

# TENACITÀ A FRATTURA DI ALLUMINA A 25°C E 800°C

Elena Trentini, Paolo Pancheri e Vincenzo M. Sglavo

*Dipartimento di Ingegneria dei Materiali, Università di Trento  
Via Mesiano 77 - 38050 Trento*

**SOMMARIO:** La tenacità a frattura di vari tipi di allumina (con diverso grado di purezza e quantità di fase vetrosa) è stata misurata a 25°C e a 800°C mediante due diverse tecniche sperimentali. In un primo caso sono stati prodotti difetti controllati mediante indentazione Vickers. I campioni sono stati poi sottoposti a prove di flessione in quattro punti e il  $K_{Ic}$  è stato calcolato sulla base dello sforzo massimo applicato e della dimensione dei difetti accresciutisi in modo stabile durante la prova. In un secondo caso sono stati introdotti difetti passanti di lunghezza variabile sottoponendo a prove di flessione in tre punti un sandwich composto da una barretta di allumina opportunamente intagliata inserita tra due piastre di acciaio. In questo caso la tenacità a frattura è stata misurata dal carico di rottura registrato in successive prove di flessione in quattro punti, e dalla dimensione del difetto introdotto. L'andamento di  $K_{Ic}$  al variare del tipo di allumina e al variare della temperatura di prova è stato correlato con la microstruttura del materiale.

**PAROLE CHIAVE:** allumina, tenacità a frattura, microstruttura, indentazione

## INTRODUZIONE

La tenacità a frattura è un parametro fondamentale nella scelta di un materiale ceramico. Le varie metodologie per misurare  $K_{Ic}$  forniscono però valori discordanti. In particolare, è evidente la discrepanza dei risultati relativi a difetti lunghi e corti (Steinbrech e Schmenckel, 1988; Bleise e Steinbrech, 1994). Inoltre non sempre sono noti tutti gli aspetti dell'utilizzo di tali metodologie ad alta temperatura. Di recente sono state proposte due tecniche di semplice applicazione e che non fanno riferimento a parametri definiti a priori. La prima è basata sulla tecnica dell'indentazione (Sglavo e Dal Maschio, 1996; Sglavo e Pancheri, 1997), la seconda a riferimento a campioni nei quali viene ottenuto un difetto lungo e acuto attraverso una metodologia di sandwich (Pancheri *et al.*, 1997). In questo lavoro le due tecniche sono state applicate a tre diverse allumine, in modo da poter confrontare i risultati forniti dalle due metodologie e per capire l'influenza della microstruttura del materiale su  $K_{Ic}$ .

## PROCEDURA SPERIMENTALE

In questo lavoro sono stati considerati tre tipi di allumina, differenti per grado di purezza e per dimensione media dei grani cristallini. Le caratteristiche dei tre materiali sono riportate nella Tabella 1. L'allumina A1 è stata prodotta in laboratorio, sinterizzando i campioni pressati a freddo per 15 minuti, a 1900°C. I materiali A2 e A3 sono di tipo commerciale. In questi ultimi le impurezze sono concentrate sotto forma di fase vetrosa al bordo grano. Per le prove sono stati utilizzati campioni normalizzati di dimensione 4 mm x 3 mm x 45 mm. Le facce sono state lucidate con pasta diamantata di granulometria decrescente fino a 1µm. Per caratterizzare i materiali dal punto di vista meccanico sono state effettuate misure di durezza Vickers (H) con un carico di 98 N e di modulo elastico

(E) tramite prove di flessione in quattro punti. La tenacità a frattura è stata misurata sia tramite flessione di

Tabella 1: caratteristiche dei materiali

materiale	codice	dimensione media dei grani ( $\mu\text{m}$ )	composizione
allumina traslucida	A1	5	99.9% $\text{Al}_2\text{O}_3$
AF997, Desmarquest, Francia	A2	16	99.7% $\text{Al}_2\text{O}_3$
ALUBIT 90, Industrie Bitossi, Italia	A3	5	90% $\text{Al}_2\text{O}_3$ + $\text{SiO}_2$ , CaO e MgO

campioni indentati sia con prove di rottura per flessione di campioni contenenti cricche passanti secondo le metodologie proposte rispettivamente da Sgalvo e Dal Maschio, 1996, e da Pancheri *et al.* (Pancheri *et al.*, 1997). Nel caso in cui si introducono cricche passanti può essere evidenziata, eventualmente, la presenza di meccanismi di tenacizzazione all'interno del materiale, quali il grain bridging, vista la possibilità di ottenere difetti di lunghezza variabile. I difetti di tale tipo sono stati ottenuti intagliando i campioni e successivamente allungando l'intaglio per renderlo acuto dopo aver posto il campione in flessione tra due barrette d'acciaio. Il campione così criccato viene sottoposto a una prova di flessione in quattro punti e la tenacità è calcolata in funzione del carico di rottura P secondo la relazione (Pancheri *et al.*, 1997; Nose e Fujii, 1988):

$$K_{Ic} = \alpha P / t w^2 f(a/w) \quad (1)$$

dove t e w sono rispettivamente lo spessore e la larghezza del campione, a è la dimensione della cricca e  $\alpha$  è un coefficiente che tiene conto della geometria del sistema (tipo di flessione, span). Nel caso delle cricche da indentazione, invece, i difetti sono da considerarsi corti, a causa della presenza di un campo di sforzo residuo, che impedisce il mantenimento dei bridge a monte del difetto. Quindi per i materiali tenacizzanti, che presentano cioè curva R, questo secondo metodo fornirà valori di  $K_{Ic}$  mediamente più bassi. Nel caso della tecnica basata sull'indentazione la tenacità a frattura rientra nella relazione:

$$A = B K_{Ic} - \chi \quad (2)$$

dove  $A = \psi \sigma c^2 / P$  e  $B = c^{1.5} / P$  (Sgalvo e Pancheri, 1997). I parametri c, P e  $\sigma$  rappresentano rispettivamente la lunghezza della cricca, il carico applicato per realizzare l'indentazione e lo sforzo massimo applicato durante la flessione, mentre  $\chi$  è il fattore che tiene conto dell'entità degli sforzi residui introdotti in fase di indentazione e  $\psi$  rappresenta il fattore di forma legato alla geometria del campione e del difetto. I parametri c, P,  $\sigma$  e  $\psi$  sono tutte grandezze misurabili sperimentalmente o calcolabili.

Riportando in un grafico i valori di A e B corrispondenti alle cricche sollecitate a vari livelli di carico, la tenacità si ottiene dalla pendenza della retta interpolante. L'intercetta fornisce invece il fattore  $\chi$ . Le misure di modulo elastico e di tenacità a frattura sono state realizzate a 25°C e a 800°C.

## RISULTATI E DISCUSSIONE

La superficie dei campioni, opportunamente attaccata per mettere in evidenza il bordo grano, è stata esaminata al microscopio elettronico a scansione in modo da individuare il

Tenacità a frattura di allumina a 25°C e 800°C

tipo di microstruttura. In Figura 1 sono riportate tre immagini corrispondenti ai tre tipi di allumina.

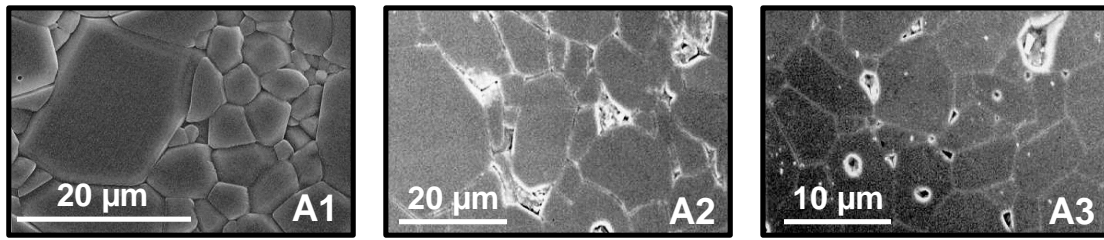


Figura 1: microstruttura dei tre tipi di allumina

Tabella 2: durezza e modulo elastico

	H (GPa)	E (GPa) a 25°C	E (GPa) a 800°C
A1	16.2±0.6	371±13	328±18
A2	12.0±0.4	343±5	303±6
A3	10.4±0.4	247±6	216±14

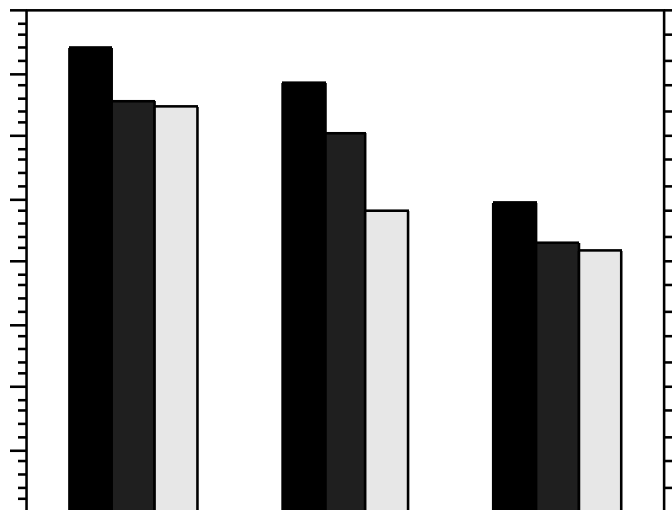


Figura 2: durezza e modulo elastico in funzione della temperatura

La durezza e il modulo elastico dei tre materiali sono riportati nella Tabella 2 e nella Fig. 2. E' interessante osservare l'effetto sulle proprietà meccaniche delle impurità e della dimensione del grano. La presenza di una seconda fase amorfa fa diminuire notevolmente sia il modulo elastico che la durezza. L'effetto è quanto mai marcato ad alta temperatura. Come definito nella descrizione della procedura sperimentale la misura della tenacità è stata realizzata con due metodologie differenti. Per una corretta applicazione del metodo basato sull'indentazione è necessario valutare il fattore  $\psi$ . Si è potuto verificare che la forma della cricca varia da semicircolare a semiellittica al crescere del carico applicato  $\sigma$ . Il fattore di forma invece diminuisce. Nel grafico di Figura 2 è riportato l'andamento di  $\psi$ , calcolato con la procedura proposta da Newman e Raju (Newman e Raju, 1981), in funzione del rapporto  $c/c_0$ , per i tre tipi di allumina, essendo  $c_0$  la dimensione iniziale del difetto.

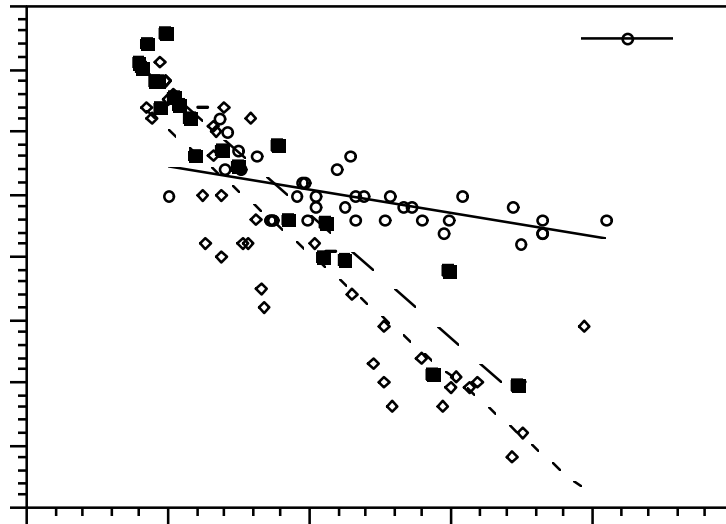


Figura 3: fattore di forma al variare della dimensione della cricca

Nella Figura 3 è riportato il grafico dei valori di A in funzione di B, misurati a temperatura ambiente, per i tre materiali considerati. Va evidenziato l'andamento lineare che conferma la relazione (2). Va ricordato che la possibilità di utilizzare il metodo proposto da Sgalvo *et al.* (Sgalvo e Dal Maschio, 1996; Sgalvo e Pancheri, 1997) è legata alla crescita stabile durante la prova di flessione, che caratterizza i difetti generati mediante indentazione. Ad alta temperatura

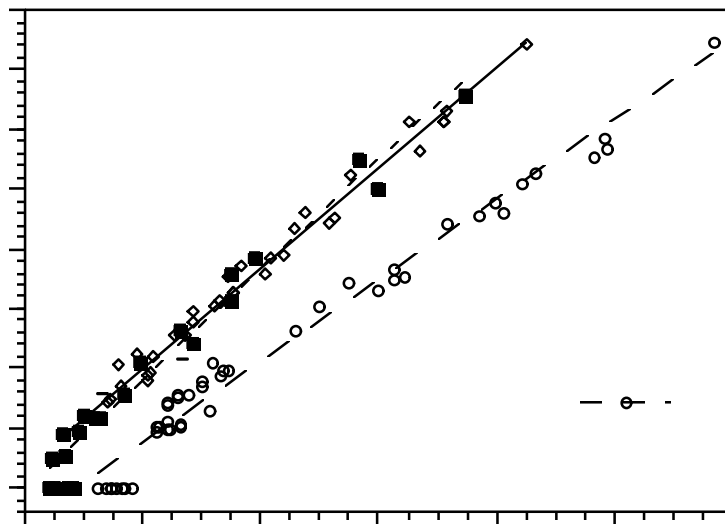


Figura 4: andamento di  $A = \gamma c^2 S / P$  in funzione di  $B = c^{1.5} / P$

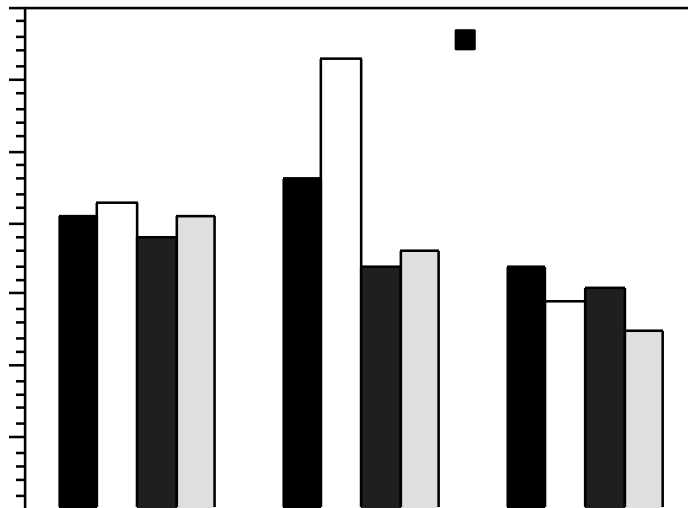
il campo di sforzi dovuto all'indentazione può diminuire fino a diventare nullo. Ciò si verifica parzialmente per i materiali A2 e A3 per cui risulta limitata l'entità della crescita stabile. Questo determina l'impossibilità di ottenere diagrammi come quello di Figura 3. Per poter misurare la tenacità a frattura con campioni indentati si è ricorsi a un trattamento di ricottura al fine di eliminare le tensioni residue per cui la tenacità a frattura è ottenibile tramite l'Eq. (2) ponendo il parametro  $\chi=0$ . I campioni A2 e A3 sono stati trattati rispettivamente a 1200°C e a 1000°C per un tempo di 2 ore.

*Tenacità a frattura di allumina a 25°C e 800°C*

Nella Tabella 3 e nella Figura 5 sono riportati i valori di tenacità ottenuti da campioni indentati (IND) e con cricche passanti (CP) ai due diversi livelli di temperatura.

*Tabella 3:  $K_{Ic}$  (MPa $\sqrt{m}$ )*

		A1	A2	A3
IND	25°C	4.1±0.1	4.6±0.2	3.4±0.1
IND	800°C	3.8±0.1	3.4±0.2	3.1±0.1
CP	25°C	4.3±0.2	4 ÷ 6.3	2.9±0.1
CP	800°C	4.1±0.1	3.6±0.1	2.5±0.2



*Figura 5: tenacità a frattura*

Nel caso dei campioni A1 e A3 sono stati ottenuti valori molto simili applicando le due diverse metodologie. Ciò significa che la tenacità a frattura dei materiali è sostanzialmente la stessa al variare delle dimensioni e della forma del difetto. In entrambi i materiali non è stata osservata quindi alcuna curva R. L'allumina A3 si presenta meno tenace a causa della minor purezza e della presenza a bordo grano di una fase vetrosa fragile pari al 10% circa.

A temperatura ambiente l'allumina A2 pur avendo purezza comparabile con quella A1 risulta poco più tenace. La differenza è dovuta alla diversa dimensione del grano. A causa della grana più grossa la frattura viene maggiormente deflessa dissipando così una certa quantità di energia e aumentando la tenacità. Inoltre i grani più grandi sono causa di tenacizzazione (effetto curva R) per grain bridging, com'è evidenziato dal fatto che i valori di  $K_{Ic}$ , misurati con prove SENB, presentano una marcata crescita da 4 a 6 MPa $\sqrt{m}$  al crescere del difetto da 0.8 a 3 mm.

Ad alta temperatura si osserva in generale un calo della tenacità a frattura, per tutti i tipi di allumina. Per le allumine A1 e A3 il degrado non è particolarmente sensibile. Per quanto riguarda il primo materiale la diminuzione è presumibilmente da correlare con il lieve calo di modulo elastico. Nel caso del materiale A3 è da sottolineare che la presenza della fase vetrosa, se da una parte indebolisce il materiale, a una temperatura sufficientemente elevata permette un certo scorrimento viscoso e deformazione plastica

che probabilmente provocano arrotondamento all'apice della cricca e dissipazione di energia; globalmente l'effetto è di un mantenimento quasi integrale della tenacità a frattura.

Nell'allumina A2, invece, il calo di tenacità è più drastico; infatti  $K_{Ic}$  si riduce del 27% rispetto al valore a temperatura ambiente. Si raggiungono perciò valori simili a quelli mostrati dagli altri due materiali. Inoltre, si perde qualsiasi effetto di curva R. La spiegazione del fenomeno va ricercata nei meccanismi che promuovono il fenomeno di tenacizzazione. Alcuni grani cristallini dietro il fronte di frattura restano in contatto con entrambe le superfici di frattura e grazie all'attrito presente questi e le superfici stesse sono in grado di sostenere carico. Ad alta temperatura la fase amorfa presente, seppur in minima quantità, a bordo grano è sufficientemente fluida da impedire il trasferimento di sforzo a monte dell'apice della cricca.

## CONCLUSIONI

Si è osservato che la tenacità a frattura dei ceramici a base di allumina dipende dalla dimensione del grano, dalla purezza e dalla presenza di fase vetrosa a bordo grano. Dipende anche dalla lunghezza del difetto, qualora siano presenti meccanismi di tenacizzazione.

Le differenze sono rilevabili sia con il metodo basato sull'indentazione che tramite prove su campioni con cricche passanti, anche se questo secondo metodo offre il vantaggio di essere valido anche per i materiali in cui il campo di sforzo introdotto dall'indentazione si annulla ad alta temperatura. Mentre con le prove basate su campioni con cricche passanti può essere evidenziata un'eventuale tenacizzazione, è presumibile che tramite le prove basate sull'indentazione si misuri la tenacità a frattura iniziale, relativa a un difetto di dimensioni minime.

Per quanto riguarda i tre materiali considerati, si è osservato che la presenza di impurezze è negativa per le proprietà meccaniche in generale, anche se, in particolari condizioni, (allumina contenente il 5% di fase vetrosa, a 25°C) una minima quantità di fase vetrosa permette l'instaurarsi del grain bridging. A 800°C si nota ancora una certa dipendenza di  $K_{Ic}$  dalla purezza, mentre non sono più attivi i meccanismi di tenacizzazione per grain bridging quando è presente fase amorfa a bordo grano.

## BIBLIOGRAFIA

Bleise D. e Steinbrech R. W., 1994, "Flat R-Curve from Stable Propagation of Indentation Cracks in Coarse-Grained Alumina", J. Am. Ceram. Soc., Vol.77, No.2, pp.315-322

Newman J. C. Jr. e Raiu I. S., 1981, "An Empirical Stress Intensity Factor for the Surface Crack", Eng. Fract. Mech., Vol 15 [1-2], pp. 185-192

Nose T. e Fujii T., 1988, "Evaluation of Fracture Toughness for Ceramic Materials by a Single-Edge Pre-cracked Beam Method", J. Am. Ceram. Soc., Vol.71, No.5, pp.328-333

Pancheri P., Bosetti P., Sgalvo V. M. e Dal Maschio R., 1997, "Sharp Cracks in Ceramic Materials by Three-Point Bending of Sandwiched Specimens", accettato per la pubblicazione su Eng. Fract. Mech.

Sgalvo V. M. e Dal Maschio R., 1996, "Controlled Indentation-induced Cracks for the Determination of Fracture Toughness in Alumina", Fracture Mechanics of Ceramics, Vol11, pp. 233-243

*Tenacità a frattura di allumina a 25°C e 800°C*

Sglavo V. M. e Pancheri P., 1997, "Crack Decorating Technique for Fracture Toughness Measurement in Alumina", accettato per la pubblicazione su J. Eur. Ceram. Soc.

Sglavo V. M., Melandri C., Guicciardi S., De Portu G. e Dal Maschio R., 1995, "Determination of Fracture Toughness In Fine-Grained Alumina with Glassy Phase by Controlled Indentation-induced Cracks at Room Temperature and High Temperature", Fourth Euro Ceramics, Vol.3, pp.99-106

Steinbrech R. W. e Schmenkel O., 1988, "Crack-Resistance Curves of Surface Cracks in Alumina", J. Am. Ceram. Soc., Vol.71, No.5, pp.C-271-C-273

Xu H. H. K., Ostertag C. e Krause R. F. Jr., 1995, "Effect of Temperature on Toughness Curves in Alumina", J. Am. Ceram. Soc., Vol.78, No.1, pp.260-262