

Materiały Ceramiczne

laboratorium

Ćwiczenie 3

WYZNACZANIE TWARDOŚCI I ODPORNOŚCI NA KRUCHE PĘKANIE MATERIAŁÓW

Zagadnienia do przygotowania:

- wiązania w materiałach ceramicznych, metalicznych i polimerowych,
- odkształcenia plastyczne w materiałach ceramicznych i metalicznych,
- wytrzymałość teoretyczna (maksymalna),
- odporność na kruche pękanie, naprężenia krytyczne,
- związek pomiędzy wartością K_{Ic} i stałymi materiałowymi,
- twardość materiałów,
- wartość K_{Ic} - metody pomiaru.

Literatura:

1. R. Pampuch, Siedem wykładów o ceramice, Wyd. AGH, Kraków 2001.
2. R. Pampuch, Materiały Ceramiczne. Zarys nauki o materiałach nieorganiczno-niemetalicznych, Wyd. PWN, Warszawa, 1988.
3. Skrypt AGH SU 1566, Laboratorium z Nauki o Materiałach, pod redakcją J. Lisa, Wyd. AGH, Kraków 2000.
4. M. Ashby, D. Jones, Materiały inżynierskie, Wyd. Nauk.-Tech., Warszawa, 1996.

1. CEL ĆWICZENIA

Celem ćwiczenia jest:

- wyznaczenie twardości Vickersa lub Knoopa materiałów metalicznych i ceramicznych na podstawie wykonanych odcisków i mikrofotografii odcisków,
- wyznaczenie odporności na kruche pękanie (K_{Ic}) materiałów ceramicznych metodą bezpośredniego pomiaru długości spękań wywołanych wciskaniem wgłębnika Vickersa,
- znalezienie związków między twardością i budową materiałów oraz między wytrzymałością teoretyczną i rzeczywistą.

2. WPROWADZENIE

Twardość materiałów

Twardość można określić jako miarę odporności materiału na odkształcenia trwałe (plastyczne) powstające w wyniku działania sił skupionych (np. w kontakcie z ostrym wgłębnikiem). Materiały ceramiczne, takie jak korund (Al_2O_3), karborund (SiC) i diament (C), należą do najtwardszych ciał stałych, można nimi ciąć prawie wszystkie inne materiały, a ich proszki są stosowane jako materiały ściernie i polerskie. Porównanie twardości materiałów ceramicznych z wybranymi materiałami przedstawiono w tabeli 1.

Tabela 1. Twardość, odporność na kruche pękanie i inne właściwości wybranych materiałów.

Rodzaj materiału	Twardość HV [GPa]	Granica plastyczności R_e [GPa]	Moduł Younga [GPa]	Odporność na kruche pękanie [$MPa m^{0,5}$]
α - Al_2O_3	14-18	5	360-390	3,4-5,6
Al_2O_3 +20% ZrO_2 (kompozyt ziarnisty)	-	-	-	6,5-8
CZP (regularny) ZrO_2	10-12	3	160-220	3,8-5
TZP (tetragonalny) ZrO_2 (12% mol CeO_2)				10-15
szkło Na-Ca	5,8	1,9	70	0,6
β -SiC	18-25	7	340-450	3-4,5
SiC(w)- Al_2O_3 (o) (kompozyty zbrojone włóknami)	-	-	-	21
diament	81	27	1000	5,3
WC-Co ^{*)}	12-20	5	540-610	7-28
Cu	0,1-0,8	0,06	124	100
Al	0,1-0,4	0,04	69	350
stal konstrukcyjna ^{**)}	1,6-5,0	0,3-2,0	190-210	150
PMMA (pleksiglas)	0,16	0,06-0,11	3,4	0,9-1,4

^{*)} wartości stałych są uzależnione od ilości wprowadzonego dodatku Co,

^{**)} wartości zależą od składu i rodzaju wprowadzonych do stali dodatków,

Wyraźną przewagę mają materiały ceramiczne. Jest to związane z naturą wiązań chemicznych i jej wpływem na przemieszczenie dyslokacji w metalach i ceramice. Podczas odkształcenia plastycznego w próbie twardości istniejące w materiale dyslokacje ulegają poślizgowi, a więc w takiej próbie w zasadzie mierzy się opór, jaki pokonują przemieszczające się w badanym materiale dyslokacje.

W przypadku metali opór ten jest stosunkowo mały, gdyż przemieszczająca się dyslokacja przesuwa atomy powiązane stosunkowo słabym wiązaniem metalicznym. Energia tego wiązania pochodzi z oddziaływania elektrostatycznego pomiędzy dodatnio naładowanymi rdzeniami atomowymi i ujemnie naładowanym „gazem elektronowym”, wiązania te nie są zlokalizowane. Inaczej jest w materiałach ceramicznych. Dzięki wiązaniom kowalencyjnym (diament, karborund) czy kowalencyjno-jonowym (korund) ich sieć krystaliczna stawia bardzo silny opór przemieszczającym się dyslokacjom. W przypadku zlokalizowanych wiązań kowalencyjnych konieczne jest ich zerwanie i odtworzenie. W przypadku wiązań jonowych poślizg dyslokacji jest łatwiejszy, ale może odbywać się przede wszystkim w takich kierunkach krystalograficznych, w których następuje przyciąganie kationów i anionów. Zmniejsza to ilość systemów poślizgu potrzebnych do przemieszczania się dyslokacji w polikryształach jonowych i jest przyczyną ich stosunkowo wysokiej twardości. Potwierdzeniem słuszności tego rozumowania jest porównanie wartości granicy plastyczności (R_e) dla metali i hipotetycznej granicy plastyczności dla ceramiki (tabela 1), oszacowanej według wzoru (1) z wartości twardości Vickersa.

$$R_e = \frac{HV}{3} \quad (1)$$

Jak widać, tak oszacowana wartość R_e dla materiałów ceramicznych jest nawet o rząd wyższa niż dla metali, co obrazuje opór sieci polikryształów ceramicznych wobec przemieszczających się dyslokacji stanowiących o odkształceniu plastycznym i decyduje o twardości tych materiałów. Należy podkreślić, że podobnie jak twardość, tak i moduł Younga E metali i materiałów ceramicznych zależy wyraźnie od siły wiązań (tabela 1).

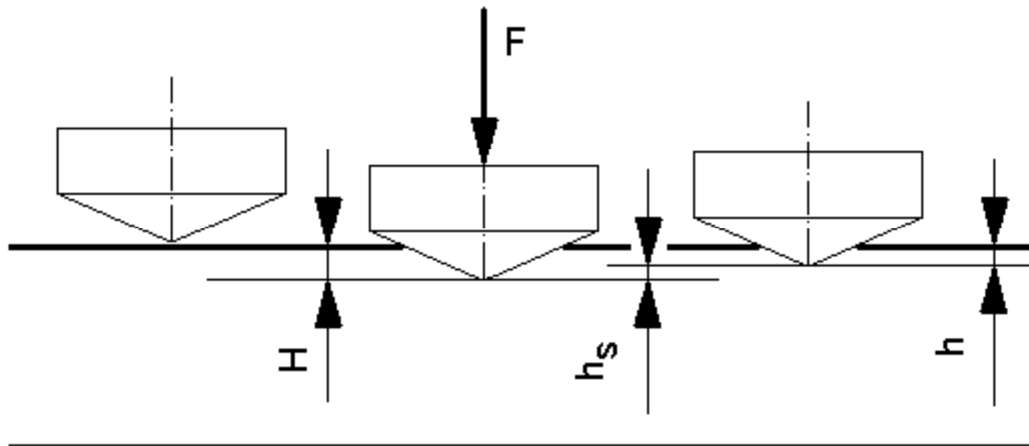
Te zależności są bardziej złożone w przypadku polimerów (tworzyw sztucznych), przy czym ograniczono się tu do przypadku wybranych polimerowych materiałów konstrukcyjnych, kruchych w temperaturze pokojowej, takich jak utwardzone żywice epoksydowe czy poliestrowe oraz polimetakrylan metylu (PMMA). Mogłoby się zdawać, że o ich module i twardości decydują silne kowalencyjne wiązania pomiędzy atomami węgla, które tworzą główny łańcuch polimeru. Oznacza to, że taki polimer powinien mieć właściwości mechaniczne zbliżone do diamentu. Ale obok silnych wiązań w łańcuchach występują słabe, drugorzędowe wiązania pomiędzy łańcuchami, których obecność decyduje o stosunkowo wysokich odkształceniach pod działaniem naprężeń, a więc o niskiej twardości i module Younga (tabela 1).

Badania twardości materiałów

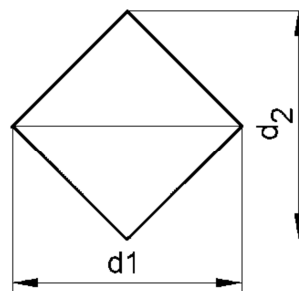
Badania twardości są stosowane przede wszystkim w metaloznawstwie i stąd opracowano najwięcej metod pomiarów dla materiałów metalicznych, a niektóre z nich mają zastosowanie także w badaniach materiałów ceramicznych i polimerowych.

Twardość jest jedną z cech mechanicznych materiału równie ważną z konstrukcyjnego i technologicznego punktu widzenia, jak wytrzymałość na rozciąganie, wydłużenie, przewężenie, udarność itp. Jest wiele metod pomiaru twardości. Najbardziej ogólny podział to pomiary statyczne i dynamiczne. Spośród metod statycznych najbardziej rozpowszechnione są: metoda Brinella, Rockvella, Vickersa, Knoopa. Do najbardziej rozpowszechnionych metod dynamicznych należą: metoda młotka Poldiego i Shore’a.

Próba twardości **metodą Vickersa** polega na wciskaniu wgłębnika odpowiednią siłą w badaną próbkę materiału przez określony czas. Wgłębnikiem jest regularny czworokątny ostrosłup diamentowy, którego kąt rozwarcia między przeciwległymi ściankami wynosi 136° . Twardość według tej metody określamy obliczając stosunek siły wciskającej F wgłębnik do pola powierzchni bocznej odcisku d^2 .



Rys. 1. Schemat obciążeń wgłębnika w metodzie Vickersa; H – głębokość zagłębienia pod obciążeniem siłą F , h_s – odkształcenia sprężyste zanikające po zdjęciu siły F , h – głębokość odkształceń trwałych.



Rys. 2. Schemat pomiaru przekątnych d_1 i d_2 odcisku.

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (2)$$

$$HV = \frac{2F \cdot \cos \frac{180^\circ - 136^\circ}{2}}{d^2} \quad (3)$$

$$HV = \frac{F \cdot \cos 22^\circ}{d^2} \quad (4)$$

$$HV = \frac{1,8544 \cdot F}{d^2} \quad (5)$$

F – obciążenie [N]

d – średnia długość przekątnych odcisku [m]

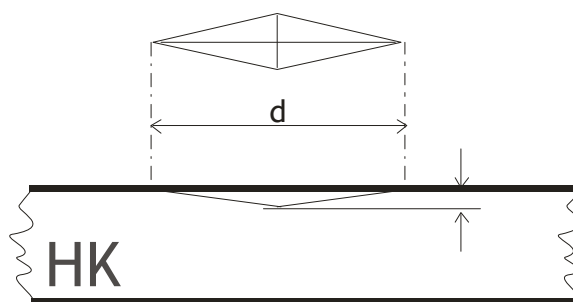
HV- twardość Vickersa [N/m², zwykle w GPa czyli 10⁹ N/m²]

Wartość nacisku F zależy od twardości i grubości próbki. Zalecaną wartością siły nacisku F jest 294,2 N. Wgłębnik należy obciążać równomiernie przez 10 ÷ 15 sek. do osiągnięcia zadanej siły nacisku, a czas działania całkowitej siły nacisku powinien wynosić również 10 ÷ 15 sek. Powierzchnie, na których wykonywany ma być pomiar muszą być czyste, gładkie i płaskie. Przy wygładzaniu należy unikać zmian twardości na powierzchni przez nagrzanie lub zgniot. Dopuszcza się ślady obróbki mechanicznej. Przy wykonywaniu kilku pomiarów na tej samej próbce należy zachować odległość między poszczególnymi odciskami tak, aby mieć pewność, że nie dokonano pomiaru w obszarze zniekształconym poprzednim pomiarem.

Zalety metody Vickersa: duża dokładność pomiarów twardości niezależnie od obciążenia, jedna skala twardości, możliwość badania materiałów miękkich, średnio twardych i twardych.

Wady metody Vickersa: konieczność starannego przygotowania powierzchni do pomiaru, nie nadaje się do pomiarów twardości materiałów niejednorodnych z uwagi na bardzo małe odciski.

Kolejną metodą badania twardości jest **metoda Knoopa**. Polega ona na wciskaniu w materiał diamentowego wgłębnika w kształcie ostrosłupa o podstawie rombu (rysunek 3). Twardość określa się jako stosunek obciążenia do rzutu odcisku.



Rys. 3. Schemat powstawania odcisku w metodzie Knoopa.

$$HK = 14,229 \cdot \frac{F}{d^2} \quad [\text{GPa}] \quad (6)$$

F – obciążenie [N]

d – długość dłuższej przekątnej odcisku [m]

Metoda stosowana jest do pomiarów mikrotwardości i twardości przy obciążeniach do 40 N. Ważną zaletą metody Knoopa jest mniejsza głębokość odcisku (dziesięciokrotnie w porównaniu z metodą Vickersa), co pozwala stosować ją do pomiaru twardości warstw i powłok (np. emalii). Mniejsza głębokość odcisku i korzystny rozkład naprężeń wokół wgłębnika powoduje, 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, węglik spiekane). Ten fakt szczególnie predestynuje metodę Knoopa do badań twardości materiałów ceramicznych.

Kruchość materiałów

Kruchość materiałów jest to właściwość fizyczna ciał stałych polegająca na ich pękaniu pod wpływem działania na nie siły zewnętrznej (np. w kontakcie z ostrym wgłębnikiem). Można określić progową siłę F^* nacisku wgłębnika, po przekroczeniu której następuje pęknięcie.

$$F^* = 1,6 \cdot 10^4 \cdot K_{Ic} \cdot \left(\frac{K_{Ic}}{HV} \right)^3 \quad (7)$$

Kruche materiały takie jak ceramika pomimo dużej twardości absorbują stosunkowo mało energii przed pękaniem, dlatego wartości siły progowej dla tych materiałów są wyraźnie niższe niż dla metali. Z uwagi na niską odporność ceramiki na kruche pęknięcie (K_{Ic}) i wysoką kruchość ceramika pęka zanim osiągnie granicę plastyczności w trakcie rozciągania próbek w temperaturze otoczenia.

Odporność materiałów ceramicznych na kruche pęknięcie

Teoretyczna lub maksymalna wytrzymałość materiałów σ_{max} jest to naprężenie potrzebne do zerwania wiązań chemicznych pomiędzy dwoma sąsiednimi płaszczyznami sieciowymi.

$$\sigma_{max} = \left(\frac{E \cdot \gamma_0}{r_0} \right)^{0,5} \quad (8)$$

E - moduł Younga

γ_0 - energia powierzchniowa

r_0 - równowagowa długość wiązania

Jeśli podstawić typowe wartości dla ciał stałych ($\gamma_0 = 1 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$, $r_0 = 10^{-10} \text{ m}$), to otrzymuje się uproszczoną relację $\sigma_{max} \sim E/10$. Rzeczywista, zmierzona wartość wytrzymałości materiałów jest znacznie niższa i wynosi od E/1000 do E/100. Przyczyną tej rozbieżności jest obecność w materiałach szczelin, porów czy mikropęknięć koncentrujących przyłożone z zewnątrz naprężenia. Powoduje to, że materiały pękają przy naprężeniach znacznie niższych niż określone przez wytrzymałość teoretyczną.

Warunki kruchego pęknięcia materiałów, a więc rozprzestrzeniania się spękań pod wpływem zewnętrznych naprężeń skoncentrowanych na szczelinach, określa mechanika pęknięcia. Jeśli rozpatruje się zachowanie pojedynczego pęknięcia w obciążonym mechanicznie jednorodnym ośrodku, to należy przeanalizować mechanizmy pęknięcia. Pierwszy z nich,

polegający na rozwieraniu pęknięcia, wymaga najmniejszego wydatku energetycznego, a więc ma największe znaczenie techniczne, gdyż pęknięcie z reguły występuje przy jego udziale. Rozpatrując z tego punktu widzenia płaskie odkształcenie płyty zawierającej w centrum eliptyczne pęknięcie o długości c i skończonym promieniu krzywizny, można zdefiniować tak zwany krytyczny współczynnik intensywności naprężeń, zwany też odpornością na kruche pęknięcie.

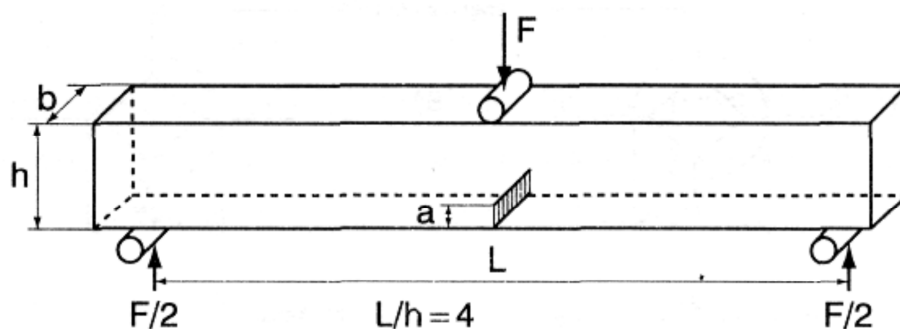
$$K_{Ic} = \sigma_c \cdot (\pi \cdot c_c)^{0,5} \quad (9)$$

c_c - krytyczna długość szczeliny, przy której krytyczne naprężenie σ_c osiąga wartość wytrzymałości teoretycznej

Oznacza to, że pęknięcie o długości krytycznej może rozprzestrzeniać się bez wzrostu obciążenia. Traktując stałą K_{Ic} jako miarę energii odkształcenia sprężystego, która jest pochłaniana w toku rozprzestrzeniania się pęknięcia, można określić jej związek z tą energią, zwaną też efektywną energią pęknięcia lub krócej - energią pęknięcia γ .

Metody wyznaczania K_{Ic} materiałów

Odporność na kruche pęknięcie jest bardzo istotnym parametrem materiałów. Szczególnie ważny jest on dla tworzyw z rodziny tzw. ceramiki konstrukcyjnej. Dla tych materiałów osiągnięcie wysokiej odporności na pęknięcie stanowi jeden z podstawowych celów technologicznych i w efekcie jest jednym z ważniejszych kryteriów ich przydatności. Najczęściej odporność na kruche pęknięcie określa się poprzez podanie krytycznej wartości współczynnika koncentracji naprężeń. Jest to stała materiałowa określana jako tzw. K_{Ic} . 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 (metoda Evansa).



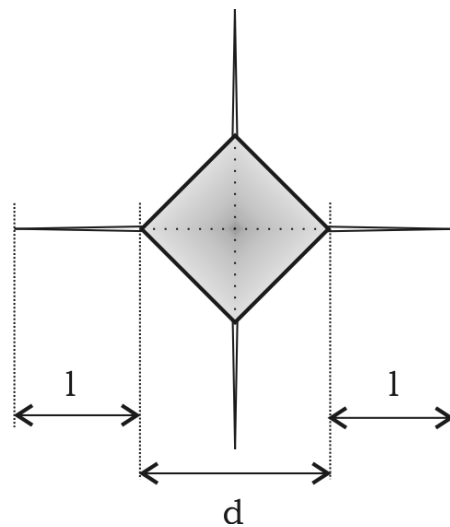
Rys. 4. Geometria próbki do badania stałej K_{Ic} metodą zginania.

$$K_{Ic} = \frac{Y \cdot 3 \cdot F \cdot L \cdot a^{0,5}}{2 \cdot b \cdot h^2} \quad (10)$$

$Y = f\left(\frac{a}{h}\right)$ - czynnik korekcyjny związany ze skończonymi wymiarami próbki

Z uwagi na rozrzut wartości siły powodującej niszczenie próbki konieczne jest użycie odpowiedniej ilości próbek (~10) o kontrolowanych wymiarach. Ponadto powierzchnia próbek musi być odpowiednio przygotowana przez szlifowanie. Wszystko to powoduje, że opisana procedura jest pracochłonna i kosztowna.

Metoda tu proponowana polega na bezpośrednim pomiarze długości spękań powstających w narożach wgłębienia uzyskiwanego przy pomocy piramidki twardościomierza Vickersa oraz pomiarze przekątnych wgłębienia. Podstawą metody jest stwierdzenie, że długość spękań wychodzących z wgłębienia odcisku Vickersa, ma związek z odpornością na kruche pękanie K_{Ic} badanego materiału. Obraz spękań zależy od rodzaju materiału i wielkości siły nacisku wgłębniaka. Przedmiotem analizy w odniesieniu do wyznaczenia stałej K_{Ic} są spękania Palmqvista (rysunek 5).



Rys. 5. Geometria spękań Palmqvista wokół wgłębniaka Vickersa.

Istnieje kilka sposobów identyfikacji rodzaju powstających spękań, ale najczęściej stosuje się kryterium uwzględniające stosunek $l/0,5d$.

Dla spękań Palmqvista powinien być spełniony warunek $0,25 < l/0,5d < 2,5$, a dla spękań środkowych $l/0,5d > 1,5$.

Wtedy wartość K_{Ic} dla spękań Palmqvista oblicza się z wzoru Niihary.

$$K_{Ic} = 0,018 \cdot H^{0,6} \cdot E^{0,4} \cdot 0,5d \cdot l^{-0,5} \quad [\text{MPa} \cdot \text{m}^{0,5}] \quad (11)$$

H – twardość Vickersa [MPa]

E – moduł Younga [MPa]

d – średnia długość przekątnych wgłębienia [m]

l – średnia długość spękań [m]

A dla spękań środkowych ze wzoru Anstisa.

$$K_{Ic} = 0,016 \left(\frac{E}{H} \right)^{0,5} \cdot \frac{F}{c^{1,5}} \quad (12)$$

$c = 0,5d + l$

F – siła obciążenia [MPa]

3. WYKONANIE ĆWICZENIA I OPRACOWANIE WYNIKÓW BADAŃ

Badanie twardości

1. Wykonać 5 odcisków Vickersa na powierzchni każdego badanego materiału mikrotwardościomierzem zgodnie z dołączoną do urządzenia instrukcją.
2. Przeprowadzić obserwację i pomiary wgłębień. Pomiarów należy dokonać optycznym układem pomiarowym, który jest integralną częścią mikrotwardościomierza.
3. Zanotować wartości przekątnych wgłębień (dwie wartości dla każdego wgłębienia).
4. Dla mikrofotografii odcisków na podstawie danych wartości obciążenia oraz umieszczonej na zdjęciu podziałki należy wyznaczyć parametry potrzebne do obliczenia twardości metodą Vickersa lub Knoopa.
5. Obliczyć twardości materiałów HV lub HK. Dane i obliczenia należy zestawić wg tabeli 2.
6. Podać wnioski dotyczące wyników pomiarów oraz uwagi o trudnościach pomiarowych i ewentualnych źródłach błędów pomiarowych.

Tabela 2. Dane służące do wykonania badania i przeprowadzone obliczenia twardości.

<i>Material:.....</i>							
<i>Obciążenie [kg]:.....Obciążenie [N]:.....</i>							
<i>L</i>	<i>Długości przekątnych odcisku na obrazie - metoda Vickersa d_1, d_2 [mm] - metoda Knoopa (dłuższa przekątna) d_K [mm]</i>				<i>Średnia rzeczywista długość przekątnej odcisku d [m] (metoda Vickersa) Rzeczywista długość dłuższej przekątnej d [m] (metoda Knoopa)</i>		<i>Twardość HV lub HK [GPa]</i>
<i>1</i>							
<i>2</i>							
<i>3</i>							
<i>4</i>							
<i>5</i>							
<i>wartość średnia</i>							

Badanie odporności na kruche pękanie

1. Wykonać 5 odcisków Vickersa na powierzchni każdego badanego materiału mikrotwardościomierzem zgodnie z dołączoną do urządzenia instrukcją.
2. Przeprowadzić obserwację, pomiary wgłębień i długości spękań. Pomiarów należy dokonać optycznym układem pomiarowym, który jest integralną częścią mikrotwardościomierza.
3. Zanotować wartości przekątnych wgłębień (dwie wartości dla każdego wgłębienia) i długości spękań (cztery wartości dla każdego wgłębienia).
4. Dla mikrofotografii odcisków na podstawie danych znajdujących się w opisie mikrofotografii (wartość obciążenia, twardość HV, moduł Younga E) oraz umieszczonej na zdjęciu podziałki należy wyznaczyć parametry potrzebne do obliczenia K_{Ic} .
5. Obliczyć krytyczny współczynnik intensywności naprężeń K_{Ic} materiałów. Dane i obliczenia należy zestawić wg tabeli 3.
6. Podać wnioski dotyczące wyników pomiarów oraz uwagi o trudnościach pomiarowych i ewentualnych źródłach błędów pomiarowych.

Tabela 3. Dane służące do wykonania badania i przeprowadzone obliczenia odporności na kruche pękanie.

Materiał:..... Obciążenie [kg]:..... Obciążenie [N]:..... Twardość [GPa]:..... Moduł Younga [MPa]:.....											
Lp	Długości przekątnych odcisku na obrazie d_1, d_2 [mm] Długości spękań na obrazie l_1, l_2, l_3, l_4 [mm]						Wartości średnie [mm]		Średnia rzeczywista długość przekątnej odcisku d [m] Średnia rzeczywista długość spękań l_{sr} [m]		Wartość K_{Ic} [MPa m ^{0,5}]
	d_1	d_2	l_1	l_2	l_3	l_4	d_{sr}	l_{sr}	d	l_{sr}	
1											
2											
3											
4											
5											
<i>wartość średnia</i>											

4. UWAGI DOTYCZĄCE WYKONANIA SPRAWOZDANIA

Sprawozdanie z ćwiczenia powinno zawierać:

- cel ćwiczenia,
- protokół pomiarów zawierający obliczenia twardości (HV) lub (HK) oraz odporności na kruche pękanie (K_{Ic}) sporządzony według tabel 2 i 3,
- wnioski dotyczące wyników pomiarów i ich korelacji z rodzajem i budową materiałów.