

**Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki AGH**

**Ceramika Konstrukcyjna i Techniczna**

**Kierunek: Ceramika**

**2015/16**

## **Ćwiczenie 2**

**Część 1. Przygotowanie spieków do badań**

**Część 2. Badanie wytrzymałości na zginanie;  
wyznaczanie modułu Weibulla**

### **Literatura:**

1. Instrukcja do ćwiczenia
2. Roman Pampuch, Budowa i właściwości materiałów ceramicznych, AGH 1995.
3. Roman Pampuch, Współczesne Materiały Ceramiczne, AGH 2005.
4. Roman Pampuch, Materiały Ceramiczne, PWN 1988.
5. Norma PN-EN ISO 6872.

## Cel ćwiczenia

Ćwiczenie jest dwustopniowe, wykonywane podczas dwu kolejnych ćwiczeń laboratoryjnych. W części pierwszej przygotowuje się materiał (spieki  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), a w drugiej bada jego wytrzymałość na zginanie i wyznacza moduł Weibulla. Głównym celem ćwiczenia jest poznanie metodyki badań wytrzymałości materiałów ceramicznych oraz zaznajomienie się z aspektami statystycznymi wytrzymałości mechanicznej tworzyw. Ponadto zaznajamia się praktycznie ze sposobem otrzymywania spieków ceramicznych.

## Wstęp teoretyczny

**Wytrzymałością mechaniczną** nazywa się zdolność tworzyw do wytrzymywania obciążeń bez zerwania. Wyraża się ją za pomocą naprężenia, które powoduje to, że materiał traci spistość i ulega rozerwaniu na dwie lub więcej części.

**Wytrzymałość teoretyczna** jest wytrzymałością wiązań chemicznych występujących w materiale, tak więc zależy ona jedynie od struktury danego tworzywa (rodzaju atomów i ich ułożenia). Wiązania ulegają zerwaniu przy naprężeniu ( $\sigma_t$ ) opisanym poniższym wzorem:

$$\sigma_t = \sqrt{\frac{2E\gamma}{r_0}} \quad (1)$$

gdzie:

$E$  – moduł Younga materiału,

$\gamma$  – energia powierzchniowa,

$r_0$  – równowagowa odległość pomiędzy atomami.

**Wytrzymałość rzeczywista** materiału jest funkcją jego mikrostruktury – w przypadku polikrystalicznych tworzyw ceramicznych znaczenie ma rozmiar ziaren (a konkretnie powiązany z rozmiarem ziaren rozmiar defektów w polikryształach), stopień zagęszczenia (pory nie przenoszą naprężeń) i kształt porów. Im mniejsze ziarna, tym mniejsze defekty mikrostruktury, co przekłada się na zwiększenie wytrzymałości. **Pory**, a zwłaszcza te nieizometryczne (wydłużone) rozciągane w kierunku prostopadłych do długiej osi defektu, **pełnią funkcję koncentratorów naprężeń**, które na czubku poru mogą być nawet 100 razy większe niż naprężenia w litym materiale. Z tego powodu wytrzymałość rzeczywista polikryształów ceramicznych jest ok. 10-100 razy mniejsza niż wytrzymałość teoretyczna. Koncentrację naprężeń można opisać ilościowo poprzez zależność pomiędzy naprężeniem lokalnym ( $\sigma_l$ ) w obrębie poru a obciążeniem przyłożonym globalnie materiałowi jako całości ( $\sigma$ ). W opisie tym występuje ponadto geometria defektu: długość poru ( $a$ ) w kierunku prostopadłym do działającego obciążenia oraz promień krzywizny końca leżącego w tymże kierunku ( $\rho$ ).

$$\sigma_l = \sigma[1 + 2\sqrt{a/\rho}] \cong 2\sigma\sqrt{a/\rho} \quad (2)$$

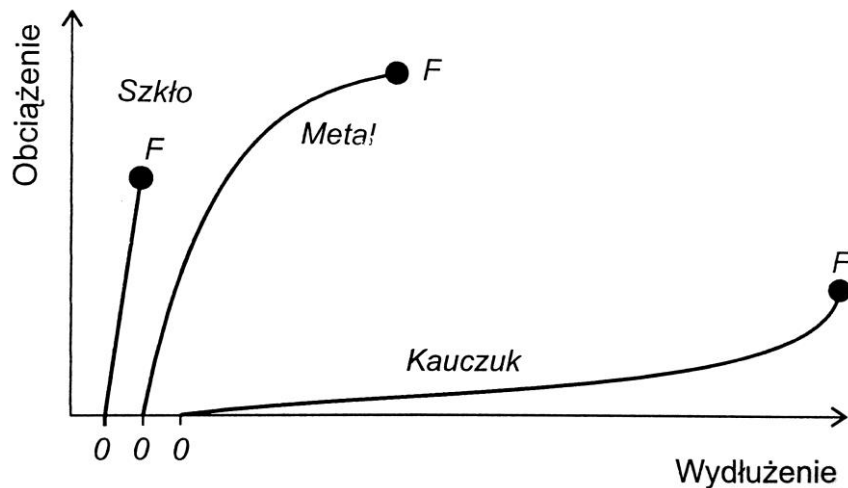
Jeśli skumulowane naprężenie przekroczy wytrzymałość wiązań to nastąpi zniszczenie, czyli dekohezja. Rzeczywista wytrzymałość materiałów ( $\sigma_r$ ) zależy zatem od parametrów geometrycznych wad co opisują następujące równania:

$$\sigma_r = \sqrt{\frac{2E\gamma}{\pi a}} \quad (3)$$

$$\sigma_r = \sqrt{\frac{E\gamma\rho}{4ar_0}} \quad (4)$$

**Badania wytrzymałości materiałów** przeprowadza się w oparciu o trzy główne schematy postępowania. Można testować materiał w próbie rozciągania, ściskania lub zginania. Badania przeprowadza się za pomocą odpowiednich maszyn wytrzymałościowych. Należy zaznaczyć, że wytrzymałości danego materiału mierzone w tych trzech testach różnią się od siebie. W przypadku ceramiki najwyższe wytrzymałości notuje się w próbie ściskania, a najniższe w teście rozciągania. Wysoka wytrzymałość ceramiki na ściskanie wynika zasadniczo z występowania w tej grupie materiałów sztywnych wiązań kowalencyjnych lub jonowych.

Współczesne maszyny wytrzymałościowe mają zwykle możliwość rejestracji krzywych naprężenie – odkształcenie względne. Poniżej przedstawiono krzywe rozciągania materiałów należących do różnych klas właściwości mechanicznych.



Rys.1. Krzywe naprężenie – odkształcenie przy rozciąganiu materiałów kruchych (szkło i inna ceramika), metalicznych oraz polimerów (elastomer). W punkcie (F) następuje zniszczenie materiału

**Rejestracja krzywych rozciągania** pozwala na analizę odkształcenia sprężystego – liniowa część wykresu, co pozwala wyznaczyć statyczny moduł Younga, jako pochodną zależności w tymże zakresie. Następnie może dojść do odkształcenia trwałego (plastycznego) – odejście od

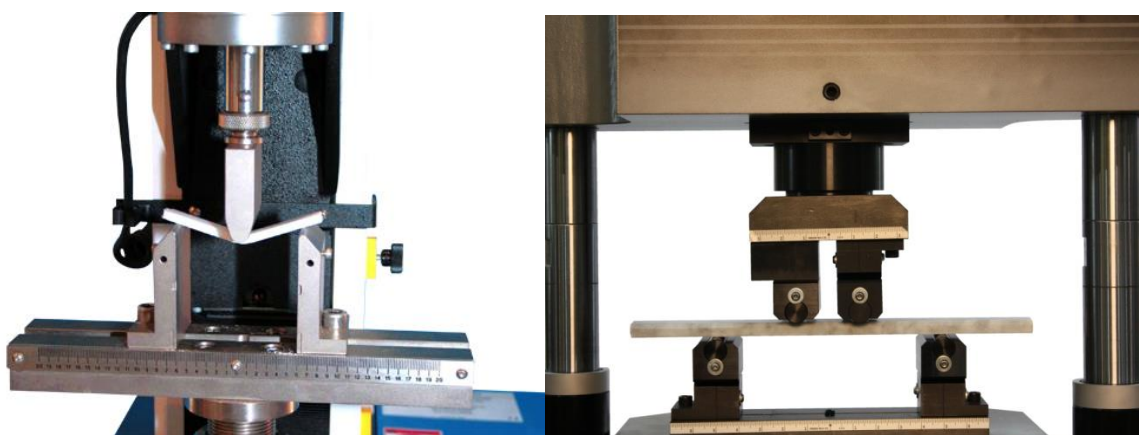
liniowości w kierunku zmniejszenia dynamiki zmian (metal). Minimalne naprężenie powodujące wejście w opisany zakres nazywa się granicą plastyczności. Nieliniowość rejestrowana dla polimeru o dużej elastyczności (elastomer) ma jednak inne źródła. Nie chodzi tu o odkształcenie plastyczne, a o zmiany strukturalne materiału powodujące zwiększenie jego uporządkowania w skali atomów i niejako zwiększanie sztywności, objawiające się wzrostem dynamiki przebiegu.

**Próba zginania** jest szeroko stosowana do badań materiałów ceramicznych. W odróżnieniu od techniki rozciągania nie trzeba do niej specjalnie formować próbek, aby uzyskać odpowiednie, tj. nie kumulujące naprężeń, uchwyty mocujące. Badania wytrzymałości na zginanie można przeprowadzić na wiele sposobów różniących się geometrią próbki oraz sposobem przyłożenia obciążenia. Najbardziej popularne warianty pomiaru to:

- **zginanie trójpunktowe**, z dwoma punktami podparcia i jedną płetwą przekazującą obciążenie;
- **zginanie czteropunktowe** z dwoma płetwami przekazującymi obciążenie i dwoma punktami podparcia.

W obu przypadkach badane próbki mają najczęściej postać belek o przekroju prostokątnym, których wymiary geometryczne powinny zachowywać pewne ustalone proporcje. Przygotowywanie takich próbek jest zwykle dość pracochłonne.

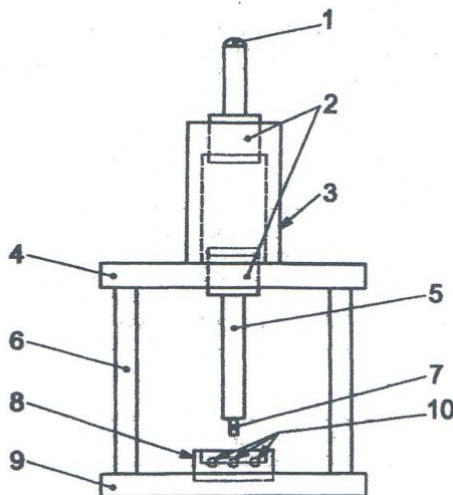
Zastosowanie zginania czteropunktowego zapewnia równiejszy rozkład obciążenia na długości belki. Uchwyty do wykonywania zginania trój- i czteropunktowego przedstawia Rys. 2. Jak już wspomniano, badania realizuje się zwykle w uniwersalnych maszynach wytrzymałościowych zapewniających ściśle kontrolowany sposób przyłożenia obciążenia jak również dokładną rejestrację siły. Przykładowe wartości wytrzymałości na zginanie wybranych materiałów ceramicznych prezentuje Tabela 1.



Rys. 2 Po lewej: uchwyt do zginania trójpunktowego, po prawej: uchwyt do zginania czteropunktowego

**Wytrzymałość na zginanie materiałów ceramicznych można również oznaczać przy pomocy metody zginania dwuosiowego**, opisanej w normie PN-EN ISO 6872 dotyczącej

badania materiałów stosowanych w dentystyce (m.in. są nimi materiały ceramiczne). W metodzie tej pomiar przeprowadza się na próbkach w kształcie dysku podpartych w trzech punktach, rozstawionych po okręgu co  $120^\circ$ . Obciążenie przykładane jest w centrum próbki przy pomocy tępą zakończzonego bolca o ustalonej średnicy. Schemat przystawki do pomiaru metodą zginania dwuosiowego przedstawiono na Rys. 3.



Rys. 3. Przystawka do badania wytrzymałości na zginanie metodą zginania dwuosiowego:

- 1 – stalowy trzpień
- 2 – tuleje precyzyjne
- 3 – holder tulei górnej
- 4 – płyta górna
- 5 – utwardzony pręt stalowy
- 6 – separator
- 7 – utwardzony trzpień (średnica = 1,4 mm)
- 8 – uchwyt próbki
- 9 – płyta górna
- 10 – trzy kule stalowe rozstawione co 120 stopni (średnica okręgu = 10 mm)

Poprawne wyniki uzyskuje się jedynie, gdy wymiary geometryczne próbek mieszczą się w określonych granicach. Średnica próbki powinna wynosić 12 - 16 mm, a jej grubość  $1,2 \pm 0,2$  mm. Przystawkę do pomiaru wytrzymałości metodą zginania dwuosiowego umieszcza się w maszynie wytrzymałościowej, którą w przypadku laboratorium KCiMO jest Zwick/Roell 2.5.

Tabela 1. Wytrzymałość na zginanie ceramiki [2] – pomiar w temperaturze pokojowej

<b>Materiał</b>	<b>Wytrzymałość na zginanie, MPa</b>
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (polikryształ 99,99 % gęstości teoretycznej)	425
Y-TZP (izostatycznie prasowany na gorąco - HIP)	1350
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (HIP)	1000-1180
SiAlON	800-945
SiC (HIP)	445-600
TiB <sub>2</sub> (97,2 % gęstości teoretycznej)	345

## Moduł Weibulla

Defekty o wielkości krytycznej, czyli takie które zapoczątkowują pękanie przy danym obciążeniu, nie są równomiernie rozmieszczone w całej objętości materiału. Na skutek losowego rozmieszczenia w materiale defektów (pęknięcia, rysy itp.) a także probabilistycznego rozkładu ich długości wytrzymałość mechaniczna różnych próbek danego materiału ceramicznego może się zmieniać w szerokim zakresie. Wartości wytrzymałości rozkładają się w pewnym przedziale powyżej i poniżej najczęściej występującej wartości. W związku z tym przy ocenie wytrzymałości materiałów ceramicznych istotnego znaczenia nabiera **statystyczna analiza dekohezji**. Najbardziej znana i najczęściej stosowana jest analiza wykorzystująca **teorię Weibulla**.

Teoria Weibulla opiera się na następujących założeniach:

- materiał jest izotropowy, a rozkład wielkości defektów w materiale jest przypadkowy,
- kruche zniszczenie występuje wskutek rozprzestrzeniania się defektu o wielkości krytycznej,
- prawdopodobieństwo znalezienia w danej, jednostkowej objętości defektu o wielkości krytycznej jest dla całego materiału identyczne,
- liczba defektów w materiale jest duża.

Głównym celem teorii Weibulla jest opis prawdopodobieństwa kruchej dekohezji próbki o jednostkowej objętości ( $V$ ) poddanej jednorodnemu naprężeniu rozciągającemu ( $\sigma_i$ ). To prawdopodobieństwo ( $p_f$ ) opisuje następujące układ równań:

$$p_f = 1 - \exp\left[-V\left(\frac{\sigma_i - \sigma_u}{\sigma_0}\right)^m\right]; \quad \sigma_i > \sigma_u \quad (5)$$

$$p_f = 0; \quad \sigma_i < \sigma_u$$

gdzie:

$\sigma_0$  – wielkość charakterystyczna naprężenia (inaczej zwana parametrem skali),

$\sigma_u$  – wielkość progowa, poniżej której nie można zniszczyć próbek,

**m** – moduł Weibulla.

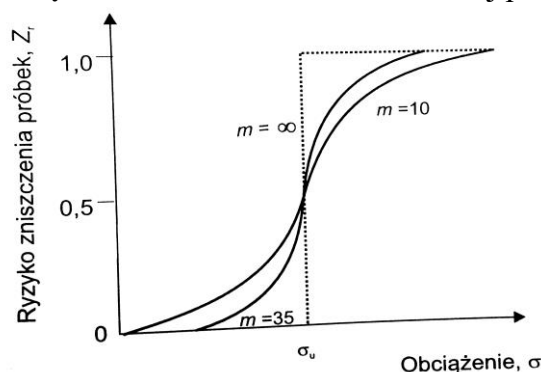
### Znaczenie fizyczne modułu Weibulla

Im większa wartość modułu Weibulla ( $m$ ) tym węższy jest przedział opisujący rozrzut długości wad obecnych w konkretnym tworzywie ceramicznym. Innymi słowy, ze wzrostem modułu Weibulla maleje rozrzut obciążeń przy których prawdopodobna jest dekohezja. Dla wartości ( $m$ ) dążących do nieskończoności (w praktyce dużo większych niż 100) wytrzymałość mechaniczna przestaje być wielkością statystyczną i staje się wielkością stałą, tj. niezależną od aktualnie testowanej próbki (Rys. 4). Biorąc powyższe pod uwagę można w pewnym aspekcie utożsamiać moduł Weibulla z miarą niezawodności materiałów.

Tabela 2. Moduł Weibulla ceramiki i stali [2]

Material	Moduł Weibulla
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$	7
Y-TZP ( $\text{ZrO}_2$ )	20
$\text{B}_4\text{C}$	10
$\text{Si}_3\text{N}_4$	15-25
SiC	10-18
stal	~100

Warto porównać wartości modułu Weibulla różnych tworzyw (Tabela 2). Z porównania tego wynika, że **materiały ceramiczne charakteryzuje znacznie większy niż dla metali rozrzut wytrzymałości**. Ceramika jest materiałem dość „niepewnym” mechanicznie. Innymi słowy do pełnego opisu wytrzymałości mechanicznej ceramiki należy zawsze włączać moduł Weibulla. Podanie tylko i wyłącznie wytrzymałości średniej, najczęstszej (modalnej) lub mediany wytrzymałości, które mogą być dla ceramiki bardzo wysokie – znacznie większe niż dla konkurencyjnych metali, nie jest pełnym opisem. Jest tak dlatego, że w populacji konkretnych wyrobów mogą pojawić się te, które mają zarówno większą wytrzymałość niż któraś ze wspomnianych wyżej wartości charakterystycznych ale też i te, których wytrzymałość wynosi tylko ułamek charakterystycznej wartości. Istnieje kilka przyczyn opisanego zachowania ceramik. W przypadku metali dekohezja jest niejako skutkiem działania wszystkich defektów istniejących w danej próbce. Wynika to z możliwości rozpraszania energii związanej z odkształceniem przez zjawisko plastyczności, aktywne dla wielu metali już w temperaturze pokojowej. Innymi słowy, mniejsze jest w tym przypadku znaczenie dla wytrzymałości konkretnej wady, tj. tej najbardziej koncentrującej naprężenia (defektu krytycznego), gdyż pęknięcie może być zahamowane przez deformację plastyczną. Przeciwnie jest w przypadku kruchych tworzyw ceramicznych. Mało tego, że nieciągłości mikrostruktury (o ich pochodzeniu można przeczytać np. w pozycji literaturowej nr 2 – str. 132) o długości krytycznej mają decydujący wpływ na kruche pęknięcie, to w ogóle defekty mikrostruktury są przypadkowo rozprowadzone w różnych częściach objętości materiału. Konkretna „konfiguracja” rozprowadzenia wad i ich parametrów geometrycznych zależy też od kształtu wyrobu i sposobu jego wytwarzania. Zatem wytrzymałość danej próbki charakteryzuje tylko tę próbkę, nie zaś średnie właściwości całej partii próbek czy wyrobów.



Rys. 4. Ryzyko zniszczenia w funkcji obciążenia – dla materiałów o różnym module Weibulla

## WYKONANIE ĆWICZENIA

### **Część pierwsza – przygotowanie próbek do badań wytrzymałościowych**

Wymiary próbki określa norma PN-EN ISO 6872. Średnica próbki musi wynosić od 12 do 16 mm, a wysokość  $1,2 \pm 0,2$  mm. Przygotowanie próbek do badań polega na wyprasowaniu z granulatu tlenku glinu  $Al_2O_3$  (Nabaltec) pastylek i późniejszym ich spieczeniu. Należy naważyć 0,95 g proszku i sprasować go pod ciśnieniem 385 MPa, co uzyskuje się przez nacisk 10 ton na stempel formy o średnicy 18 mm. **Po wyprasowaniu każdej pastylki należy dokładnie wyczyścić matrycę!** Należy wyprasować 12-13 pastylek na pojedynczy zespół, w sumie cała grupa przygotowuje 50 wyprasek.

### **Część druga – badanie właściwości mechanicznych**

W tej części przeprowadza się badanie wytrzymałość na zginanie metodą dwuosiowego zginania. Za pomocą suwmiarki elektronicznej zmierzyć średnicę i wysokość próbki. Dane zanotować oraz wprowadzić do programu pomiarowego maszyny wytrzymałościowej. Pastylkę umieścić centralnie w przystawce do pomiaru wytrzymałości metodą dwuosiowego zginania (Rys.3), uruchomić pomiar. **UWAGA!** Pierwszy pomiar wykonuje prowadzący zajęcia. Zanotować siłę, przy której nastąpiło zniszczenie próbki.

### **OPRACOWANIE WYNIKÓW:**

#### **1. Obliczenie wytrzymałości badanych spieków**

Wytrzymałość pojedynczej próbki należy obliczyć korzystając z poniższego wzoru:

$$\sigma = \frac{-0,2387F(X - Y)}{b^2} \quad [\text{MPa}] \quad (6)$$

$F$  – siła [N]

$b$  – grubość pastylki [mm]

$$X = (1 + \nu) \ln\left(\frac{r_2}{r_3}\right)^2 + \frac{1 - \nu}{2} \left(\frac{r_2}{r_3}\right)^2 \quad [\text{b.w.}] \quad (7)$$

$$Y = (1 - \nu) \left[ 1 + \ln\left(\frac{r_1}{r_3}\right)^2 \right] + (1 - \nu) \left(\frac{r_1}{r_3}\right)^2$$

$r_1$  – promień okręgu wyznaczonego przez podpory próbki = 5 mm (Rys. 3),

$r_2$  – promień trzpienia = 0,7 mm,

$r_3$  – promień pastylki [mm],

$\nu$  – liczba Poissona (przyjąć  $\nu = 0,25$ ).



## 2. Wyznaczenie modułu Weibulla

Wytrzymałości badanych próbek (tj. ok. 50 pastylek) uszeregować rosnąco (od  $\sigma_{min}$  do  $\sigma_{max}$ ). Podzielić cały zakres wytrzymałości na osiem przedziałów o jednakowej szerokości. Szerokość przedziału wyznaczyć wg zależności  $\frac{\sigma_{max}-\sigma_{min}}{8}$ . Dla każdego z ośmiu przedziałów wytrzymałości wyznaczyć dolną i górną granicę oraz wartość środkową ( $\sigma_i$ ). Wartość środkową wyznaczyć jako średnią arytmetyczną dolnej i górnej granicy danego przedziału.

Policzyć liczebność poszczególnych przedziałów wytrzymałości. Liczebność ta jest ilością pastylek, których wytrzymałość zawiera się w granicach wytrzymałości określających dany przedział. Przyjąć przy tym zasadę domykania od dołu i góry przedziału pierwszego (tj. zawierającego najmniejsze w całej populacji próbek wartości wytrzymałości). W przypadku przedziałów od drugiego do ósmego stosować regułę domykania ich od góry.

Następnie obliczyć prawdopodobieństwo znalezienia próbki o wytrzymałości zawierającej się w granicach danego przedziału:

$$p_i(\sigma_i) = \frac{n_i}{n_{całkowita}} \quad (8)$$

$n_i$  – liczebność  $i$ -tego przedziału ( $1 \leq i \leq 8$ ),

$n_{całkowita}$  – całkowita liczba próbek.

Dla każdej wytrzymałości środkowej danego przedziału ( $\sigma_i$ ) obliczyć odpowiadającą jej wartość dystrybuanty prawdopodobieństwa dekohezji ( $p_f$ ) – czyli wartość prawdopodobieństwa zniszczenia przypadkowej próbki obciążonej naprężeniem  $\sigma_i$ :

$$p_f = \sum_1^i p_i(\sigma_i) \quad (9)$$

Wartości  $p_f$  zestawić w tabeli wraz z odpowiadającymi im wytrzymałościami  $\sigma_i$ .

Wyznaczyć  $\sigma_0$ , tj. wartość mediany wytrzymałości, a więc wytrzymałości dla której  $p_f = 0,5$ . Jeśli zachodzi taka potrzeba wykonać to przez interpolację liniową pomiędzy wartościami  $\sigma_i$  dla których zarejestrowano wartości dystrybuanty ( $p_f$ ) najbliższe 0,5.

Dla każdej z ośmiu wartości  $p_f$  wyliczyć znormalizowaną wytrzymałość:

$$x = \frac{\sigma_i - \sigma_u}{\sigma_0} \quad (10)$$

gdzie:

$\sigma_i$  – środkowa wartość wytrzymałości w danym przedziale,

$\sigma_u$  – przyjęte jako 0,

$\sigma_0$  – mediana wytrzymałości.

Następnie sporządzić wykres dystrybuanty ( $p_f$ ) w funkcji znormalizowanej wytrzymałości ( $x$ ). Wykres ten jest tzw. krzywą sumacyjną, której kształt powinien być zbliżony do przebiegu pokazanego na Rys. 4.

**W celu wyznaczenie modułu Weibulla** należy sporządzić wykres prawdopodobieństwa Weibulla. Aby otrzymać wykres należy odpowiednio przekształcić i podwójnie zlogarytmować równanie:

$$p_f = 1 - \exp\left[-V \left(\frac{\sigma_i - \sigma_u}{\sigma_0}\right)^m\right] \quad (11)$$

przy założeniu  $V = 1$  i  $\sigma_u = 0$  po pierwszym logarytmowaniu otrzymujemy zależność:

$$\ln\left(\frac{1}{1-p_f}\right) = \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_0}\right)^m \quad (12)$$

Po kolejnym logarytmowaniu otrzymujemy końcową zależność:

$$\ln\left\{\ln\left(\frac{1}{1-p_f}\right)\right\} = m \cdot \ln\left(\frac{\sigma_i}{\sigma_0}\right) \quad (13)$$

Do otrzymanego wykresu:  $\ln\left\{\ln\left(\frac{1}{1-p_f}\right)\right\}$  w funkcji  $\ln\left(\frac{\sigma_i}{\sigma_0}\right)$  dopasować linię trendu o wzorze ogólnym:

$$y = ax + b \quad (14).$$

Moduł Weibulla ( $m$ ) jest równy współczynnikowi kierunkowemu ( $a$ ) wyznaczonej prostej.

Uwaga – lewa strona równania (13) dla pewnego  $p_f$  jest nieokreślona, gdyż dąży do plus nieskończoności. Wtedy nie należy uwzględniać „kłopotliwego” punktu na wykresie skonstruowanym z równaniem (13).

### Sprawozdanie powinno zawierać:

- krótki opis wykonania ćwiczenia, użytych materiałów i urządzeń;
- wszystkie niezbędne obliczenia i wykresy;
- podsumowanie/wnioski.