

MODALITÀ DI FRATTURA A FLESSIONE CON E.A. PER LA ZIRCONIA STABILIZZATA CON YTTRIA.

Fabrizio Billi*, Claudio Caneva*, Carlo Santulli**.

* Univ. di Roma *La Sapienza*, Dip. Ing. Chimica e dei Materiali.

** C.C.R. Ispra.

RIASSUNTO

La zirconia rappresenta oggi uno dei materiali ceramici più avanzati nel campo delle applicazioni ad alta temperatura a causa della tenacizzazione ottenuta con l'aggiunta di yttria.

Per la caratterizzazione del comportamento alla frattura nelle sue varie fasi, sia per quanto riguarda l'innescò che la propagazione delle microfessurazioni, è stata impiegata l'Emissione Acustica (E.A.).

La zirconia è stata portata fino a rottura mediante flessione a quattro punti.

Con l'ausilio dell'E.A. è stata stabilita una metodologia d'indagine riproducibile. I problemi maggiori affrontati erano dovuti al fatto che le prove venivano condotte in tempi brevissimi onde evitare la possibilità di propagazione secondaria della cricca, e su provini di dimensioni ridotte, così come previsto dalla normativa riguardante la prova di flessione. In ogni caso il numero di prove effettuate e quindi il numero di provini sottoposti a flessione, ha permesso non soltanto di poter elaborare statisticamente i risultati secondo la statistica di Weibull, ma anche di stabilire se ed in che modo l'E.A. possa essere ritenuta un valido strumento di indagine anche per tale materiale.

Si è arrivati così ad individuare una serie di fenomenologie che intervengono all'interno del materiale ed a stabilire una correlazione con i dati di E.A. ottenuti, attraverso anche l'ausilio ed il supporto di un'analisi frattografica effettuata al SEM.

INTRODUZIONE

Le cause principali a cui si deve la scarsa diffusione dei materiali ceramici sono la bassa tenacità, associata ad un comportamento di tipo puramente fragile, quindi con comportamento elastico fino a rottura, e ad un ampio spettro di distribuzione della resistenza, che ne compromette l'affidabilità.

Un importante passo in avanti rispetto ai ceramici di tipo tradizionale e' rappresentato dalla zirconia parzialmente stabilizzata (PSZ), che presenta caratteristiche di tenacità e di resistenza superiori rispetto ai ceramici comunemente utilizzati [1].

Nonostante l'incremento delle caratteristiche meccaniche non si è riusciti ad evitare tuttavia la dispersione dei valori di resistenza che anche per provini appartenenti ad uno stesso batch può essere piuttosto ampia. Come è noto infatti nel corso del processo di fabbricazione si innescano difettosità di vario tipo attraverso fenomeni difficilmente controllabili.

La progettazione di componenti ceramici viene quindi essenzialmente basata su criteri di tipo statistico piuttosto che su criteri legati al valore massimo della tensione ammissibile.

I modelli oggi disponibili poggiano sulla teoria dell'anello più debole proposta da W. Weibull nel 1939 [2].

Tale teoria [3] prende in considerazione un volume V in condizioni di tensione uniassiale S_1 . Se V e' diviso in volumi V_i sufficientemente piccoli, detta $g(S)dS$ la densità per unità di volume dei difetti con tensione critica tra S e $S+dS$, la probabilità di avere in ciascuno di detti volumi un difetto con tensione critica minore di S_1 sarà:

$$P_i = V_i \int g(S) dS$$

Posto che la rottura avvenga quando nel volume V_i sia presente un difetto con tensione critica minore di S_1 e che gli eventi siano indipendenti per tutti i volumi V_i , la probabilità di sopravvivenza del volume V è il prodotto delle sopravvivenze dei singoli volumi V_i

$$P_s = 1 - P_r = \prod_i (1 - P_i)$$

da cui si ottiene infine che :

$$P_r = 1 - \exp \left(- \sum V_i \int g(S) dS \right) = 1 - \exp \left(-Vg(S_1) \right)$$

dove P_s = Probabilità di sopravvivenza del volume V

P_r = Probabilità di rottura del volume V

Nel caso di un ceramico, ponendo $g(S) = (S/S_0)^m$, si nota che in condizioni di tensione multiassiale i problemi sono essenzialmente due:

- determinare i valori di m (modulo di Weibull) e di S_0 ;
- calcolare le probabilità di rottura multiassiale.

Il modulo m è indicativo della dispersione dei risultati e quindi in ultima analisi dell'affidabilità del materiale esaminato. Assumendo valida la legge di distribuzione di Weibull e definendo con q il numero di campioni testati, il modulo m risulta essenzialmente definito dal rapporto tra la resistenza massima S_{max} e la minima S_{min} del gruppo di campioniprovati a flessione [4]:

$$m = \frac{\ln(\ln(q + 1)) - \ln(\ln(q + 1) / q)}{\ln(S_{max} / S_{min})}$$

Limitazioni dell'approccio di Weibull e dei suoi successivi perfezionamenti (Freudenthal e Barnett, postulato delle azioni indipendenti [5]) sono connesse alla difficoltà di correlare efficacemente i diversi modi di apertura della cricca ed il suo modo di propagazione.

I modelli attualmente più utilizzati sono stati sviluppati riconoscendo in modo effettivo i difetti come origine della rottura e tenendo conto sia del tipo di difetti che dei possibili criteri di frattura. A questo proposito si ricordano in particolare i modelli di Batdorf [6] e di Evans [7]

Sono state inoltre sviluppate teorie agli elementi finiti: si accenna qui al codice CARES, sviluppato dalla NASA, che per la predizione del comportamento dei ceramici sottoposti a fatica statica utilizza il modello di Batdorf e la distribuzione cumulativa a 2 parametri di Weibull.

In un ceramico strutturale si distinguono difetti di superficie e difetti di volume: i primi sono rilevabili anche prima della prova di flessione attraverso l'ausilio del microscopio ottico, gli altri sono costituiti da inclusioni e porosità che si vedono solo dopo la frattura.

Il monitoraggio dell'E.A. consente di rilevare le fasi di innesco e di propagazione al valore critico dei difetti, in tempo reale. Tali difetti possono venire successivamente riconosciuti e caratterizzati mediante analisi frattografica al SEM. Dalla correlazione dei risultati della E.A. e della frattografia può essere possibile definire le modalità di innesco della frattura ed avere così informazioni sulla difettosità indotta dai processi di lavorazione.

MATERIALI E METODO

Le prove di flessione a quattro punti sono state eseguite su zirconia stabilizzata col 5% di yttria.

Sono stati portati a rottura trenta diverse provette provenienti da differenti batch e fabbricati dalla TEMAV di Medicina (Bologna) con polveri Tosoh TZ-3YB.

Per le prove meccaniche è stata utilizzata una macchina di trazione universale con cella di carico da 2 kN e relativa gabbietta per prove di flessione a quattro punti.

La velocità di applicazione del carico è stata di 2.5 mm/min in modo da arrivare a rottura in un tempo massimo pari a 15 secondi. L'esigenza di avere tempi di rottura così bassi è dovuta alla necessità di impedire la propagazione delle cricche secondarie.

L'acquisizione dei segnali di E.A. è stata effettuata per mezzo della LOCAN-AT della PAC.

Due sensori sono stati messi a contatto con le provette attraverso guide d'onda flessibili.

Altri due sensori uguali ai precedenti sono stati posti di guardia sulla gabbietta di flessione, onde evitare di acquisire i segnali provenienti dal rumore di fondo della macchina per prove meccaniche.

Va notato che le dimensioni delle provette (mm 40x6x4) rispondevano ad una specifica di fabbricazione che non prevedeva l'uso dell'E.A. come controllo non distruttivo e non era possibile trovare una soluzione alternativa alle suddette guide d'onda per il posizionamento dei sensori sul provino stesso.

La scelta del set-up di E.A., come del resto l'insieme delle sperimentazioni effettuate, era orientata al riconoscimento dei soli fenomeni di danneggiamento connessi alla propagazione primaria della cricca, onde rilevare la capacità di questa tecnica di monitoraggio di isolare le difettosità che portano al collasso di questo materiale.

In questa prospettiva sono stati scelti dei tempi di definizione del segnale PDT (Peak Definition Time), HDT (Hit Definition Time) ed HLT (Hit Lockout Time) rispettivamente di 500, 2000 e 2000 μ s, molto più grandi dei valori teorici.

Questo è stato fatto allo scopo di tener conto delle distanze percorse dal segnale di Emissione Acustica all'interno delle guide d'onda rispetto alla dimensione stessa dei provini e quindi dell'eventuale attenuazione del segnale stesso.

E' stata perciò scelta una soglia di ingresso dei segnali fluttuante a 40 dB, che permettesse (v. fig. 1) di filtrare ulteriormente i segnali estranei a carattere continuo trasportati dalle guide d'onda.

Per l'analisi frattografica si è utilizzato un microscopio elettronico a scansione.

RISULTATI

Le prove di flessione con monitoraggio di E.A. sono state condotte in tempi molto brevi, di conseguenza non si hanno eventi di E.A. precoci, cioè per carichi applicati bassi, ma nella totalità dei casi per sollecitazioni pari ad almeno il 90% del carico di rottura.

La deformazione che accompagna la rottura fragile è molto piccola, al massimo 5 μ m: una deformazione così ridotta non può generare fenomeni di assestamento del danno.

La presenza in tutte le prove di eventi di E.A. al limite della saturazione (100 dB) (fig. 2) indica appunto come la rottura sia stata di tipo fragile.

Si può osservare in ogni caso come non vi sia un comportamento unico da parte dei provini sottoposti a flessione e come questi diversi comportamenti diano luogo non soltanto a valori del MOR diversi, ma anche diversi risultati dal punto di vista dell'E.A.

Il MOR si mantiene, in più dell'80% dei casi osservati, all'interno dell'intervallo 600-900 MPa e l'energia cumulativa di Emissione Acustica si aggira sulle 10^5 unità con variazioni per lo più non eccedenti il $\pm 50\%$. Questa energia si sviluppa di solito in non più di una decina di eventi dei quali uno o al massimo due ne assorbono circa il 90%.

Non si può tuttavia osservare una correlazione ben precisa tra valori del MOR ed energia cumulativa, il che comunque non sorprende se si pensa che all'interno del materiale possono intervenire fenomeni tali da far sì che vi sia un effettivo incremento di energia senza che si abbia un sostanziale incremento della resistenza meccanica.

E' difficile in ogni caso correlare i diversi valori delle due grandezze con la presenza all'interno del provino di difetti più o meno gravi.

Un parametro che dà valori su intervalli più ristretti è il numero di conteggi dell'evento massimo; i risultati di tale conteggio sono infatti tutti compresi tra i 2000 ed i 3900 (fig. 3), ma la correlazione con il MOR non risulta migliore.

Una caratteristica importante è la lunghissima durata dei segnali di EA, almeno di quelli (uno o due per prova) connessi con la propagazione della cricca principale : si rilevano durate di circa $10^5 \mu s$, con tempi di salita di più di $10^3 \mu s$ (fig. 4). A questo proposito si pensi che il collasso finale di una struttura complessa in composito come ad esempio una bombola, non genera eventi di durata superiore a $2 \cdot 10^4 \mu s$, con un tempo di salita che supera raramente i $1000 \mu s$.

Questi valori perlomeno insoliti in prove di E.A., concorrono a far pensare che la cricca, una volta immagazzinata una sufficiente energia, si propaghi in modo continuo e conglobi in sé le preesistenti difettosità del pezzo.

In ogni caso si può notare come nella maggioranza dei casi i difetti critici sono difetti di volume (foto 1) e raramente difetti superficiali, a cui comunque si associano sempre difetti di volume subsuperficiali (foto 2).

CONCLUSIONI

La scelta di utilizzare l'E.A. come metodo da affiancare all'indagine frattografica e alla prova di flessione ha permesso di acquisire ulteriori informazioni sul processo finale di rottura dei provini di zirconia.

Lo studio dell'influenza delle proprietà meccaniche e dei fenomeni che intervengono all'interno del provino sui parametri di emissione acustica è ben lungi dall'essere esaurito. Appare evidente infatti come il comportamento del materiale non possa imputarsi alla sola presenza di difetti critici al suo interno ma anche a fenomeni che intervengono man mano che il materiale collassa. Risultano estremamente critici i difetti superficiali e quindi indotti dalle lavorazioni seguenti la formatura. Si rileva comunque come questo tipo di difetto non sia tra i più diffusi. Agli effetti dell'E.A. inoltre la presenza contemporanea di tipi di difettosità diverse influenza i risultati finali, tanto che provini che sono arrivati a rottura con innesco superficiale della cricca, possono fornire valori dell'energia cumulativa in contrasto col basso valore del MOR ottenuto. Questo comportamento fa supporre che il modo in cui procede la frattura all'interno del materiale abbia un peso rilevante sui valori delle grandezze misurabili attraverso l'E.A. In ogni caso tali fenomeni, il cui studio merita sicuramente ulteriori approfondimenti, non sarebbero stati evidenziati senza l'ausilio dell'E.A., che istante per istante permette di conoscere l'evoluzione dello stato del materiale sottoposto a sforzo. Tutto ciò conferma la grande versatilità dell'E.A., che pur essendo stata concepita per prove di lunga durata, si dimostra un valido strumento anche nell'analisi del collasso finale di un materiale.

BIBLIOGRAFIA

- [1] Evans A.G.: "Toughening mechanism in zirconia alloys"
in "Fracture in ceramic materials", Noyes Publications, 1984, pp 189-197;

- [2] Weibull ,W. :**"A statistical theory of the strength of material"**
Ingeniors Vetenskap Akademien Handlingar n. 151 (1939);
- [3] S.N.Patankar :**"Weibull distribution as applied to ceramic fibres"**
J.Mater.Sci.Lett.10 (1991) pp. 1176-1181;
- [4] Kendall K. et al.: **"Weibull modulus of toughened ceramics"**
in **"Engineering Ceramics"**, Elsevier Science Publishing,1989, pp 189-197;
- [5] Barnett R.L. et al.:**"Fracture of brittle material under transient,mechanical and thermal loading"**
US Air Force Flight Dynamic Laboratory, AFFDL-TR-66-220 (1967);
- [6] Batdorf S.B., J.G.Crose:**"A statistical theory for fracture of brittle structure subjected to non-uniform poliaxial stresses"**
J.Appl.Mech. vol. 41 n.2,giugno 1974,pp 459-464;
- [7] Evans A.G.: **"Aspects of the reliability of ceramics for engine applications"**
in **"Fracture in ceramics materials"**, Noyes Publications, 1984, pp 364-402;
- [8] Mitchell J.R. et al.: **"The devenlopment of standard testing procedure to yield an Acoustic Emission versus strain curve"**
Atti da AECM 4 Seattle, 27-31 luglio 1992, pp 209-228.

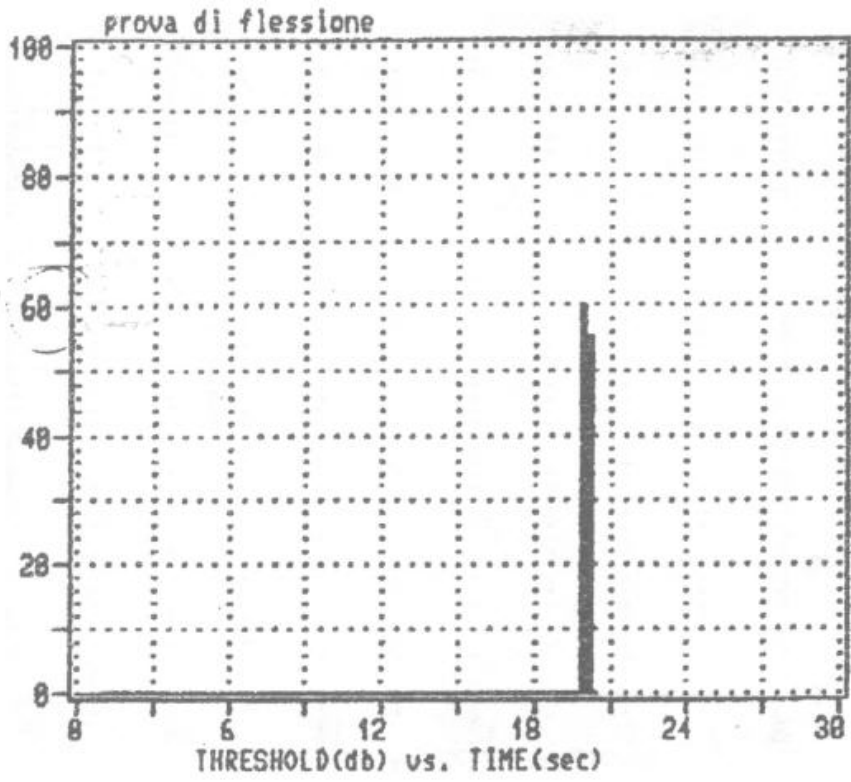


FIG. 1

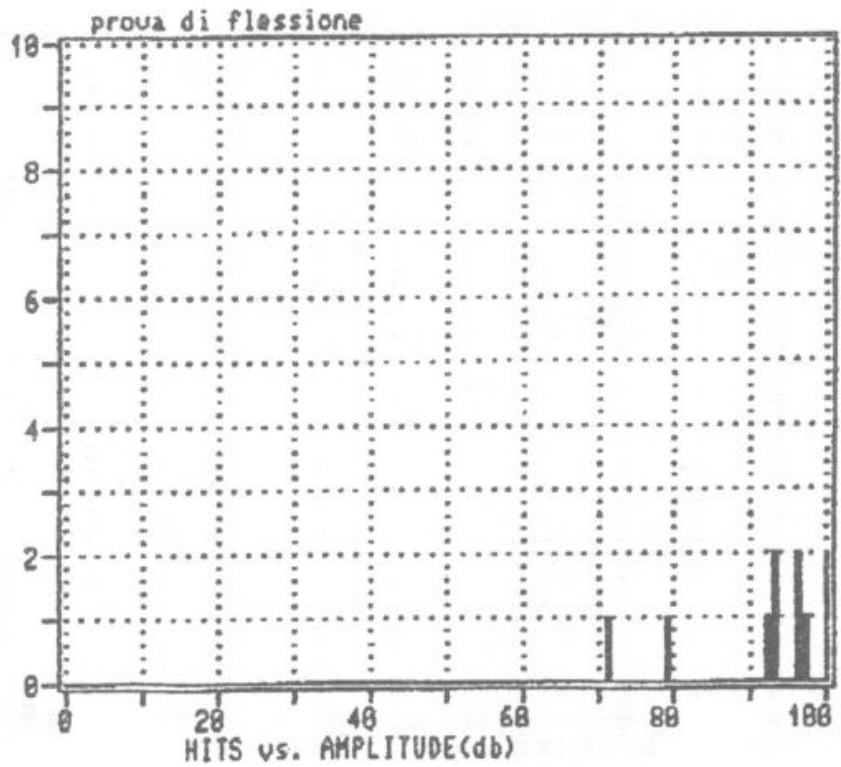


FIG. 2

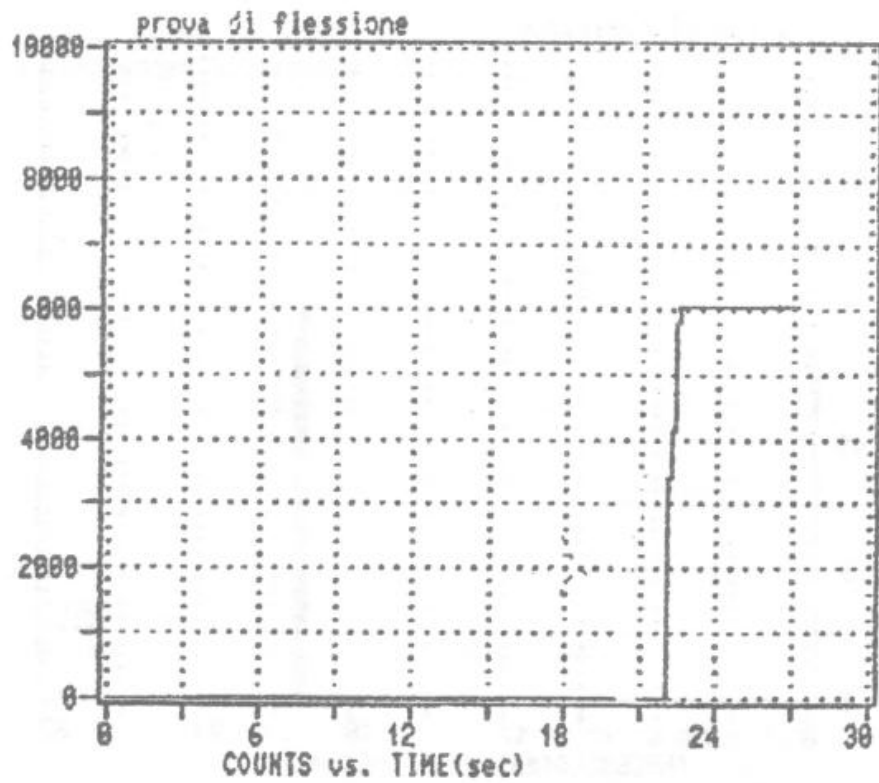


FIG. 3

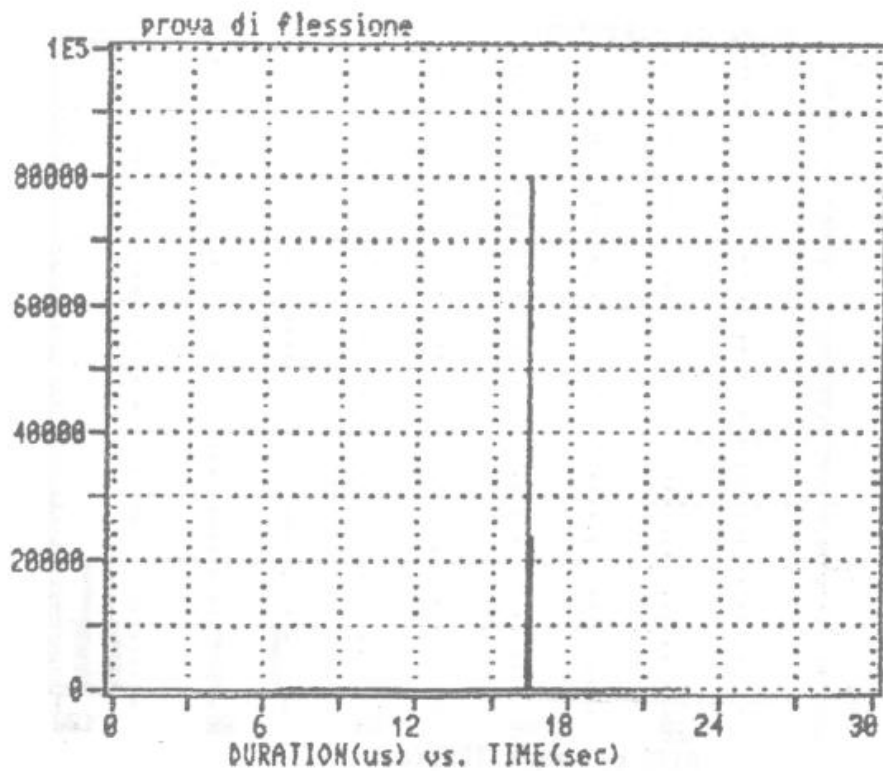


FIG. 4

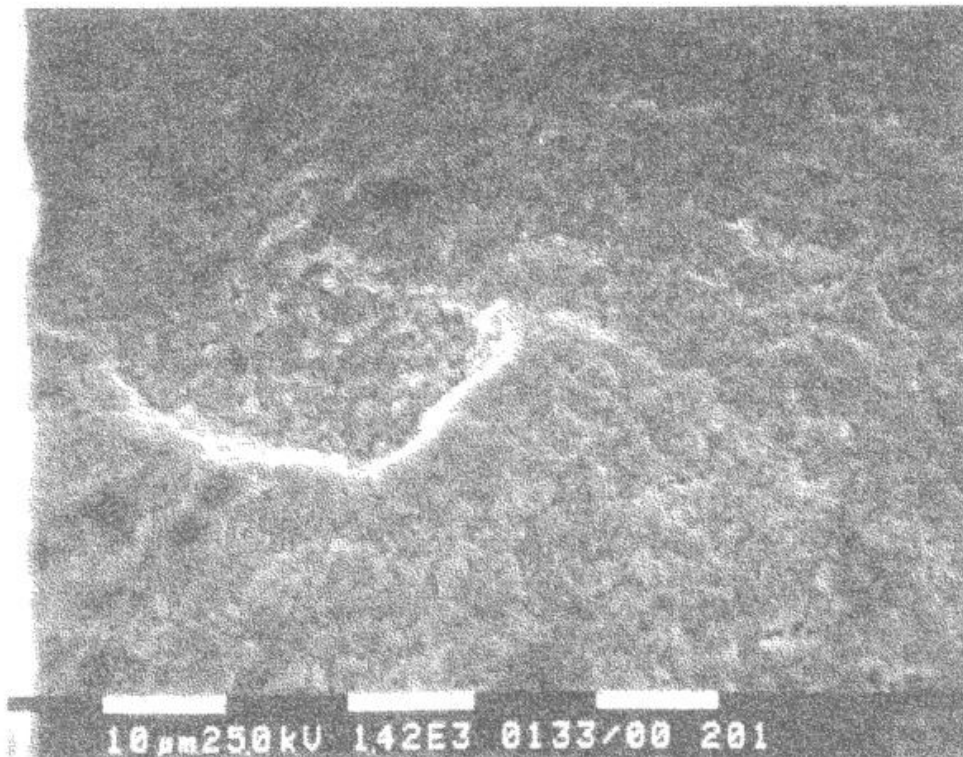


FOTO N° 1



FOTO N° 2