

## MORFOLOGIA MICROSTRUTTURALE E TENACITÀ A FRATTURA NELL' ALLUMINA POLICRISTALLINA

G. NICOLETTO<sup>^</sup>, A. TUCCI\*, L. ESPOSITO\*

(<sup>^</sup>) Dip. Ingegneria Industriale - Università di Parma  
Viale delle Scienze - 43100 Parma

(\*) Centro Ceramico  
Via Martelli, 26 - 40138 Bologna

### SOMMARIO

In questo lavoro si è studiata la dipendenza della tenacità a frattura dalla morfologia microstrutturale dei materiali ceramici. Vengono presentati dei nuovi risultati sulla risposta a frattura di alcune allumine policristalline ottenuti in condizioni sperimentali controllate assieme ad una caratterizzazione della loro microstruttura. Si riportano i risultati di un esame dei meccanismi di propagazione delle fessure e si individuano possibili fattori di tenacizzazione.

### INTRODUZIONE

E' noto che è possibile migliorare le proprietà meccaniche di materiali ceramici, ed in particolare il loro comportamento a frattura, intervenendo sulla microstruttura. Sebbene siano le variabili che caratterizzano la microstruttura di un ceramico monolitico, la dimensione del grano è quella sicuramente più intuitiva e più semplice da controllare durante la fabbricazione. Ad esempio in [1], si è osservato che la resistenza a rottura dell'allumina diminuisce all'aumentare della dimensione del grano. Questo fenomeno è stato giustificato in base alla considerazione che il difetto intrinseco critico che controlla la resistenza ha dimensioni correlate a quelle del grano poichè dipende dal processo di fabbricazione e dalle successive lavorazioni meccaniche. Ipotizzando una tenacità a frattura costante specifica del materiale si ottiene così un legame teorico tra la resistenza a rottura e l'inverso della radice della dimensione del grano. Questa impostazione ha dato luogo ad un buon accordo con osservazioni sperimentali nel caso di dimensioni del grano superiori ai 20  $\mu\text{m}$ . Per dimensioni inferiori, che sono però quelle di maggiore interesse applicativo, la dipendenza della resistenza a rottura dalla dimensione del grano è assai meno evidente e marcata.

Le osservazioni precedenti hanno motivato l'interesse per lo studio della tenacità a frattura quale proprietà fondamentale del materiale ceramico. Sono così emersi ulteriori aspetti relativi alla interazione microstruttura/proprietà meccaniche la cui interpretazione è significativa per lo sviluppo di una progettazione microstrutturale dei ceramici di impiego strutturale.

Il primo di questi aspetti, evidenziato da alcuni autori in base a dati nell'allumina, riguarda l'incremento di tenacità a frattura all'aumentare della lunghezza della fessura, [2,3], in particolare a passare da microfessure a fessure relativamente lunghe. Ne è stata proposta l'interpretazione in analogia alla curva R dei materiali duttili ed in [4], sulla base di prove di flessione di barrette d'allumina contenenti microcricche ottenute per indentazione Vickers si è concluso che la meccanica della frattura elastico lineare non è in grado di interpretare l'effetto di microcricche con dimensioni comparabili alla microstruttura perchè non si verificano i requisiti teorici alla base della formulazione del  $K_{IC}$ . Il secondo aspetto, riscontrato in esperienze condotte con barre precriccate contenenti fessure di dimensioni sostanzialmente costanti e tali da ricadere all'interno dei limiti di applicabilità della meccanica della frattura lineare elastica, riguarda l'incremento di tenacità a frattura all'aumentare della dimensione del grano, [5,6].

In questo lavoro si intende approfondire l'analisi di una dipendenza della tenacità a frattura dalla morfologia microstrutturale. Si presentano quindi dei nuovi risultati sulla risposta a frattura di alcune allumine policristalline accompagnati da osservazioni della microstruttura e dei meccanismi di propagazione.

## PROCEDURA SPERIMENTALE

**Materiali** I materiali esaminati in questo lavoro sono tre allumine policristalline commerciali (nel seguito individuate con AL23, SX e VX). Le rispettive composizioni chimiche sono riportate in Tabella 1 con densità e durezza

Tab. 1

Materiali	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	Densità (g/cm <sup>2</sup> )	Durezza HV <sub>5</sub> (GPa)
AL23	99.6	3.77	16.5
SX	99.5	3.90	14.9
VX	99.9	3.96	19.2

Dell'allumina AL23 si sono esaminati tre lotti (A, B e C) con l'obiettivo di evidenziare oltre alla dispersione caratteristica del comportamento meccanico del materiale anche una eventuale dispersione associata al lotto di fabbricazione.

**Morfologie microstrutturali** La morfologia della microstruttura dei diversi materiali è stata ricavata utilizzando una tecnica di attacco termico ed una acquisizione ed elaborazione d'immagine assistita da un personal computer. I campioni di allumina sono stati inglobati in una resina e successivamente lucidati a specchio con dischi abrasivi a grana diversa con una lappatrice automatica. Dopo estrazione dalla resina i campioni sono stati attaccati termicamente ad una temperatura di 1400°C per due ore

per evidenziare i bordi grano. Le micrografie sono state digitalizzate con uno scanner HP ScanJet IIc/ADF. Si è stato utilizzato il software Graftek Optilab (ver. 2.1) per elaborare le immagini digitalizzate binarizzandole per contare grani e misurarne automaticamente i diversi parametri geometrici. Per ogni grano si determina l'area ed altre quantità morfologiche quali dimensione minima, dimensione massima, fattore di forma ecc. Quale esempio, in Fig. 1a viene presentata una micrografia ottica della superficie attaccata termicamente di una delle allumine prese in esame mentre in Fig. 1b riprodotta la stessa immagine digitalizzata. Siccome le allumine presentavano grani tondeggianti si è utilizzato il diametro del cerchio di area equivalente all'area del grano quale caratteristica dimensionale della microstruttura, [7]. Le elaborazioni sono state effettuate da una base di almeno centocinquanta grani per ogni materiale.

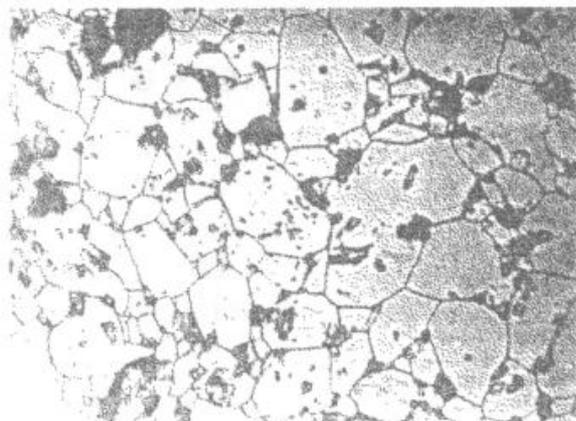


Fig. 1a - Micrografia ottica

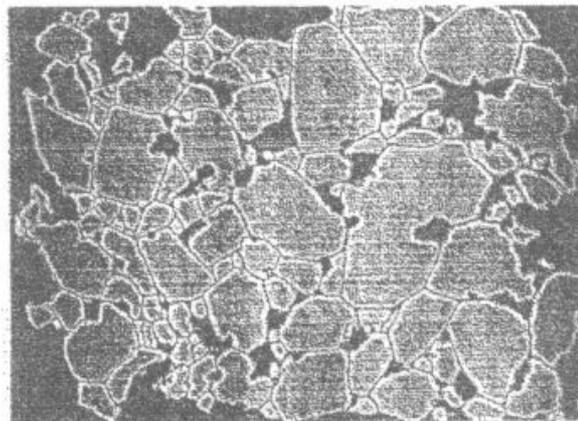


Fig. 1b - Immagine digitalizzata

**Misura della tenacità a frattura.** Il metodo per la determinazione della tenacità a frattura di materiali ceramici è descritto dettagliatamente in [8]: combina una tecnica preliminare di precriccaggio che introduce delle fessure naturali passanti nello spessore ed una successiva prova di rottura per flessione simmetrica di barrette prismatiche (sezioni  $4 \times 3 \text{ mm}^2$  o  $3.7 \times 3.7 \text{ mm}^2$ ; lunghezza della barra 50mm). Le barrette in numero statisticamente significativo sono state estratte per lavorazione meccanica da blocchi reperibili commercialmente. Per le prove si è usata una pressa ad azionamento meccanico che ha consentito l'adozione di varie celle di carico e la programmazione della velocità di discesa della traversa: le prove di precriccaggio sono state eseguite con velocità di carico di 0.2 mm/1' e con una cella di carico di 30 kN. Le prove di flessione sono state eseguite con velocità di carico di 0.1 mm/1' e cella di carico di 5 kN. Per determinare la tenacità a frattura oltre al carico di rottura si è impiegata la funzione di calibrazione appropriata alla presente geometria, [1].

## RISULTATI E DISCUSSIONE

**Morfologia microstrutturale.** In Fig. 2 sono riportati gli istogrammi delle dimensioni dei grani di quattro delle cinque allumine di questo studio (le tre AL23 e la SX) che sono caratterizzate da una microstruttura più grossolana. Siccome la VX presenta un grano molto più fine delle altre il relativo istogramma viene presentato separatamente in Fig. 3. Dai diagrammi si nota la notevole dispersione nelle dimensioni dei grani. Si giustificano così le perplessità di alcuni autori, [7], sulla possibilità di definire un

diametro medio significativo per un ceramico. In Tab. 2 è riportata comunque una sintesi delle stime di valor medio del diametro equivalente. La AL23A e AL23C appaiono molto simili tra loro e con una microstruttura più grossolana delle AL23B e SX, che a loro volta si assomigliano. La VX ha invece un grano molto più fine e con una dispersione minore.

Tab. 2

Materiali	Diametro medio ( $\mu\text{m}$ )
AL23A	12.46
AL23B	6.81
AL23C	11.98
SX	6.24
VX	1.72

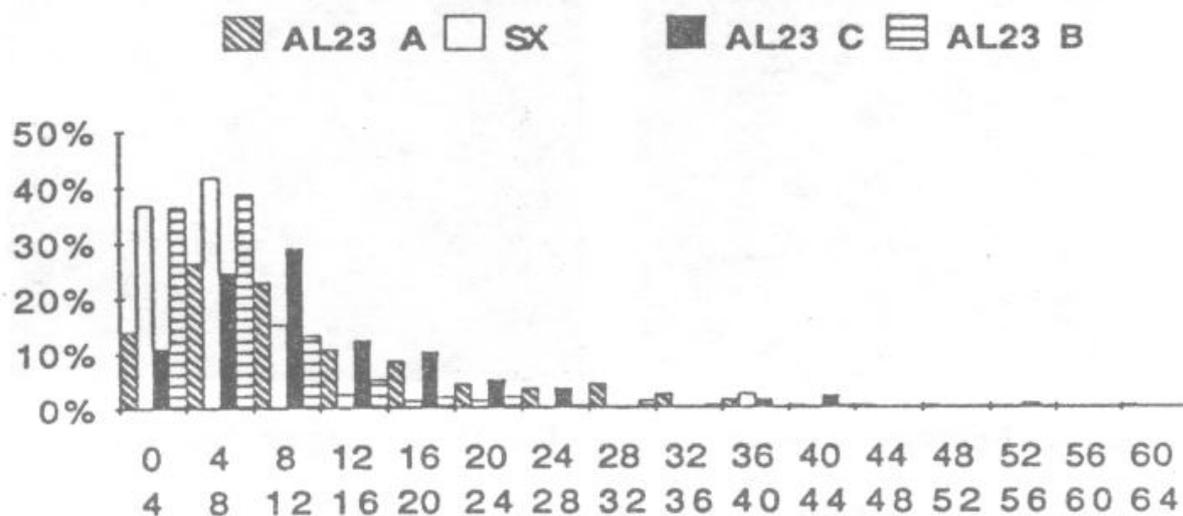


Fig. 2 - Distribuzioni della dimensione del grano nelle AL23 e nella SX

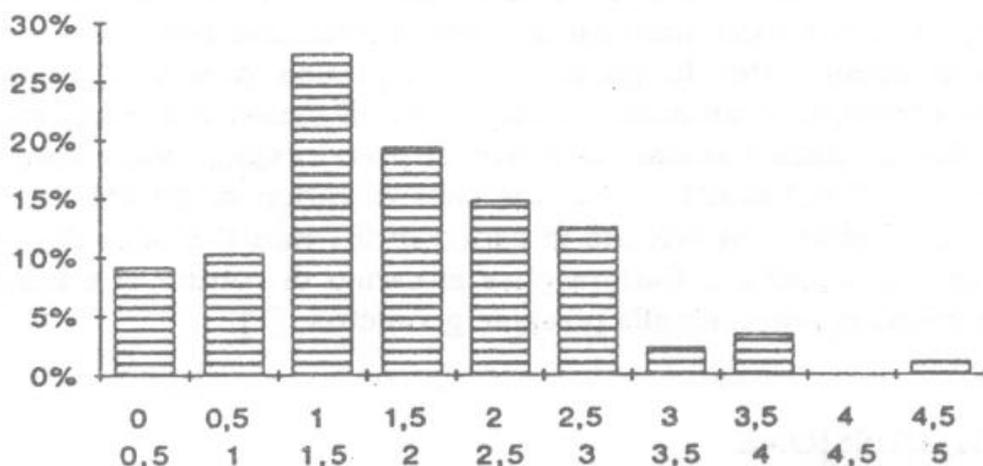


Fig. 3 - Distribuzione della dimensione del grano nella VX

**Tenacità a frattura** Nelle Fig. 4 e 5 sono riportati i risultati delle prove di tenacità a frattura nei diversi materiali presi in esame. Tutti dati i fanno riferimento ad aspetti sperimentali, quali dimensioni dei campioni, dei precriccaggi (nel campo di lunghezza

1.5+2.5 mm), attrezzatura e procedure di carico, inalterate o pressochè costanti. Si è cercato così di isolare l'eventuale influenza della sola microstruttura (e forse dimensione del grano) sulla tenacità a frattura. Siccome il comportamento meccanico dei materiali ceramici, in particolare la resistenza a flessione, è caratterizzato da dispersioni piuttosto elevate in rapporto al valor medio, si utilizzano delle distribuzioni statistiche per rappresentarlo. Tra le distribuzioni più utilizzate vi è quella di Weibull a 2 parametri

$$F = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{K_{IC}}{b}\right)^m\right\}$$

in cui  $F$  è la probabilità cumulativa di rottura e  $b$  ed  $m$  sono rispettivamente i fattori di forma e il modulo della distribuzione determinati per interpolazione dei dati. I valori medi di tenacità a frattura e il modulo di Weibull per le presenti allumine sono riassunti in Tab. 3. Siccome maggiore è il modulo di Weibull minore è la dispersione nei dati, si nota che la AL23C presenta la massima dispersione e la SX la minima dispersione, mentre i valori medi di tenacità a frattura spaziano in un campo assai ampio (da 3 a 6 MPav/m). Questa osservazione chiarisce l'importanza di individuare la relazione tra microstruttura e tenacità a frattura come passo necessario per ottenere delle indicazioni utili nei processi di fabbricazione.

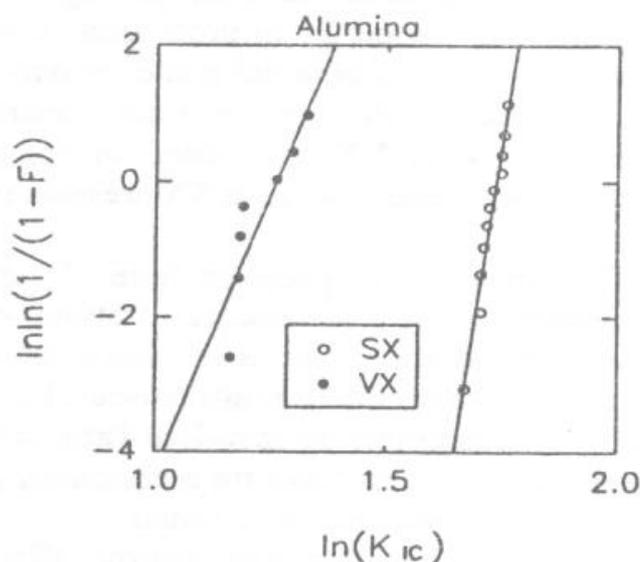
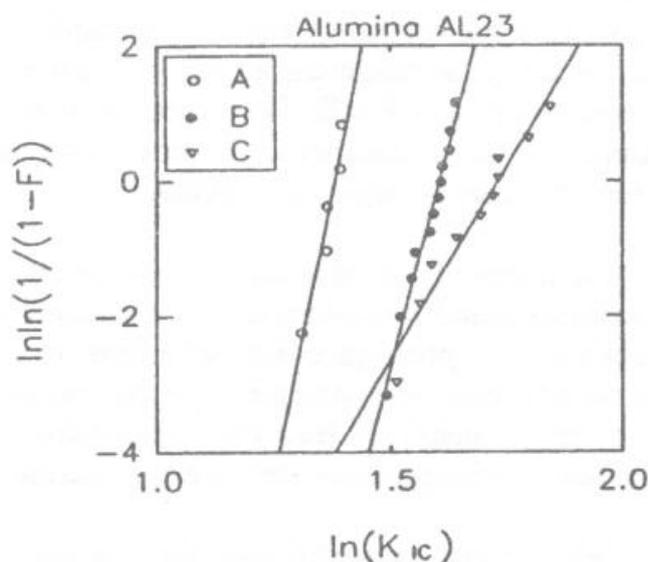


Fig. 4 Distribuzione della tenacità a frattura nelle AL23

Fig. 5 Distribuzione della tenacità a frattura nelle SX e VX

Tab. 3

Materiali	$K_{IC}$ (MPav/m)	$m$
AL23A	3.91	33.0
AL23B	4.88	25.3
AL23C	5.41	11.3
SX	5.71	45.3
VX	3.43	16.4

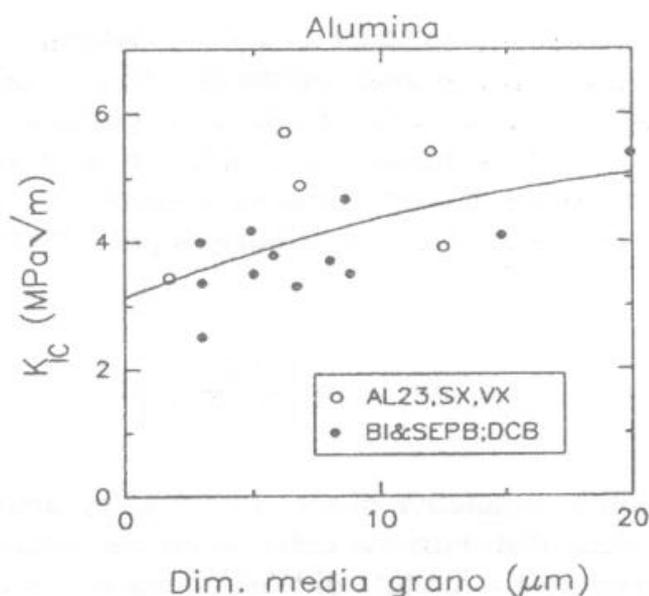


Fig. 6 - Dipendenza della tenacità a frattura dalla dimensione media del grano nelle allumine

In Fig. 6 sono riassunti i risultati di sperimentazioni svolte precedentemente da questi autori assieme ad alcuni dati di letteratura per l'allumina relativi a tenacità a frattura in funzione della dimensione del grano. I dati sono relativi alla stessa tecnica di prova impiegata in questo lavoro (SEPB) o alla tecnica DCB. I pallini vuoti sono i dati relativi alle allumine della presente sperimentazione. Nonostante una certa dispersione dovuta alle tecnologie di produzione e alla già discussa difficoltà nella definizione di una dimensione media del grano, si può osservare che la tendenza ad un incremento della tenacità a frattura con la dimensione media del grano è effettivamente presente. Le AL23 e la VX presentano in comportamento sostanzialmente in linea con le tendenze generali mentre la SX presenta una tenacità particolarmente elevata.

**Meccanismi di propagazione** I dati sperimentali evidenziano un effetto microstrutturale sulla tenacità a frattura; si riportano quindi i risultati di una indagine al microscopio elettronico a scansione dei meccanismi di propagazione delle fessure in questi materiali. Infatti si attribuisce ad una microstruttura una caratteristica favorevole alla tenacizzazione se favorisce l'attivazione di meccanismi di frattura che dissipano energia. Si riconoscono tre meccanismi principali di dissipazione dell'energia durante una propagazione in un ceramico:

- microcricatura diffusa attorno all'apice della cricca: assorbe energia perchè si creano nuove superfici di frattura, ma può favorire una propagazione per coalescenza di microcricche con la cricca principale
- deflessione della cricca lungo un bordo grano: crea una sollecitazione di modo misto con una riduzione delle sollecitazioni effettive all'apice ed un incremento di tenacità. Nella propagazione intergranulare, si ha un percorso tortuoso della cricca con l'aumento d'area della superficie di frattura.
- ingranamento delle superfici della fessura in corrispondenza di grani grossi: dei grani di elevate dimensioni sono incastonati in entrambe le superfici di frattura per cui viene richiesta dell'energia aggiuntiva per realizzare un completo sganciamento. Questa energia viene dissipata per attrito.

Il primo meccanismo non è stato osservato nei materiali esaminati anche perchè non è tipico dell'allumina. La propagazione delle cricche in tutte le presenti allumine è avvenuta prevalentemente in modo intergranulare, quindi attivando i due meccanismi di deflessione e di ingranamento, anche se in misura e con effetto diverso caso per caso. L'allumina VX, che è caratterizzata dal grano più fine, presenta leggere deviazioni della cricca apprezzabili solo sotto forte ingrandimento, cfr. Fig. 7. Le altre allumine (SX e AL23) presentano marcate deflessioni in corrispondenza di bordi grano, cfr. Fig. 8, anche se talvolta, in presenza di grani molto grossi, la frattura diventa transgranulare, Fig. 8. La percentuale di grani fratturati è maggiore nell'AL23 rispetto alla SX. A ciò può forse essere attribuita la maggior tenacità di quest'ultima allumina.

## CONCLUSIONI

In questo lavoro si è esaminata la dipendenza della tenacità a frattura dalla morfologia microstrutturale. Si sono presentati dei nuovi risultati sulla risposta a frattura di alcune allumina policristalline assieme ad osservazioni della microstruttura e dei meccanismi di propagazione.

Tra le principali considerazioni di questo studio vi sono:

- le dimensioni dei grani sono fortemente disperse
- all'aumentare della dimensione media del grano aumenta la tenacità a frattura: a parità di condizioni sperimentali varia tra  $3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  e  $6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
- la propagazione delle fessure è intergranulare: si innescano meccanismi di deflessione ed ingranamento delle superfici che producono un effetto tenacizzante influenzato anche dalla dimensione del grano

## RINGRAZIAMENTI

G.N. ringrazia il MURST per il parziale finanziamento con fondi 40%

## BIBLIOGRAFIA

- [1] R.M. Spriggs, T. Vasilos, "Effect of grain size on transverse bend strength of alumina and magnesia", *J. Am. Ceram. Soc.*, 46, 1963, pp.224-28
- [2] P. Chantikul, S.J. Bennison, B.R. Lawn, " Role of the grain size in the strength and R-curve properties of alumina", *J. Am. Ceram. Soc.*, 73, 1990, pp.2419-27
- [3] G. Vekinis, P.W.R. Beaumont, M.F. Ashby, " R-curve behavior of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ceramics", *Acta Met.*, 38, 1990, pp.1151-62
- [4] G. Nicoletto, L. Esposito, M. Leccese, "Criteri di frattura per materiali ceramici basati su parametri locali", *Atti XXIII Convegno Naz. Ass. Ital. Analisi Sollecitazioni*, Forlì, 1993, in stampa
- [5] R.W. Rice, S.W. Freiman, P.F. Becher, "Grain-size dependence of fracture energy in ceramics: I, Experiments", *J. Am. Ceram. Soc.*, 64, 1981, pp.345-50
- [6] R.F. Cook, B.R. Lawn, C.J. Fairbanks, "Microstructure-strength properties in ceramics: I, effects of grain size on toughness", *J. Am. Ceram. Soc.*, 68, 1985, pp.604-15

- [7] R. Chinn, "Grain sizes of ceramics by automatic image analysis", J. Am. Ceram. Soc., 77, 1994, pp.589-92
- [8] G. Nicoletto, L. Esposito, "Fracture toughness of ceramic materials by the precracked bend bar and indentation methods", Atti XIX Conv. Naz. Ass. Ital. Analisi Sollecitazioni sulla Meccanica dei Materiali Innovativi, ETS, Pisa, 1991, pp.409-22

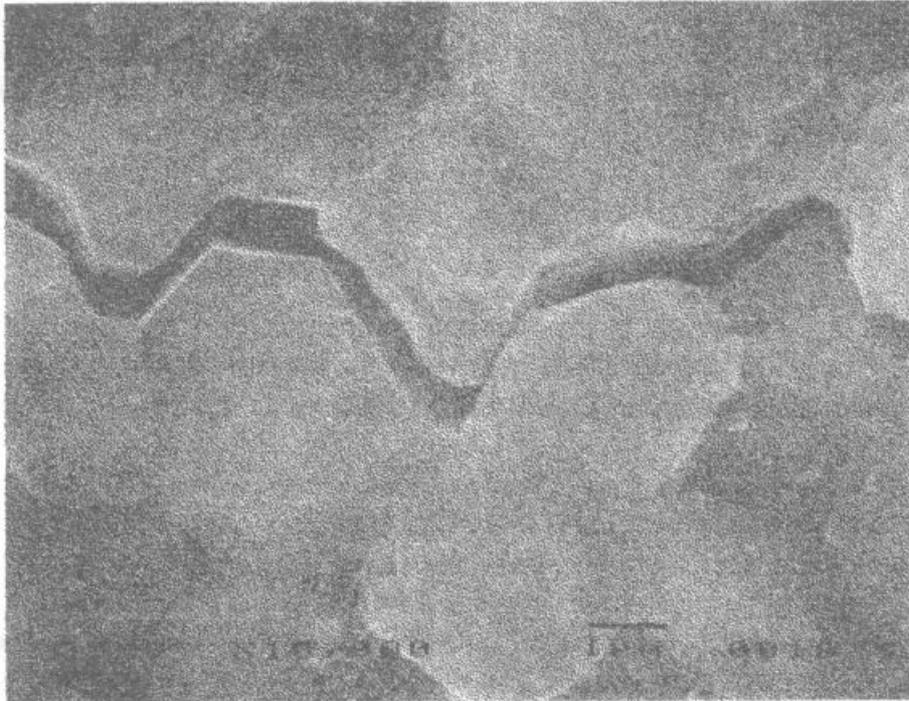


Fig. 7 - Frattura intergranulare nella VX

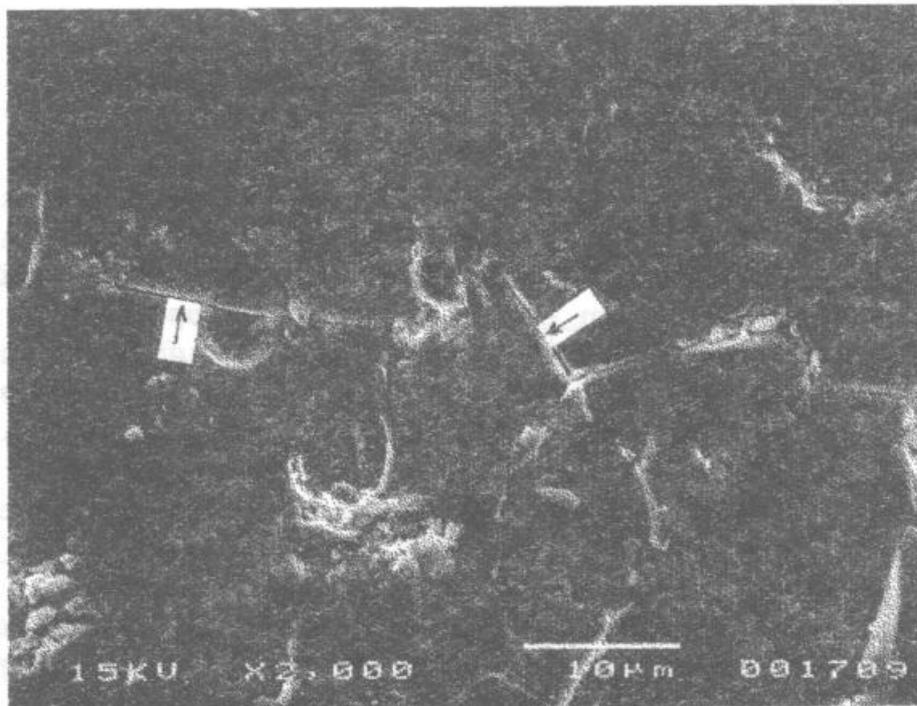


Fig. 8 - Frattura intergranulare (a) e transgranulare (b) nella AL23