

Ćwiczenie 2

Wyznaczanie twardości i odporności na kruche pękanie materiałów

1.1. CEL ĆWICZENIA

Wyznaczenie i porównanie twardości Vickersa wybranych materiałów.

Wyznaczenie odporności na kruche pękanie (K_{Ic}) i energii pęknięcia metodą bezpośredniego pomiaru długości spękań wywołanych wciskaniem węgelnika Vickersa (dla materiałów ceramicznych). Znalezienie związków między twardością i budową materiałów oraz między wytrzymałością teoretyczną i rzeczywistą, energią pęknięcia i odpornością na kruche pękanie.

1.2. WPROWADZENIE

Twardość materiałów

Twardość można określić jako miarę odporności materiału na odkształcenia trwałe (plastyczne) powstające w wyniku wciskania węgelnika. 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 ściernicze i polerskie. Porównanie twardości tych materiałów ceramicznych i niektórych metali (tab. 1) wyraźnie wskazuje na przewagę tych pierwszych. Jest to związane z naturą wiązań chemicznych i jej wpływem na przemieszczenie dyslokacji w metalach i ceramice [1, 2]. 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 (tab. 1), oszacowanej według wzoru (1) z wartości twardości Vickersa HV [2].

$$R_e = HV/3 \quad (1)$$

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 (tab. 7.1).

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

Materiał	HV [GPa]	R _e [GPa]	E [GPa]	K _{IC} [MPa m ^{0,5}]	I _b [(μm) ^{-0,5}]	P* [N]
Diament ¹⁾	81	27	1000	5,3	15,2	0,02
SiC ³⁾	18-25	7,0	340-450	3,0	7,2	0,13
Al ₂ O ₃ ³⁾	14-18	5,0	360-90	3-5	4,0	1,00
ZrO ₂ ³⁾	10-12	3,0	160-220	5,0	2,2	7,50
Szkoło Na-Ca	5,8	1,9	70	0,6	9,7	0,01
WC-Co ²⁾	12-20	5,0	540-610	7-28	1,1	170
Stal ²⁾	1,6-5,0	0,3-2,0	190-210	50-210	0,014	0,1*10 ⁹
Cu ²⁾	0,1-0,8	0,06	124	100	0,008	3*10 ⁹
Al ²⁾	0,1-0,4	0,04	69	350	0,001	4*10 ¹²
Żywica poliestrowa ²⁾	0,2	0,05-0,08	3,0-4,5	0,5	0,4	120
Żywica epoksydowa ²⁾	0,1-0,2	0,03-0,10	3-5	0,6-1,0	0,2	810
PMMA	0,16	0,06-0,11	3,4	0,9-1,4	0,1	6830

¹⁾ Polikrystaliczna warstwa otrzymana metodą CVD.

²⁾ Zależnie od składu chemicznego i/lub obróbki cieplnej i mechanicznej.

³⁾ Zależnie od porowatości.

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 (w skrócie pUMA). 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 (tab. 1) [1].

Jak stwierdzono wyżej, oszacowane wartości granicy plastyczności materiałów ceramicznych są znacznie wyższe w porównaniu z tymi dla metali. Jednakże w przeciwieństwie do metali, w trakcie rozciągania próbek ceramicznych w temperaturze otoczenia ceramika pęka, zanim osiągnie granicę plastyczności. Dlatego oszacowane wartości R_e dla polikryształów ceramicznych (tab. 7.1) mają jedynie znaczenie porównawcze. Dzieje się tak z uwagi na jej niską odporność na kruche pękanie (K_{IC}) i wysoką kruchość, której miarą jest współczynnik kruchości I_b, czyli wartość stosunku twardości do odporności na kruche pękanie (tab. 1)

$$I_b = HV / K_{IC} \quad (2)$$

Z tych samych względów ceramika łatwo pęka podczas badania twardości, a więc w kontakcie z ostrym wgłębnikiem. Można określić progową siłę P^* nacisku wgłębnika, po przekroczeniu której następuje pękanie. Jest ona miarą łupliwości materiałów.

$$P^* = 1,6 \cdot 10^4 \cdot K_{IC} (K_{IC}/HV)^3 \quad (3)$$

Przykłady wartości P^* zebrano w tabeli 1 i, jak widać, są one wyraźnie wyższe dla metali (nie łupliwe) niż dla ceramiki. Wartości P^* są użyteczne w procesie projektowania materiałów ceramicznych. Jeśli podczas użytkowania wyrobu działające siły są niższe od P^* , wówczas nie spowodują one spękań, lecz odkształcenia, które można obniżyć przez podwyższenie twardości materiału. W sytuacji odwrotnej nastąpi propagacja spękań, której można zapobiec przez podwyższenie odporności na kruche pękanie, na przykład przez wprowadzenie do materiału cząstek hamujących spękania (kompozyty).

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. Pomiar twardości stosuje się często z uwagi na występowanie korelacji między twardością (Vickersa lub Brinella) a granicą plastyczności lub wytrzymałością na rozciąganie metali, szczególnie stali konstrukcyjnej. Można także znaleźć korelacje między twardością a składem fazowym lub modułem Younga materiałów. Ponadto badania te są stosunkowo proste, szybkie i uważane za nieniszczące w przypadku metali i polimerów. Pojęcie twardości nie jest jednoznacznie zdefiniowane, a w różnych próbach (metodach) mierzy się różne właściwości materiału. Metody te można pogrupować w zależności od tego, czego dotyczy mierzony opór materiału. Jeśli dotyczy on odkształcenia plastycznego pod działaniem obciążenia statycznego, wówczas mówimy o statycznej próbie twardości. Gdy mierzony opór dotyczy odkształcenia udarowego, czyli dynamicznego, wówczas mierzymy twardość dynamiczną, związaną przede wszystkim z właściwościami sprężystymi materiału. Wreszcie można mierzyć opór materiału związany z zarysowaniem albo ścieralnością i mamy wtedy do czynienia z próbami specjalnymi. Jedną z takich prób, stosowaną do badań twardości minerałów i skał oraz niektórych materiałów ceramicznych (np. płytki ceramiczne), jest porównawcza metoda Mohsa. Polega ona na ręcznym rysowaniu powierzchni materiału wzorcowymi minerałami o wzrastającej twardości według skali Mohsa (tab.2) i obserwacji momentu pojawiania się rys, co pozwala na przypisanie odpowiedniej wartości twardości dla badanej próbki.

Tabela 2. Skala twardości Mohsa

talk - 1	gips - 2	kalcyt - 3	fluoryt - 4	apatyt - 5
ortoklaz - 6	kwarc - 7	topaz - 8	korund - 9	diament - 10

W praktyce najczęściej stosuje się statyczne pomiary twardości. Polegają one na powolnym (przez 10÷15 s) wgniataniu wgłębnika o określonym kształcie w badany materiał. Potem działa stałe obciążenie przez czas około 15 s dla materiałów twardych (ceramika, stale specjalne o twardości powyżej 1,4 GPa) i do 60 s dla materiałów o niższej twardości (miękkie metale i polimery). W ten sposób uzyskuje się miejscowe odkształcenie materiału, złożone ze składowej sprężystej (traci znaczenie przy obciążeniach $P > 10N$) oraz plastycznej. Wynik pomiaru zależy od wartości odkształcenia plastycznego, a w szczególności od wielkości powierzchni uzyskanego wgłębienia lub jego głębokości.

W zależności od obciążenia P działającego na węgłbnik wyróżnia się pomiary twardości, gdy $P > 2 \text{ N}$ i gdy wyniki pomiarów twardości nie zależą od wartości obciążenia oraz pomiary mikrotwardości, ($P < 2 \text{ N}$), gdy obserwuje się zmienne wartości twardości ze zmianą obciążenia, a w szczególności wzrost twardości ze zmniejszaniem się obciążenia. Pomiary twardości, zwłaszcza, gdy $P > 100 \text{ N}$, spełniają prawo podobieństwa Kicka

$$P = k \cdot (2a)^2 \quad (4)$$

a przy pomiarach mikrotwardości słuszne jest bardziej ogólne prawo Mayera

$$P = k \cdot (2a)^n \quad (5)$$

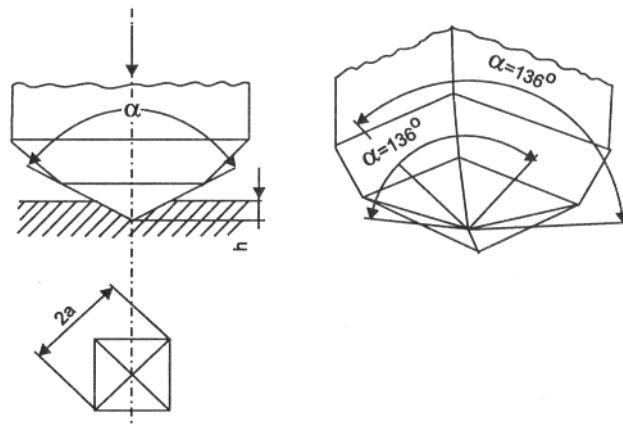
gdzie:

$2a$ – średnica lub przekątna wgłębienia,

k i n — współczynniki materiałowe, $n < 2$.

Niskie obciążenia w badaniach mikrotwardości powodują, że powstające wgłębienia mają niewielkie wymiary ($5 \div 15 \mu\text{m}$), często porównywalne z wielkością ziaren w materiale. Wtedy można porównać mikrotwardości poszczególnych składników lub ziaren, co jest często stosowane w metaloznawstwie. W przypadku badania twardości obciążenia są wyższe, a co za tym idzie, większe są wymiary wgłębienia. I tak przy obciążeniach $30 - 300 \text{ N}$, dla większości gęstych, twardych, konstrukcyjnych materiałów ceramicznych, otrzymuje się wgłębienia o średnicy $70 \div 250 \mu\text{m}$, to jest o $1 \div 2$ rzędów większe od średnicy ziaren. Można, więc sądzić, że w takiej sytuacji pomiar twardości jest wynikiem uśrednienia twardości różnie zorientowanych, różnych rodzajów ziaren w objętości wgłębienia wykonanego na powierzchni materiału jedno- czy wielofazowego.

Metody pomiaru twardości są zwykle znormalizowane, a różnice polegają przede wszystkim na kształcie węgłbnika i sposobie obliczania wyniku. Metoda Brinella polega na wciskaniu kulki stalowej (lub z węglików spiekanych w przypadku badania materiałów o twardości przekraczającej $3,5 \text{ GPa}$) o średnicy $l \div 10 \text{ mm}$, przy czym twardość określa się jako stosunek siły nacisku do powierzchni czaszy odcisniętej w materiale. W metodzie Vickersa stosuje się węgłbnik diamentowy w kształcie ostrosłupa o podstawie kwadratu i kącie nachylenia ścian wierzchołka 136° (rys.1), a twardość Vickersa HV wyraża stosunek siły obciążenia P do powierzchni bocznej odcisku.



Rys. 1. Próba twardości Vickersa

$$HV = \frac{2P \cdot \cos \frac{180^\circ - 136^\circ}{2}}{(2a)^2} \quad (6)$$

$$HV = \frac{P \cdot \cos 22^\circ}{(2a)^2} \quad (7)$$

$$HV = \frac{1,8544 \cdot P}{(2a)^2} \quad (8)$$

gdzie:

P — obciążenie [N],

$2a$ — przekątna wgłębnika [m],

HV — twardość Vickersa [N/m^2 , zwykle $10^9 N/m^2$, czyli GPa].

Stosuje się obciążenia do 1200 N, ale metody tej używa się także w pomiarach mikrotwardości, w zakresie obciążeń $0,01 \div 2$ N. Metoda Knoopa polega na wciskaniu w materiał diamentowego wgłębnika w kształcie ostrosłupa o podstawie rombu. Inaczej niż w metodzie Vickersa, twardość określa się jako stosunek obciążenia do rzutu odcisku. 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 wgłębnika, jak również mniejsze jest prawdopodobieństwo uszkodzenia wgłębnika, nawet podczas badania najtwardszych materiałów (diament, SiC, węgliki spiekane). Ten fakt szczególnie predestynuje metodę Knoopa do badań twardości materiałów ceramicznych. Podobne zastosowania ma metoda Chruszczowa-Bierkowicza i metoda Grodzińskiego. W pierwszej diamentowy wgłębnik ma kształt czworościanu o kącie pochylenia ścian 65° , a w drugiej — kształt podwójnego stożka. We wszystkich wyżej opisanych metodach przedmiotem pomiaru jest średnica lub przekątna wgłębnika potrzebna do obliczenia jego powierzchni lub rzutu. Sprowadza się to do ustalenia długości odcinków rzędu $0,01 \div 0,1$ mm przy zastosowaniu odpowiedniego układu optycznego wbudowanego w twardościomierz lub przy pomocy mikroskopu.

W obydwu przypadkach wynik pomiaru zależy od jakości obrazu związanej ze sposobem przygotowania powierzchni badanej próbki. Zwykle próbki są szlifowane (papiery ściernie) i polerowane (proszki polerskie, pasty diamentowe, sukno), co jest szczególnie ważne w badaniach materiałów ceramicznych, których powierzchnie charakteryzują się stosunkowo niskim współczynnikiem odbicia światła.

Kolejną metodą badania twardości jest sposób Rockwella, gdzie jako wgłębników używa się kulek stalowych o średnicy 1,588 lub 3,175 mm dla metali oraz $3 \div 12$ mm dla polimerów oraz stożka diamentowego o kącie wierzchołkowym 120° w zależności od twardości badanego materiału i stosowanej jednej z dwunastu skal twardości (w tym cztery dla polimerów).

Twardość Rockwella jest różnicą stałej głębokości odpowiadającej obciążeniu wstępnemu oraz trwałego przyrostu głębokości odcisku spowodowanego przez obciążenie główne (stosuje się tutaj obciążenie dwustopniowe). Różnicę głębokości odczytuje się jako twardość na czujniku przyrządu sprzężonym z wgłębnikiem. Metoda Rockwella stosowana jest do badań metali i tworzyw sztucznych. Te ostatnie bada się też przez wciskanie hartowanych prętów stalowych o średnicy $1,25 \div 1,60$ mm, z zaokrąglonymi (kątem 35°) lub zaokrąglonymi (promień 0,1 mm) końcówkami. Twardość określa się przez pomiar

głębokości zagłębienia pręta przy określonych warunkach nacisku. Odczytu dokonuje się bezpośrednio na skali przyrządu, którego czujnik jest sprzężony z wgłębnikiem, w jednostkach umownych Shore'a lub IRHD.

Do metod dynamicznych należy metoda 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 tak na próbce, jak i na płytce wzorcowej. Twardość określa się przez porównanie wielkości tych odcisków. Inną metodą dynamiczną jest metoda odbiciowa (skleroskop Shore'a). Twardość określa się jako wysokość odbicia bijaka, opuszczonego ze stałej wysokości, odczytywaną na skali przyrządu. Wskazania skleroskopu skaluje się na płytkach wzorcowych o znanej twardości.

Jak już wspomniano wyżej, w przypadku badania twardości kruchych materiałów ceramicznych nawet przy niewielkich obciążeniach (20 ÷ 100 N) powstawaniu wgłębienia towarzyszą spękania rozprzestrzeniające się wokół wgłębienia (rys. 3). Wtedy wyniki pomiaru twardości mogą być zbyt wysokie, gdyż część energii jest zużywana na utworzenie i rozprzestrzenianie się spękań, a nie na powiększanie wgłębienia i jego przekątnej, która jest przedmiotem pomiaru. W takiej sytuacji należy odpowiednio obniżyć obciążenie lub zmienić rodzaj testu, np. zamiast metody Vickersa zastosować metodę Knoop (stosunkowo niskie obciążenia), tak by spękania nie wystąpiły. Jeśli jest to niemożliwe, to wyniki pomiaru twardości należy traktować jako mniej dokładne.

Odporność materiałów ceramicznych na kruche pękanie

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

$$\sigma_{\max} = \left(\frac{E \cdot \gamma_0}{r_0} \right)^{0,5} \quad (9)$$

gdzie:

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 $E/100$. Przyczyna tej rozbieżności jest obecność w materiałach szczelin, porów czy mikrospękań koncentrujących przyłożone z zewnątrz naprężenia. Powoduje to, że materiały pękają przy naprężeniach znacznie niższych niż określone przez wytrzymałość teoretyczną. Warunki kruchego pękania materiałów, a więc rozprzestrzeniania się spękań pod wpływem zewnętrznych naprężeń skoncentrowanych na szczelinach, określa mechanika pękania. Jeśli rozpatruje się zachowanie pojedynczego pęknięcia w obciążonym mechanicznie jednorodnym ośrodku, to należy przeanalizować trzy proste mechanizmy pękania [2]. Pierwszy z nich, polegający na rozwieraniu pęknięcia, wymaga najmniejszego wydatku energetycznego, a więc ma największe znaczenie techniczne, gdyż pękanie 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 pękanie:

$$K_{Ic} = \sigma_c \cdot (\pi \cdot c_c)^{0,5} \quad (10)$$

gdzie c_c jest krytyczną długością szczeliny, przy której krytyczne naprężenie σ_c osiąga wartość wytrzymałości teoretycznej.

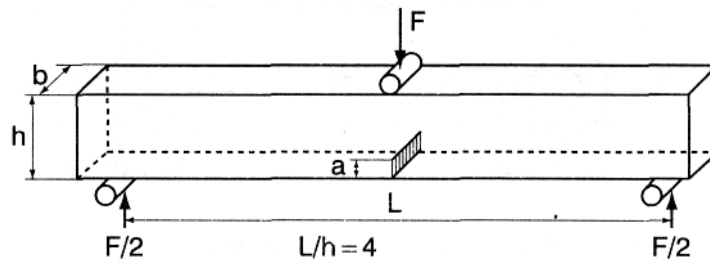
Oznacza to, że pęknięcie o długości krytycznej może rozprzestrzeniać się bez wzrostu obciążenia. Traktując stałą K_{Ic} jako miarę energii odkształcenia sprężystego, która jest pochłaniana w toku rozprzestrzeniania się pęknięcia, można określić jej związek z tą energią, zwaną też efektywną energią pęknięcia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

$$K_{Ic} = \left(\frac{E \cdot \gamma}{1 - \nu^2} \right)^{0,5} \quad (11)$$

co jest ważne dla rozpatrywanego tu płaskiego stanu odkształceń. Dla większości materiałów ceramicznych liczba Poissona ν waha się w zakresie $0,1 \div 0,3$, co podniesione do kwadratu daje wartość pomijalnie małą w porównaniu z jednością. Stąd po przekształceniu mamy wyrażenie na obliczenie energii pęknięcia

$$\gamma = \frac{K_{Ic}^2}{E} \quad (12)$$

Wartość K_{Ic} można wyznaczyć różnymi metodami będącymi przedmiotem normy w przypadku badań metali. Dla materiałów ceramicznych najczęściej stosuje się metodę Evansa polegającą na wyznaczeniu siły F powodującej złamanie belki z korbem podczas trójpunktowego zginania (rys.2).



Rys. 2. Geometria próbki do badania stałej K_{Ic} metodą zginania

Ta siła pozostaje w związku z wartością K_{Ic} i geometrią próbki.

$$K_{Ic} = \frac{Y \cdot 3 \cdot F \cdot L \cdot a^{0,5}}{2 \cdot b \cdot h^2} \quad (13)$$

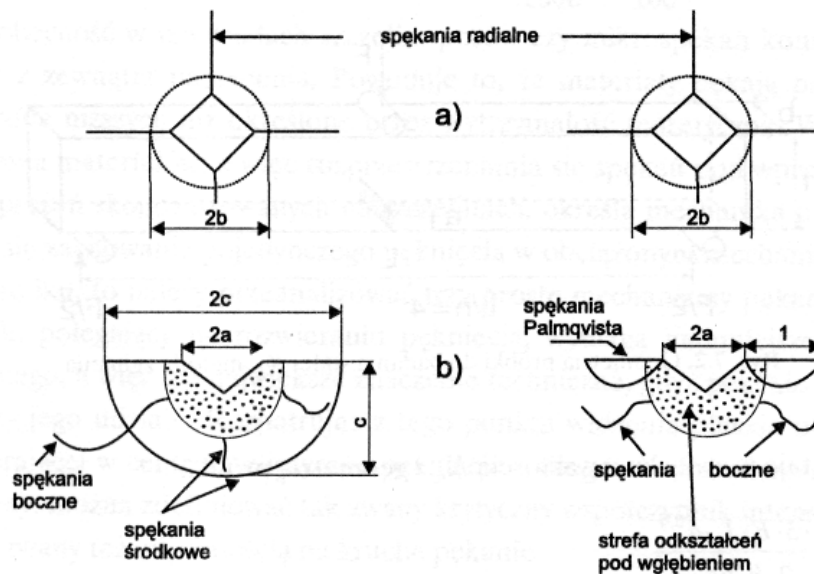
gdzie $Y = f\left(\frac{a}{h}\right)$ — czynnik korekcyjny związany ze skończonymi wymiarami próbki, inne oznaczenia jak na rysunku 2.

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 przekątnej wgłębienia. W przeciwieństwie do opisanej poprzednio, ta metoda jest stosunkowo prosta, szybka i nie

wymaga próbek o dużych i kontrolowanych wymiarach. Pomiaru przekątnej wgłębnienia i długości spękań dokonuje się pod mikroskopem, co wymaga przygotowania zglądu przed wykonaniem wgłębnienia, chyba że badana próbka posiada wystarczająco gładką powierzchnię (emalie, szkła).

Podstawy metody wyznaczania K_{Ic} materiałów ceramicznych

Podstawą metody jest obserwacja Palmqvista, że długość spękań wychodzących z naroży wgłębnienia Vickersa ma związek z odpornością badanego materiału na kruche pękanie (K_{Ic}), wyznaczoną metodą Evansa lub inną podobną do niej metodą. Na tej podstawie znaleziono kilkadziesiąt empirycznie określonych związków funkcyjnych, wiążących wartość K_{Ic} , długość spękań, przekątną wgłębnienia, twardość i moduł Younga badanego materiału. Forma tych równań zależy od rodzaju i geometrii spękań wokół wgłębnienia, przedstawionych na rysunku 3.



Rys. 3. Geometria i rodzaje spękań wokół wgłębnienia Vickersa: a) widok z góry; b) przekrój pionowy

Obraz spękań zależy od rodzaju materiału i wielkości siły nacisku wgłębnika. Dla materiałów z niską wartością K_{Ic} (np. krzem, węgiel krzemu, szkło — K_{Ic} $1 \div 3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$) z reguły obserwuje się radialne spękania wychodzące symetrycznie z naroży wgłębnienia (rys. 3a). Dokładniejsza analiza wskazuje (rys. 3b), że najczęściej są to spękania środkowe, choć dla stosunkowo niskich nacisków wgłębnika ($P < 10 \text{ N}$) uzyskać można spękania Palmqvista. Dla materiałów z wyższą wartością K_{Ic} (Si_3N_4 , B_4C , WC/Co , ZrO_2 — K_{Ic} $4 \div 15 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$) dla niższych nacisków obserwuje się spękania Palmqvista, a dla wyższych ($P > 50 \text{ N}$) — spękania środkowe. Ponadto obok wyżej wymienionych pojawiają się spękania boczne o długościach większych i mniejszych od spękań radialnych. Dla kruchej ceramiki z niską wartością K_{Ic} przy wyższych naciskach pojawiają się spękania rozgałęzione wychodzące z naroży lub boków wgłębnienia. Poniżej wgłębnienia rozciąga się strefa odkształceń plastycznych o promieniu b . 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 określanej stosunkiem twardości do modułu Younga H/E lub stosunkiem twardości do wartości K_{Ic} , H/K , tym samym ma ona związek z rozwojem spękań w zależności od wielkości obciążeń, co determinuje rodzaj obserwowanych spękań (Palmqvista, środkowe).

Istnieje kilka sposobów identyfikacji rodzaju powstających spękań, np. szlifowanie powierzchni zglądu i obserwacja przebiegu spękań czy badanie zależności długości spękań od

obciążenia, ale najczęściej stosuje się kryterium uwzględniające stosunek l/a .

Dla spękań Palmqvista powinien być spełniony warunek $0,25 < l/a < 2,5$, a dla spękań środkowych $l/a > 1,5$. Jak widać, warunki te częściowo się pokrywają, stąd dla materiałów stosunkowo kruchych (takich jak szkło lub SiC) dla pewności identyfikacji spękań Palmqvista przyjmuje się $0,25 < l/a < 1,5$, a dla spękań środkowych $l/a > 1,5$. Wtedy wartość K_{Ic} dla spękań Palmqvista oblicza się z wzoru Niihary

$$K_{Ic} = 0,018 \cdot H^{0,6} \cdot E^{0,4} \cdot a \cdot l^{-0,5} \quad (14)$$

a dla spękań środkowych najczęściej z wzoru Anstisa

$$K_{Ic} = 0,016 \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{0,5} \cdot \frac{P}{c^{1,5}} \quad (15)$$

gdzie $c = a + l$.

Jeśli $1,5 < l/a < 2,5$, to spękania mogą mieć charakter mieszany, dlatego w tym zakresie dla oceny wartości K_{Ic} można użyć obydwu wzorów i jako wynik przyjąć wyższą wartość K_{Ic} . Nie powoduje to zasadniczych błędów, ponieważ zwykle dla materiałów kruchych te wartości są i tak 10 - 15% niższe od uzyskiwanych metodą trójpunktowego zginania belki z karbem. Odrębnym zagadnieniem jest określenie wielkości promienia b strefy odkształceń plastycznych. Zależy on od wielkości wgłębienia, co dla danego obciążenia jest związane z kruchością materiału. Promień b można oszacować z wzoru:

$$b \approx a \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{0,5} \cdot \left(\frac{\text{ctg} 136^\circ}{\pi}\right)^{0,33} \quad (16)$$

lub

$$b \approx 0,69 \cdot a \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{0,5} \quad (17)$$

1.2 WYKONANIE ĆWICZENIA

I. WYKONANIE ODCISKU VICKERSA TWARDOŚCIOMIERZEM HPO 250

1. Sprawdzić, czy piramidka diamentowa Vickersa zamontowana jest do trzpienia penetratora oraz czy do oświetlacza wkreślony jest obiekt.
2. Położyć na stoliku kartkę papieru, a na niej umieścić badaną próbkę
3. Włączyć oświetlenie (włącznik znajduje się w dolnej części korpusu)
4. Próbkę zbliżyć za pomocą pokrętła na odległość ok. 2 cm do tulei, wewnątrz której znajduje się obiekt i penetrator.
5. Dla badanego materiału dobrać wartość siły obciążającej (49N lub 98N) i wcisnąć mocno przycisk nastawiający wartość obciążenia.
6. Dźwignie ręczną obrócić do oporu – nastąpi wtedy głośny obrót przegubu i pionowe ustawienie obiektu.
7. Pokrętłem podnieść stół z próbką tak aby widać było ostry obraz powierzchni próbki. Jeżeli próbka jest przezroczysta i nie widać jej powierzchni należy część próbki zamalować flamastrem.

8. Nacisnąć przycisk prądowy przez 5 sekund. Nastąpi głośna zmiana obiektywu na penetrator diamentowy Vickersa oraz rozpocznie się wciskanie piramidki diamentowej w powierzchnię próbki. Jednocześnie dźwignia będzie przemieszczać się w górne położenie.
9. Po zwolnieniu nacisku na przycisk i przemieszczeniu się dźwigni w górne położenie należy odczekać 10-60 sekund w zależności od badanego materiału. Dla ceramiki i szkła czas ten wynosi 10-20 sekund a dla metali miękkich i polimerów około 60 sekund. Po tym czasie dźwignię należy wcisnąć mocno w dół. Nastąpi cofnięcie penetratora i jego zamiana na obiektyw.
10. Na matówce układu pomiarowego widoczny będzie obraz wgłębienia Vickersa. Obraz należy wyostrzyć przez obrót pokręteł, podnosząc lub obniżając stół z próbką.
11. Przeprowadzić obserwację i pomiary wgłębienia.
12. Wykonać 5 wgłębień na powierzchni badanego materiału.
13. Powtórzyć badania na innych zadanych materiałach zgodnie z punktami 5-11.

II. POMIAR PRZEKĄTEJ WGŁĘBIENIA I DŁUGOŚCI SPEKAŃ

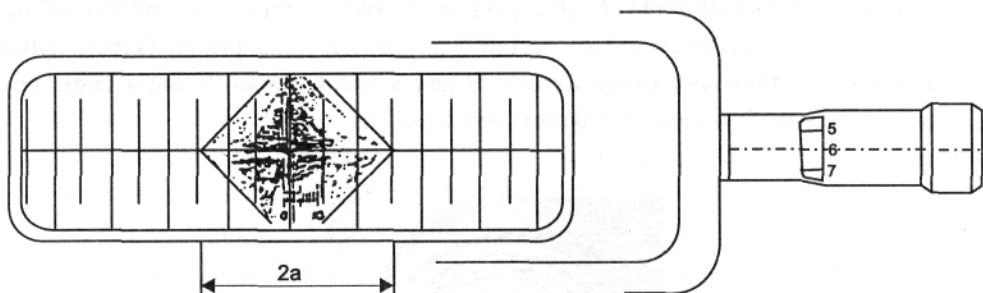
1. Pomiar przy pomocy układu pomiarowego twardościomierza

Pomiaru należy dokonać optycznym układem pomiarowym, który jest integralną częścią twardościomierza. W zależności od użytego powiększenia obiektywu można uzyskać przekątne wgłębienia o wielkości z zakresu od 0 do 3,2 mm z dokładnością 0,5-2 μ m (tab.3).

Tab.3 Możliwa maksymalna wielkość przekątnej wgłębienia jaką można zmierzyć dla określonego obiektywu.

Obiektyw	Powiększenie całkowite	Wielkość wgłębienia 2α [mm]	Dokładność pomiaru [μ m]
20	140	do 0,8	0,5
10	70	do 1,6	1
5	35	do 3,2	2

Układ pomiarowy obracamy w ten sposób, aby przekątna wgłębienia była równoległa do podziałki na matówce. Gałką przesuwamy skalę w lewo do zetknięcia się najbliższej podziałki z lewym końcem przekątnej. Za pomocą śruby mikrometrycznej przesuwamy prawą część skali w prawo do zetknięcia się najbliższej podziałki z prawym końcem mierzonej przekątnej. Odległość między dużymi działkami skali wynosi 0,1 mm. Druga skala wyznacza setne części mikrometra. Skala na śrubie mikrometrycznej wyznacza tysięczne części mikrometra (rys. 4)



Rys. 4. Pomiar przekątnej wgłębienia Vickersa przy pomocy optycznego układu pomiarowego

2. Pomiar wgłębień i spękań przy pomocy mikroskopu metalograficznego

- a) Zmontować mikroskop (włożyć okulary w nasadkę okularową)
- b) Ustawić badaną próbkę na stoliku
- c) Włączyć oświetlenie poprzez transformator (nie na maksimum!)
- d) Dla obiektywu F25 ustawić ostry obraz wgłębienia za pomocą śrub makro i mikro.
- e) Przeprowadzić obserwację wgłębienia przy różnych powiększeniach obiektywów.
- f) Korzystając z okularowej podziałki mikrometrycznej oraz dobierając optymalny obiektyw do danego wgłębienia wykonać pomiary przekątnych wgłębień, długości spękań i średnicy sfery odkształceń plastycznych.

III. OPIS WYKONANIA ĆWICZENIA

1. Wykonać pięć wgłębień na wskazanych przez prowadzącego materiałach (metal, polimer, ceramika). Przeprowadzić jakościowe obserwacje wgłębień przy różnych powiększeniach.
2. Wykonać pomiary i zanotować wartości przekątnych wgłębień (dwie wartości dla każdego wgłębienia) i długości spękań (cztery wartości dla każdego wgłębienia). Dla materiałów ceramicznych pomiary te należy wykonać przy pomocy mikroskopu. Wyznaczyć twardość HV badanych materiałów. Obliczyć współczynnik kruchości I_b i progową siłę P^* , dla metali wyliczyć R_e , a dla materiałów ceramicznych obliczyć wartości l/a i K_{IC}
3. Wyniki pomiarów zestawić w tabeli tj. wartości a , $2a$ (wartość średnia z dwu pomiarów dla każdego wgłębienia), h , c , l (wartość średnia czterech pomiarów dla każdego wgłębienia), l/a , HV , R_e i K_{IC} . Obliczyć wartości średnie i przedziały ufności mierzonych wielkości dla poziomu ufności $\alpha = 0,05$, zestawić je w tabeli. Podać wnioski dotyczące wyników pomiarów oraz uwagi o trudnościach pomiarowych i ewentualnych źródłach błędów pomiarowych.

Tabela 4. Wyniki pomiarów i obliczeń

Materiał	Wgłębienie	2a [μm]	a [μm]	h [μm]	l [μm]	l/a [μm]	c [μm]	HV [GPa]	R _e [GPa]	K _{IC} [MPa·m ^{0,5}]
	1									
	2									
	3									
	4									
	5									
Wartość średnia i przedział ufności										

WYMAGANA ZNAJOMOŚĆ NASTĘPUJĄCYCH ZAGADNIENÍ:

- wiązania w materiałach ceramicznych, metalicznych i polimerowych,
- odkształcenia plastyczne w materiałach ceramicznych i metalicznych,
- budowa polimerów i ich odkształcenia pod wpływem naprężeń,
- wytrzymałość teoretyczna (maksymalna),
- związek pomiędzy modułem Younga i wytrzymałością teoretyczną,
- energia powierzchniowa i energia pękania,
- koncentracja naprężeń na szczelinach i wytrzymałość rzeczywista,
- odporność na kruche pęknięcie, naprężenia krytyczne,
- związek pomiędzy wartością K_{Ic} i stałymi materiałowymi,
- twardość materiałów — metody pomiaru,
- wartość K_{Ic} — metody pomiaru.

Literatura

- [1] Polska Norma. *Szkło. Metody badań. Oznaczanie mikrotwardości szkła*. PN-70/B-13150
- [2] Polska Norma. *Szkło i tworzywa szklano-ceramiczne. Badania twardości metoda Knoopa*. IDT ISO 9385, 1990
- [3] Polska Norma. *Płytki i płyty ceramiczne — oznaczanie twardości powierzchni wg skali Mohsa*. PN-EN IOI, 1994
- [4] Polska Norma. *Pomiar twardości metali sposobem Vickersa od HV 0,2 do HV 100*. PN-91/H-04360
- [5] Polska Norma. *Metale. Pomiar twardości sposobem Knoopa*. IDT ISO 4545 (93)
- [6] Polska Norma. *Metale. Pomiar twardości sposobem Vickersa poniżej HV 0,2*. PN-ISO 6507.3, 1996
- [7] Polska Norma. *Pomiar twardości metali sposobem Brinella*. PN-91/H-04350
- [8] Polska Norma. *Metale. Pomiar twardości metali sposobem Rockwella. (skale 15 N, 30N, 45 N, 15 T, 30 T i 45 T)*. IDT ISO 1024 (89)
- [9] Polska Norma. *Tworzywa sztuczne. Oznaczanie twardości. Twardość Rockwella*. PN-93/C-89030/02
- [10] Polska Norma. *Guma. Oznaczanie twardości (twardość w zakresie od 10 do 100 /RHDJ)*. PN-93/C-04203
- [11] Polska Norma. *Metale. Metoda badania odporności na pęknięcie w płaskim stanie odkształcenia*. PN-87/H-04335
- [12] Anstis G.R. i wsp.: *A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, Direct crack measurements*. J. Am. Ceram. Soc., 64, 9, 1981, 533
- [13] Blicharski M.: *Wstęp do inżynierii materiałowej*. Warszawa, WNT 1988
- [14] Blaszcak J., Blum A., Siemieniec A., Skorupa A.: *Wytrzymałość materiałów. Laboratorium badań tworzyw ceramicznych*. Kraków, Wyd. AGH 1996
- [15] Butnicki S.: *Spawalność i kruchość stali*. Warszawa, WNT 1975
- [16] Dobrzański L. A.: *Metalożnawstwo z podstawami nauki o materiałach*. Warszawa, WNT 1996
- [17] Katarzyński S., Kocańda S., Zakrzewski M.: *Badanie własności mechanicznych metali*. Warszawa, WNT 1967
- [18] Munz D., Felt T.: *Ceramics: Mechanical Properties, Failure Behaviour, Materials Selection*. Berlin, Heidelberg, New York, Springer Verlag 1999
- [19] Niihara K. i wsp.: *Evaluation of K_{Ic} of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios*. J. Mater. Sci. Lett., 1, 1982, 13
- [20] Pampuch R.: *Materiały ceramiczne*. Warszawa, PWN 1988

- [21] Przybyłowicz K.: *Metaloznawstwo*. Warszawa, WNT 1996
 [22] Przybyłowicz K.: *Metody badania metali i stopów*. Kraków, Wyd. AGH 1997
 [23] Schwartz M.: *Handbook of Structural Ceramics*. New York, McGraw-Hill 1992
 [24] Szymański A., Szymański J. M.: *Badanie twardości minerałów, skał i produktów ich przeróbki*. Warszawa, Wydawnictwa Geologiczne 1976
 [25] Tomaszewski H.: *Odporna na pękanie ceramika korundowa*. Zeszyty Naukowe AGH, Ceramika 59, Kraków 1990

Instrukcję opracowano na podstawie skryptu "Laboratorium z nauki o materiałach" pod red. Jerzego Lisa, AGH, Kraków 2000

Załącznik 1

Aparatura

Do pomiaru twardości materiałów HV i odporności na kruche pękanie K_{Ic} używamy twardościomierza HPO 250 oraz mikroskopu do światła odbitego METAM-P1.

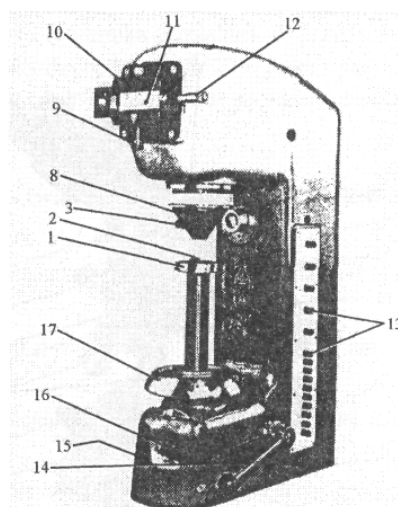
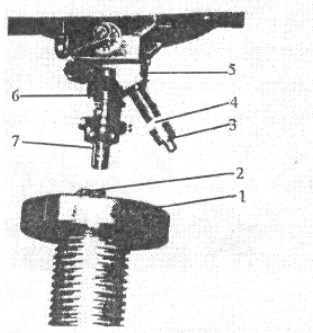
Twardościomierz HPO 250

Twardościomierz HPO 250 umożliwia wykonanie pomiarów twardości badanych materiałów metodą Vickersa i Brinella. Dla metody Vickersa zakres obciążeń penetratora (piramidki diamentowej) wynosi: 49, 98,1, 147, 196, 294, 392, 490, 586, 981 i 1177 N, czyli odpowiednio: 5,10,15, 20, 30, 40, 50, 80,100 i 120 kG.

Dla metody Brinella zakres obciążeń kulki stalowej wynosi: 153, 306, 613, 1839 i 2452 N, czyli 15,625, 31,25, 62,5, 187,5 i 250 kG. Dopuszczalna wielkość błędu przyłożonego obciążenia wynosi 1%.

Podstawowymi elementami konstrukcyjnymi twardościomierza HPO 250 są:

- korpus zawierający wewnątrz obciążniki, a na zewnątrz przyciski guzikowe (13) umożliwiające dobór odpowiedniego obciążenia,
- stolik przedmiotowy (1) podnoszony przy pomocy śruby z pokrętkiem (17) zamocowanej do podstawy twardościomierza,
- przegub obrotowy (5) z penetratorem diamentowym Vickersa (3) i obiektywem mikroskopowym (7) uruchamiany przy pomocy ręcznej dźwigni (14) (obserwacja próbki przez obiektyw (7) lub włączenie penetratora przyciskiem (16) i wciskanie piramidki diamentowej w próbkę),
- optyczny układ pomiarowy wielkości odcisków (10).



Twardościomierz HPO 250: 1 - stolik, 2 - badana próbka, 3 - penetrator diamentowy Vickersa, 4 - tłocznik do prób ściskania, 5 - przegub obrotowy, 6 - oświetlacz pionowy, 7 - obiektyw, 8 - tuleja zaciskowa, 9 - gałka obrotowa, 10 - urządzenie pomiarowe, 11 - matówka, 12 - śruba mikrometryczna, 13 - przyciski guzikowe, 14 - dźwignia ręczna, 15 - wyłącznik prądu, 16 - przycisk guzikowy, 17 - pokrętko

Mikroskop metalograficzny METAM-P1

Mikroskop metalograficzny METAM-P1 pozwala na obserwację zglądów lub gładkich powierzchni (szkło, emalie) w polu jasnym oraz w świetle spolaryzowanym, przy powiększeniach od 80x do 317x. Używając okularu pomiarowego można również dokonać pomiaru wielkości elementów mikrostruktury oraz długości przekątnych wgłębenia, długości spękań itp. Podstawowymi elementami konstrukcyjnymi mikroskopu są: - statyw (13) łączący głowicę mikroskopu (9) z podstawą mikroskopu (17), na której znajduje się stolik przedmiotowy (3) przesuwany śrubami (1 i 2), głowica mikroskopu (9), do której od góry przymocowuje się dwuoczną nasadkę okularową (10) z okularami (11); w dolnej części głowicy znajduje się układ rewolwerowy (6) z obiektywami (5), układ oświetlający (16) z gniazdem dla filtra (12) i przesłoną polową (7) przymocowany z boku do głowicy mikroskopowej (9), śruby makro (15) i mikro (14) (z boku głowicy mikroskopowej) do ustawienia ostrości preparatu.

