przedstawiono na poniższym rysunku.



**Rys. 9** Geometria próbki w metodzie wykorzystującej belkę z karbem

W tej metodzie istotne jest, by powierzchnie belki były wypolerowane, by nie wprowadzać dodatkowych koncentratorów naprężeń (tzw. karbów). Współczynnik  $K_{Ic}$  można obliczyć przy wykorzystaniu poniższego wzoru:

$$K_{IC} = \frac{3YFL\sqrt{a}}{2bh^2}$$

gdzie:

F – siła działająca na belkę [N]

b – szerokość próbki

h – wysokość próbki

L – odległość podpór

a – głębokość karbu

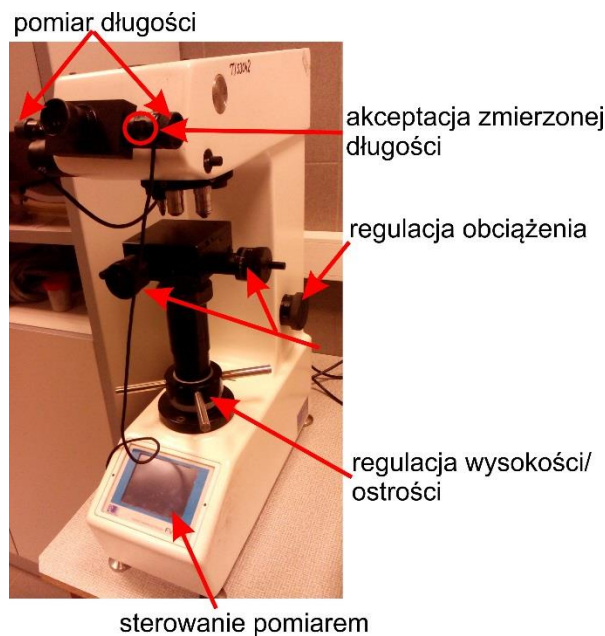
Y – f(a/h) – współczynnik korekcyjny związany ze skończonymi wymiarami próbki.

### c) Metoda łamania belki z karbem wygenerowanym wgłębnikiem

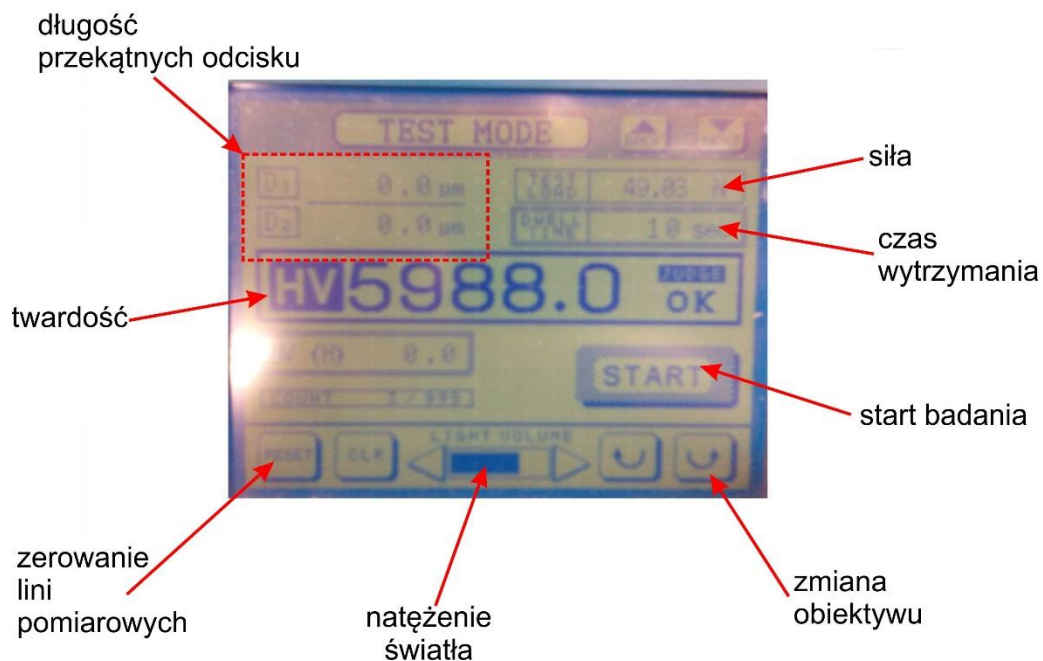
Istnieje też metoda łamania belki z karbem, gdzie zamiast tradycyjnego nacinanego karbu wykonuje się karb z użyciem piramidki Knoopa.

## 4. Wykonanie pomiarów twardości oraz odporności na kruche pękanie

W przypadku pomiarów z użyciem piramidki Vickersa zostanie wykorzystany twardościomierz firmy Futuretech przedstawiony na rys. 10.



**Rys. 10** Twardościomierz Futuretech



**Rys. 11** Sterowanie pomiarem na twardościomierzu FutureTech

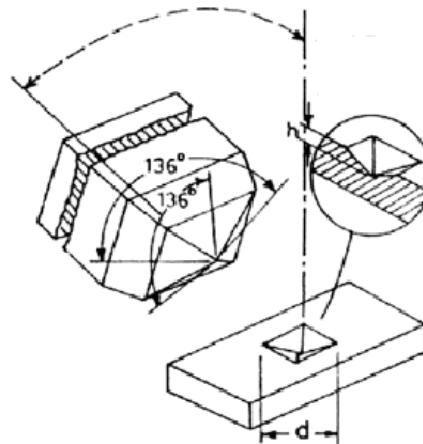
### **Pomiar twardości metodą nakłuć wgłębnikiem Vickersa**

W metodzie Vickersa stosuje się wgłębnik diamentowy w kształcie ostrosłupa o podstawie kwadratu i kącie nachylenia ścian wierzchołka  $\alpha=136^\circ$ . Wyznaczona w ten sposób twardość HV wyraża stosunek siły obciążenia do powierzchni bocznej odcisku.

Aby wykonać pomiar należy ustawić: obraz próbki w mikroskopie, czas działania siły na wgłębnik oraz wartość tej siły. Po wykonaniu odcisku, mierzy się długości przekątnych omawianego obiektu.



**Rys. 14** Geometria Twardościomierz firmy Futuretech



**Rys. 15** Geometria Schemat pomiaru twardości metodą Vickersa

Znając średnią długość przekątnych oraz siłę nacisku wgnębnika na materiał obliczamy twardość Vickersa korzystając z następującego wzoru:

$$H_V = \frac{F}{S} \Rightarrow H_V = 1,8544 \cdot \frac{F}{d^2} [GPa]$$

gdzie:

F - siła nacisku [N]

d =  $(d_1+d_2)/2$  - średnia przekątna odcisku [m]

### **Badanie odporności na kruche pękanie metodą pomiaru długości spękań**

Podstawą metody jest stwierdzenie, że długość spękań wychodzących z naroży odcisku Vickersa, ma związek z odpornością na kruche pękanie  $K_{Ic}$  badanego materiału. Obraz spękań zależy od rodzaju materiału i wielkości siły nacisku wgnębnika.

W celu wykonania pomiaru należy przy obciążeniu 1 kgf oraz czasie wytrzymania 10 s wykonać odcisk na materiale z wykorzystaniem piramidki Vickersa. Po wykonaniu odcisku mierzymy przekątne oraz długości spękań wychodzących z czterech naroży odcisku. Wartość

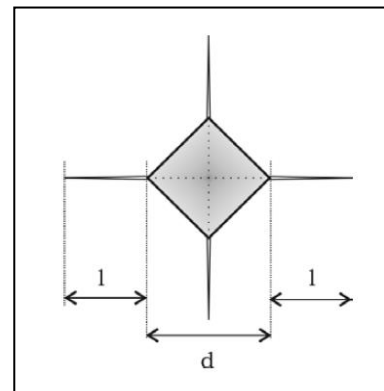
modułu Younga przyjmujemy na podstawie informacji załączonej do danej próbki, lub otrzymanej od osoby prowadzącej ćwiczenie.

Przedmiotem analizy w odniesieniu do wyznaczenia stałej  $K_{Ic}$  są spękania Palmqvista (Rys. 8). Jeśli dla spękań Palmqvista spełniony jest warunek  $0,25 < l/0,5d < 2,5$  wówczas odporność na kruche pękanie wyrażoną poprzez wartość krytycznego współczynnika intensywności naprężeń  $K_{Ic}$  można wyznaczyć w oparciu o następujący wzór:

$$K_{Ic} = 0,018 \cdot H^{0,6} \cdot E^{0,4} \cdot 0,5d \cdot l^{-0,5} [\text{MPa} \cdot \text{m}^{0,5}]$$

gdzie:

H - twardość Vickersa [MPa]  
E - moduł Younga [MPa]  
d - przekątna wgłębnienia [m]  
l - średnia długość spękań [m]



**Rys. 16.** Schemat spękań wychodzących z naroży odcisku w metodzie Vickersa.

### Wykonanie ćwiczenia

1. Zapoznanie się z budową, działaniem i obsługą twardościomierza FV-700 (Futur-Tech)
2. Ustalić z prowadzącym warunki pomiaru: wartość obciążenia przy którym wykonywane będą odciski, czas obciążania.
3. Ustawić próbkę na stoliku twardościomierza i wykonać 5 nakłuć wgłębnikiem Vickersa.
  - po każdym nakłuciu zmierzyć przekątne ( $d_1$ ,  $d_2$ ) powstałego odcisku
  - przesunąć stolik urządzenia tak, aby kolejny odcisk wykonywany był w odległości nie mniejszej niż czterokrotność przekątnej

4. Po skończonym pomiarze twardości zwiększyć obciążenie, tak aby od naroży odcisku powstawały pęknięcia.
5. Wykonać analogicznie jak przy pomiarze twardości 5 nakłuc w głębnikiem Vickersa  
- po każdym nakłuciu zmierzyć przekątne ( $d_1$ ,  $d_2$ ) i długość pęknięć ( $l_1$ ,  $l_2$ ,  $l_3$ ,  $l_4$ )
6. Z wykorzystaniem wzorów (1) i (2) podanych w instrukcji, obliczyć wartość twardości i odporności na kruche pękanie.

### **Literatura:**

1. Kozłowski K. Kompozyty wzmacniane włóknami. Podstawy technologii, Skrypty uczelniane AGH, Kraków 1983
2. Pampuch R. Pomaga Żyć. Ceramika Wczoraj i Dziś. Wydawnictwo Naukowe AKAPIT, Kraków 2008
3. Rutkowski P. Badanie właściwości mechanicznych kompozytów AlN-TiB<sub>2</sub>. Praca magisterska AGH 2002
4. Pampuch R. Współczesne materiały ceramiczne, Polskie Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne, Kraków 2005
5. Rutkowski P., Grabowski G., Stobierski L. Rola naprężeń cieplnych w kształtowaniu właściwości mechanicznych kompozytów ceramicznych, Materiały Ceramiczne, 2 (2003) 69-75
6. Ashby M.F., Jones D.R., Materiały inżynierskie, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, 1993
7. Pędzich Z., Piekarczyk J., Stobierski L., Szutkowska M., Walat E.: Twardość Vickersa i odporność na pękanie wybranych kompozytów ceramicznych. Kompozyty (Composites), 3 (2003) 7, s. 296-300.
8. Niihara K.: A fracture mechanics analysis of indentation induced Palmqvist cracks in ceramics, J. Mater. Lett., 2, (1983), 221.

Opracowanie:

Paweł Rutkowski, Łukasz Zych, AGH, WIMiC, 2016r.



**KARTA PRACY: Odporność na kruche pękanie**

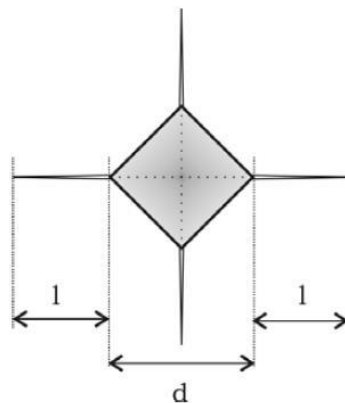
Przedmiot:.....

Prowadzący.....

Temat zajęć	Imię Nazwisko	Data oddania
Grupa	Data przyjęcia	Ocena

Cel ćwiczenia:

Pomiar z wykorzystaniem węgelnika Vickersa:



Jednostki uzupełnia student !!!

Pomiar	Przekątne odcisku		Długości pęknięć			
	D1	D2	L1	L2	L3	L4
	[ ]	[ ]	[ ]	[ ]	[ ]	[ ]
1						
2						
3						
4						
5						
6						

Przedział ufności średniej oszacować ze wzoru:

$$\Delta = t_{n-1, \alpha} \cdot s(\bar{x})$$

gdzie:

$$s(\bar{x}) - \text{odchylenie standardowe średniej: } s(\bar{x}) = \sqrt{\left[ \frac{1}{n(n-1)} \cdot \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \right]}$$

n – liczba pomiarów

$\bar{x}$  – średnia arytmetyczna danej wielkości

$t_{n-1, \alpha}$  – współczynnik t rozkładu Studenta, na poziomie istotności  $\alpha = 0,05$ , dla n-1 pomiarów (patrz załącznik).

Pomiar	d średnia	L średnie	Twardość	Moduł Younga	K <sub>1c</sub>	K <sub>1c</sub> średnia	Przedział ufności
	[ ]	[ ]	[ ]	[ ]	[ ]	[ ]	[ ]
1							
2							
3							
4							
5							
6							

**Wnioski:**

**Ocena studenta:**

	Punkty (max. 30):				
	1	2	3	4	5
Przygotowanie do zajęć:	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Wykonanie pomiaru:	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Poprawność jednostek:	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Poprawność obliczeniowa:	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Określenie dokładności pomiaru:	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>
Wnioski:	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>

.....

Data i podpis prowadzącego

\_\_\_\_\_