

MĚŘENÍ LOMOVÉ HOUŽEVNATOSTI KERAMIKY S POUŽITÍM TVRDOMĚRU

FRANTIŠEK KROUPA, FRANTIŠEK HNILICA

Státní výzkumný ústav materiálu, Opletalova 25, 113 12 Praha

Došlo 28. 2. 1984

Jsou zhodnoceny tři způsoby měření lomové houževnatosti K_{IC} keramických materiálů, založené na využití trhlin vytvořených při tlaku indentoru Vickersova tvrdoměru. Je upozorněno na vliv velikosti a tvaru vzorku na délku trhlin a na úlohu vnitřních pnutí v okolí tlaku při šíření trhlin. Jsou uvedeny výsledky měření K_{IC} při pokojové teplotě několika druhů slinutého jemnozrnného korundu a piezokeramiky PZT, vyvinutých ve VÚEK, a výsledky srovnány s měřenimi K_{IC} v případě, kdy trhлина je simulována zářezem diamantovým kotoučem.

ÚVOD

K posouzení odolnosti proti křehkému lomu keramických materiálů se užívá lomové houževnatosti K_{IC} [1—4]. Je zavedena v lineární lomové mechanice jako kritická hodnota součinitele intenzity napětí K_I , který charakterizuje koncentraci napětí na čele trhliny v zatíženém tělese. K_I lze vypočítat metodami teorie pružnosti při známých rozměrech tělesa, trhliny a známém zatížení. Uvádí se zpravidla ve tvaru

$$K_I = \sigma / \bar{l} Y, \quad (1)$$

kde σ je tahové napětí, jaké by bylo v tělese bez trhliny (v místě čela trhliny), \bar{l} je délka trhliny a bezrozměrná veličina Y je tzv. kalibrační faktor, který závisí na tvaru a rozměrech tělesa i trhliny a je již pro řadu případů tabelován [1—4]. Pro trhliny podstatně menší, než jsou rozměry tělesa, je $1 < Y < 3$.

Lomová houževnatost K_{IC} se zpravidla měří na tělese s uměle vytvořenou trhlinou využitím známého vzorce typu (1), do nějž dosadíme hodnotu kritického napětí σ_C pro začátek šíření trhliny (kritické délky l_C),

$$K_{IC} = \sigma_C / \bar{l}_C Y. \quad (1')$$

Trhлина se obvykle imituje tenkým zářezem diamantovým kotoučem, někdy se z vrchu zářezu iniciuje ostrá trhлина podkritickým růstem, nejčastěji se užívá vzorků na tříbodový nebo čtyřbodový ohyb, popř. i na dvojitý krut [1—4]. Trhлина se přitom vytváří přes celou šířku vzorku, což je případ značně odlišný od lokalizované iniciace trhliny v keramických součástech. V posledních letech je proto věnována pozornost měření K_{IC} v případě, kdy se ostrá trhлина rozměrů rádu desetin milimetru iniciuje tlakem indentoru.

I v keramických materiálech, podobně jako v kovech, se vytvoří při tlakování indentoru tvrdoměru trvalý tlak způsobený tím, že v oblasti vysokých napětí pod indentorem dojde k trvalé deformaci (viz např. obr. 10). Tvrdost je definována pomocí síly F působící na indentor a rozměru tlaku jako jisté střední kontaktní napětí, např. při užití Vickersova tvrdoměru jako Vickersova tvrdost H_V ,

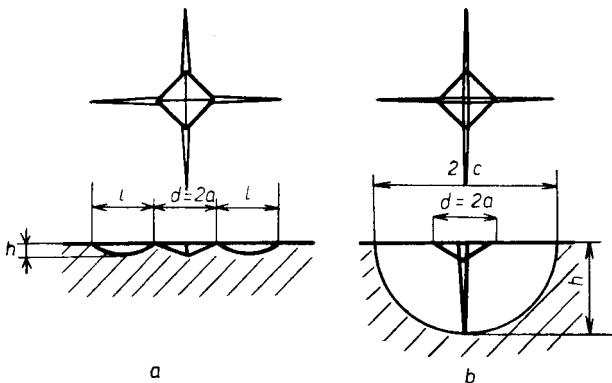
$$H_V = 1,8544 F/d^2, \quad (2)$$

kde d je uhlopříčka vtisku. Číselný údaj HV je podle norem udáván jako bezrozměrný, navazuje však na dříve užívané rozměry F v kp a d v mm, a tedy např. hodnota $HV = 2\,000$ (rádově Vickersova tvrdost slinutého korundu) odpovídá podle (2) napětí $HV = 2\,000 \text{ kp/mm}^2 = 19\,620 \text{ MPa} = 19,62 \text{ GPa}$. Je známo, že naměřená tvrdost křehkých materiálů poněkud klesá při zvětšování síly F .

Jestliže zatěžovací síla F dosáhne určité kritické hodnoty F_C , vytvoří se (na rozdíl od kovů) v okolí vtisku v keramice též trhliny a tohoto jevu se začíná užívat při určování K_{IC} [5–10]. Pro většinu keramických materiálů je síla F_C malá, zpravidla menší než 10 N, takže k vytváření trhlin lze užít i mikrotvrdoměru, nejčastěji se však užívá normálního (makro) tvrdoměru a síly F v rozsahu 10 N až 500 N.

Vzniklé trhliny jsou dvojího typu. Při zatěžování se tvoří trhliny v rovinách obsahujících osu indentoru, tj. v rovinách kolmých k povrchu (obr. 1), které můžeme nazvat trhliny radiální. Při odtěžování se vytváří, zvláště po výrazném překročení síly F_C , též trhliny rovnoběžné s povrchem, které mohou vést i k vylamování částí materiálu v okolí vtisku. Tyto trhliny poněkud ruší jak měření tvrdosti, tak i využití radiálních trhlin k měření K_{IC} . Interakce mezi trhlinami těchto dvou typů je však malá a v dalším výkladu se soustředíme na trhliny radiální. V praxi se užívá nejčastěji Vickersova tvrdoměru, někdy (zvláště v USA) tvrdoměru Knoopova, kde u vtisku tvaru protáhlého kosočtverce vzniká obvykle jediná radiální trhлина.

V dalším textu se omezíme na užití Vickersova tvrdoměru, kde radiální trhliny mohou být dvojího druhu (obr. 1a, b): buď Palmqvistovy trhliny vycházející ze čtyř rohů čtvercového vtisku a mající na povrchu délky l , nebo trhliny centrální,



Obr. 1. Radiální trhliny u vpichu Vickersovým tvrdoměrem: a) Palmqvistovy, b) centrální.

tj. dvě trhliny mající největší hloubku pod středem indentoru a procházející podél uhlopříček vtisku; jejich délku na povrchu označíme $2c$. Trhliny mají tvar půleipsy s hlavní osou v rovině povrchu, u centrálních trhlin se příliš nelisí od půlkruhu (např. v obr. 9).

Uvedeme nejprve tři varianty způsobu určení lomové houževnatosti s použitím radiálních trhlin a teoretické vztahy pro vyhodnocení K_{IC} . V experimentální části práce ověříme tyto metody při určování hodnot K_{IC} při pokojové teplotě dvou značně odlišných typů keramiky, slinutého korundu a piezokeramiky PZT, vy-

vinutých ve VÚEK a v praxi již u nás běžně užívaných. V diskusi pak zhodnotíme výhody a nevýhody jednotlivých variant měření a srovnáme jejich výsledky s určováním K_{IC} na vzorech s trhlinou imitovanou zárezem diamantovou pilou.

ZPŮSOBY URČENÍ K_{IC} S VYUŽITÍM TRHLIN VYTVOŘENÝCH INDENTOREM

Užívá se tří variant určení K_{IC} :

a) Metoda založená na měření délky trhliny na povrchu

Tato metoda je založena na poznatku, že trhлина se v poli napětí od zatíženého indentoru rozšíří do větší vzdálenosti, je-li materiál méně odolný proti šíření trhliny, tj. při menším K_{IC} . Ve skutečnosti se přitom neměří K_{IC} jako hodnota K_I pro začátek šíření trhliny, nýbrž hodnota K_I pro zastavení šířící se trhliny, která se v lomové mechanice označuje K_{Ia} (podle anglického názvu crack arrest). Pro keramiku však přibližně platí $K_{IC} = K_{Ia}$.

Změří se délka trhliny na povrchu, tj. l nebo $2c$, a K_{IC} se pak určí pomocí vzorců, podložených zčásti teoretickými úvahami a zčásti založených na empirii a kalibraci při srovnání s měřeními K_{IC} jinými metodami.

Pro Palmqvistovy trhliny se užívá podle [7] vztahu

$$[K_{IC} \varnothing / (H \sqrt{a})] [H / (\varnothing E)]^{2/5} = 0,035(l/a)^{-1/2}, \quad (3)$$

platného pro $0,25 < l/a < 1,5$, kde a je polovina délky uhlopříčky vtisku ($d = 2a$), H je Vickersova tvrdost HV (ve vzorci je uvažována jako veličina s rozměrem napětí stejným jako pro modul pružnosti E), \varnothing je bezrozměrná konstanta braná $\varnothing \approx 3$.

Pro centrální trhlinu se pak podle [7] užívá vztahu

$$[K_{IC} \varnothing / (H \sqrt{a})] [H / (\varnothing E)]^{2/5} = 0,129(c/a)^{-3/2}, \quad (4)$$

platného pro $c/a > 2,5$.

Vynesení vztahů (3), (4) mezi bezrozměrnými veličinami pro různé materiály v [7] ukázalo, že v slinutých karbidech se obvykle tvoří trhliny Palmqvistovy, v keramice při nižších zatíženích indentoru trhliny Palmqvistovy, při vyšších zatíženích trhliny centrální. Trhliny můžeme bezpečně pokládat za centrální, když $c/a > 2,5$.

Upozorněme, že v předcházejících pracích, např. [9], jsou udány vzorce poněkud odlišné od (3), (4); uvádíme tyto vztahy podle nejnovější kritické práce [7]. Uvedená metoda vyžaduje pouze měření na povrchu, a to délky trhliny l nebo $2c$ a uhlopříčky vtisku $d = 2a$ (při známé síle F se tvrdost H vystupující ve vzorcích vypočte podle (2)). K výpočtu K_{IC} z rovnic (3), (4) je třeba znát ještě modul pružnosti E , což je veličina málo strukturně citlivá. Vzhledem k nepřesnosti určení ostatních veličin a k exponentu $2/5$ vystačíme s odhadem E s přesností kolem 5 %, např. s údajem z tabulek.

K tomu, aby trhliny byly na povrchu dobře viditelné, je vhodné povrch před vytvořením vtisku mechanicky nebo chemicky vyleštít. Pozorování lze provádět světelnou mikroskopí (SM) nebo rastrovací elektronovou mikroskopí (REM).

b) Využití zárodečné trhliny při měření K_{IC} ohybovou zkouškou — vzorec lomové mechaniky

Při větších silách F na indentor vznikají v keramice dvě centrální trhliny na sebe kolmé a jedně z nich můžeme užít jako zárodečné trhliny při určování K_{IC} z ohy-

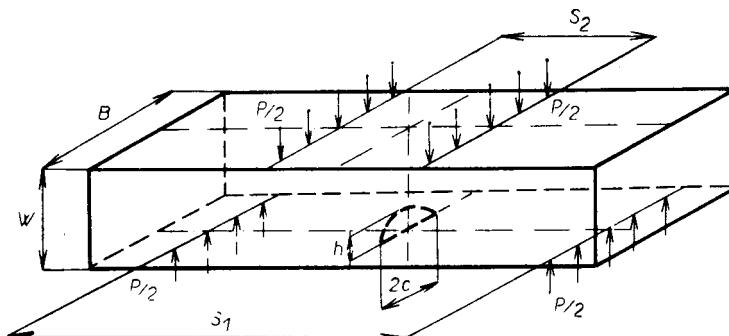
bové zkoušky (obr. 2). Volíme ji kolmo k tahovým napětím, takže druhá trhlina měření prakticky neovlivňuje. K_{IC} pak můžeme určit ze vztahu lomové mechaniky typu (1') pro $c \geq h$ (h je hloubka trhliny) [3],

$$K_{IC} = [1,12 - 0,48(h/c)] \sigma_0 \sqrt{(\pi h)}, \quad (5)$$

kde σ_0 je maximální ohybové napětí na tahové straně vzorku (vypočítané jako myšlené napětí v případě, kdy by vzorek neobsahoval trhlinu),

$$\sigma_0 = (3/2) P(S_1 - S_2)/(W^2 B). \quad (6)$$

P je maximální síla dosažená při lomu vzorku (tj. síla potřebná na rozšíření trhliny), W je výška a B šířka vzorku, S_1 a S_2 jsou vzdálenosti břitů při čtyřbodovém ohybu (obr. 2); při tříbodovém ohybu je $S_2 = 0$. Hloubku trhliny h je možno změřit po dolomu na lomové ploše vzhledem k poněkud odlišnému charakteru šíření trhliny



Obr. 2. Užití trhliny vzniklé při vtisku tvrdoměrem jako zárodečné trhliny při měření K_{IC} z ohybové zkoušky.

při vtisku a při dolomu. Toto měření je však pracné (je třeba užít REM, viz např. obr. 8, 9) a lze se mu vyhnout, neboť trhlina je přibližně půlkruhová, $c \approx h$, a vzorec (5) je možno zjednodušit na

$$K_{IC} \approx 1,1344 \sigma_0 \sqrt{c} \quad (5')$$

a měřit pouze délku trhliny na povrchu.

Vzorce (5) a (5') jsou jednoduché a dobře prověřené pro případ větších trhlin, jejich užití na případ malých trhlin v okolí vtisku je však spojeno se značnou nepřesností. Souvisí s tím, že při vtisku dochází k výrazné trvalé deformaci, a tím i ke vzniku vnitřních pnutí, která jsou v oblasti čela trhliny po odlehčení indentoru tahová [5, 9, 10]. Při ohybové zkoušce se pak přičítají k vnějšímu napětí. Podle vzorců (5), (5') proto vypočteme hodnotu K_{IC} menší než skutečnou: např. rovnice (5') by měla mít tvar $K_{IC} = 1,1344 \sigma_0 \sqrt{c} + K_{IV}$, kde K_{IV} je součinitel intenzity napětí od vnitřních pnutí. Tato korekce K_{IV} však není přesně známa a ze vzorců (5), (5') dostáváme spíše dolní odhad K_{IC} .

c) Využití zárodečné trhliny při měření K_{IC} ohybovou zkouškou — empirický vzorec

Místo důsledného postupu lomové mechaniky z předchozího odstavce lze při určení K_{IC} užít empirického vztahu založeného na poznatku, že síla F užitá při

vtisku indentoru na vytvoření trhliny a pevnost v ohybu σ_0 vzorku s trhlinou určená ze vzorce (6) (v němž P je maximální síla při ohybu) splňují s dobrou přiblížností vztah $\sigma_0 F^{1/3} = \text{konstanta}$. Užívá se empirického vztahu [10, 11]

$$K_{IC} = 0,59(E/H)^{1/8} (\sigma_0 F^{1/3})^{3/4}. \quad (7)$$

V tomto případě se tedy trhлина vůbec neproměnuje a není třeba ani speciální úpravy povrchu. K určení tvrdosti H (tj. HV) je třeba pouze změřit uhlopříčku vtisku při užitém zatížení indentoru F . Vzorce (7) lze užít pouze v případě centrálních trhlin, tj. při dostatečně velké síle F .

Upozorněme ještě, že na rozdíl od metody b) není v případě metod a), c), založených na empirických vzorcích, třeba uvažovat korekci na vliv vnitřních pnutí v okolí indentoru, neboť jejich vliv se již uplatnil při kalibraci těchto vzorců.

EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Iniciace trhlin ve slinutém korundu

Bylo užito jemnozrnného slinutého korundu pro břítové destičky, vyvinutého ve VÚEK, Hradec Králové, z něhož jsou destičky vyráběny v n. p. DIAS, Turnov. K startovacímu prášku o obsahu Al_2O_3 vyšší než 99,9 % se přidává 0,25 % MgO pro omezení růstu zrn, vypalování se provádí na vzduchu 2 hodiny při teplotě mezi 1 400 až 1 480 °C a střední rozměry zrn po poněkud odlišném režimu výpalu jsou v rozmezí 1,5 až 3,5 μm . V rámci studia vlivu technologie na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti této řezné keramiky [12] byla měřena též lomová houževnatost různými metodami. Shrňeme výsledky získané pomocí iniciace trhlin Vickersovým tvrdoměrem na čtyřech poněkud odlišných materiálech: vzorky ze dvou sérií běžné výroby při teplotě výpalu přibližně 1 450 °C označíme A, B, ze série vzorků připravených speciálně pro studijní účely vybereme materiál C (teplota výpalu 1 360 °C) a D (teplota výpalu 1 450 °C).

Vtisk tvrdoměrem je dobře viditelný i na povrchu vzorků v dodaném stavu po strojovém broušení, trhliny jsou však v tomto případě viditelné jen velmi slabě světelnou mikroskopii při užití šikmého osvětlení (obr. 3). K lepšímu zviditelnění trhlin byl proto povrch před provedením vtisku mechanicky vyleštěn, popř. též chemicky nebo termicky leptán. Pozorování bylo prováděno světelnou mikroskopíí na odraz (obr. 4, 5) nebo rastrovací elektronovou mikroskopíí, kdy ovšem bylo třeba povrch vzorku pokovit pro odstranění vlivu elektrostatického nabíjení (obr. 6–11). Při vtisku od HV5 do HV30 byly pozorovány pouze trhliny centrální a nikdy Palmqvistovy. Detail konce trhliny na termicky naleptaném povrchu se zviditelněnými hranicemi zrn ukazuje (obr. 7), že trhлина se při pomalém zatěžování indentoru šíří převážně mezikrystalově. Měření délky trhliny je zatíženo systematickou chybou zvláště při užití světelné mikroskopie, neboť konec trhliny je uzavřený a obtížně pozorovatelný: trhлина bude o něco delší než naměřená hodnota, a tedy skutečná hodnota K_{IC} o něco menší než naměřená. Po dolomu se při pozorování lomové plochy REM podařilo odlišit oblast zárodečné trhliny a zjistit i hloubku trhliny, $h \approx c$. Toto odlišení je možné proto, že při dolomu při ohybové zkoušce se trhлина šíří rychleji než při pomalém vtlačování indentoru a zvyšuje se podíl vnitrokrytalového lomu (obr. 8–11). Je možno pozorovat i strukturu povrchu uvnitř vtisku, kde jsou patrný skuzové pásy svědčící o výrazné plastické deformaci vlivem smykových napětí při superpozici velkého hydrostatického tlaku (obr. 10). Na obr. 8, 9 je též patrný zárodek trhliny rovnoběžné s povrchem, která vzniká

při odlehčování indentoru. Při užitých silách na indentor však ještě tyto trhliny nevedou k vylamování povrchových částí vzorku v okolí vtisku (na rozdíl od keramiky PZT , obr. 12, 13).

Upozorněme ještě na vliv tvaru vzorku na délku vzniklých trhlin a na interakci trhlin od dvou blízkých vtisků. Při dostatečně velkých vzorcích (např. $12 \times 12 \times 8 \text{ mm}$) nebo malých silách F jsou obě centrální trhliny v rámci statistických fluktuací stejně dlouhé. U vtisků na vzorech rozměrů $4 \times 4 \times 35 \text{ mm}$, které byly užívány pro ohybové zkoušky, je příčná trhлина (tj. ta, jež je používána jako zárodečná trhliny pro lom) kratší než trhliny podélné (tj. šířící se ve směru délky vzorku). To je patrné např. na dolomové ploše v obr. 8 a 9, kde je patrný řez podél trhlinou, který je vždy delší než poloměr zárodečné příčné trhliny. Při prvních pokusech jsme prováděli na jednom vzorku více vtisků ve vzdálenostech 2 až 3 mm, pozorovali jsme však výrazné ovlivňování trhlin, zvláště růst trhlin podél spojnice vtisků a jejich napojování nebo mijení. Při zjišťování K_{IC} jsme proto užívali jediného vtisku na vzorku dostatečně velkých rozměrů, při užití metody b) pak užíváme rozměrů zárodečné, tj. příčné trhliny.

Měření lomové houzevnatosti slinutého korundu

a) Metody a) (měření délek trhlin, vzorec (4) pro centrální trhliny) bylo užito k měření K_{IC} slinutého korundu typu C, D, připraveného pro studijní účely při dvou různých teplotách. Rozměry a , c byly určeny po vtisku při různých silách na indentor ze snímků, pořízených v některých případech SM a v některých REM. Z tabulky I plyne, že zjištěná hodnota K_{IC} závisí poněkud na zatížení indentoru, ve všech případech jsou však hodnoty K_{IC} materiálu C slinutého při 1360°C asi o 20 % nižší než pro materiál D slinutý při 1450°C . Výsledky jsou v dobré

Tabulka I

Lomová houzevnatost K_{IC} dvou typů slinutého korundu C, D měřená z délky trhlin při vtisku Vickersovým tvrdoměrem (metoda a, rovnice (4)). Při výpočtu užito průměrných hodnot $HV = 2000 = 20 \text{ GPa}$, $E = 400 \text{ GPa}$

Materiál	Zatížení indentoru	a [μm]	c [μm]	c/a	K_{IC} [$\text{MPa m}^{1/2}$]	
C teplota výpalu 1360°C	HV5	32,5	121	3,70	3,65	$3,92 \pm 0,33$
	HV10	47,5	200	4,21	3,63	
	HV20	68	290	4,26	4,27	
	HV30	81	378	4,67	4,13	
D teplota výpalu 1450°C	HV5	33	105	3,18	4,47	$4,85 \pm 0,27$
	HV10	47,5	160	3,37	4,94	
	HV20	68	260	3,82	4,89	
	HV30	85	340	4,00	5,10	

shodě s měřeními na ohybových vzorcích s trhlinou imitovanou zárezem diamantovým kotoučem s poloměrem zaoblení vrubu $35 \mu\text{m}$ v práci [12], $K_{IC} = (3,55 \pm \pm 0,48) \text{ MPa m}^{1/2}$ pro materiál C, $K_{IC} = (4,87 \pm 0,42) \text{ MPa m}^{1/2}$ pro materiál D. Materiál C má menší i pevnost v ohybu ($240 \pm 53 \text{ MPa}$) než materiál D ($356 \pm \pm 91 \text{ MPa}$).

b) Metody b) (ohyb, vzorec (5')) bylo užito k měření K_{IC} materiálů A, B ze dvou

Měření lomové houževnatosti keramiky s použitím tvrdoměru

běžných výrobních sérií. Trhliny jsou zhruba polokruhové (obr. 8, 9) a při užití HV20 bylo naměřeno $c = h = 342 \mu\text{m}$ pro vzorek A1, $c = h = 360 \mu\text{m}$ pro vzorek B1. Pomocí hodnoty σ_0 pro lom vzorku při čtyřbodovém ohybu (tab. II) plyne

Tabulka II

Lomová houževnatost K_{IC} slinutého korundu ze dvou výrobních sérií A, B (teplota výpalu přibližně 1450°C) měřená při čtyřbodovém ohybu ($S_1 = 28 \text{ mm}$, $S_2 = 14 \text{ mm}$, rychlosť přičníku $V = 0,05 \text{ mm/min}$) s trhlinou iniciovanou vtiskem HV20 ($F = 196,2 \text{ N}$). Metoda c, empirická rovnice (7)

Vzorek	Max. síla P [N]	W [mm]	B [mm]	σ_0 [MPa]	K_{IC} [MPa $\text{m}^{1/2}$]	
A1	500	3,97	3,97	167,8	4,73	
A2	440	3,94	3,94	151,1	4,38	
A3	460	3,90	4,01	158,4	4,53	$4,55 \pm 0,18$
B1	450	3,91	3,99	154,9	4,46	
B2	490	4,01	4,00	160,0	4,57	
B3	460	4,00	3,98	151,7	4,39	$4,47 \pm 0,09$

z rovnice (5') $K_{IC} \approx 3,52 \text{ MPa } \text{m}^{1/2}$ pro materiál A a $K_{IC} \approx 3,33 \text{ MPa } \text{m}^{1/2}$ pro materiál B. Tyto hodnoty jsou značně menší než hodnoty naměřené na vzorcích z analogických materiálů s trhlinou imitovanou zárezem v [12] ($K_{IC} \approx 5 \text{ MPa } \text{m}^{1/2}$). Svědčí to o systematické chybě související s tím, že při vyhodnocování nebyla brána v úvahu úloha vnitřních pnutí v okolí vtisku. Užitá metoda proto dává hodnoty nižší, lze jí nicméně užít při relativním srovnání různých materiálů. Rozptyl měření je však řádově 10 % a tedy rozdíly v hodnotách K_{IC} pro materiály A a B jsou v rámci chyb měření.

c) Metody c) (ohyb, empirický vzorec (7)) bylo rovněž užito k měření K_{IC} materiálů A, B. Z výsledků uvedených v tab. II plyne, že i při užití této metody jsou rozdíly mezi materiály A, B v rámci chyb měření. Naměřenou hodnotu $K_{IC} = 4,5 \pm 0,3 \text{ MPa } \text{m}^{1/2}$ pokládáme za reprezentativní hodnotu jemnozrnného slinutého korundu VÚEK — DIAS běžné výroby. Výsledky získané na stejných materiálech na vzorcích s trhlinou imitovanou zárezem diamantovým kotoučem v [12] ($K_{IC} \approx 5 \text{ MPa } \text{m}^{1/2}$) jsou zatíženy systematickou chybou související se zaoblením čela trhliny a vedoucí na mírně zvýšené hodnoty K_{IC} . Naměřená hodnota $K_{IC} \approx 4,5 \text{ MPa } \text{m}^{1/2}$ souhlasí velmi dobře s hodnotami K_{IC} analogických zahraničních materiálů [13, 14].

Měření lomové houževnatosti piezokeramiky typu PZT

Piezokeramika typu PZT je tvořena tuhým roztokem PbZrO_3 a PbTiO_3 a je obvykle doprována dalšími příměsemi. V řadě aplikací je silně mechanicky namáhána, a proto byla vyšetřována jejich mechanických vlastností věnována značná pozornost [15–19]. Pro materiály poněkud různého složení i po různém zpracování, v stavu polarizovaném i nepolarizovaném byly naměřeny hodnoty K_{IC} od 0,8 do $1,5 \text{ MPa } \text{m}^{1/2}$ a pevnosti v ohybu od 60 do 150 MPa.

Uvedeme výsledky měření K_{IC} piezokeramiky PZT typu PKM50, vyvinuté

ve VÚEK, která byla při stejném složení slinována při dvou poněkud odlišných režimech. Odpovídající materiály v stavu nepolarizovaném označíme M, N.

Příklady výtisku indentorem a vzniklých trhlin jsou na obr. 12, 13. Vzhledem k poměru $c/a > 3$ můžeme trhliny pokládat za centrální. K měření bylo užito trhlin vytvořených výtiskem HV5 hlavně proto, že vzorky byly dodány ve tvaru trámečku $3 \times 3 \times 25$ mm a při větších silách F se již projevuje silně vliv tvaru vzorku na šíření trhliny. Podélné trhliny (na obr. 12, 13 vodorovné) jsou delší při HV10 asi o 10 %, při HV15 až o 100 % než trhliny příčné. Na obr. 12, 13 je patrné i vyplamování povrchových částí vzorku související s tím, že trhliny rovnoběžné s povrchem, vznikající při odlehčování indentoru, dosahují až na povrch vzorku. Tento jev při užití HV5 a HV10 jen mírně ruší při měření uhlopříčky výtisku a délky centrální trhliny.

Výsledky měření K_{IC} třemi popsanými metodami a, b, c jsou uvedeny v tab. III.

Tabulka III

Lomová houževnatost K_{IC} keramiky PZT typu PKM50 po dvou režimech slinování M, N. Trhliny vytvořeny výtiskem HV5 ($F = 49,05$ N) a K_{IC} měřeno třemi metodami: a. z měření délek trhlin (rov. (4)), b. při čtyřbodovém ohýbu ($S_1 = 20$ mm, $S_2 = 10$ mm, $W = B = 3$ mm, $V = 0,083$ mm/min) užitím rovnice (5'), c. při čtyřbodovém ohýbu užitím empirického vzorce (7). Při výpočtu užito hodnot $H = 4,4$ GPa, $E = 80$ GPa. Jsou uvedeny průměry z měření na třech vzorcích

Materiál	a [μm]	c [μm]	c/a	Tvrdost HV5	K_{IC} [MPa m ^{1/2}]		
					metoda a	metoda b	metoda c
M	75	230	3,146	433	$1,44 \pm 0,20$	$0,66 \pm 0,07$	$1,06 \pm 0,08$
N	72	240	3,339	449	$1,30 \pm 0,20$	$0,71 \pm 0,13$	$1,12 \pm 0,16$

Jsou z ní opět patrné systematické chyby metody b (vliv vnitřních pnutí vedoucí na menší hodnoty K_{IC}) i metody a (obtížná indikace konce trhliny při užití světelné mikroskopie vede k naměření menší délky trhliny, a tedy k vyšší hodnotě K_{IC}). Za nejspolohlivější pokládáme opět výsledky metody c užívající empirického vzorce (7), které jsou i v dobré shodě s výsledky získanými na vzorcích s trhlinou imitovanou zářezem diamantovým kotoučem v [12]. Srovnáním relativních výsledků všech tří metod pro materiály M, N plyne, že rozdíly v hodnotách K_{IC} jsou v rámci chyb měření jednotlivých metod. Nepodařilo se tedy prokázat vliv změněné technologie na lomovou houževnatost materiálu PKM50. Je ovšem třeba upozornit, že posuzované soubory (po třech vzorcích) jsou malé pro statistické zpracování výsledků a že odlišení by se mohlo projevit při větším počtu vzorků.

DISKUSE

Lomová houževnatost je materiálová vlastnost citlivě závisející nejen na chemickém složení a na mikrostrukturu (např. na středním rozmezí zrn, pórovitosti, rozložení dalších fází po hranicích zrn), ale i na fyzikálních podmínkách měření (např. na teplotě a na rychlosti deformace) a na chemickém složení okolního prostředí. To souvisí s tím, že šíření trhlin v keramice porušováním atomových vazeb na čele trhliny je tepelně aktivovaný proces: K_{IC} proto klesá se stoupající teplotou

a s klesající rychlostí deformace a zpravidla též se stoupajícím obsahem vodních par v atmosféře [20]. Na rozdíl od pevnosti v ohybu, která závisí na velikosti vzorku (u větších vzorků se naměří menší pevnost, neboť je v nich větší pravděpodobnost výskytu větších zárodečných trhlin), by lomová houževnatost keramiky neměla na velikosti vzorku záviset, neboť lom vychází z trhliny známé velikosti.

Naměřená hodnota K_{IC} však závisí výrazně na způsobu přípravy trhliny. K_{IC} je definováno pro ostrou trhlinu a v případě, kdy trhlinu imituje zářezem diamantu-vým kotoučem, má kořen trhliny konečnou šířku. Při měření K_{IC} např. z ohybové zkoušky pak vlastně měříme hodnotu K_{IN} pro nukleaci ostré trhliny v kořeni vrubu, a tedy hodnotu o něco větší, než je hodnota K_{IC} pro rozbeh ostré trhliny. Tento nedostatek nejlépe odstraňuje užití trhlin iniciovaných vtiskem indentoru, které jsou ostré a svou lokalizací u poškození povrchu a poměrně malými rozměry (rádové stovky μm) se přibližují trhlinám, z nichž se šíří lom keramických součástí (rádově desítky μm).

Jednotlivé metody založené na využití těchto trhlin, označené a, b, c, vedou k počkání odlišným absolutním hodnotám K_{IC} , neboť jsou zatíženy jinými systematickými chybami měření a vyčíslení, všechny jsou však schopny odlišit mírné relativní rozdíly mezi jednotlivými materiály. K odlišení rozdílu 0,5 MPa $\text{m}^{1/2}$ v hodnotách K_{IC} je však třeba dostatečný počet vzorků (alespoň 5) k statistickému zpracování výsledků.

Uvedeme několik poznámek k zhodnocení jednotlivých metod a, b, c:

Hlavní výhodou metody a (z délky trhliny, vzorec (4)) je to, že není třeba připravovat speciální zkušební vzorek a že měření je možno provést na libovolné součásti. Nevýhodou je, že k zlepšení viditelnosti trhlin je třeba povrch před vtiskem upravit alespoň mechanickým leštěním. Nadějná se zdá možnost zlepšení viditelnosti trhlin bez úpravy povrchu pomocí vhodné detekční kapaliny. Metoda je přirozeným rozšířením zkoušek tvrdosti pro keramiku a má naději se uplatnit jako rychlá kontrolní metoda ve výrobě nebo při posuzování příčin vzniku poruch.

Metoda b (ohyb, vzorec (5)) je z teoretického hlediska nejpřímější metoda určování K_{IC} , neboť je založena na užití přesného vzorce lomové mechaniky. Nevýhodou je potřeba změření hloubky trhliny h vedle její délky $2c$, k zjednodušení vede předpoklad $h \approx c$ (vzorec (5')). Praktickému užívání brání zatím neznalost korekce na vliv vnitřních prutí.

Hlavní výhodou metody c (ohyb, empirický vzorec (7)) je jednoduchost spočívající v tom, že není třeba měřit rozměry trhliny. Empirický vzorec dává spolehlivé hodnoty K_{IC} s malým rozptylem výsledků měření a vyžaduje pouze znalost síly na indentor F , pevnosti v ohybu vzorku s vtiskem σ_0 a poměru E/H (na něž vzhledem k exponentu 1/8 závisí K_{IC} jen slabě).

Zdůrazněme ještě, že vývoj aplikací lomové mechaniky na keramiku vedl v posledních letech k zvýšení významu zkoušek pomocí tvrdoměru. Vedle nové aplikace metodické pro reprodukovatelné vytváření malých ostrých trhlin se zvýšil i význam samotné hodnoty tvrdosti keramiky, a to nejen proto, že se vyskytuje ve vzorcích pro vyčíslení K_{IC} . Tvrdost keramiky má zajímavý fyzikální význam: menšímu H odpovídá větší schopnost keramiky deformovat se trvale za speciálních podmínek, s vysokou přídavnou složkou všeestranného tlaku.

Jedním z hlavních nedostatků při aplikaci lomové mechaniky na keramiku je to, že zatím nejsou k dispozici defektoskopické metody, které by zviditelnily malé trhliny, z nichž vychází lom v namáhaných keramických součástech, tj. trhliny délek 10 až 100 μm . Při vývoji takových defektoskopických metod by mohly jako testovací trhliny výborně posloužit trhliny vyrobené vtiskem tvrdoměru, který

umožňuje jejich snadnou lokalizaci, přičemž je možno v závislosti na síle F působící na indentor volit délky testovacích trhlin od 1 μm do 1 mm.

Měření jsme prováděli při pokojové teplotě, principiálně je však možno popsané metody užít i při vysokých teplotách. Pro metody b, c lze trhliny iniciovat vtiskem indentoru při pokojové teplotě a ohybové zkoušky provádět při vysokých teplotách. Užití metody a, založené na změření vzdálenosti, do které se trhлина při určité teplotě rozšíří, by vyžadovalo vysokoteplotního tvrdoměru (takové tvrdoměry jsou již komerčně dodávány, viz např. [21]). Jeho užitím by bylo možno nejlépe proměřit současně teplotní závislost tvrdosti i lomové houževnatosti.

ZÁVĚR

Byly zhodnoceny metody určování lomové houževnatosti K_{IC} keramiky, založené na iniciaci ostrých trhlin indentorem Vickersova tvrdoměru. Metoda užívající měření délek trhlin je vhodná jako rychlá provozní metoda. Metoda užívající těchto trhlin jako zárodečných trhlin při ohybové zkoušce a vyhodnocující K_{IC} pomocí empirického vzorce dává nejspolehlivější výsledky a je ji možno doporučit jako významný doplněk standardních měření pevnosti v ohybu. Bylo upozorněno na vliv tvaru vzorku a vliv vnitřních pnutí v okolí vtisku na šíření trhlin.

Z měření prováděných při pokojové teplotě plyne, že jemnozrnný korund čs. výroby slinovaný při 1 450 °C se hodnotami $K_{IC} = 4,5 \pm 0,3 \text{ MPa m}^{1/2}$ vyrovná analogickým zahraničním materiálům. Rovněž naměřené hodnoty pro piezokeramiku PZT typu PKM50, $K_{IC} = 1,1 \pm 0,2 \text{ MPa m}^{1/2}$, odpovídají analogickým materiálům.

Autoři děkují Ing. M. Bucharovi, Ing. K. Nejezchlebovi, CSc., (VÚEK) a Ing. K. Škopkoví (DIAS) za přípravu a poskytnutí vzorků a diskuse, Ing. J. Doudovi, CSc., (SVÚM) za pomoc v experimentální části práce.

Literatura

- [1] *Fracture Mechanics of Ceramics* (Vyd. R. C. Bradt, D. P. Hasselman, F. F. Lange). Plenum Press, New York, díl 1, 2 (1974), díl 3, 4 (1978), díl 5, 6 (1982).
- [2] Kroupa F.: Silikáty 27, 365 (1983).
- [3] Menšík J.: Sklář a keramik 32, 283 (1982).
- [4] Shih T. T., Opoku J.: J. Eng. Fract. Mech. 12, 479 (1979).
- [5] Lawn B., Wilshaw R.: J. of Mater. Sci. 10, 1 049 (1975).
- [6] Lawn B. R., Evans A. G.: J. of Mater. Sci. 12, 2 195 (1977).
- [7] Niihara K., Morena R., Hasselman D. P. H.: J. of Mater. Sci. Letters 1, 13 (1982).
- [8] Niihara K.: J. of Mater. Sci. Letters 2, 221 (1983).
- [9] Anstis G. R., Chantikul P., Marshall D. B.: J. Am. Ceram. Soc. 64, 533 (1981).
- [10] Chantikul P., Anstis G. R., Lawn B. R., Marshall D. B.: J. Am. Ceram. Soc. 64, 539 (1981).
- [11] Mussler B.: Einfluss von Gefüge, Temperatur und Testmethode auf die Bruch-eigenschaften von Al_2O_3 . Disertační práce, Inst. für Metallkunde der Universität Stuttgart, 1981.
- [12] Kroupa F. a kol.: Hodnocení struktury a mechanických vlastností keramických materiálů pro strojírenství. Výzkumná zpráva Z-83-4958, SVÚM, Praha 1983.
- [13] Mussler B., Swain M. V., Claussen N.: J. Am. Ceram. Soc. 65, 566 (1982).
- [14] Bretfeld H. a kol.: Z. für Werkstofftechnik 12, 167 (1981).
- [15] Bruce J. G., Gerberich W. W., Koepke B. G.: ve sborníku [1], díl 4, str. 687.
- [16] Biswas D. R., Fulrath R. M.: ve sborníku [1], díl 4, str. 933.
- [17] Pohanka R. C., Freiman S. W., Rice R. W.: Ferroelectrics 28, 337 (1980).
- [18] Grekov A. A., Kramarov S. O.: Ferroelectrics 18, 249 (1978).
- [19] Vardar O., Finnie I., Biswas D. R., Fulrath R. M.: Int. J. of Fracture 13, 215 (1977).
- [20] Evans A. G., Langdon T. G.: Progr. in Mater. Sci. 21, 171 (1976).
- [21] Lee M.: Metallurgical Trans. 14A, 1 625 (1983).

MEASURING THE FRACTURE TOUGHNESS OF CERAMICS
BY MEANS OF A HARDNESS TESTER

František Kroupa, František Hnilica

State Material Research Institute, 113 12 Prague

The paper deals with the methods for measuring the fracture toughness K_{IC} of ceramic materials, based on initiation of sharp cracks by means of Vickers indentor. The experiments were carried out on fine-grained sintered alumina for tool tips (Table I, II, Figs. 3 through 11) and on the PZT piezoceramics (Table III, Figs. 12 and 13).

Attention is paid to the effect of the specimen shape and of internal stresses in the neighbourhood of the indentor on crack propagation and on the interaction of cracks initiated by close indentations.

The a method, based on measuring the crack length (equation (4)) is suitable for routine tests. Of the two b and c variants of the method, utilizing the sharp cracks as the initial flaw for a bending test, the former (evaluating K_{IC} from the fracture mechanics equation (5)) involves a considerable systematic error due to internal stresses in the neighbourhood of the indentor. The c variant (evaluating K_{IC} from the empirical equation (7)) gives the most reliable results and may be recommended as a significant supplement of standard bending strength measurements.

The measurements carried out at room temperature indicate that sintered alumina having $K_{IC} = 4.5 \pm 0.3 \text{ MPa m}^{1/2}$ is equivalent to analogous foreign materials. The values established for the PKM50 piezoceramics, $K_{IC} = 1.1 \pm 0.2 \text{ MPa m}^{1/2}$ are likewise qualitatively equal to those of similar foreign materials.

Fig. 1. Radial cracks at a Vickers indentation: a — Palmqvist type, b — central type.

Fig. 2. Indentor-produced cracks utilized as the initial flaw in K_{IC} measurement from a bending test.

Fig. 3. Two Vickers impressions on a non-treated surface (specimen surface after machine cutting with a diamond saw). Sintered alumina A, impression HV20, optical microscopy OM, oblique lighting, cracks just poorly visible.

Fig. 4. Mechanically polished surface of sintered alumina D, HV30 impression, OM.

Fig. 5. Chemically etched surface of sintered alumina D, HV20 impression, OM.

Fig. 6. Chemically etched surface of sintered alumina D, HV20 impression, SEM (scanning electron micrograph).

Fig. 7. Detail of a crack end on the surface of sintered alumina A after thermal etching rendering grain boundaries visible, SEM.

Fig. 8. Fracture surface after bending test with the initial crack created by the HV20 imprint. Sintered alumina A, SEM. a — overall view, b — detail of the transient region on the fracture surface.

Fig. 9. Another example of a fracture surface after bending test with initial crack created by a HV20 imprint. Sintered alumina B, SEM.

Fig. 10. Slip bands inside a HV20 imprint. Sintered alumina B, SEM.

Fig. 11. Micrograph of an inclined specimen showing the fracture surface as well as the top specimen surface with one half of the HV20 imprint. Sintered alumina B, SEM.

Fig. 12. Surface of the PZT ceramics, showing central cracks caused by a HV5 imprint. PKM50 — N material, OM.

Fig. 13. The surface of PZT ceramics showing central cracks resulting from HV10 imprint. PKM50 — M material, OM.

ИЗМЕРЕНИЕ ВЯЗКОСТИ РАЗРУШЕНИЯ КЕРАМИКИ
С ПОМОЩЬЮ ТВЕРДОМЕРА

Франтишек Кроупа, Франтишек Гнилица

*Государственный научно-исследовательский институт материала
113 12 Прага*

В приводимой статье рассматриваются методы измерения вязкости разрушения K_{IC} керамических материалов, основывающиеся на инициировании резких трещин с помощью индентора твердомера Виккерса. Экспериментальному исследованию под-

вергали тонкозернистый спекшийся корунд, предназначенный для режущих пластинок (табл. I, II, рис. 3—11), и пьезокерамику PZT (табл. III, рис. 12, 13).

Уделяется внимание влиянию формы образца и внутренних напряжений вблизи индентора на развитие трещин и на взаимодействие трещин, вызванных близкими отпечатками.

Метод а, основывающийся на измерении длины трещин (уравнение (4)), пригоден для быстрого эксплуатационного испытания. Из двух вариантов б, с метода, основывающихся на использовании резкой трещины в качестве зародышевой трещины при испытании на изгиб, вариант б (оценивающий K_{IC} на основании формулы механики излома (5)) связан со значительной систематической ошибкой, вызванной влиянием внутренних напряжений вблизи индентора. Вариант с (оценивающий K_{IC} на основании эмпирической формулы (7)) предоставляет наиболее надежные результаты и можно его рекомендовать для дополнения стандартных измерений прочности на изгиб.

Из измерений, проводимых при комнатной температуре, следует, что исследуемый спекшийся корунд по своим величинам $K_{IC} = 4,5 \pm 0,3$ МПа $m^{1/2}$ равен аналогичным заграничным материалам. Так же измерение величины пьезокерамики PZT типа РКМ50, $K_{IC} = 1,1 \pm 0,2$ МПа $m^{1/2}$ находятся в соответствии с аналогичными материалами.

Рис. 1. Радиальные трещины вблизи отпечатка твердомера Виккерса: а) Пальквиста, б) центральные.

Рис. 2. Использование трещины, образовавшейся при отпечатке твердомера Виккерса, в качестве зародышевой трещины при измерении K_{IC} на основании испытания на изгиб.

Рис. 3. Два отпечатка, вызванные твердомером Виккерса, на необработанной поверхности (на поверхности образца после машинной резки алмазной пилой). Спекшийся корунд А, отпечаток HV20, SM (световая микроскопия), освещение под наклоном, слабо видимые трещины.

Рис. 4. Механически отполированная поверхность спекшегося корунда D, отпечаток HV20, SM.

Рис. 5. Химически травленая поверхность спекшегося корунда D, отпечаток HV20, SM.

Рис. 6. Химически травленная поверхность спекшегося корунда D, отпечаток HV20, SEM (сканирующая электронная микроскопия).

Рис. 7. Деталь трещины на поверхности спекшегося корунда А после термического травления, при котором оказываются видимыми границы зерен, SEM.

Рис. 8. Поверхность излома при испытании на изгиб с зародышевой трещиной, вызванной отпечатком HV20. Спекшийся корунд А, SEM. а) общий вид, б) деталь области перехода на поверхности излома.

Рис. 9. Дальнейший пример поверхности излома после испытания на изгиб с зародышевой трещиной, вызванной отпечатком HV20. Спекшийся корунд В, SEM.

Рис. 10. Полосы скольжения внутри отпечатка HV20. Спекшийся корунд В, SEM.

Рис. 11. Изображение наклонного образца, показывающее поверхность излома и верхнюю поверхность с половиной отпечатка HV20. Спекшийся корунд В, SEM.

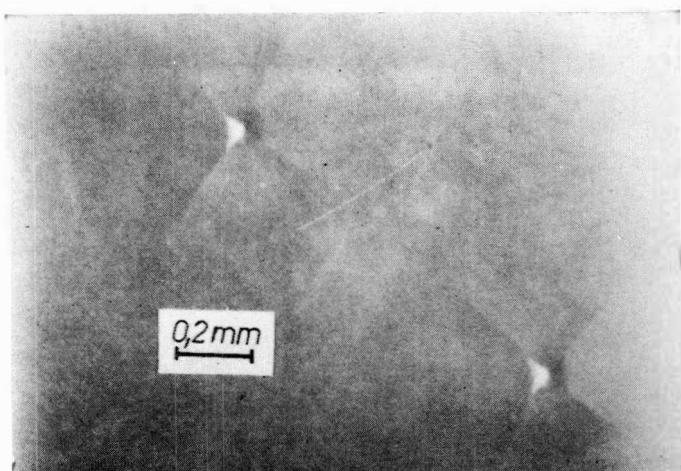
Рис. 12. Поверхность керамики PZT после отпечатка HV5 с центральными трещинами. Материал РКМ50 — N, SM.

Рис. 13. Поверхность керамики PZT после отпечатка HV10 с центральными трещинами. Материал РКМ50 — M, SM.

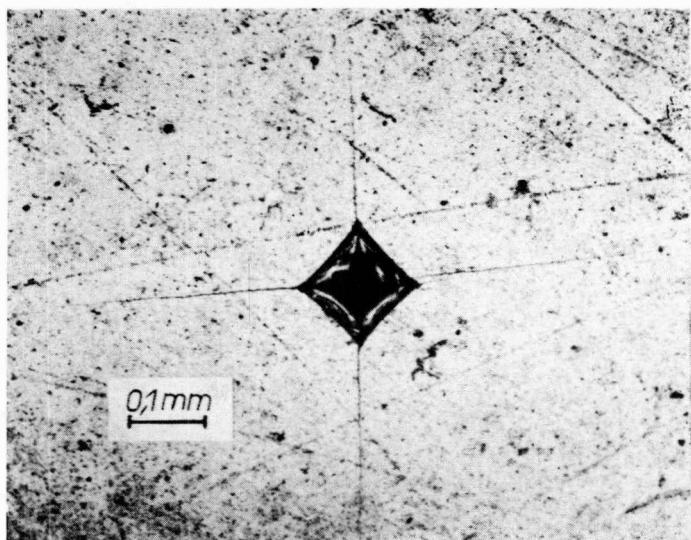
Konference

Ústřední výzkumný ústav skla a keramiky, Indická keramická společnost a Celoindická federace výrobců skla sdělují, že v první polovině března 1986 se bude v New Delhi konat XIV. Mezinárodní sklářský kongres pod patronací Mezinárodní sklářské komise (ICG). Blížší detaily zájmcům sdělí Dr. K. P. Srivastava, The General Organizing Secretary XIV. International Congress on Glass, Central Glass and Ceramic Research Institute Calcutta — 700032, India.

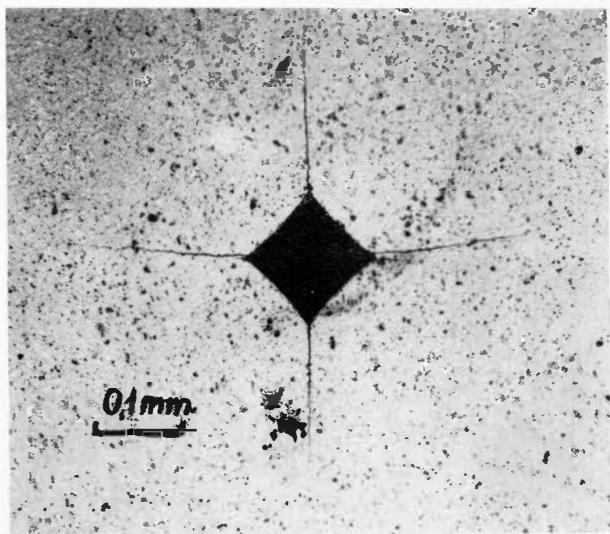
Měření lomové houževnatosti keramiky s použitím tvrdoměru



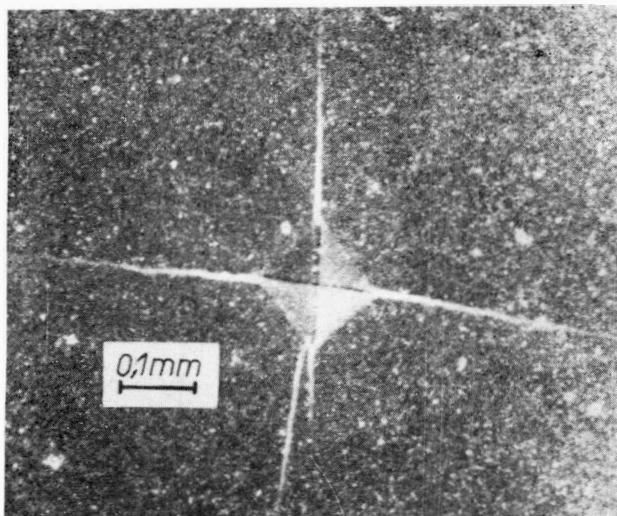
Obr. 3. Dva vtiskys Vickersovým tvrdoměrem na neupravovaném povrchu (na povrchu vzorku po strojovém řezání diamantovou pilou). Slinutý korund A, vtisk HV20, SM (světelná mikroskopie), šikmé osvětlení, trhliny jen slabě viditelné.



Obr. 4. Mechanicky vyleštěný povrch slinutého korundu D, vtisk HV30, SM.

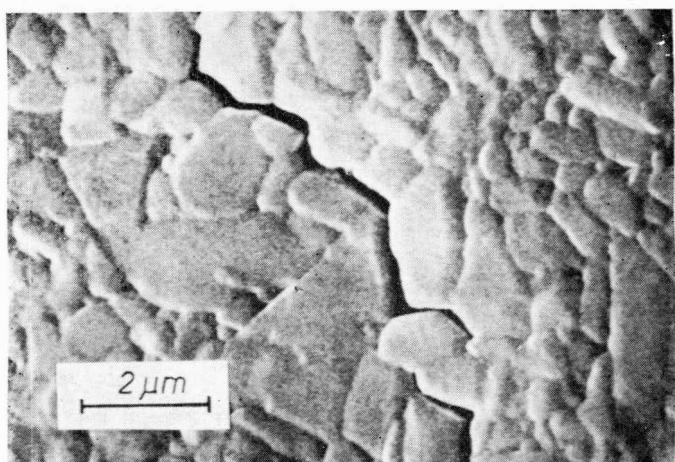


Obr. 5. Chemicky leptaný povrch slinutého korundu D, vtisk HV20, SM.

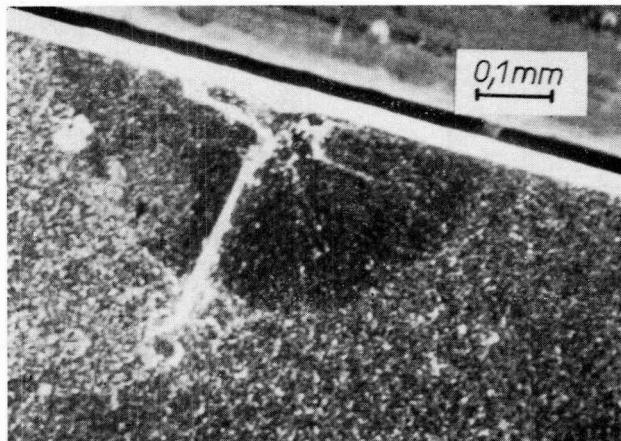


Obr. 6. Chemicky leptaný povrch slinutého korundu D, vtisk HV20, REM (rastrovací elektronová mikroskopie).

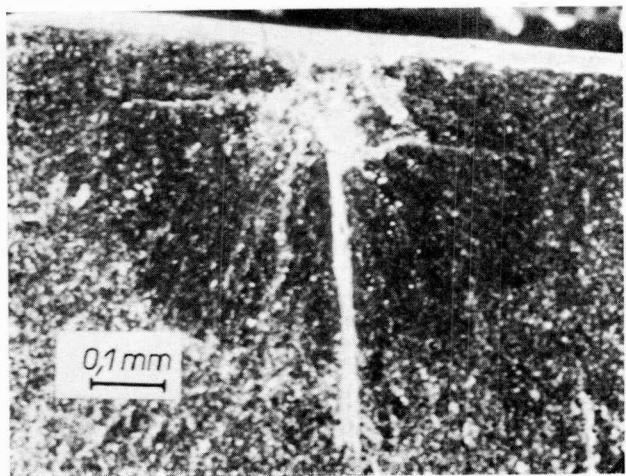
Měření lomové houževnatosti keramiky s použitím tvrdoměru



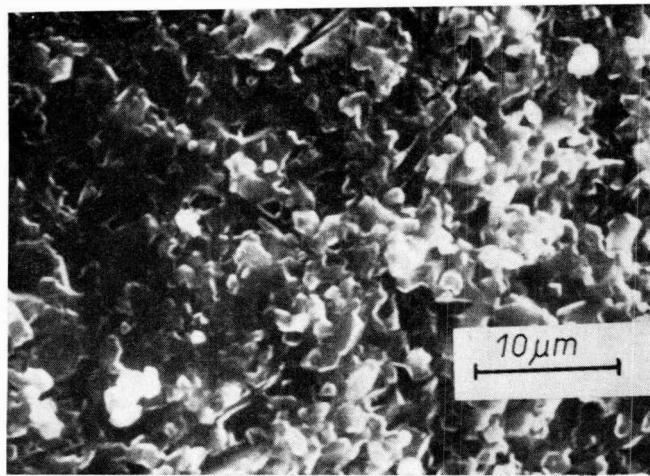
Obr. 7. Detail konce trhliny na povrchu slinutého korundu A po termickém leptání, při němž byly zviditelněny hranice zrn, REM.



Obr. 9. Jiný příklad lomové plochy po ohybové zkoušce se zárodečnou trhlinou vytvořenou vtiskem HV20. Slinutý korund B, REM.



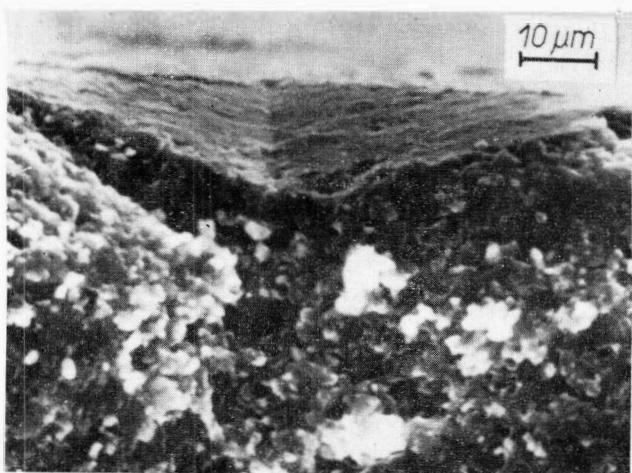
a)



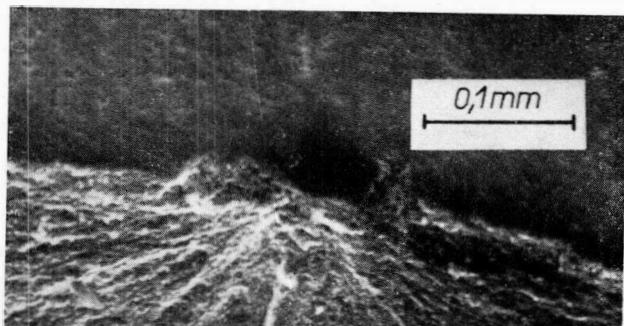
b)

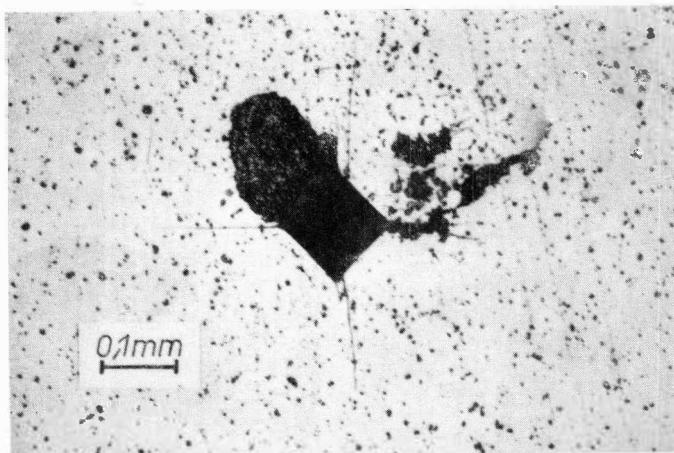
Obr. 8. Lomová plocha po ohybové zkoušce se zárodečnou trhlinou vytvořenou v tiskem HV20. Slinutý korund A, REM. a) celkový pohled, b) detail přechodové oblasti na lomové ploše.

Měření lomové houževnatosti keramiky s použitím tvrdoměru

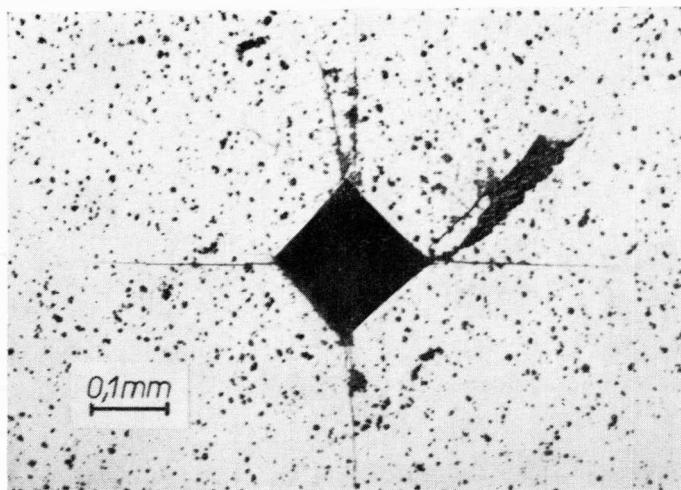


Obr. 10. Skluzové pásy uvnitř vrtisku HV20. Slinutý korund B, REM.





Obr. 12. Povrch keramiky PZT po vtipku HV5 s centrálními trhlinami.
Materiál PKM50 — N, SM.



Obr. 13. Povrch keramiky PZT po vtipku HV10 s centrálními trhlinami.
Materiál PKM50 — M, SM.