

CURVA R IN COMPOSITI CERAMICI LAS/SiC

Orfeo Sbaizero

Istituto di Chimica Applicata e Industriale
Via Valerio 2 - 34127 Trieste

SOMMARIO

Questo lavoro descrive il comportamento di un composito costituito da una matrice vetro-ceramica (LAS) rinforzata da fibre di SiC durante la propagazione di un crack. Il materiale (un laminato 0/90 provvisto di intaglio) è stato sottoposto ad una prova di flessione e i risultati hanno evidenziato che la sua tenacità è funzione della lunghezza del crack (curva R).

I risultati sperimentali hanno inoltre messo in evidenza un fenomeno di "large-scale bridging" causato dalle ridotte dimensioni dei provini. In questo caso cioè la dimensione della zona dietro l'apice della cricca, dove i rinforzi sono ancora intatti, è generalmente confrontabile sia con la lunghezza del crack sia con le dimensioni del provino. I risultati ottenuti usando questo tipo di provini sono quindi troppo elevati e possono generare confusione ed errori nell'eventuale utilizzazione di compositi ceramici.

1. INTRODUZIONE

I materiali ceramici molto attraenti per applicazioni ad alta temperatura sono purtroppo fragili, possono però venir tenacizzati mediante utilizzo di opportune fibre anch'esse ceramiche e che quindi non riducono il campo di temperatura di applicazione di questi materiali. Queste fibre durante la propagazione di un difetto spesso non si fratturano ed esercitano degli stress che tendono a chiudere le due superfici del crack; anche quando le fibre si rompono, la frattura non avviene nel piano di propagazione del difetto e quindi le fibre devono venir "sfilate" dalla matrice consumando ulteriore energia. Questi due

meccanismi, definiti rispettivamente "bridging" e "pull-out", riducono il fattore di intensificazione degli sforzi all'apice della cricca e sono all'origine dell'elevata tenacità ottenuta con i compositi ceramici¹, vedi Fig. 1.

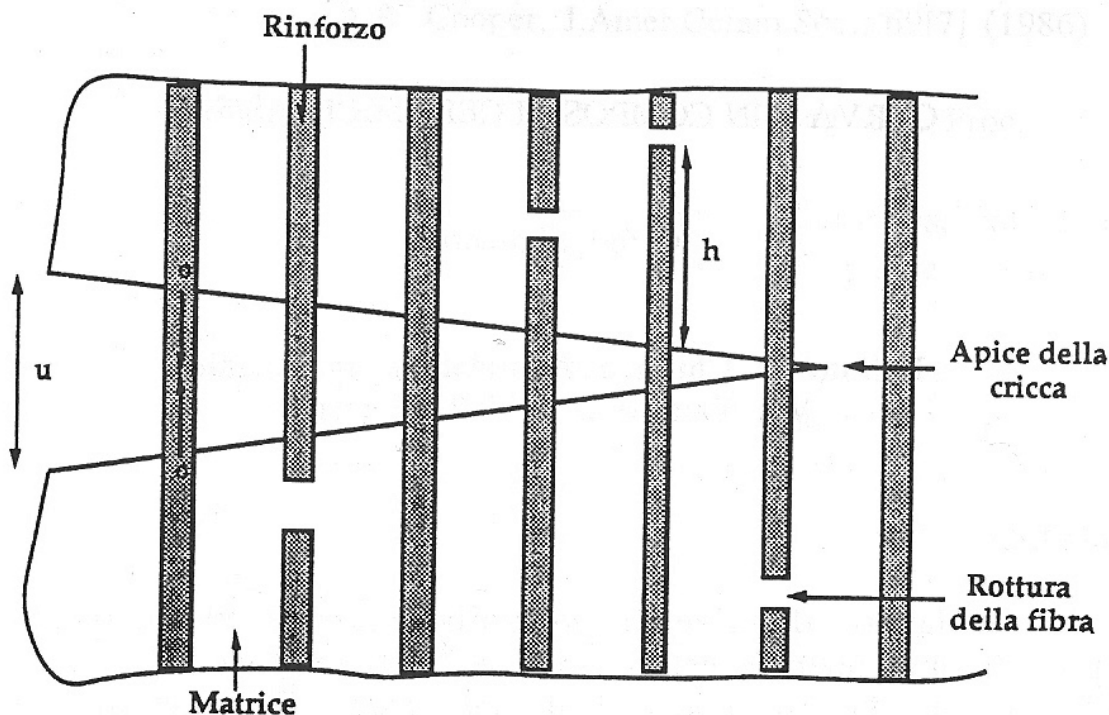


Fig. 1 Schematizzazione del processo di frattura di un composito ceramico

Il meccanismo di frattura di questi materiali è caratterizzato dunque da una zona di processo, una regione cioè nella quale la matrice si frattura, le fibre si scollano dalla matrice (debonding) e ad una certa distanza si fratturano dando origine al pull-out. Il processo è stato modellato ipotizzando una curva R , la tenacità cioè aumenta al crescere della lunghezza del crack e raggiunge un livello di saturazione quando tutti i rinforzi sono stati sfilati completamente dalla matrice. Questo tipo di comportamento è stato già osservato in alcuni ceramici monolitici²⁻⁷; in ceramici rinforzati da fibre metalliche⁸⁻¹⁰ o intermetalliche¹¹⁻¹² e in compositi cementizi¹³⁻¹⁴

Recentemente¹⁵⁻¹⁹ è stata studiata l'influenza delle dimensioni, della concentrazione, della resistenza e duttilità dei rinforzi sul valore di tenacità limite ottenibile, nella condizione però di "small-scale bridging" nell'ipotesi cioè che la zona in cui i rinforzi sono ancora intatti sia piccola se confrontata con la dimensione totale del crack e con le dimensioni del provino. Nonostante questo però esistono ancora pochi dati sperimentali¹² sulle curve R di compositi ceramici e manca completamente una trattazione teorica del fenomeno.

La misura sperimentale della curva R di compositi ceramici è inoltre ostacolata dalla disponibilità di questo tipo di materiali innovativi che generalmente limita le dimensioni dei provini. Per questa ragione, i

campioni utilizzati hanno spessore e larghezza di pochi millimetri e quindi la "bridging zone" può essere dello stesso ordine di grandezza della dimensione del crack. In questo caso l'ipotesi di "small-scale bridging" potrebbe non essere corretta.

L'obiettivo di questo studio è proprio quello di esaminare l'effetto della dimensione della "bridging zone" sulla curva R di un composito ceramico costituito da un vetro-ceramico rinforzato da fibre di carburo di silicio.

2. METODI SPERIMENTALI

Il materiale utilizzato è un laminato simmetrico ($0^\circ/90^\circ$) la cui matrice, un vetro-ceramico (silicato di alluminio e litio=LAS) è stata rinforzata da una frazione volumetrica pari al 44% di fibre di carburo di silicio (SiC NICALON)

La geometria dei provini utilizzati è riportata in Fig. 2.

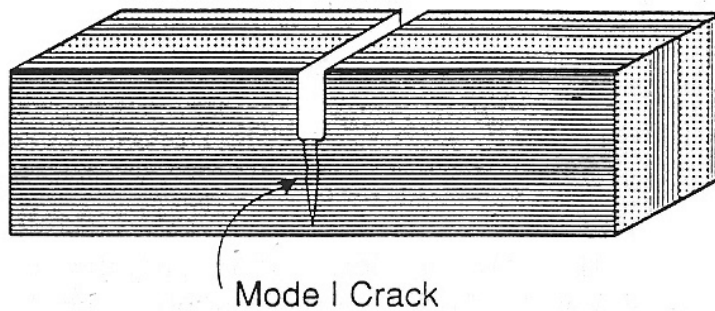


Fig. 2 Geometria dei provini utilizzati per la misura della curva R

I campioni propriamente intagliati sono stati sottoposti a prove di flessione in quattro punti; le prove sono state interrotte periodicamente per consentire la rilevazione della lunghezza del crack e l'eventuale variazione della cedevolezza del provino (una faccia del provino è stata lucidata per consentire una più agevole determinazione della lunghezza del crack mediante microscopia ottica).

Prima di effettuare la prova, i materiali sono stati trattati termicamente a 800°C per tempi compresi fra 4 e 16 ore, in maniera tale da far variare la resistenza dell'interfaccia fibra/matrice e permettere così la propagazione, dall'intaglio, di un singolo crack.

3. RISULTATI

Una tipica curva sforzi-deformazioni per i provini descritti precedentemente è riportata in Fig. 3.

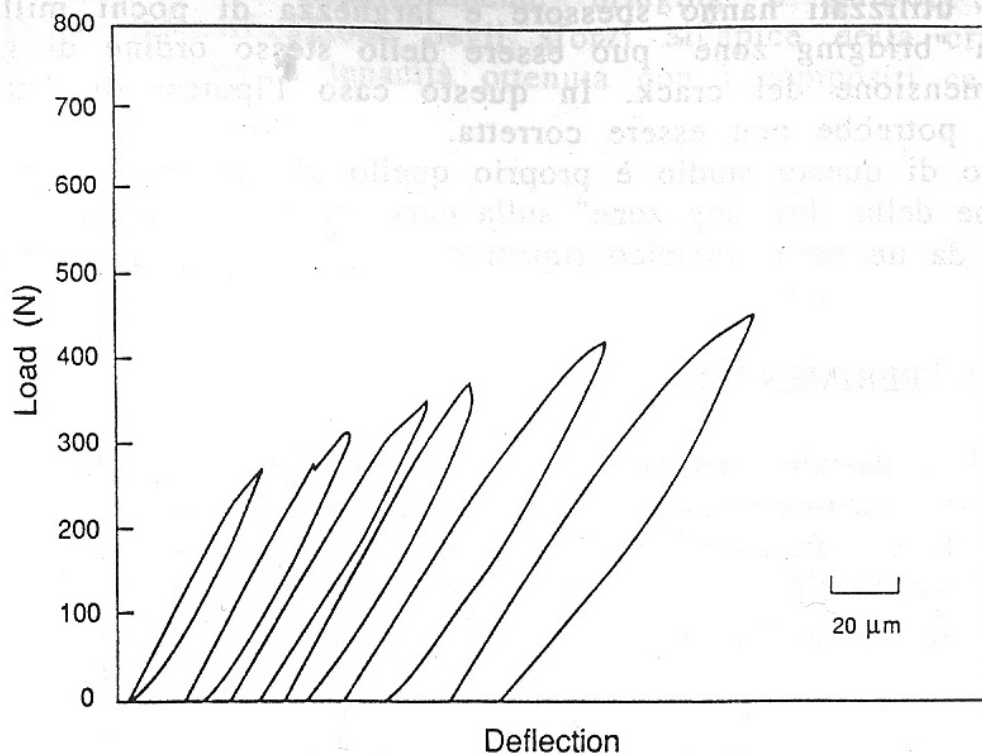


Fig. 3 Tipica curva sforzi-deformazioni per i provini trattati termicamente

La deviazione dalla linearità nella curva è associata alla propagazione di un singolo crack dall'intaglio (modo I). Come si può inoltre osservare dalla stessa figura al crescere della propagazione del crack vi è una deformazione permanente del provino anche quando il carico viene completamente annullato.

La curva R "nominale" elaborata cioè utilizzando questi dati ed applicando la teoria della meccanica lineare elastica è riportata in Fig. 4. Il valore di tenacità ottenibile estrapolando i dati sperimentali, per una propagazione nulla del crack, è di circa $5-6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, valore almeno 3-4 volte superiore a quello della semplice matrice di LAS.

La tenacità aumenta velocemente con la propagazione del crack e raggiunge valori di circa $40 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ per un crack di circa 3 mm; inoltre non si raggiunge un valore "limite" come generalmente accade quando si applica il criterio di "small-scale bridging".

Vi è una certa variabilità nei dati ma non vi è una chiara tendenza fra i provini trattati termicamente per tempi diversi.

L'osservazione al microscopio ottico della stessa regione prossima all'intaglio, per un'estensione del crack pari a 1,1 mm, vedi Fig. 5, evidenzia come alcune fibre si siano fratturate nel piano di propagazione del crack, ma molte ad una certa distanza dallo stesso. Queste fibre durante la propagazione del crack vengono sfilate dalla matrice ed infatti nella Fig.5 è evidente come la distanza fra le due estremità delle fibre fratturate sia dello stesso ordine di grandezza dell'apertura del crack stesso.

Questa osservazione conferma come la tenacità del materiale sia dovuta principalmente al fenomeno del pull-out.

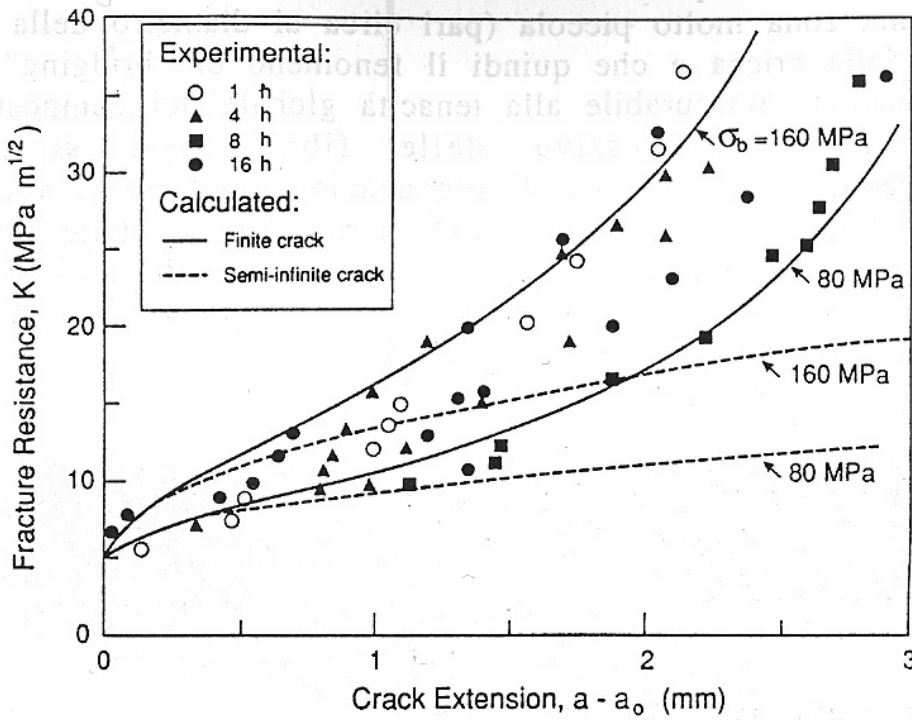


Fig. 4 Curva R per i materiali LASiC trattati termicamente

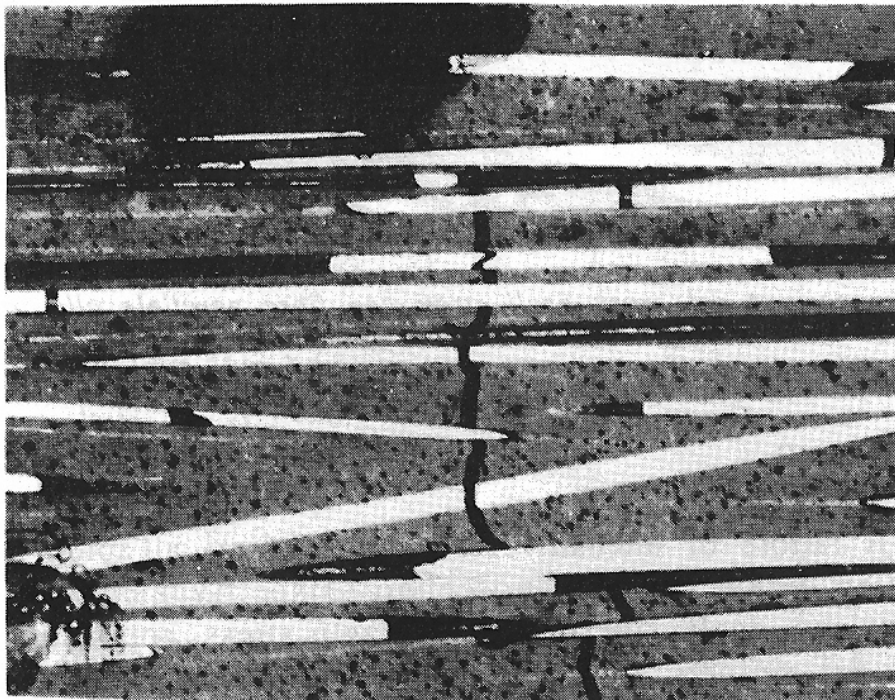


Fig. 5 Propagazione del crack e pull-out delle fibre

Si può infatti osservare che non vi è evidenza di fibre intatte nella zona posteriore all'apice del difetto, questa osservazione ed un'analisi agli elementi finiti²⁰ ci permette di concludere che le fibre rimangono intatte solo in una zona molto piccola (pari circa al diametro della fibra) dietro all'apice della cricca e che quindi il fenomeno di "bridging" contribuisce solo in maniera trascurabile alla tenacità globale del composito.

Un'osservazione successiva delle fibre degli strati orientati parallelamente alla direzione di propagazione del crack, vedi Fig. 6 ha messo in evidenza una certa carenza di parallelismo delle fibre stesse; la propagazione, in questi strati, non avviene quindi solo nella matrice. Queste fibre quindi, anche se non efficacemente come quelle degli altri strati, riducono la propagazione del crack ed aumentano di conseguenza la tenacità del composito.



Fig. 6 Propagazione del crack negli strati con fibre parallele alla propagazione stessa

4. DISCUSSIONE

Il fattore di intensificazione degli sforzi all'apice della cricca K^t può venir determinato conoscendo rispettivamente il fattore di intensificazione degli sforzi causato dagli stress applicati, K^∞ , lo stress esercitato dai rinforzi ancora intatti, $\sigma(x)$, e le dimensioni del provino, vedi Fig. 7.

La soluzione risulta pertanto²¹:

$$K^t = K^\infty - \Delta K$$

(1)

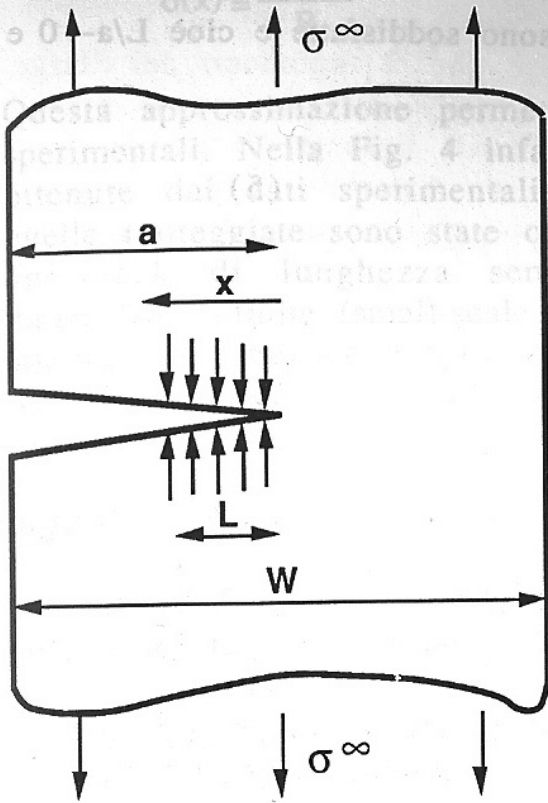


Fig. 7 Modello di composito con difetto

dove

$$\Delta K = \frac{2}{\sqrt{\pi a}} \int_0^L \sigma(x) F\left(\frac{x}{a}; \frac{a}{W}\right) dx \quad (2)$$

a è la lunghezza del crack, W l'altezza del provino, L la lunghezza della "bridging-zone", x la distanza dall'apice del difetto. Per un difetto sul bordo di un provino di lunghezza infinita, F è data da²¹:

$$F = \frac{3,52(x/a)}{(1-a/w)^{3/2}} - \frac{4,35 - 5,28(1-x/a)}{(1-a/w)^{1/2}} + \left\{ \frac{1,3 - 0,3(1-x/a)^{3/2}}{(1-(1-x/a)^2)^{1/2}} + 0,83 - 1,76(1-x/a) \right\} \{1 - (x/a)(a/W)\} \quad (3)$$

Il crack si propagherà quando K_t raggiunge un valore limite K_0 che è circa eguale alla tenacità della matrice. La variazione di K^∞ durante la propagazione del crack è perciò:

$$K^\infty = K_0 + \Delta K \quad (4)$$

$$\sigma(x) \equiv \frac{2 \tau f h}{R}$$

(9)

Questa approssimazione permette di confrontare il modello con i dati sperimentali. Nella Fig. 4 infatti le curve a tratto continuo sono state ottenute dai dati sperimentali utilizzando le dimensioni del provino, quelle tratteggiate sono state ottenute con gli stessi dati ma ipotizzando un crack di lunghezza semi-infinita presente in un provino di dimensioni infinite (small-scale bridging). Si può osservare che si ottiene una buona correlazione fra i dati sperimentali e il modello se lo stress $\sigma(x)$ è compreso fra 80 e 160 MPa utilizzando i seguenti valori ricavati dalla letteratura²³ $h=10 \mu\text{m}$, $\tau=270 \text{ MPa}$, $K_0=2 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, $E=150 \text{ GPa}$, $\nu=0,25$.

La Fig. 4 evidenzia quindi come la curva R, per un provino di dimensioni finite é notevolmente più pronunciata di quella di uno di dimensioni infinite. Pertanto l'utilizzo di provini di dimensioni ridotte fa si che la zona nella quale i rinforzi sono ancora interi fra le due superfici del crack sia grande se confrontata con le dimensioni generali del provino. Ciò invalida l'ipotesi di "small-scale bridging" e introduce il concetto di "large-scale bridging".

4. CONCLUSIONI

L'obiettivo di questo lavoro era quello di misurare la curva R per un composito ceramico LAS/SiC ed esaminare l'influenza della dimensione della zona di processo all'apice della cricca sulla curva R stessa.

I dati sperimentali sono stati correlati sia con il classico modello (small-scale bridging) che ipotizza dimensioni infinite del provino, sia con uno (large-scale bridging) che considera le reali dimensioni del pezzo.

I risultati hanno dimostrato chiaramente come il primo modello sovrastimi la curva R di questi materiali, in quanto i rinforzi ancora intatti fra le due superfici del crack forniscono ancora una certa qual resistenza anche se il difetto si è ormai propagato attraverso quasi tutto il provino.

Sulla base di quanto esposto, molti dei dati di tenacità fin' ora forniti per i compositi ceramici possono essere stati mal calcolati se basati sul modello "small-scale bridging".

Il nuovo modello sarà anche in grado di fornire utili indicazioni sulle esatte dimensioni dei provini da utilizzare per misurare correttamente le curve R dei compositi.

Analogamente a quanto raccomandato dalla norma ASTM standard E 399 sulle dimensioni dei provini metallici onde limitare l'estensione della zona plastica all'apice della cricca, si dovranno determinare le dimensioni dei provini dei compositi ceramici in maniera tale che la

zona di processo sia piccola se paragonata alle dimensioni globali del provino, rendendo così valida l'ipotesi di "small-scale bridging". In conclusione bisogna però ancora rilevare che il fenomeno del "large-scale bridging" giustifica valori di tenacità molto alti, in questo tipo di compositi ceramici, se i componenti utilizzati durante l'esercizio sono piccoli; la caratterizzazione di questo tipo di materiali richiede pertanto una precisa indicazione delle dimensioni dei pezzi da utilizzare.

BIBLIOGRAFIA

1. A.G. Evans - J. Amer. Ceram. Soc.
2. M. Sakai et al. - J. Amer. Ceram. Soc. 71, 509 (1988)
3. M.V. Swain - J. Mater. Sci. Letters, 5, 1313 (1986)
4. H. Wieninger et al. - J. Mater. Sci., 21, 411 (1986)
5. R. Knehans et al. - J. Mater. Sci. Letters, 1, 327 (1982)
6. R. Steinbrech et al. - J. Amer. Ceram. Soc. 71, C 271 (1988)
7. P.L. Swanson et al. - J. Amer. Ceram. Soc. 70, 279 (1987)
8. L.S. Sigl et al. - Metall. Trans., 18A, 1299 (1987)
9. L.S. Sigl et al. - Acta Metall., 36, 887 (1988)
10. B.O. Flinn et al. - Acta Metall., 37, 3001 (1989)
11. H.E. Déve et al. - Acta Metall., in press
12. C.K. Elliott et al. - Mat. Res. Soc. Symp. Proc., 120, 95 (1988)
13. R.M.L. Foote et al. - J. Mech. Phys. Solids, 34, 593 (1986)
14. B. Cotterell et al. - J. Mater. Sci., 22, 2734 (1987)
15. B. Budiansky et al. - J. Mech. Phys. Solids, 36, 167 (1988)
16. P.A. Mataga - Acta Metall. in press
17. A.G. Evans et al - Acta Metall., 34, 2434 (1986)
18. F. Erdogan et al. - J. Amer. Ceram. Soc. 72, 262 (1989)
19. L.S. Sigl et al. - Acta Metall. 36, 945 (1988)
20. O. Sbaizero et al. - J. Amer. Ceram. Soc. 74(1), 187 (1991)
21. H. Tada et al. - "The stress analysis of cracks handbook" Del Research Corp., Pennsylvania (1973)
22. M.D. Thouless et al. - Acta Metall., 36, 517 (1988)
23. O. Sbaizero et al. - J. Amer. Ceram. Soc. 72, 525 (1989)