

# NUOVA TECNICA PER LA PRODUZIONE DI DIFETTI ACUTI IN MATERIALI FRAGILI

Elena Trentini, Paolo Bosetti, Michele Ceschini e Vincenzo M. Sglavo

*Dipartimento di Ingegneria dei Materiali, Università degli Studi di Trento*

*via Mesiano, 77 - 38050 Trento*

## Sommario

In questo lavoro viene descritta una nuova metodologia per introdurre difetti acuti in campioni di materiale fragile. Per propagare la cricca acuta un *sandwich* costituito dal campione intagliato e da due barre di diverso materiale, viene sottoposto a flessione in tre punti. L'andamento del fattore di intensità degli sforzi in funzione della lunghezza del difetto è tale per cui risulta possibile accrescere la cricca in modo stabile e controllato, entro un certo intervallo di lunghezze. I difetti ottenibili con questa metodologia sono ideali per la misura della tenacità a frattura: hanno geometria ben definita e sono facilmente misurabili, non sono associati a campi di sforzo residuo e, soprattutto, possono essere ottenuti con diversa dimensione, permettendo di valutare la presenza di un eventuale effetto curva R.

## Abstract

*A new methodology to introduce sharp through-thickness defects in brittle materials is described in this work. A sandwich, composed by the notched specimen and two bars of different material is loaded in three-point-bending. The stress intensity factor, varies with crack length in such a way that stable growth of the defect is possible. The defects obtained with this technique are ideal to measure the fracture toughness: they are geometrically defined and easily measurable; in addition they are not associated to residual stress field. Cracks of different length can also be produced, allowing the evaluation of possible R-curve effect.*

## 1. Introduzione

La determinazione del fattore critico di intensità degli sforzi o, più comunemente, della tenacità a frattura,  $K_{Ic}$ , è di fondamentale importanza nell'analisi delle prestazioni meccaniche dei materiali dal comportamento fragile, quali, per esempio, vetri, ceramici e intermetallici. Infatti, in tali materiali, l'assenza di deformazioni plastiche all'apice dei difetti non permette una redistribuzione delle tensioni all'interno di un componente soggetto a carichi esterni; e questo determina una dipendenza diretta della resistenza a frattura dalla dimensione dei difetti e dal  $K_{Ic}$ . In un componente reale la qualità, la quantità e l'estensione dei difetti dipendono dalle materie prime e dal processo produttivo utilizzati nonché dalle lavorazioni subite e dalla storia in esercizio. La tenacità a frattura rappresenta invece una caratteristica intrinseca del materiale. Quindi, il confronto tra materiali diversi può essere fatto, in maniera rigorosa, facendo riferimento proprio al  $K_{Ic}$ .

Nonostante l'importanza di tale proprietà, non esistono a tutt'oggi metodologie consolidate utilizzabili per

la determinazione del  $K_c$ . Questo non dipende certo dalla disattenzione o dalla poca volontà dei ricercatori i quali, al contrario, da anni cercano di proporre metodologie che permettano la misura di un valore univoco della tenacità a frattura dei materiali fragili. Il problema risiede proprio nell'impossibilità di ottenere, per un dato materiale, un unico valore di  $K_c$ .

Nel corso degli anni sono state sviluppate metodologie diverse per la misura della tenacità a frattura nei vetri e nei ceramici. In tutti i casi l'aspetto fondamentale si è rivelato essere quello della produzione di un difetto controllato con un raggio di curvatura all'apice nullo. Sono stati proposti metodi nei quali veniva prodotto un intaglio mediante una lama diamantata e questo era utilizzato quale difetto controllato, come nel caso delle tecniche *single-edge notch beam* (SENB) [1] e *chevron notch* (CN) [1]. Tuttavia, nel primo caso il difetto non risulta certamente acuto mentre nel secondo la produzione dell'intaglio e la conduzione della prova risultano quantomai complicati. Difetti acuti possono essere considerati utilizzando le tecniche *double cantilever beam* (DCB) e *double torsion* (DT); anche in questo caso però la produzione del campione e la conduzione della prova risultano particolarmente impegnativi. La tecnica dell'indentazione si propone estremamente valida, vista la sua semplicità, per la produzione di difetti controllati di piccole dimensioni; tuttavia, a causa della presenza di un campo di sforzo residuo attorno ai difetti [2] e dell'elevato COD che caratterizza gli stessi [3], i risultati ottenuti sono spesso in disaccordo con quelli determinati con tecniche diverse. Difetti prodotti mediante indentazione su barre a sezione rettangolare possono essere propagati in intagli acuti passanti attraverso la tecnica del *bridging* [4]; questa tecnica si è dimostrata fra le più valide per la produzione di difetti con raggio di curvatura all'apice nullo. Tuttavia, essa non risulta direttamente utilizzabile per tutti i materiali e, spesso, richiede numerosi test del tipo "*trial and error*" che ne compromettono l'economicità e, quindi, l'applicazione.

In questo lavoro viene presentata una metodologia innovativa per la produzione di intagli acuti passanti in barre a sezione rettangolare. La tecnica proposta viene inizialmente definita dal punto di vista teorico e quindi applicata a materiali diversi quali vetri, ceramici monolitici, compositi, intermetallici e a una pietra naturale. I risultati ottenuti sono discussi al fine di evidenziare le potenzialità della tecnica proposta nonché le eventuali discordanze rispetto ai parametri teorici al variare del materiale considerato.

## 2. Teoria

La tecnica presentata in questa memoria consente di introdurre difetti acuti e di dimensioni controllate in campioni a barretta, destinati ad essere successivamente rotti per flessione per la misura della tenacità a frattura.

La tecnica di pre-cricatura in questione prevede la sollecitazione in flessione di una barretta, preventivamente intagliata, secondo la configurazione di Figura 1, dalla quale deriva il nome di *sandwich* assegnato a questa procedura. Il campione viene intagliato fino ad una profondità  $a$  seguendo una procedura che consenta di ottenere un raggio di curvatura a fondo intaglio sufficientemente piccolo e, quindi, interposto tra due barrette di materiale diverso, di rigidezza  $EI_x$  nota (dove  $E$  è il modulo elastico e  $I_x$  è il momento di inerzia della sezione).

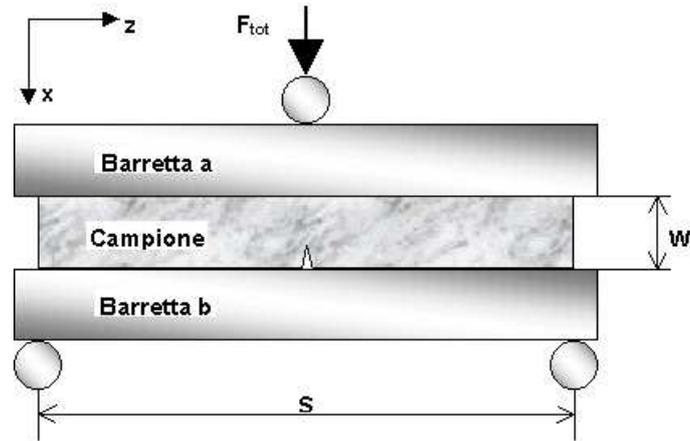


Figura 1 – Configurazione di carico del sandwich

Una struttura come quella di Figura 1 si inflette secondo la curvatura:

$$d\phi_{tot} = \frac{M_x}{(EI_x)_{tot}} dz = \frac{F_{tot}S}{4(EI_x)_{tot}} dz \quad (1)$$

dove  $(EI_x)_{tot}$  è la rigidezza flessionale totale del *sandwich* e gli altri termini sono definiti nella Figura 1. Nell'ipotesi che l'attrito tra le barrette sia trascurabile, la rigidezza totale è uguale alla somma delle rigidezze delle singole barrette.

La curvatura definita nell'Eq. (1) coincide con la curvatura delle singole barrette: pertanto, il carico equivalente applicato sulla *i*-esima barretta è:

$$F_i = F_{tot} \frac{(EI_x)_i}{(EI_x)_{tot}} = F_{tot} \phi \quad (2)$$

Ciascuna delle tre barrette si comporta pertanto come se fosse soggetta, *da sola*, ad una flessione in tre punti sotto un carico  $F_i$ . se si considera il campione intagliato, sottoposto al carico  $F_p$ , esso è soggetto a un fattore di intensità degli sforzi pari a [5]:

$$K_I = \frac{F_p S}{BW^{3/2}} f(a/W) \quad (3)$$

dove  $B$  è lo spessore del provino; limitatamente al caso  $S=4W$ , si ha che:

$$f(a/W) = 1.5 \frac{(a/W)^{1/2} [1.99 - a/W(1-a/W)(2.15 - 3.93a/W + 2.7(a/W)^2)]}{[(1+2a/W)(1-a/W)^{3/2}]} \quad (4)$$

La rigidezza flessionale del provino  $(EI_x)_p$  dipende dalla lunghezza del difetto, talché  $\phi = \phi(a/W)$ ; pertanto, in termini di carico applicato al *sandwich*, si può scrivere:

$$K_I = \frac{F_{tot} S}{BW^{3/2}} f(a/W) \phi(a/W) \quad (5)$$

Il termine  $\phi(a/W)$  può essere calcolato ove si consideri che la dimensione relativa del difetto influisce sulla rigidezza del campione secondo l'equazione [6]:

$$\frac{1}{(EI_x)_p} = \frac{96(1-\nu^2)}{EBW^2S} \int_0^{a/W} f^2(\gamma) d\gamma + \frac{1}{(EI_x)_{p,0}} \quad (6)$$

dove  $\nu$  è il rapporto di Poisson e  $(EI_x)_{p,0}$  è la rigidezza del campione non intagliato.

L'equazione (4) permette di ottenere le curve riportate in Figura 2, che riportano il fattore di intensità degli sforzi all'apice di un intaglio di lunghezza relativa  $\alpha = a/W$  sotto un determinato carico totale  $F_{tot}$  applicato al *sandwich*. Per interpretare tali curve, si supponga di sollecitare, in un *sandwich*, un campione con un intaglio pari ad  $\alpha_1$ : aumentando il carico applicato cresce anche il  $K_I$  applicato, fino a raggiungere il valore critico,  $K_{IC}$ . In tal caso, dato che una propagazione di cricca comporta un aumento del  $K_I$  applicato, la cricca si forma e avanza in modo instabile fino a quando, in  $\alpha_3$ ,  $K_I$  torna ad essere minore di  $K_{IC}$ . Partendo invece con intagli iniziali di lunghezza superiore a quella corrispondente ad  $\alpha_2$ , la propagazione delle cricche è stabile.

In Figura 3 si può osservare l'influenza del rapporto tra la somma delle rigidezze flessionali dei supporti e la rigidezza flessionale del campione: all'aumentare della rigidezza dei supporti, a parità di carico applicato, il massimo delle curve si sposta a sinistra e in basso. Questo permette di calibrare la lunghezza del difetto utilizzando rigidezze flessionali relative diverse.

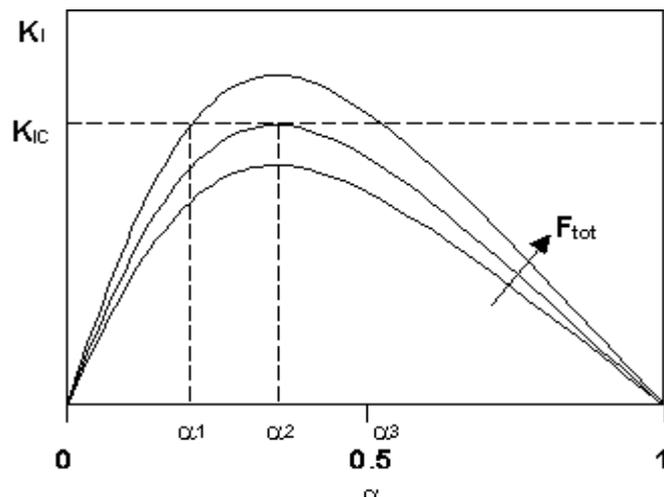


Figura 2 – Dipendenza del  $K_I$  applicato al sandwich dalle dimensioni relative del difetto ( $a/W$ ) e dal carico applicato ( $P$ ) (andamento qualitativo)

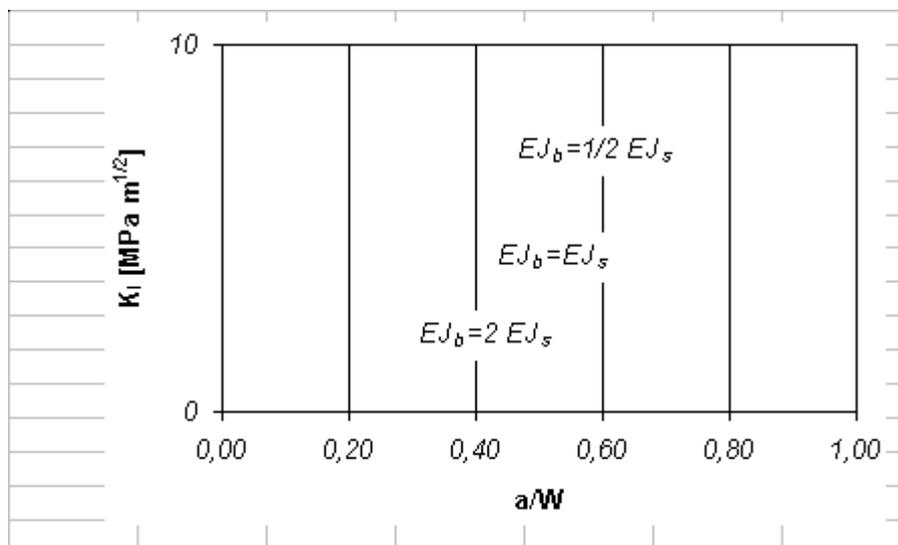


Figura 3 - Andamento di  $K$  per varie combinazioni di rigidità dei supporti e del campione

### 3. Procedura sperimentale

In questo lavoro è stato analizzato il comportamento di diversi tipi di materiale: vetro sodico–calcico, allumina a alta purezza e grana grossa, nitrato di silicio e  $\text{Si}_3\text{N}_4$  rinforzato con *whisker* di carburo di silicio, intermetallico  $\text{Ti}_4\text{Al}_2\text{Nb}_2\text{Cr}_1\text{B}$  e marmo di Carrara.

I campioni utilizzati per le prove sono stati lucidati con panni diamantati di granulometria decrescente fino a  $1\ \mu\text{m}$ . Con una troncatrice a bassa velocità (lama di spessore  $0.3\ \text{mm}$ ) è stato introdotto un intaglio di lunghezza tale da posizionare il campione nel punto di massimo della curva  $K$  applicato vs  $a/w$  (vedi Figura 2, punto  $\alpha_2$ ). Tali condizioni permettono di ottenere i difetti acuti più corti in seguito alla prova di *sandwich*, visto che la crescita della cricca è stabile e perciò controllabile solo a destra del punto di massimo. In alcuni materiali l'intaglio iniziale è stato reso più acuto manualmente con una lametta (Gillette platinum plus per il vetro, Bic twin Select altrimenti) utilizzando pasta diamantata di granulometria decrescente da  $45$  a  $3\ \mu\text{m}$ .

Tabella 1: configurazione per le prove di *sandwich*

materiale	dimensioni dei campioni, [ $\text{mm}^3$ ]	Dimensioni della barretta a, [ $\text{mm}^3$ ]	dimensioni della barretta b, [ $\text{mm}^3$ ]	span, [mm]
marmo	10 x 20 x 100	12 x 20 x 120	14 x 20 x 120	80
vetro	3 x 10 x 50	6 x 20 x 61	5 x 10 x 61	40
altri ceramici e intermetallico	3 x 4 x 50	5 x 14 x 48	8 x 3 x 60	16

La configurazione delle prove di *sandwich* è stata valutata caso per caso, in base alle dimensioni dei provini, com'è schematizzato in Tabella 1. La distanza tra gli appoggi inferiori è stata fissata in modo che il rapporto span/spessore del campione fosse pari a 4, secondo i requisiti della procedura. Per realizzare il *sandwich* sono state utilizzate barre d'acciaio le cui dimensioni sono state scelte in modo che i carichi da applicare per la formazione della cricca rientrassero in un intervallo compatibile con le potenzialità della macchina usata per le prove e, inoltre, in modo che il massimo delle curve  $K$  applicato- $a/w$  corrispondesse a valori di  $a/w$  più bassi possibile, per poter ottenere difetti acuti molto corti.

Il carico è stato applicato con una velocità di spostamento dell'attuatore di  $1\ \text{mm}/\text{min}$ . Le cricche eventualmente formatesi sono state misurate al microscopio ottico. Per alcuni materiali (allumina e nitrato di silicio) la misura è stata facilitata tramite l'uso di liquido penetrante, fatto risalire nella cricca per capillarità, nel corso della propagazione del difetto stesso.

Per l'applicazione del metodo era necessario conoscere la tenacità a frattura, in base alla quale veniva scelto il carico massimo da applicare al *sandwich* al quale si prevedeva si sviluppasse il difetto acuto. In alcuni casi ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , vetro) era nota la tenacità a frattura misurata con tecniche di indentazione [6,7,8]. Negli altri la procedura ha richiesto di applicare un carico iniziale di *sandwich* relativamente molto basso, fatto aumentare molto lentamente. In questo modo è stato possibile ricavare con una buona

precisione il valore del fattore di intensità degli sforzi applicato per il quale si ha la formazione della cricca.

#### 4. Risultati e discussione

L'applicazione della tecnica qui presentata ha consentito di introdurre in campioni a barretta dei difetti acuti passanti; come si può osservare in Figura 4, relativa ad una cricca ottenuta in un campione di allumina, tali difetti, opportunamente colorati, possono essere facilmente osservati e misurati

La Tabella 2 riporta i dati sperimentali relativi alle prove di *sandwich* sui vari materiali. Sono schematizzati, per ogni materiale, le dimensioni iniziali e finali del difetto e i valori di carico e fattore di intensità degli sforzi  $K_I$ , previsti dalle curve e effettivamente misurati. Si nota innanzitutto uno scostamento tra le previsioni teoriche e i risultati sperimentali, dovuto a svariati fattori, in parte dipendenti dalle caratteristiche del materiale, in parte dovuti alle caratteristiche stesse della prova. I materiali possono essere suddivisi in due categorie: un primo tipo per i quali il raggio di curvatura del difetto iniziale corrisponde a quello macroscopico dell'intaglio, un secondo tipo per cui invece la procedura di intaglio introduce difetti acuti all'apice degli stessi.

Alla prima categoria appartengono il nitrato di silicio, anche rinforzato, e l'intermetallico. Durante la fase di carico il fattore di intensità degli sforzi applicato all'apice del difetto è sensibilmente minore di quello previsto dai calcoli teorici, riferiti a un intaglio acuto con raggio di curvatura tendente a 0. Per questo risulta necessario sollecitare il sistema a carichi maggiori di quelli ricavati dalle curve e in base alla tenacità a frattura del materiale. Una volta innescata la cricca acuta il comportamento del campione è comunque adeguatamente descritto dal modello teorico. Tuttavia il materiale si ritrova con un eccesso di energia, fornita come energia elastica in fase di carico, mentre il difetto è arrotondato. Perciò la cricca tende a scaricare tale energia accrescendosi oltre la dimensione prevista, col risultato di un fenomeno di *pop-in* anche nelle condizioni di crescita stabile del difetto (parte destra del grafico di Figura 2).

Lo scostamento dalle previsioni, coerentemente con le ipotesi avanzate, è tanto minore quanto minore risulta in raggio di curvatura dell'intaglio, com'è evidente, per esempio, dai dati sperimentali relativi al composito, riportati in Tabella 2. Si nota che passando da un raggio di curvatura di 100  $\mu\text{m}$  a 30  $\mu\text{m}$ , il fattore di intensità degli sforzi necessario per la formazione del difetto passa da 17 a circa 9  $\text{MPam}^{0.5}$ , avvicinandosi sensibilmente al valore di tenacità a frattura del materiale.

*Tabella 2: dati sperimentali:  $\alpha_0$  e  $\alpha$  rappresentano il difetto iniziale e finale,  $\rho$  il raggio di curvatura dell'intaglio iniziale,  $F_{th}$  e  $F_{form}$  il carico di formazione della cricca previsto e reale,  $K_{I\ form}$  è il fattore di intensità degli sforzi a cui si forma la cricca e  $K_{Ic}$  il fattore di intensità degli sforzi critico.  $\Delta F$  ( $\Delta K_I$ ) è lo scostamento percentuale tra il carico (il fattore di intensità degli sforzi) effettivo e quello previsto di formazione della cricca.*

*Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> a) e b) differiscono per metodologia di preparazione, i materiali intermetallico a), b) e c) si distinguono per il diverso trattamento termico a cui sono stati sottoposti.*

materiale	$\alpha_0$	$\rho$ [mm]	$F_{th}$ [N]	$F_{form}$ [N]	$\Delta F$ [%]	$\alpha$	$K_{I\ form}$ [ $\text{MPam}^{0.5}$ ]	$K_{Ic}$ [ $\text{MPam}^{0.5}$ ]	$\Delta K_I$ [%]
marmo	0.13	0.2	3823	5650	48	0.37	1.90	1.2÷1.4	-31
marmo	0.22	0.2	3458	4450	29	0.35	1.51	1.2÷1.4	-19
marmo	0.30	0.2	3233	4917	52	0.52	1.96	1.2÷1.4	-27
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> a)	0.3	0.02	2200	2124	-3	0.61	4.5	4.5±0.4	0

Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> b)	0.3	0.02	2350	2597	11	0.57	4.98	4.2±0.4	-16
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> -SiC <sub>w</sub>	0.27	>0.1	2900	6100	110	0.35	15.9	7±0.1	-56
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> -SiC <sub>w</sub>	0.395	>0.02	2900	3600	24	0.4	9.2	7±0.1	-24
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> -SiC <sub>w</sub>	0.3	>0.03	2850	3400	19	0.37	9.1	7±0.1	-23
vetro	0.3	0.05	340	483	42	0.46	1.06	0.75±0.02	-27
vetro	0.35	0.05	335	530	58	0.53	1.19	0.75±0.02	-39
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.43	0.02	1850	1980	7	0.54	4.3	4.5÷6.5	5
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.27	0.02	1800	1953	9	0.60	4.25	4.5÷6.5	25
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.34	0.02	1810	1887	4	0.66	4.2	4.5÷6.5	55
internet a)	0.32	0.05	18850	21250	13	0.69	23.9	21±1	-10
internet b)	0.32	0.05	22100	24000	9	0.52	27	25±1	-8
internet c)	0.32	0.05	25300	28750	14	0.69	32.3	29±1	-11

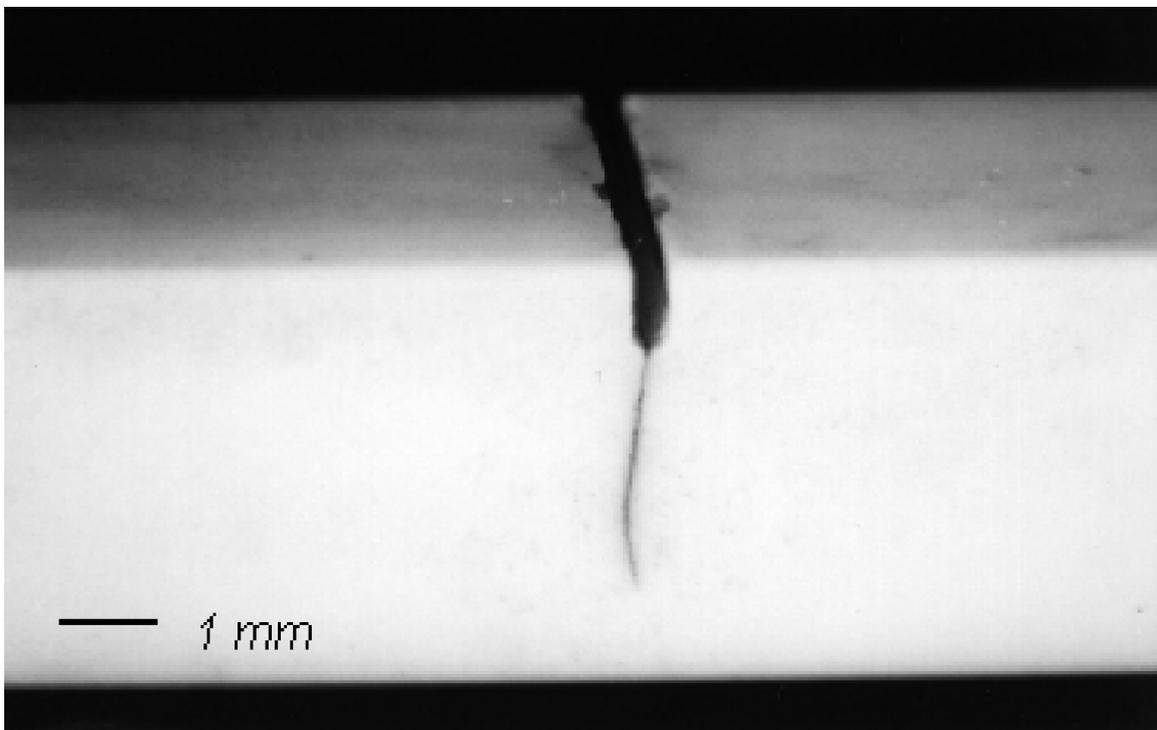


Figura 4 - Cricca acuta ottenuta su una barretta di allumina

Appartengono invece alla seconda categoria il marmo e il vetro. Su quest'ultimo le cricche a fondo intaglio, formatesi prima delle prove di sandwich, sono state effettivamente osservate al microscopio ottico. Per il marmo si è osservato che i valori di tenacità ottenuti rompendo per flessione in 4 punti i campioni semplicemente intagliati sono analoghi a quelli ottenuti su barrette criccate. Questo significa che con la troncatrice si introduce, oltre al difetto macroscopico, una serie di fessure con raggio di curvatura comparabile con quello di una cricca accresciuta per *sandwich*. In tali casi, lo scostamento rispetto alle previsioni teoriche del carico di formazione della cricca è da attribuire alle approssimazioni del modello analitico sviluppato, che non tiene conto di alcuni fattori, come in particolare l'attrito tra il campione e le barre che costituiscono il sandwich e al fatto che, anche se acuto, il difetto non presenta una geometria sempre ben definita.

Il metodo presenta anche degli evidenti vantaggi rispetto a altre metodologie per introdurre difetti acuti. È indubbiamente economico rispetto all'uso di campioni *chevron notched* o *double torsion*, di dimensioni

notevoli e che necessitano di preparazione degli intagli estremamente laboriosa. Rispetto al metodo del *bridging* [4] si ha il vantaggio di conoscere, tramite un calcolo teorico, il carico da applicare per la formazione del difetto.

In particolare, vista la possibilità di ottenere cricche di diversa lunghezza, il metodo proposto in questo lavoro è l'unico che permette di verificare la presenza di curva R su campioni a forma di barretta, sia testando a frattura campioni con difetti di diversa dimensione, sia in fase di preparazione dei campioni. Infatti, se si sollecita a carichi crescenti, nella configurazione di *sandwich*, un campione criccato, è possibile verificare se la propagazione del difetto segue una curva a  $K_I$  applicato costante, nel qual caso il materiale ha tenacità costante; al contrario, se al crescere della cricca aumenta anche il  $K_I$  necessario per la propagazione, si è in presenza di meccanismi di tenacizzazione.

## Bibliografia

1. R. Morrell, *Cer. Acta*, 6 [2-3] 5-17 (1999).
2. B. R. Lawn, *Fracture of Brittle Solids*, Cambridge University Press, Cambridge, UK, 1993.
3. T. Nose e T. Fujii, *J. Am. Ceram. Soc.*, 71 [5] 328-33 (1988).
4. J. Seidel e J. Rödel, *J. Am. Ceram. Soc.*, 80 [2] 433-38 (1997).
5. J. E. Srawley, *Int. J. Fract.*, 12 576 (1976).
6. P. Pancheri, P. Bosetti, R. Dal Maschio e V.M. Sglavo, in fase di pubblicazione su *Eng. Fract. Mech.*
7. P. Bosetti, Tesi di laurea, Università degli Studi di Trento, AA 1996-97.
8. E. Trentini, Tesi di laurea, Università degli Studi di Trento, AA 1996-97.
9. V.M. Sglavo e D. J. Green, *Acta Met. Mater.* 43 [3] 965-7 (1996).

# Atti del convegno

[ [Precedente](#) ] [ [Successiva](#) ]

Versione HTML realizzata da

