

**TENACITA' A FRATTURA IN MODO MISTO  
DI MATERIALI CERAMICI**

**G. NICOLETTO<sup>^</sup>, M. LECCESE, L. ESPOSITO\***

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

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

**SOMMARIO**

Dopo aver richiamato brevemente la struttura delle relazioni teoriche proposte per la descrizione dell'inviluppo di frattura in modo misto, viene delineata una procedura sperimentale impiegata per determinare gli inviluppi di frattura di due materiali ceramici commerciali, una alumina ed un nitruro di silicio. Queste nuove osservazioni sperimentali sono esaminate alla luce di alcune teorie di frattura.

**INTRODUZIONE**

L'impiego dei materiali ceramici in campo strutturale è subordinato alla conoscenza approfondita dell'influenza dei processi tecnologici di formatura e delle successive lavorazioni sulle caratteristiche meccaniche, in particolare sulla riduzione della resistenza a rottura in presenza di una difettosità intrinseca o indotta. I materiali ceramici presentano infatti una popolazione di difetti microstrutturali interni e superficiali di varia natura con caratteristiche tipologiche estremamente variabili per forma, dimensione ed orientazione quali porosità, grani di dimensione inusuali, inclusioni, microfratture, graffi ed altri tipi di difetti superficiali. Per la complessità geometrica di molti componenti inoltre, nella progettazione strutturale si deve considerare una risposta del materiale a sollecitazioni di tipo multiassiale.

Qualora si interpreti il comportamento a rottura dei materiali ceramici alla luce della meccanica della frattura lineare elastica si possono assimilare i difetti naturali a fessure equivalenti aventi giaciture casuali rispetto alle direzioni delle sollecitazioni composte,

cfr. Fig. 1a, quindi soggetti a modi misti di sollecitazione all'apice, i.e. contemporanee condizioni di apertura diretta, Modo I, e di scorrimento, Modo II, (in questo lavoro si escludono condizioni di lacerazione o Modo III). Lo schema di Fig. 1b, che evidenzia il caso più semplice di sollecitazione in modo misto, è un caso particolare di quello di Fig. 1a. Nelle Fig. 1c - 1f sono rappresentate schematicamente altre configurazioni fessurative che danno luogo a modi misti di sollecitazione e che sono rilevanti per i materiali ceramici.

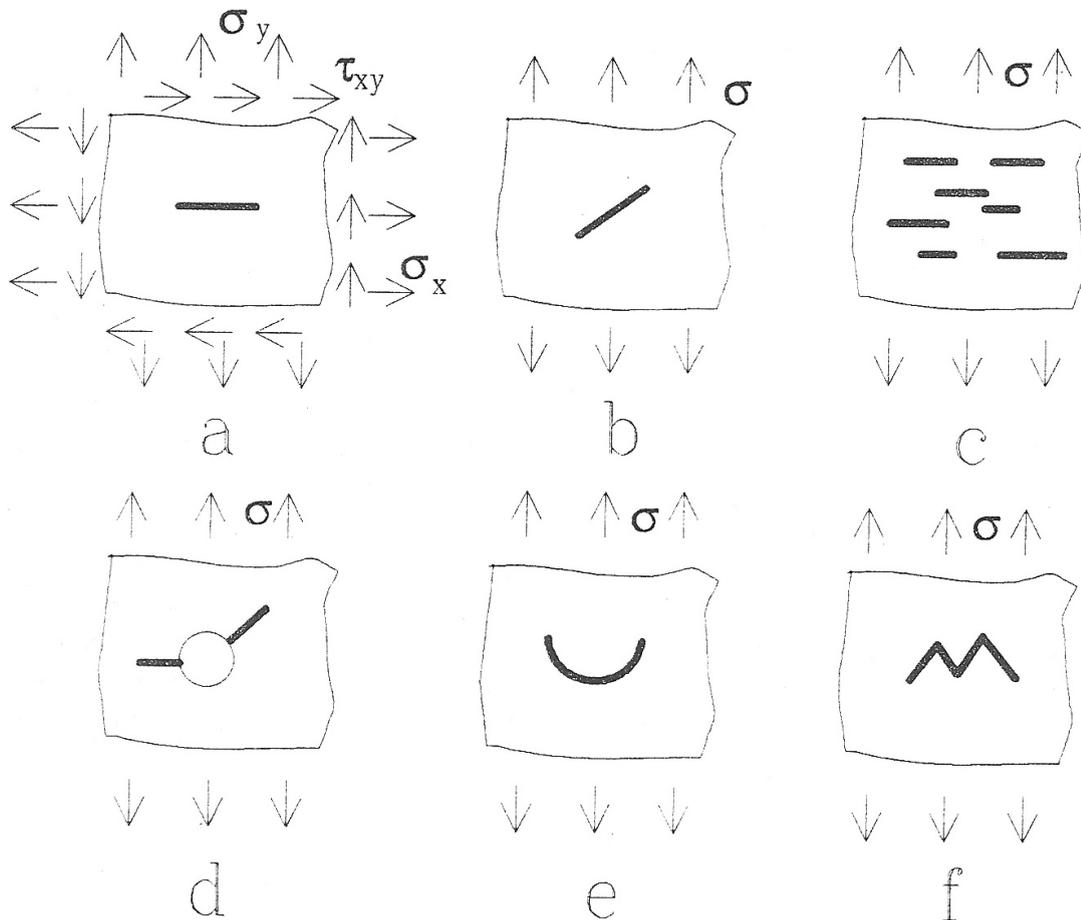


Fig. 1 - Fessurazioni sollecitate in modo misto

Un approccio di previsione della resistenza a rottura basato sulla meccanica della frattura è rappresentato schematicamente in Fig. 2 e consiste nella determinazione della posizione di un punto di lavoro, sulla base dei fattori di intensità degli sforzi in Modo I e Modo II nel piano ( $k_I$ - $k_{II}$ ) per una fessurazione caratteristica del componente caricato, rispetto alla zona di funzionamento in sicurezza delimitata da quello che può essere definito l'inviluppo della tenacità a frattura in modo misto del materiale,  $f(K_I, K_{II})$ . Questo approccio richiede una completa caratterizzazione a frattura del materiale ceramico impiegando delle metodologie di prova specifiche quale quella proposta in [1]. In letteratura sono apparse, per altro, numerose teorie di frattura volte alla previsione delle condizioni di criticità in presenza di sollecitazioni multiassiali e della direzione della propagazione di una fessura fornendo, nel contempo, delle rappresentazioni matematiche del  $f(K_I, K_{II})$  che richiedono una sperimentazione limitata.

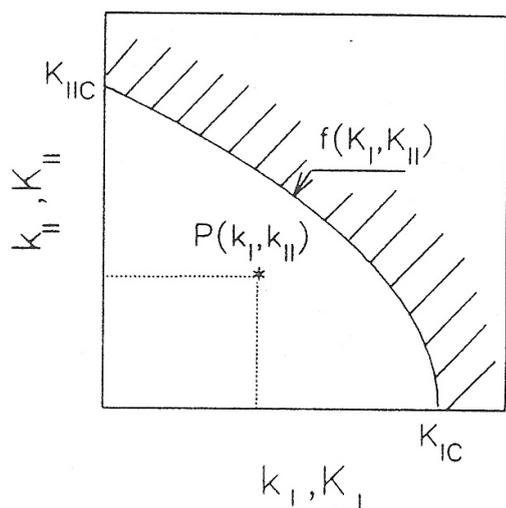


Fig.2 - Schema di verifica strutturale con la meccanica della frattura

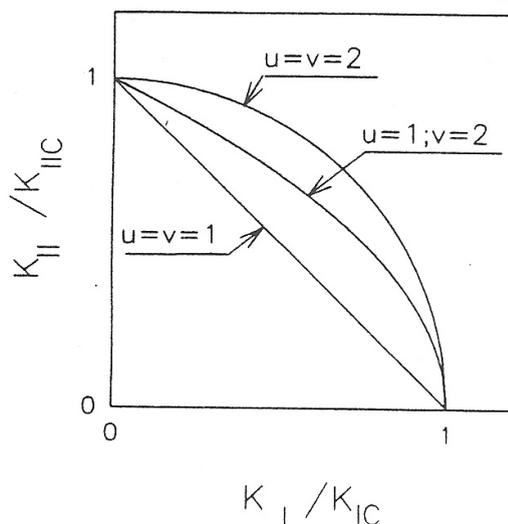


Fig.3 - Possibili forme degli involucri di frattura in base alla Eq. (2)

Gli obiettivi di questo lavoro sono:

- richiamare brevemente la struttura delle relazioni teoriche sviluppate per descrivere l'involuppo di frattura in modo misto,  $f(K_I, K_{II})$ ;
- delineare una procedura sperimentale per la determinazione di  $f(K_I, K_{II})$  ed applicarla a due materiali ceramici commerciali, una alumina ed un nitruro di silicio;
- analizzare l'applicabilità delle teorie di frattura a queste nuove osservazioni sperimentali.

## INVILUPPI DI FRATTURA TEORICI

Prima di presentare la struttura delle relazioni teoriche sviluppate per descrivere l'involuppo di frattura in modo misto sulla base di alcune teorie di frattura conviene richiamare quelle che sono le proprietà a frattura principali ovvero la tenacità a frattura nel modo di pura apertura,  $K_{IC}$ , che viene determinata con provini di geometria predefinita ovvero con tecniche di indentazione, [2], e la tenacità a frattura in modo di puro scorrimento o  $K_{IIC}$ , che è meno studiata anche per la difficoltà nel realizzare un campione fessurato soggetto a condizioni di taglio puro, [3].

In Fig. 2 si vede che la zona ammissibile di lavoro del materiale è limitata dal confine ipoteticamente definibile con una relazione generica  $f(K_I, K_{II})$  che, contemporaneamente, deve fornire  $K_{IC}$  e  $K_{IIC}$  per le condizioni di modi puri di sollecitazione. In forma adimensionalizzata

$$f\left(\frac{K_I}{K_{IC}}, \frac{K_{II}}{K_{IIC}}\right) = 1 \quad (1)$$

Una forma della Eq. (1) di origine empirica ma di grande generalità è la seguente

$$\left(\frac{K_I}{K_{IC}}\right)^u + \left(\frac{K_{II}}{K_{IIC}}\right)^v = 1 \quad (2)$$

Diverse forme di involuppo di frattura ottenibili con opportuna scelta degli esponenti della Eq. (2) sono mostrate in Fig. 3.

Numerosi autori, cfr. Rif. [4] per una aggiornata bibliografia, hanno sviluppato delle teorie di frattura ricorrendo a criteri che si possono suddividere in tre gruppi: 1) criteri basati sulla massima tensione tangenziale all'apice, i.e. [5]; 2) criteri della massimizzazione dell'energia di rilascio, i.e. [6, 7] e 3) criteri della minima densità di energia di deformazione, i.e. [8]. Siccome uno degli obiettivi di una teoria di frattura è quello di fornire la condizione criticità di un materiale fessurato soggetto a sollecitazioni multiassiali sulla base di un dato di tenacità a frattura in Modo I, si può teoricamente determinare la tenacità in Modo II puro sulla base del  $K_{IC}$  ovvero la costante di proporzionalità  $C = K_{IIC}/K_{IC}$ . I valori di questa costante che si ritrovano in letteratura sono marcatamente discordanti (i.e.  $C = 0.31 \div 1.32$  a seconda della teoria, [4]).

Naturalmente qualora la costante  $C$  fosse nota si potrebbe semplificare la forma della Eq.(2) riducendo allo stesso tempo le necessità di sperimentazione sul materiale. Una delle descrizioni più adottate è dovuta a Palaniswamy e Knauss, [9], i quali hanno esaminato le relazioni ottenibili applicando criteri di frattura basati sulla massimizzazione dell'energia di rilascio e della massima tensione tangenziale, determinato teoricamente  $C = 0,8165$  ed individuato nella relazione seguente

$$\frac{K_I}{K_{IC}} + \frac{1}{C} \left(\frac{K_{II}}{K_{IC}}\right)^2 = 1 \quad (3)$$

una descrizione approssimata valida per due criteri di frattura che consente di prevedere una condizione di frattura in modo misto sulla base della sola determinazione di  $K_{IC}$ . Si può notare che la Eq.(3) non è altra che la Eq. (2) in cui  $u = 1$  e  $v = 2$ . Anche altre teorie di frattura forniscono delle equazioni dell'involuppo di frattura che sono casi particolari della Eq. (2) (i.e. particolari valori della costante  $C$  e degli esponenti  $u$  e  $v$ ). Alcune curve limite, riportate in Fig. 4, evidenziano la significatività delle differenze.

Un altro parametro che viene predetto da alcune teorie di frattura e che può essere determinato sperimentalmente è l'angolo formato tra il piano della fessura e la direzione iniziale di propagazione instabile. In Fig. 5 vengono riportati alcuni andamenti teorici dell'angolo di inizio propagazione in funzione dell'entità della sollecitazione in modo misto. Le differenze maggiori fra le varie teorie si riscontrano nel caso sollecitazione di puro Modo II sebbene non siano così marcate come quelle relative alla costante  $C$ .

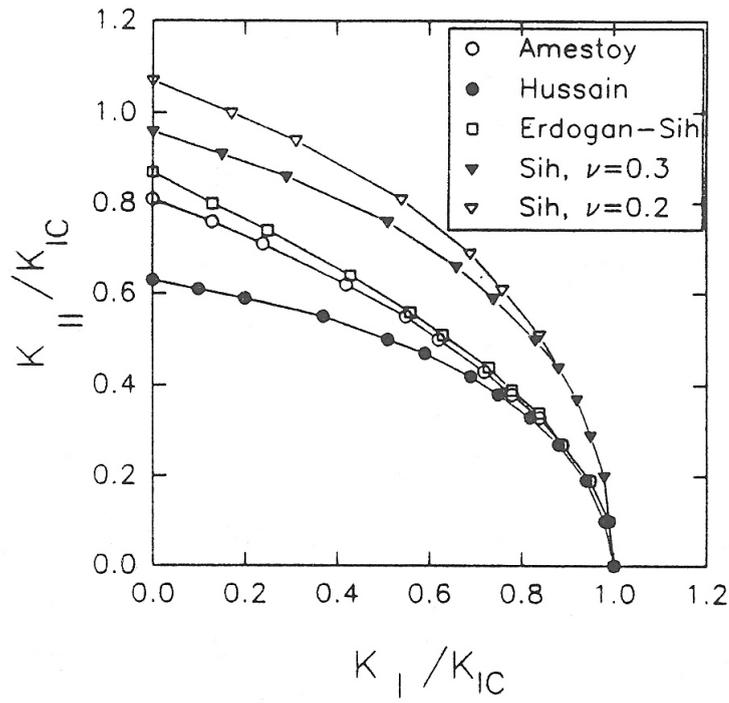


Fig. 4 - Involupi di frattura teorici

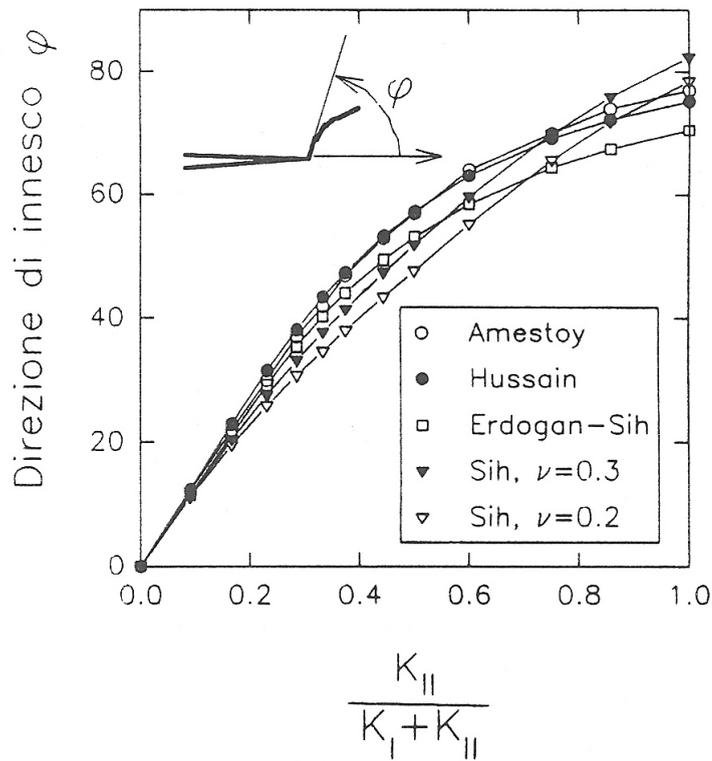


Fig. 5 - Angoli teorici di innesco della frattura

## SPERIMENTAZIONE

### Materiali

I materiali commerciali presi in esame sono una allumina pura e un nitrato di silicio. Le proprietà meccaniche fondamentali dell'allumina ( $Al_2O_3$  al 99.6 % in peso, Degussit AL23) sono modulo di Young  $E = 350$  GPA , resistenza a compressione  $\sigma_c = 600$  MPa, resistenza a flessione  $\sigma_f = 214$  MPa. Le dimensioni medie del grano sono di  $10 \mu m$ . Il nitrato di silicio ( $Si_3N_4$  legato per reazione, Morgan-Matroc AME RBSN) presenta un modulo di Young  $E = 170$  GPA , una resistenza a compressione  $\sigma_c = 650$  MPa e una resistenza a flessione  $\sigma_f = 200$  MPa. Per quanto riguarda la microstruttura essa è piuttosto disomogenea e caratterizzata da una porosità aperta rilevante del 20%.

### Metodo per la determinazione di tenacità a frattura in modo misto

Il metodo impiegato per la determinazione della tenacità a frattura in modo misto di materiali ceramici è descritto dettagliatamente in [1] e combina una tecnica preliminare di precriccaggio che introduce delle fessure naturali passanti nello spessore ed una successiva prova di rottura per flessione asimmetrica di barrette prismatiche. L'involuppo di frattura di Fig. 2 è stato determinato valutando la tenacità del materiale a partire dalla condizione di puro Modo I attraverso rapporti crescenti tra le sollecitazioni in Modo II e Modo I, fino a conseguire una condizione di puro Modo II.

Per la determinazione della tenacità a frattura in Modo I,  $K_{IC}$ , si è utilizzata una condizione di carico simmetrico che realizza una flessione pura (i.e. momento flettente  $M$  e taglio nullo) nella zona centrale della barretta precriccata. Per la determinazione della tenacità a frattura in puro Modo II,  $K_{IIC}$ , e per la frattura in modo misto si è sottoposta la barra precriccata ad una flessione asimmetrica su quattro punti caratterizzata da un momento flettente  $M$  ed un taglio  $T$  in corrispondenza della sezione fessurata. Per la determinazione dei valori di tenacità in modo misto sono state utilizzate le seguenti relazioni:

$$K_I = F_I \left( \frac{a}{W} \right) \frac{6M}{BW^2} \sqrt{\pi a} \quad (4)$$

$$K_{II} = F_{II} \left( \frac{a}{W} \right) \frac{T}{BW} \sqrt{\pi a} \quad (5)$$

in cui  $a$ ,  $W$  e  $B$  sono rispettivamente la lunghezza della precricca, l'altezza e lo spessore della barretta e  $F_I(a/W)$  e  $F_{II}(a/W)$  sono le funzioni di forma riportate in [1].

I valori dei parametri sperimentali, che hanno caratterizzato le prove di precriccaggio e di rottura per flessione sono stati fissati in seguito all'estesa sperimentazione svolta in [1]. I provini rispondevano ad alcuni requisiti quali una buona finitura superficiale, il parallelismo delle superfici e l'eliminazione di spigoli vivi. Per le prove si sono impiegate delle attrezzature appositamente costruite montate in 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.

La determinazione degli angoli di innesco della frattura rispetto al piano del precriccaggio è stata effettuata impiegando un proiettore di profili che consentiva di delineare i contorni della pezzo fratturato sotto forte ingrandimento (50X).

## RISULTATI E DISCUSSIONE

### Inviluppi di tenacità a frattura in modo misto

Dall'esame della Fig. 6 in cui vengono riportati tutti i risultati delle prove secondo i modi misti si riscontrano comportamenti assai diversi dei due materiali. Dalle prove di tenacità a frattura secondo il Modo I nell'allumina si è determinato  $K_{IC} = 3.88 \pm 0.13 \text{ MPa(m)}^{1/2}$ , perfettamente in linea con quanto riportato in letteratura per materiali con caratteristiche simili, cfr. [1], mentre dalle prove in puro Modo II si ottiene  $K_{IIC} = 3.68 \text{ MPa(m)}^{1/2}$  di poco inferiore a  $K_{IC}$  ( $C = K_{IIC}/K_{IC} = 0.95$ ). Si può inoltre osservare che la dispersione dei dati sperimentali è molto limitata nonostante la relativa complessità delle prove.

Dalla Fig. 6 risulta invece che il nitruro di silicio ha una tenacità a frattura  $K_{IC} = 2.91 \pm 0.07 \text{ MPa(m)}^{1/2}$  mentre presenta  $K_{IIC} = 6.41 \text{ MPa(m)}^{1/2}$  definendo così un rapporto  $C = K_{IIC}/K_{IC} = 2.20$ . Inoltre in questo materiale i valori di tenacità ottenuti con i modi misti presentano un andamento discontinuo: per un elevato rapporto fra momento flettente e taglio, i.e.  $M/T$ , ossia in presenza di sollecitazioni prevalentemente di apertura, si ha un andamento simile a quello osservato per l'allumina; per un basso rapporto  $M/T$ , ossia in presenza di sollecitazioni prevalenti di scorrimento, si ha un andamento che si discosta notevolmente dal precedente.

La evidente differenza di risposta a frattura dei due materiali di Fig. 6 è da attribuirsi essenzialmente alla diversa microstruttura poichè tutti i parametri di prova erano sostanzialmente identici. Mentre la discontinuità riscontrata nel nitruro di silicio rappresenta una novità assoluta per gli autori, elevati valori di  $K_{IIC}/K_{IC}$  (i.e.  $\gg 1$ ) sono già apparsi in letteratura per diversi materiali e geometrie dei provini ( $C = 2.02$  con brazilian disks di allumina, [10], e  $C=2.48$  con provini compact tension-shear (CTS) di resina epossidica, [4]).

### Angoli di innesco della frattura

Nella Fig. 7 vengono riportate le dipendenze dell'angolo innesco della propagazione rispetto al piano della precricca in funzione di un rapporto adimensionale variabile tra 0 e 1 legato al tipo di sollecitazione. Anche in questo caso si nota una diversità di comportamento fra i due materiali sebbene meno marcata: gli angoli di innesco nell'allumina sono superiori a quelli del nitruro di silicio per sollecitazioni prevalenti di apertura mentre si dispongono in modo opposto per sollecitazione di Modo II puro.

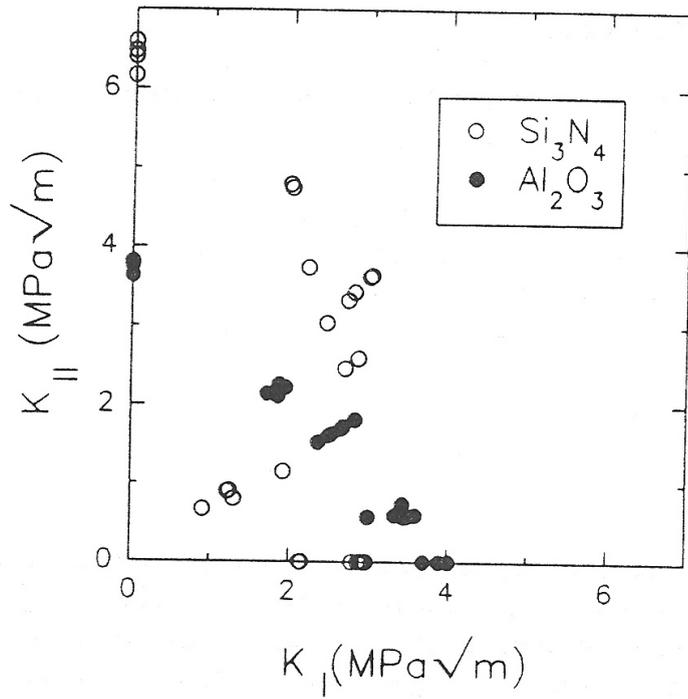


Fig.6 - Involupi di frattura sperimentali

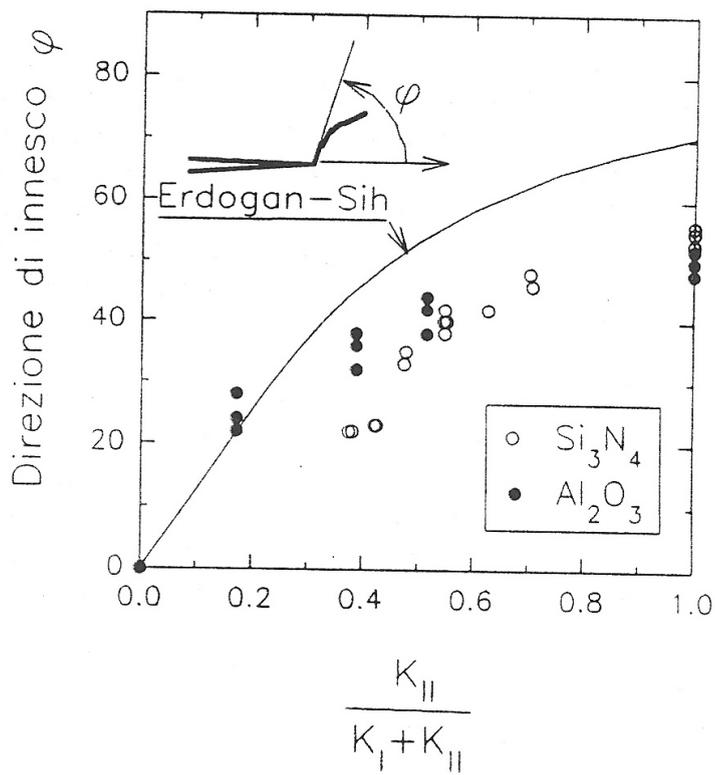


Fig.7 - Angoli di innesco della frattura sperimentali

## Confronto con le teorie di frattura

Nelle Fig. 8 vengono riportati i risultati delle prove di tenacità a frattura in presenza di modi misti di sollecitazione normalizzati rispetto ai rispettivi valori di  $K_{IC}$  per facilitare il confronto con gli andamenti teorici di Fig. 3. Si nota che il comportamento dell'allumina si correla abbastanza bene con la maggioranza delle teorie di frattura ed, in particolare, con la teoria della minimizzazione della densità dell'energia di deformazione, [8], (in Fig. 8 si è riportata la teoria di Erdogan-Sih solo come riferimento). I dati sperimentali sembrano però piuttosto disporsi su una retta (descrivibile ponendo  $u = v = 1$  in Eq. (2)) non prevista da nessuna teoria. Per quanto riguarda il nitruro di silicio si osserva come nessuna teoria di frattura sia in grado di prevedere la discontinuità di comportamento a frattura e l'elevatissimo valore del rapporto  $K_{IIIC}/K_{IC}$ , sebbene, come già detto, analoghe evidenze sperimentali non manchino in letteratura.

La divergenza tra osservazioni sperimentali sui presenti materiali ceramici e teorie di frattura può essere forse spiegata ricordando l'ipotesi di solido omogeneo, isotropo ed elastico alla base delle varie teorie di frattura. La struttura policristallina non uniforme dell'allumina ed, in modo ancor più significativo, la struttura ad elevata porosità del nitruro di silicio possono dar luogo ad una risposta meccanica eterogenea. Infatti, in prove analoghe svolte su del vetro, [1], che per la sua struttura amorfa forse rispetta maggiormente le ipotesi di solido ideale, si è ritrovato un ottimo accordo con le teorie di frattura.

Anche gli angoli di innesco della frattura riportati in Fig. 7 evidenziano una deviazione rispetto alle previsioni teoriche che tendono a sovrastimare l'angolo d'innesco della propagazione (in Fig. 7 si è riportata la teoria di Erdogan-Sih come riferimento).

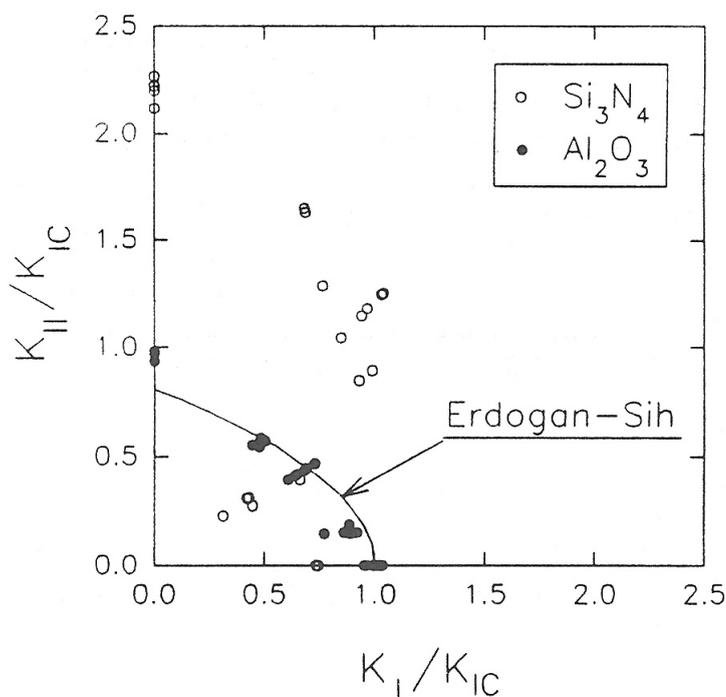


Fig. 8 - Involupi di frattura normalizzati

## CONCLUSIONI

Si è indagata l'applicabilità di teorie di frattura alla descrizione degli involuppi di frattura in modo misto di due materiali ceramici commerciali, una allumina ed un nitruro di silicio. Per la determinazione della tenacità a frattura in modo misto si è impiegato un metodo sviluppato in [1], che consiste di una fase di precriccaggio ed una fase di fratturazione di barrette precriccate poste in flessione asimmetrica.

Gli involuppi di frattura dei due materiali si differenziano significativamente tra loro. e questa diversità di comportamento è stata confermata dalla determinazione della direzione di propagazione in condizioni di modo misto. Tra le descrizioni teoriche esaminate, la teoria della minimizzazione della densità di energia di deformazione, [8], è la più attendibile nella previsione della risposta dell'allumina. Nessuna teoria si avvicina al comportamento a frattura del nitruro di silicio sebbene comportamenti analoghi siano già apparsi in letteratura.

## RINGRAZIAMENTI

Uno degli Autori (G.N.) ringrazia il M.U.R.S.T. per il parziale finanziamento di questo studio con fondi 40%.

## BIBLIOGRAFIA

- [1] G. Nicoletto, M. Leccese, L. Esposito "A method for the mixed-mode fracture toughness determination of ceramic materials", *Ceramica Acta*, (1993), in press
- [2] G. Nicoletto, L. Esposito "Fracture toughness of ceramic materials by the precracked bend bar and indentation methods", *Procs. XIX Nat. Cong. on Mechanics of Innovative Materials*, Pisa, (1992), pp.409-422
- [3] J.J. Petrovic, "Mixed-mode fracture of hot-pressed  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ", *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 68, no. 6, (1985) pp. 348-55
- [4] H.-A. Richard, "Bruchvorhersagen bei Überlagerter Normal- und Schubbeanspruchung von Rissen", *VDI Forschungsheft 631*, (1985) pp.1-60
- [5] F. Erdogan and G.C. Sih, "On the crack extension in plates under plane loading and transverse shear", *Trans ASME, J. Basic Engng.*, Vol.85, (1963), pp.519-525
- [6] M.A. Hussain, S.L. Pu, J. Underwood, "Strain energy release rate for a crack under combined Mode I and Mode II", *ASTM STP 560*, American Society for Testing and Materials, (1974) pp. 2-28
- [7] H. Amestoy, H.D. Bui, K. DangVan, "Analytical asymptotic solution of the kinked crack problem", *Advances in Fracture Research*, Pergamon, (1980) pp.107-113

- [8] G.C. Sih "Strain-energy-density factor applied to mixed mode crack problems", *Int. J. of Fracture*, Vol.10, (1974), pp.305-321
- [9] K. Palaniswamy, W.G. Knauss, "On the problem of crack extension in brittle solids under general loading", *Mechanics Today*, (1978) pp. 87-148.
- [10] D. Singh, D.K. Shetty, "Fracture Toughness of Polycrystalline Ceramics in Combined Mode I and Mode II Loading", *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 72, no. 1 (1989) pp. 78-84.