XII. FIATAL MŰSZAKIAK TUDOMÁNYOS ÜLÉSSZAKA

Kolozsvár, 2007. március 16–17.

Si₃N₄ KERÁMIÁK DINAMIKUS TÖRÉSI SZÍVÓSSÁGÁNAK SEBESSÉGFÜGGÉSE

Kaulics Nikoletta, Dr. Marosné dr. Berkes Mária

Abstract

In the current paper determination of dynamic fracture toughness of Si₃N₄ based structural ceramics and rate-dependence of this feature will be introduced. We investigated the dynamic fracture toughness on notched and unnotched samples by instrumented impact test completed with electro-emission measurement. The evaluation was executed by the so called dynamic key-curve method and fractography based calculations. Both procedure s leded to similar results with the main observation of the rate dependent behaviour of silicon nitride ceramics.

Összefoglalás

Jelen cikkben a Si₃N₄ alapú műszaki kerámiák dinamikus törési szívósságának meghatározását és ezen jellemző sebességfüggését mutatjuk be. Kísérleteink során bemetszett és bemetszetlen próbatesteken elektro-emissziós mérés technikával kiegészített műszerezett ütővizsgálatot végeztünk. A kiértékelést az ún. dinamikus kulcs-görbe, valamint fraktográfiai módszer alapján végeztük. Mindkét eljárás hasonló számszerű eredményekhez vezetett, amelyek a szilícium-nitrid kerámiák sebességfüggő viselkedésére utaltak.

1. Bevezetés

A dinamikus törési szívósság (K_{Id}) meghatározására számos módszert ismerünk. A dinamikus törési folyamatot bemetszett és bemetszetlen próbatesteken műszerezett ütővizsgálattal tanulmányozva, különböző kiértékelési módszerekkel többféle módon is meghatározhatjuk a K_{Id} értékét. Amennyiben a törési folyamat kvázi-statisztikus jellegű, akkor a K_{Id} értéke a jól ismert kvázi-statisztikus összefüggésekkel számítható [1,2]. Ez a módszer feltételezi, hogy a törést okozó terhelőerő (a számító összefüggésekben szereplő F_{max}) megegyezik a repedésterjedés instabil tovaterjedéséhez tartozó $F_{i,u}$ erővel. Ez a feltétel azonban rideg anyagok, mint például a kerámiák nagy sebességű terhelésekor csak bizonyos terhelési sebességig teljesül, a repedésterjedés kezdeti szakaszában fellépő jelentős erőoscillációk miatt. Nagy sebességű igénybevételeknél, a dinamikus törési szívósság meghatározására az ütési válaszgörbe (IRC) [3,4], vagy a dinamikus kulcs-görbe módszer alkalmazható [5,6]. Ezen eljárások esetén a számításokhoz a t_F törési idő ismerete szükséges. Az eddig felsorolt módszerek bemetszett próbatesteken végzett vizsgálatokat igényelnek. A törési szívósság becslésére alkalmas lehet a bemetszetlen próbatesteken végzett vizsgálat is, amennyiben fraktográfiai elemzés révén határozzuk meg a K_{Id} értékét. Jelen cikkünkben a fentiek közül a dinamikus törési szívósság meghatározásának két módszerét, az ún. dinamikus kulcs-görbe módszert és fraktográfiai vizsgálatokon alapuló eljárást mutatjuk be és hasonlítjuk össze. A számításokhoz szükséges t_F törési idő meghatározásához elektro-emissziós mérés technikát alkalmaztunk [7].

2. A vizsgált anyagminőség és a mérési elrendezés

A vizsgálati berendezés egy CEAST 25/15/2 típusú műszerezett ütőmű volt. A vizsgált anyag összetétele 90%Si₃N₄, 4%Al₂O₃, 6%Y₂O₃ volt. A próbatesteket az MTA MFAKI gyártotta kétlépcsős gáznyomású szintereléssel HIP-berendezésben, amelyek négyszög keresztmetszetű hasábok voltak 4,9 mm x 3,2 mm x 49 mm névleges méretekkel. A vizsgálatokat három sorozatban végeztük, az alkalmazott vizsgálati elrendezéseket (próbatest pozíciókat) az 1. ábra illusztrálja.

1. ábra Próbatestek műszerezett ütővizsgálatok során jellemző pozíciói

3. A dinamikus törési szívósság meghatározása műszerezett ütővizsgálattal

A dinamikus kulcs-görbe (DKC) módszer esetén [8] adott vizsgálati elrendezés mellett a K_{Id} értéke a következő képlettel számítható [5,6,9]:

$$K_{Id} = \frac{3 \cdot E \cdot L_s \cdot Y(a_0/W)}{2 \cdot W^{3/2} \cdot C_s^* \cdot [1 + C_m/C_s]} \cdot v_0 \cdot t_F \cdot k^{dyn}(t = t_F) \quad (1)$$

ahol E a próbatest rugalmassági modulusa, a_0 a kezdeti repedéshossz, C_s^* dimenzió nélküli próbatest compliance, C_m gép compliance, C_s bemetszett próbatest compliance, v_0 az ütési sebesség, t_F a törési idő, k^{dyn} a t_F -től függő dinamikus kulcs-függvény, W a próbatest vastagsága (az ütés irányába eső mérete), $Y(a_0/W)$ geometriai függvény. Az egyes compliance értékek számítása a referenciákban megtalálható [5,6,9,10]. A dinamikus hatásokat a k^{dyn} tényezővel vesszük figyelembe [6,11].

Az [1Error! Bookmark not defined.]-es hivatkozás megfontolásai alapján a DKC módszerrel, bemetszett próbatestekre számított dinamikus törési szívósság értékeket az I. táblázat tartalmazza. A sebességfüggés elemzése érdekében a táblázatban a gyártótól kapott kvázi-statisztikus K_{Ic} ($v \approx 0$ m/s) értékeket is feltüntettük. Az eredményekből látszik, hogy a K_{Id} a sebesség növelésével egyértelműen csökken.

I. táblázat. Műszerezett ütővizsgálattal és DKC módszerrel meghatározott K_{Id} értékek

Jellemző	Ütési sebesség, v , m/s		
	0	0,78	2,88
Törési szívósság, K_{Ic} vagy K_{Id} , MPa m ^{1/2} (Próbatest: bemetszett; pozíció: A2)	6,81	4,51	3,00
	7,87	4,75	3,81
	7,51	3,60	2,05
	7,55	4,73	2,07
	-	-	3,03
Átlag, MPa m ^{1/2}	7,43	4,40	2,79
Szórás, MPa m ^{1/2}	0,45	0,54	0,74
Variancia együttható, %	6,00	12,30	26,60

A Si₃N₄ kerámiák hasonló viselkedéséről számoltak be japán szakemberek is írásaikban [10,12].

4. A dinamikus törési szívósság becslése fraktográfiai vizsgálatokkal

A repedésterjedés kiindulópontja számos hibatípus lehet. A különféle anyagfolytonossági hibákat egy Y hibaalak tényezővel jellemezhetjük. Feltételezve, hogy terhelés alatt ezen feszültséggyűjtő helyek egyikéből indul ki a törést okozó repedés, a törési feszültség és a kritikus feszültségintenzitási tényező között az alábbi kapcsolat áll fenn [13,14]:

$$K_{Ic} = \sigma_f \cdot Y \cdot a^{1/2}, \quad (2)$$

ahol a a törés kiinduló helyének mérete. A σ_f értékeket A1 és B pozíciójú, bemetszetlen próbatesteken végzett műszerezett ütővizsgálattal határoztuk meg. A töretfelületek fraktográfiai elemzése kimutatta, hogy a törés kiinduló pontjai jellemzően egyedi, a felszínhez közeli pórusok voltak (2. ábra).

2. ábra Törés kiindulópontjaként szolgáló, felszínhez közeli pórusok

A kvázi-statisztikus esetre érvényes egyenletet [1,2] kiterjesztve a dinamikus törés esetére is a hiba karakterisztika és törési feszültség alapján meghatározott dinamikus törési szívósság értékeket a II. táblázat foglalja össze.

II. táblázat Fraktográfiai vizsgálatokkal, bemetszetlen Si_3N_4 próbákban mért K_{Id} értékek

Ütési seb. v , m/s	Poz.	Próba No.	Törési fesz. σ_{max} MPa	$2c$, μm	$2a$, μm	Y	c/a	$K_{Id,frak}$, MPa $m^{1/2}$	Átlag MPa $m^{1/2}$
0,78	A1	59462	672	44,7	21,0	1,47	2,13	3,20	3,56
	A1	65814	547	82,0	41,0	1,59	2,00	3,94	
	A1	65824	599	65,0	31,0	1,59	2,10	3,75	
	B	65828	410	94,0	53,0	1,59	1,77	3,36	
2,10	B	59524	461	72,0	31,0	1,59	2,32	2,89	-
2,88	A1	65846	641	46,2	33,7	1,26	1,37	3,32	2,66
	A1	59322	547	39,3	10,7	1,77	3,67	2,24	
	A1	59362	610	32,5	25,0	1,13	1,30	2,44	

A kétféle módszerrel kapott dinamikus törési szívósság értékeket szemléletesen veti össze a 3. ábra.

A kapott eredmények alapján megállapítottuk, hogy a fraktográfiai becsléssel kapott K_{Id} értékek az ütési sebesség növekedésével csökkennek, hasonlóan a dinamikus kulcsgörbe módszerrel, bemetszett próbatestek esetén számolt K_{Id} értékekhez.

5. Összefoglalás

Si_3N_4 kerámiák dinamikus törési szívósságát műszerezett ütővizsgálat segítségével, kétféle módszerrel határoztuk meg. A törési idő ismeretében a K_{Id} értékét egyrészt bemetszett próbák

3. ábra. Si_3N_4 kerámiák dinamikus törési szívósságának sebességfüggése

kon az ún. dinamikus kulcs-görbe elv alapján határoztuk meg, másrészt bemetszetlen ütőpróbatestek töretfelületének fraktográfiai jellemzőiből empirikus törésmechanikai összefüggés alapján becsültük. A kapott K_{Id} értékek jó egyezést mutattak mindkét módszer esetén, továbbá egyértelműen utaltak arra, hogy a vizsgált Si_3N_4 kerámiák törési szívóssága a sebesség növelésével csökken. Az elvégzett kísérletek azt bizonyítják, hogy a fraktográfiai elemzéssel kiegészített műszerezett ütővizsgálat a törésmechanikai jellemzők gyors és egyszerű becslését teszi lehetővé (K_{Id}), amelyek alkalmasak a költséges, és hosszadalmas törésmechanikai vizsgálatok mérőszámainak megbízható ellenőrzésére.

A szerzők köszönet mondanak Dr. Arató P., Lenkeyné dr. Biró Gy., Dr. J. Dusza és M. Beliecyova kollégáknak az értékes szakmai segítségért, valamint az OTKA T046467, OTKA NI 061724 pályázati források pénzügyi támogatásáért.

Irodalom

- [1] *Fine ceramics — Test method for fracture toughness of monolithic ceramics at room temperature by single edge precracked beam (SEPB) method*, ISO/DIN 15732, Int. Org. For Standard, 1999
- [2] *Standard Test Methods for Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Ambient Temperature*, ASTM C1421-99, Am. Soc. for Test. and Mats., Philadelphia, 1999
- [3] J. F. Kalthoff: *Concept of impact response curves*, ASM Handbook, 1995, Vol. 8., ASM, 269-271
- [4] T. Kobayashi, M. Niinomi, Y. Koide, K. Matsunuma: *Instrumented Impact Testing of Ceramics*, Transactions of the Japan Institute of Metals, 1986, Vol.27, No.10, 775-783
- [5] W. Böhme: *Determination of the impact fracture toughness K_{Id} of plastics at high rates of loading $>1\text{m/s}$* , Fract. Mech. Testing Methods for Polymers, Adhesives & Composites, 2001,ESIS 28, 73-89
- [6] W. Böhme: *Application of dynamic key curves for the determination of the impact fracture toughness of polymers at high rates of loading*, Impact and Dynamic Fracture of Polymers and Composites,ESIS 19, Mechanical Engineering Publications, London, 1995, 59-71
- [7] Lenkeyné B. Gy., S. Winkler, Z. Major, I. Lévy: *Applicability of magnetic and electric-emission techniques for detecting crack initiation in impact tests*, Proceedings of the 11th European Conference on Fracture, Vol. III. Poitiers, 3-6 September 1996, 1989-1994
- [8] W. Böhme: *Dynamic key-curves for brittle fracture impact tests and establishment of a transition time*, ASTM STP 1074, 1990, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 144-156
- [9] *Standard Test Method for Plain-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials*, ASTM E399-90, Am. Soc. for Test. and Mats., Philadelphia, 1997
- [10] T. Kobayashi, M. Niinomi, I. Yamamoto: *What does it tell us? - Computer Aided Instrumented Charpy Impact Testing System*, Proc. Oji Int. Seminar on Dynamic Fracture, 1989, 203-214
- [11] Marosné B. M., Kaulics N., J. Dusza: *Characterization of dynamic failure process of Si_3N_4 ceramics, Part II: Dynamic fracture toughness*, Journal of the American Ceramic Society, 2007, p19 (megjelenés alatt)
- [12] T. Kobayashi, K. Matsunuma, H. Ikawa, K. Motoyoshi: *Evaluation of static and dynamic fracture toughness in ceramics*, Engineering Fracture Mechanics, 1988, Vol. 31., No. 5., 873-885
- [13] *Standard Practice for Fractography and Characterization of Fracture Origins in Advanced Ceramics*, ASTM C 1322-05b, Am. Soc. for Test. and Mats., Philadelphia, 2005
- [14] *Advanced technical ceramics – Monolithic ceramics – Mechanical properties at room temperature – Part 6: Guidelines for fractographic investigation*, ENV 843-6:200x, Draft 10, N425

Kaulics Nikoletta, doktorandusz¹, **Dr. Marosné dr. Berkes Mária**, egyetemi docens^{1, 2}

Munkahely: ¹ Miskolci Egyetem, Gépészmérnöki és Informatikai Kar, Mechanikai Technológiai Tanszék

² MTA, ME Mechanikai Technológiai Kutatócsoport

Cím: 3515, Magyarország, Miskolc, Egyetemváros

Telefon: +36 (46)565111/1197 és +36 (46)565111/1198 ; Fax: +36 (46)561504

E-mail: metniki@uni-miskolc.hu és metmar@uni-miskolc.hu