

Twierdzenie i kruchość

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

Instrukcję opracowała: dr hab. inż. Alicja Rapacz-Kmita
KCiMO, WIMiC, AGH
Wrzesień 2022, wer. 1.0

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 literaturze uzupełniającej [1–19], wyszczególnionej pod koniec instrukcji.

2. Część teoretyczna

2.1. Wprowadzenie

Właściwości materiałów (mechaniczne, elektryczne, cieplne itd.) są sposobem ich reakcji na środowisko i siły zewnętrzne. Bezsprzecznie są one ściśle związane z energią oddziaływania atomów w strukturze krystalicznej materiałów, czyli zależne od rodzaju wiązań chemicznych, ale także od sposobu ich przetwarzania, metod otrzymywania i w rezultacie także mikrostruktury gotowych tworzyw/wyrobów. Typ wiązania atomowego (kowalencyjne, jonowe, metaliczne, van der Waalsa), jego energia i kierunkowość są odpowiedzialne za strukturę materiału, a w konsekwencji za właściwości takie jak: temperatura topnienia, rozszerzalność cieplna, sprężystość, właściwości elektryczne, ciągliwość i właściwości mechaniczne (twardość, kruchość, wytrzymałość na zginanie, ściskanie itd.). Wysokie energie wiązań jonowych (628–1549 kJ/mol) i kowalencyjnych (523–1256 kJ/mol) sprawiają, że materiały z ich udziałem (ceramika) charakteryzują się wysoką twardością, kruchością i sztywnością, niską plastycznością oraz niską przewodnością elektryczną. Wspólną cechą charakterystyczną tego typu materiałów jest także wysoka temperatura topnienia. Właściwości fizyczne materiałów są więc skorelowane z wiązaniami chemicznymi tworzącymi ich strukturę.

2.2. Energia potencjalna a właściwości materiałów

To, w jaki sposób materiały deformują się (wydłużają, ściskają, skręcają) lub łamią/zrywają w zależności od przyłożonego obciążenia, czasu jego działania, temperatury i innych czynników zewnętrznych, opisują ich właściwości mechaniczne. Prawo Hooke'a to prawo mechaniki określające zależność odkształcenia od naprężenia. Głosi ono, że odkształcenie ciała pod wpływem działającej na niego siły jest wprost proporcjonalne do tej siły. Ta prawidłowość, sformułowana przez Roberta Hooke'a, pozostaje prawdziwa tylko w zakresie niewielkich odkształceń, nie przekraczających tzw. granicy Hooke'a (zwanej też granicą proporcjonalności) i tylko dla niektórych materiałów. W celu rozróżnienia zachowania się różnych materiałów, wprowadza się zatem **stałe materiałowe**. Prawo to zakłada też, że odkształcenie ciała, w reakcji na działanie siły, następuje w sposób natychmiastowy i całkowicie zanika, gdy przyłożone siły przestają działać. Takie uproszczenie jest wystarczające jedynie dla ciał o pomijalnie małej lepkości. Zgodnie z prawem Hooke'a, naprężenie i odkształcenie podłużne w kierunku działania siły, są ze sobą powiązane równaniem:

$$\sigma = E\varepsilon \quad (1)$$

gdzie: E – moduł Younga (moduł sprężystości podłużnej), ε – odkształcenie.

Im wyższą wartość posiada moduł Younga tym wyższa jest sztywność materiału. **Odkształcenie sprężyste** występuje, kiedy po usunięciu naprężenia materiał wraca do wymiaru początkowego, który miał przed obciążeniem. Jeśli materiał nie powraca do wymiaru pierwotnego, mówimy o **odkształceniu trwałym**, którego przykładem może być **odkształcenie plastyczne**.

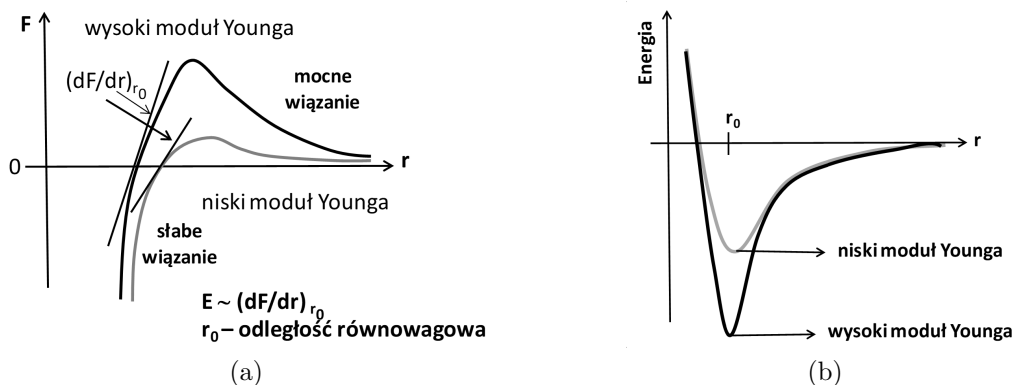
W skali atomowej, odkształcenie sprężyste to małe zmiany odległości międzyatomowych (rozciąganie i zginanie wiązań). W konsekwencji, wielkość modułu sprężystości będzie odpowiadać sile z jaką oddziaływać będą ze sobą sąsiadujące atomy, czyli międzyatomowej sile wiązania.

Wiązanie jest efektem równowagi między siłami przyciągającymi i odpychającymi, jakie działają między atomami. Wiązanie będzie pozostawać w stanie równowagi, jeżeli obie siły

będą się równoważyć. Ruchy atomów względem ich położenia równowagi będą generowały siły przyciągające lub odpychające. Pochodzenie sił odpychających, dla wszystkich typów wiązań, jest efektem elektrostatycznego odpychania jąder atomowych, gdy są one słabiej ekranowane przez elektrony, co ma miejsce w przypadku zbliżania atomów do siebie. Działanie sił przyciągających jest natomiast uzależnione od rodzaju wiązania atomowego:

- wiązanie jonowe: przyciąganie elektrostatyczne jonów o różnych znakach (oddziaływania dalekiego zasięgu),
- wiązanie kowalencyjne: przyciąganie atomów zachodzi dzięki wspólnym elektronom (oddziaływania bliskiego zasięgu),
- wiązanie metaliczne: jednoczesne elektrostatyczne przyciąganie między dodatnimi jonami i chmurą elektronów oraz odpychanie się jonów od siebie,
- wiązanie Van der Waalsa: przyciąganie elektrostatyczne pomiędzy cząsteczkami, w których występuje trwały bądź wyindukowany moment dipolowy.

Na rysunku 1 przedstawiono krzywe zależności siły i energii oddziaływania międzyatomowego względem odległości międzyatomowej.



Rysunek 1. Różnice zachowaniu dwóch różnych materiałów zilustrowane krzywymi: (a) siła oddziaływania międzyatomowego – przemieszczenie, pokazująca zależność pomiędzy mocą wiązania a modułem sprężystości (strome nachylenie dF/dr wskazuje na dużą wartość modułu E), (b) energia potencjalna oddziaływania atomów w funkcji zmian odległości międzyatomowych

Ciała stałe (krystaliczne i bezpostaciowe) wykazują małą ściśliwość, ponieważ budujące je atomy i cząsteczki, znajdują się bardzo blisko siebie, wskutek oddziaływania sił międzyatomowych. Nie mają wtedy zdolności do swobodnego przemieszczania się. Jeżeli na takie ciało stałe będą działały siły, które będą powodowały niewielkie zmiany odległości międzyatomowej, wtedy usunięcie takich sił będzie powodowało powrót wiązania do stanu równowagi (zakres odkształceń sprężystych). Jeżeli jednak, siły działające na ciało stałe będą na tyle duże, że będą powodowały znaczące zwiększenie odległości międzyatomowych, będziemy mieć do czynienia najpierw z trwałymi odkształceniami, a przy dalszym zwiększaniu odległości międzyatomowej – do zerwania wiązania, czyli do zniszczenia ciała stałego.

Zależność energii oddziaływań międzyatomowych od odległości pomiędzy dwoma sąsiadującymi atomami przedstawia się graficznie w postaci tzw. krzywej energii potencjalnej (rys. 1b), obrazującej równowagę między siłami przyciągającymi i odpychającymi działającymi między tymi atomami. Energię potencjalną należy traktować jako energią wiązania, której wielkość odpowiada pracy potrzebnej do zniszczenia tego wiązania.

W przypadku liniowej zależności sił oddziaływań od odległości międzyatomowej krzywa energii potencjalnej byłaby symetryczna i miała kształt paraboli. W rzeczywistości, krzywa energii potencjalnej jest asymetryczna i jest wypadkową asymetrycznych oddziaływań przyciągających i odpychających działających pomiędzy sąsiadującymi atomami. Łatwiej jest bowiem oddalić atomy od siebie, niż je do siebie zbliżyć.

Kształt krzywej zmiany energii potencjalnej od odległości międzyatomowych (rys. 1b) związany jest z rodzajem wiązań. Im mocniejsze wiązanie tym bardziej stromy kształt krzywej wokół położenia równowagowego (odległości równowagowej).

Moduł sprężystości E jest proporcjonalny do nachylenia krzywej siły działającej pomiędzy sąsiadującymi atomami w funkcji odległości międzyatomowej w położeniu równowagi (rys. 1a).

Nachylenie krzywej przy $r = r_0$ jest strome dla bardzo sztywnych materiałów i mniej pochyłe dla materiałów ciągliwych/plastycznych. Krzywa zależności energii potencjalnej oddziaływania atomów w funkcji zmian odległości międzyatomowych pokazuje, że wraz ze spadkiem energii wiązania, maleje wartość modułu sprężystości E . Wartości modułu E są najwyższe dla ceramiki, wysokie dla metali i najniższe dla polimerów, co jest bezpośrednią konsekwencją różnych typów wiązań atomowych w tych materiałach.

Wartość energii wiązania i kształt krzywej energii potencjalnej oddziaływania atomów zmieniają się dla różnych materiałów. Głębokie i wąskie kształty krzywej wskazują na dużą energię wiązania, wysoką temperaturę topnienia, duże wartości modułu sprężystości, niskie współczynniki rozszerzalności cieplnej. Duże energie wiązań, wysoka temperatura topnienia, wysoki moduł sprężystości, niski współczynnik rozszerzalności cieplnej liniowej są „zarezerwowane” dla materiałów ceramicznych i świadczą o ich bardzo dobrej wytrzymałości oraz wysokiej twardości.

2.3. Twardość materiałów i metody pomiaru twardości

2.3.1. Twardość materiałów

Twardość (*hardness*) jest miarą odporności materiału na odkształcenia trwałe (plastyczne). Ceramika w trakcie rozciągania, w temperaturze pokojowej pęka nim osiągnie stan plastyczny, ze względu na swoją niską odporność na kruche pękanie oraz wysoką kruchość. Istnieje także związek pomiędzy twardością materiałów ceramicznych a ich temperaturą topnienia. Wyższa temperatura topnienia warunkować będzie większą twardość.

Materiały ceramiczne, takie jak na przykład: korund (Al_2O_3), karborund (SiC) czy diament, należą do najtwardszych ciał stałych. Jest to związane z naturą wiązań chemicznych i jej wpływem na przemieszczanie się dyslokacji w strukturze. Podczas odkształcenia plastycznego, czyli w trakcie pomiarów twardości, istniejące w materiale dyslokacje ulegają poślizgowi, więc w istocie mierzymy opór, jaki one pokonują przemieszczając się w badanym materiale. W przypadku metali, opór ten jest stosunkowo mały, ponieważ przemieszczające się dyslokacje przesuwiają atomy związane ze sobą stosunkowo słabym i bezkierunkowym wiązaniem metalicznym. Materiały ceramiczne, czyli materiały posiadające silne wiązania kowalencyjne lub kowalencyjno-jonowe, stawiają silny opór przemieszczającym się dyslokacjom. W przypadku wiązań kowalencyjnych, które są wiązaniami zlokalizowanymi, przemieszczanie się dyslokacji wiąże się z zerwaniem wiązania i jego ponownym odtworzeniem. W przypadku wiązań jonowych (wiązania niezlokalizowane – oddziaływanie elektrostatyczne między jonami) poślizg dyslokacji jest nieco łatwiejszy, ale może odbywać się przede wszystkim w takich kierunkach krystalograficznych, w których następuje przyciąganie kationów i anionów. Zmniejsza to znacznie ilość systemów poślizgu potrzebnych do przemieszczania się dyslokacji w polikryształach jonowych i jest przyczyną ich stosunkowo wysokiej twardości. Ilustracją tej reguły mogą być wartości: twardości HV, granicy plastyczności R_e dla metali i hipotetycznej granicy plastyczności dla ceramiki, modułu Younga E , krytycznego

współczynnika intensywności naprężeń K_{Ic} i współczynnika kruchości I_b , dla wybranych materiałów o różnych typach wiązań międzyatomowych, zawarte w tabeli 1. Hipotetyczną granicę plastyczności dla ceramiki można oszacować jedynie na podstawie zależności:

$$R_e = \frac{HV}{3} \quad (2)$$

Zmierzenie granicy plastyczności dla materiałów ceramicznych jest trudne, ponieważ podczas rozciągania następuje zniszczenie materiału przed osiągnięciem zakresu plastyczności. Granicę plastyczności określa się jako wartość naprężenia, powyżej którego materiał zaczyna wykazywać trwałe odkształcenia. Z perspektywy atomowej, deformacja plastyczna odpowiada zerwaniu wiązań z początkowymi sąsiadami atomu, a następnie tworzeniu wiązań z nowymi. W deformacji plastycznej (odkształceniu plastycznym), po usunięciu naprężenia, atomy nie wracają do swoich pierwotnych pozycji. Niska granica plastyczności odpowiada niezdolności atomów do powrotu do swoich pierwotnie zajmowanych pozycji w strukturze, co odpowiada niskiej sprężystości wzdłużnej.

Tabela 1. Twardość, odporność na kruche pękanie i inne właściwości mechaniczne wybranych materiałów o różnych typach wiązań chemicznych (na podst. [7])

Materiał	HV GPa	R_e GPa	E GPa	K_{Ic} MPa · m ^{1/2}	I_b μm ^{-1/2}
Diament ^a	81	27	1000	5,3	15,2
SiC ^b	18–25	7,0	340–450	3,0	7,2
Al ₂ O ₃ ^b	14–18	5,0	360–390	3–5	4,0
ZrO ₂ ^b	10–12	3,0	160–220	5,0	2,2
Szkło Na-Ca	5,8	1,9	70	0,6	9,7
WC-Co ^c	12–20	5,0	540–610	7–28	1,1
Stal ^c	1,6–5,0	0,3–2,0	190–210	50–210	0,014
Cu ^c	0,1–0,8	0,06	124	100	0,008
Al ^c	0,1–0,4	0,04	69	350	0,001
Żywica epoksydowa ^c	0,1–0,2	0,03–0,10	3–5	0,6–1,0	0,2
PMMA	0,16	0,06–0,11	3,4	0,9–1,4	0,1

^a polikrystaliczna warstwa otrzymana metodą CVD

^b zależnie od porowatości

^c zależnie od składu chemicznego oraz obróbki cieplnej i mechanicznej

Zamieszczone w tabeli 1 dane wskazują, iż wartość granicy plastyczności R_e dla materiałów ceramicznych jest nawet o rząd wielkości wyższa niż dla metali, co świadczy o wielkości oporu sieci kryształów ceramicznych wobec przemieszczających się dyslokacji, stanowiących o odkształceniu plastycznym, a decydujących o twardości materiałów. Wyraźnie widać także, iż twardość, moduł Younga oraz K_{Ic} zależą od rodzaju wiązań występujących w materiałach ceramicznych, metalach i polimerach. W przypadku polimerów zależności te są bardziej złożone. Błędym jest myślenie, iż o wielu właściwościach polimerów (mechanicznych, reologicznych, cieplnych) decydują występujące w ich strukturze silne wiązania kowalencyjne pomiędzy atomami węgla, tworzącymi główne łańcuchy polimerów. Gdyby tak było, polimery posiadałyby właściwości mechaniczne zbliżone do materiałów ceramicznych. Na właściwości polimerów istotnie wpływają również

słabe wiązania van der Waalsa pomiędzy łańcuchami, stąd niska twardość i moduł sprężystości polimerów. Należy w tym miejscu poruszyć także kwestię krystaliczności polimerów, która również wpływa na ich właściwości. Im wyższy jest stopień krystaliczności polimerów, tym wyższy ich moduł Younga, moduł sztywności, twardość, wytrzymałość zmęczeniowa oraz odporność na ścieranie, zmniejsza się natomiast ich zdolność do odkształcania. Właściwości polimerów silnie zależą także od czynników zewnętrznych, szczególnie od temperatury i środowiska w jakim pracują/są eksploatowane. Wraz ze wzrostem temperatury polimery mięknią, a więc spada znacząco wartość ich modułu Younga. W przypadku ceramiki i metali w szerokim zakresie temperatury, moduł Younga ulega tylko niewielkim zmianom.

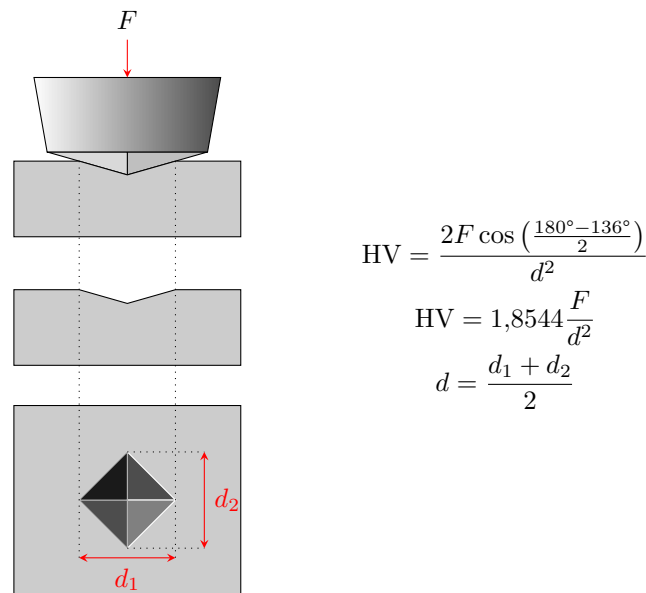
2.3.2. Metody pomiaru twardości

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:

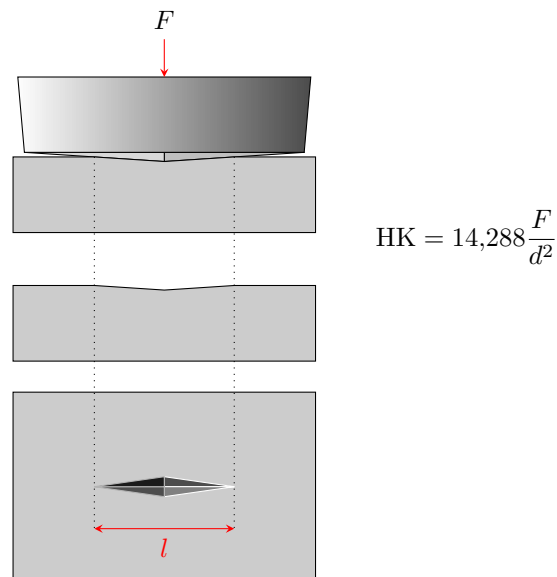
- **statyczne** – jeśli mierzony opór dotyczy odkształcenia plastycznego pod działaniem statycznego obciążenia (statyczna próba twardości),
- **dynamiczne** – jeśli mierzony opór dotyczy odkształcenia udarowego, czyli dynamicznego (dynamiczna próba twardości),
- **specjalne** – jeśli mierzony jest opór 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. 2).
- **metoda Knoopa** – twardość Knoopa 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 Knoopa 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 wgłębien, jak również mniejsze jest prawdopodobieństwo uszkodzenia wgłębnika, nawet podczas badania najtwardszych materiałów (diament, SiC, węgliki spiekane) (rys. 3).

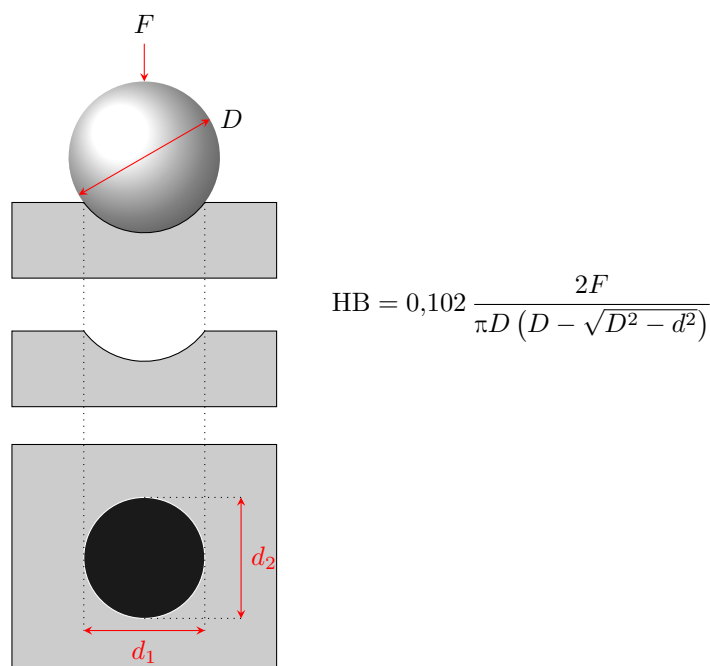


Rysunek 2. Próba twardości Vickersa



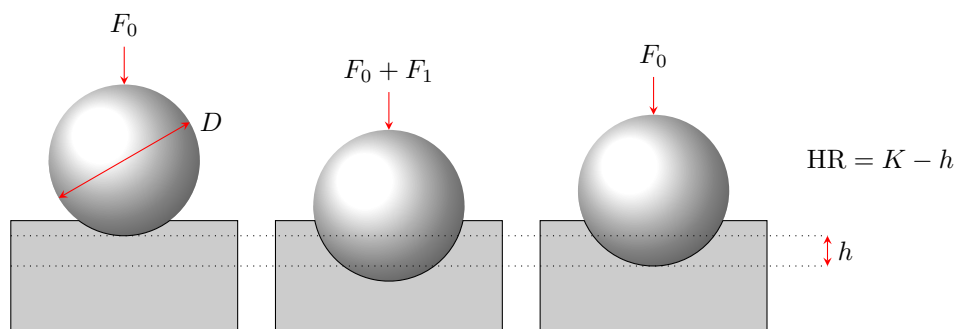
Rysunek 3. Próba twardości Knoopa

- **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. 4). Metoda Brinella należy do prób niszczących z uwagi na duży rozmiar odcisku.



Rysunek 4. Próba twardości Brinella

- **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 5. Próba twardości Rockwella

Statyczne metody pomiaru twardości są zwykle znormalizowane, a różnice polegają przede wszystkim na kształcie wgłębniaka 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 miejscowe utwardzenie 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. 2) i obserwacji momentu pojawienia się rys. Pozwala to przypisać odpowiednią wartość twardości dla badanej próbki.

Tabela 2. Skala twardości Mohsa

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Talk	Gips	Kalecyt	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). Mineral znajdujący się wyżej z łatwością rysuje ten znajdujący się niżej na liście.

2.4. Odporność na kruche pękanie materiałów i metody pomiaru odporności na kruche pękanie

2.4.1. Odporność na kruche pękanie

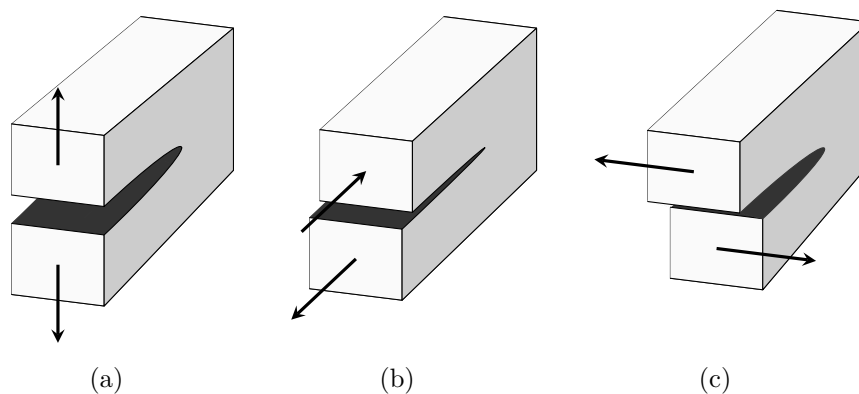
Proces pękania materiałów ceramicznych może zachodzić już przy niewielkich obciążeniach. Wtedy też powstaje i/lub rozwija się pęknięcie. Proces ten składa się z 2 etapów:

1. zarodkowania pęknięcia (inicjacji),
2. rozprzestrzeniania pęknięcia (propagacji).

Jeżeli założymy, że w materiale, który poddajemy procesowi rozciągania, znajduje się pęknięcie, możemy w sposób najprostszy wyobrazić sobie, że pod wpływem przyłożonego obciążenia, pęknięcie otwiera się, rozwiera i materiał pęka. Proces ten jest jednak złożony z mechanicznego punktu widzenia. Obecność pęknięcia w przekroju materiału, zmniejsza jego powierzchnię i tym samym podnosi wartość panującego w nim naprężenia. Obecność szczeliny w materiale zawsze będzie miała taki sam skutek – lokalnie będzie dochodziło do koncentracji naprężeń u wierzchołka takiej szczeliny. Jeżeli koncentracja naprężeń u wierzchołka szczeliny przekroczy wartość krytyczną, pęknięcie zacznie propagować i materiał ulegnie zerwaniu. Czynnikiem, który stanowi o tym, że uwalnianie energii w czasie pękania materiału jest zazwyczaj znacznie większe od energii tworzących się powierzchni, jest obecność oddziaływań wokół szczeliny. Mogą to być albo oddziaływania plastyczne, albo tworzenie się mikrospeknań, delaminacja itp., czyli procesy które mogą pochłaniać dodatkową energię.

Kruche zniszczenie może występować w trzech różnych sposobach odkształcania materiału (rys. 6):

- a) rozwarcie szczeliny – sposób pękania I (K_I),
- b) wzdłużne ścinanie – sposób pękania II (K_{II}),
- c) ścinanie poprzeczne – sposób pękania III (K_{III}).



Rysunek 6. Trzy sposoby kruchego zniszczenia (pękania) materiału: (a) sposób I – rozwarcie szczeliny, (b) sposób II – wzdłużne ścinanie, (c) sposób III – ścinanie poprzeczne

Sposób pękania I odpowiada kruchemu zniszczeniu w warunkach płaskiego stanu odkształceń i wymaga wydatku energetycznego, o co najmniej rząd wartości mniejszej od pozostałych, ma więc największe znaczenie techniczne, jest bowiem najbardziej niebezpieczny w praktyce. Dlatego też, do oszacowania odporności na kruche pęknięcie (*fracture toughness*) materiałów wyznacza się K_{Ic} , czyli **krytyczny współczynnik intensywności naprężeń dla sposobu pękania I** (*critical stress intensity factor*). Współczynnik K_{Ic} jest więc stałą materiałową, będącą miarą odporności na kruche pęknięcie i możemy go wyznaczyć z zależności:

$$K_{Ic} = \sigma_c \sqrt{a_c} Y \quad (3)$$

gdzie: σ_c – naprężenie krytyczne (rozciągające) w miejscu wierzchołka pęknięcia przed jego pojawieniem się, a_c – krytyczna długość pęknięcia, Y – współczynnik uwzględniający geometrię, położenie pęknięcia w stosunku do wymiarów próbki.

Na podstawie powyższego wzoru można stwierdzić, że jeśli dany materiał (próbka) ma wytrzymać naprężenie o wartości σ_c , to długość pęknięcia nie może przekroczyć wartości a_c .

Jeżeli szczelina ma długość a_c wówczas naprężenie zewnętrzne, prowadzące do zniszczenia materiału można wyliczyć z zależności:

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{2E\gamma_f}{\pi a_c}} \quad (4)$$

gdzie: σ_c – naprężenie krytyczne, E – moduł Younga (moduł sprężystości wzdłużnej), γ_f – energia powierzchniowa (rzeczywista), a_c – wielkość defektu krytycznego.

Ponieważ proces zniszczenia jest procesem nieodwracalnym, dlatego do utworzenia nowych powierzchni w materiale ulegającym zniszczeniu wymagany jest większy wkład energii, wynikający z konieczności wykonania rzeczywistej pracy zniszczenia. Ta **efektywna energia powierzchniowa** γ_f (*fracture energy*) zwana **energią pęknięcia** lub **efektywną energią powierzchniową**, jest energią pochłanianą przez materiał przy rozprzestrzenianiu się pęknięć w odniesieniu do jednostki ich powierzchni (J/m^2). Rzeczywista energia powierzchniowa ma wartość od jednego do kilku rzędów wielkości większą od energii obliczonej na drodze termodynamiki i ta wartość stanowi rzeczywistą miarę odporności na pęknięcie. O jej globalnej wartości stanowi suma wydatkowanych energii, w tym np.: służącej do zrywania wiązań, rozpraszanej na lokalne odkształcenia plastyczne, rozpraszanej na rozgałęzianie się pęknięć, zużywanej przez zachodzącą przemianę polimorficzną, potrzebnej do wyciąganie włókien z osnowy itp.

Traktując stałą K_{Ic} , jako miarę energii odkształcenia sprężystego, która jest pochłaniana w toku rozprzestrzeniania się pęknięcia, można określić jej związek z energią pęknięcia γ_f :

$$K_{Ic} = \sqrt{\frac{E\gamma_f}{1-\nu^2}} \quad (5)$$

gdzie: E – moduł Younga (moduł sprężystości wzdłużnej), ν – liczba Poissona.

Dla większości materiałów ceramicznych liczba Poissona (ν) mieści się w zakresie od 0,1 do 0,3, co podniesione do kwadratu daje wartość pomijalnie małą, stąd po przekształceniu możemy otrzymać wzór na oszacowanie energii pęknięcia:

$$\gamma_f = \frac{K_{Ic}^2}{E} \quad (6)$$

W tworzywach ceramicznych wielkość defektów ograniczających ich wytrzymałość może przyjmować wartości od 5 do 200 μm . Ich niewielkie rozmiary oznaczają, że są one trudne zarówno

do wykrycia, jak i do eliminowania. Jeśli w materiale ceramicznym nie poddanym naprężeniom można jeszcze nie rejestrować defektów o rozmiarach krytycznych, to już pod obciążeniem może następować ich wzrost do wartości podkrytycznej, poprzedzający katastroficzne zniszczenie.

Wartość K_{Ic} dla ceramiki jest w przybliżeniu 50-krotnie mniejsza od K_{Ic} metali o dobrej plastyczności (ciągliwości) (zob. tab. 1). Ponadto ceramika prawie zawsze zawiera pęknięcia oraz różne defekty mikrostruktury (powstające w procesie technologicznym).

Czynnikiem odróżniającym materiały ceramiczne od metali jest znaczna zmienność właściwości. Zmienność ta wynika głównie z różnic w metodach wytwarzania. Materiały ceramiczne nie są wytwarzane za pomocą topienia, lecz przez zagęszczanie (formowanie), spiekanie, wypalanie. Z procesami tymi, w przeciwieństwie do procesu odlewania stopionego metalu, jest związane większe, potencjalne zagrożenie zarówno brakiem jednorodności, jak również pojawieniem się defektów wewnątrz mikrostruktury (pory, pęknięcia, szczeliny, ale także wtrącenia nieorganiczne i organiczne, defekty powstałe w trakcie spiekania proszków zawierających aglomeraty ziaren). Niejednorodność (tak w odniesieniu do składu chemicznego, jak i mikrostruktury) oraz wywołane procesem technologicznym defekty mają znaczący wpływ na właściwości materiału ceramicznego.

Ponadto, sposób otrzymywania tworzyw ceramicznych oraz metali narzuca niejako wielkość obecnych w mikrostrukturze defektów. W metalach defekty mogą sięgać rozmiarów nawet powyżej kilku milimetrów, bez negatywnych skutków dla właściwości materiału w całej jego objętości.

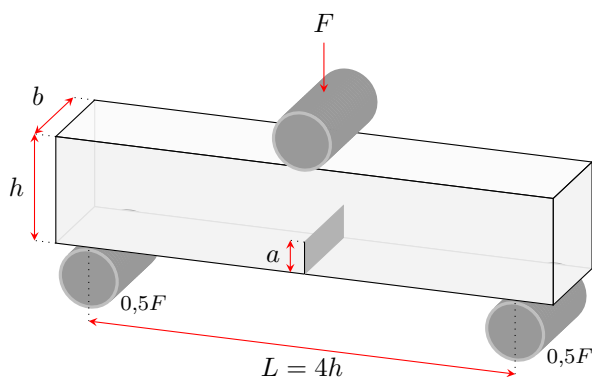
Istnienie defektów w materiale ceramicznym ma jeszcze inne konsekwencje. Próbka o dużych rozmiarach pęknie przy mniejszych naprężeniach niż próbka o mniejszych rozmiarach, ponieważ prawdopodobieństwo, że zawiera ona jedno z większych pęknięć jest większe. Wytrzymałość zależy zatem także od objętości próbki.

2.4.2. 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 pęknięcie, 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. 7).



Rysunek 7. 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:

$$K_{Ic} = \frac{3YFLa^{0,5}}{2bh^2} \quad (7)$$

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:

$$Y = 1,93 - 3,07\frac{a}{h} + 13,66\left(\frac{a}{h}\right)^2 + 23,98\left(\frac{a}{h}\right)^3 + 25,22\left(\frac{a}{h}\right)^4. \quad (8)$$

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 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. 8).

Dla materiałów o niskiej wartości K_{Ic} (krzem, węglík 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 MPa · m^{1/2}), 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} .

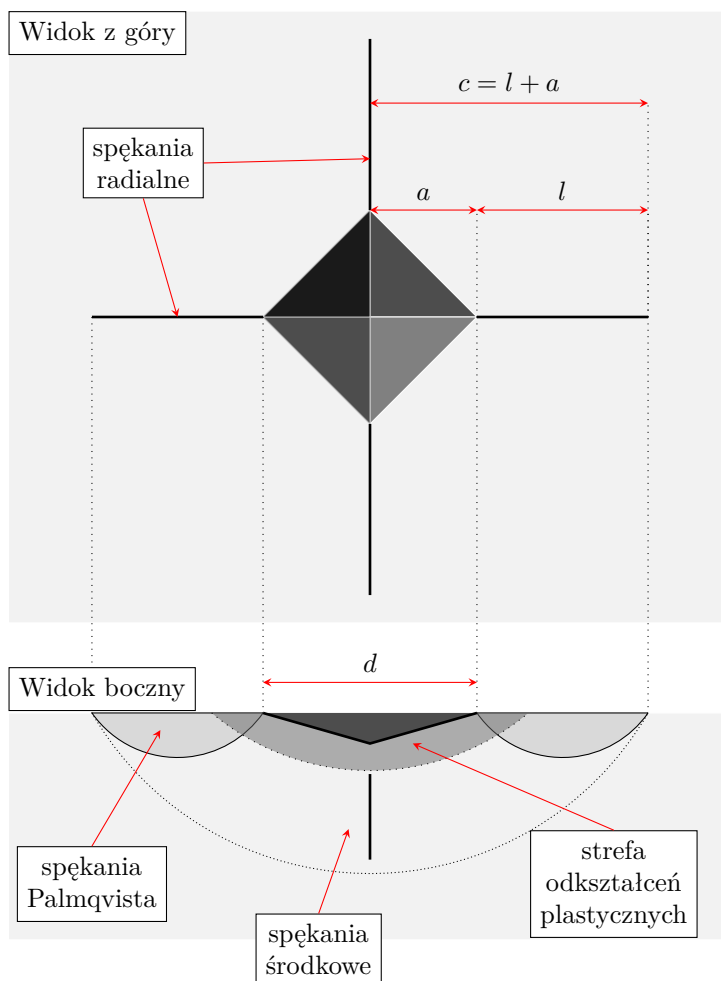
Istnieje kilka sposobów identyfikacji rodzaju powstających spękań, np.: szlifowanie powierzchni zglądu i obserwacja przebiegu spękań lub badanie zależności długości spękań od obciążenia, ale najczęściej stosuje się kryterium uwzględniające stosunek l/a .

Dla spękań Palmqvista powinien być spełniony warunek:

$$0,25 < \frac{l}{a} < 2,5, \quad (9)$$

natomiast dla spękań środkowych:

$$\frac{l}{a} > 1,5. \quad (10)$$



Rysunek 8. 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:

$$0,25 < \frac{l}{a} < 1,5, \quad (11)$$

natomiast dla spękań środkowych:

$$\frac{l}{a} > 1,5. \quad (12)$$

Wartość K_{Ic} dla spękań Palmqvista oblicza się ze wzoru Niihary[16]:

$$K_{Ic} = \frac{0,035 \text{ HV } a^{1/2}}{\phi (HV/E\phi)^{2/5} (l/a)^{1/2}}, \quad (13)$$

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

$$K_{Ic} = 0,016 \left(\frac{E}{\text{HV}} \right)^{0,5} \frac{F}{c^{1,5}}, \quad (14)$$

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 1 (str. 5).

3. Opis wykonania ćwiczenia

3.1. Aparatura

Podczas ćwiczenia zostanie wykorzystana następująca aparatura pomiarowa i materiały:

- twardościomierz ZWICK ZHV30 (rys. 9),
- próbki materiałów: metale, ceramika, szkło.

3.2. 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 ma to 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 wgłębień 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.

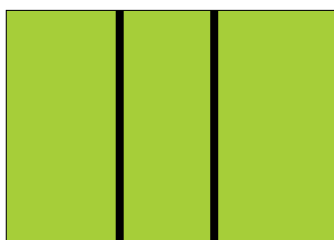
Pomiary twardości HV i K_{Ic} można przeprowadzić na próbkach bezporowatych (metale, szkło) lub próbkach o małej porowatości (ceramika specjalna).

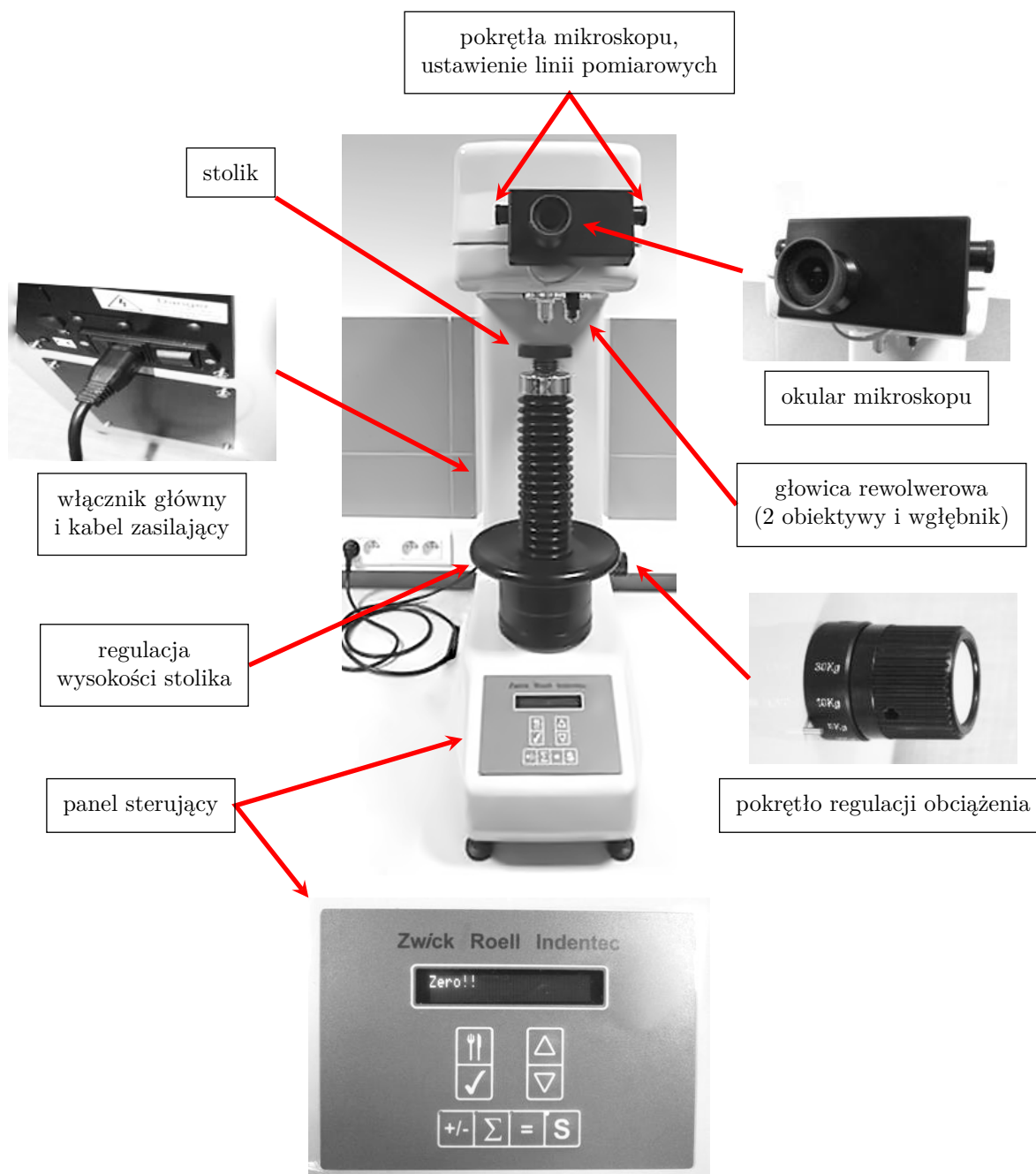
Materiały do badań przydziela dla danego zespołu prowadzący zajęcia.

3.3. 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 9. 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 pokręta mikroskopu zbliżyć linie pomiarowe do siebie (aż do zetknięcia się ich krawędzi),

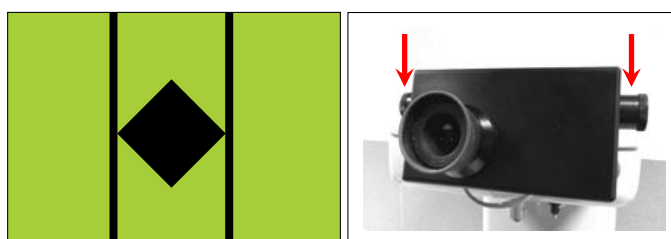


- po prawidłowym ustawieniu linii pomiarowych na panelu sterującym nacisnąć przycisk (zatwierdzenie prawidłowego ustawienia linii pomiarowych) – pojawi się wartość $0,0\ \mu\text{m}$,
- jeśli linie pomiarowe w trakcie zerowania zachodzą na siebie na zakładkę (nieprawidłowe ustawienie), pojawia się napis „-- 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 stolik 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 pokrętła (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.

4. 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).

5. Opracowanie wyników i dyskusja błędów**5.1. 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

Materiał	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:

$$HV = 1,8544 \cdot \frac{F}{d^2}, \quad (15)$$

gdzie:

1,8544 – stała wynikająca z geometrii odcisku,

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:

$$K_{Ic} = \frac{0,035 HV a^{1/2}}{\phi (HV/E\phi)^{2/5} (l/a)^{1/2}}, \quad (16)$$

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.

5.2. Szacowanie dokładności pomiaru

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

wyznaczyć przedział ufności:

— średnią z wyników ze wzoru:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i, \quad (17)$$

— wariancję (dla próby $n \leq 30$):

$$s_x^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2, \quad (18)$$

— odchylenie standardowe próby:

$$\sigma_x = \sqrt{s_x^2}, \quad (19)$$

— odchylenie standardowe wartości średniej:

$$\sigma_{\bar{x}} = \frac{1}{\sqrt{n}} \sigma_x, \quad (20)$$

— przedział ufności:

$$\mu = t \cdot \sigma_{\bar{x}}, \quad (21)$$

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:

$$HV = \bar{x} \pm \mu, \quad (22)$$

a dla K_{Ic} :

$$K_{Ic} = \bar{x} \pm \mu. \quad (23)$$

6. 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.

7. Przykładowe pytania i zadania do dyskusji

1. Jaka jest definicja i jednostka: twardości, kruchości, energii pęknięcia?
2. Co to jest krytyczny współczynnik intensywności naprężeń?
3. Jakie są trzy sposoby pęknięcia materiałów kruchych, który z nich i dlaczego wymaga nakładu najmniejszej ilości energii?
4. Jaka jest różnica pomiędzy energią powierzchniową a energią pęknięcia?
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 pęknięcia 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.

8. Literatura uzupełniająca

- [1] M. F. Ashby, D. R. H. Jones: *Materiały inżynierskie. Cz. 1: Właściwości i zastosowania*, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne PWN-WNT, Warszawa, 1995.
- [2] M. F. Ashby, D. R. H. Jones: *Materiały inżynierskie. Cz. 2: Kształtowanie struktury i właściwości, dobór materiałów*, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne PWN-WNT, Warszawa, 1995.
- [3] M. Blicharski: *Wstęp do inżynierii materiałowej*, WNT, Warszawa, 2013. ISBN: 978-83-636-2362-3.
- [4] J. Błaszczak, A. Blum, A. Siemieniec, A. Skorupa: *Wytrzymałość materiałów. Laboratorium badań tworzyw ceramicznych*, Skrypty Uczelniane: 1493. Wydawnictwa AGH, Kraków, 1996.
- [5] A. G. Guy: *Wprowadzenie do nauki o materiałach*, PWN, 1977.
- [6] K. Kozłowski: *Kompozyty wzmocnione włóknami. Podstawy technologii*, Wydawnictwa AGH, Kraków, 1986.
- [7] J. Lis, red.: *Laboratorium z nauki o materiałach*, Skrypty Uczelniane: 1662. Wydawnictwa AGH, Kraków, 2000.

- [8] B. R. Lawn, A. G. Evans, D. B. Marshall: *Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Median/Radial Crack System*, Journal of the American Ceramic Society, 1980, **63**(9-10), s. 574–581.
- [9] K. E. Oczó: *Kształtowanie ceramicznych materiałów technicznych*, Oficyna Wydawnicza Politechniki Rzeszowskiej, Rzeszów, 1996.
- [10] R. Pampuch: *Budowa i właściwości materiałów ceramicznych*, Wydawnictwa AGH, Kraków, 1995.
- [11] R. Pampuch: *Materiały Ceramiczne*, PWN, Warszawa, 1988. ISBN: 83-01-07268-7.
- [12] R. Pampuch: *Siedem wykładów o ceramice*, AGH Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne, Kraków, 2001. ISBN: 83-88408-77-1.
- [13] R. Pampuch: *Pomaga żyć. Ceramika wczoraj i dziś*, Wydawnictwo Naukowe Akapit, Kraków, 2008.
- [14] T. Pieczonka: *Dylatometryczna metoda wyznaczania liniowego współczynnika rozszerzalności termicznej ciał stałych*. Kraków, 2010. URL: <http://www.kmimp.agh.edu.pl/pliki/TEC-Dyl.pdf> (term. wiz. 30.09.2022).
- [15] D. A. Padmavathi: *Potential Energy Curves & Material Properties*, Materials Sciences and Applications, 2011, **02**(02), s. 97–104.
- [16] K. Niihara: *A fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmqvist crack in ceramics*, Journal of Materials Science Letters, 1983, **2**(5), s. 221–223.
- [17] PN-EN ISO 6506-1:2002. *Pomiar twardości sposobem Brinella*.
- [18] PN-EN ISO 6508-1:2002. *Pomiar twardości sposobem Rocwella*.
- [19] PN-EN ISO 6508-1:2002. *Pomiar twardości sposobem Vickersa*.

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