

Giornata di studio

*La frattura nei materiali ceramici*

**Analisi del comportamento a frattura  
di materiali ceramici e compositi  
per applicazioni industriali**

~ ~

**Comportamento a fatica ciclica  
di compositi ceramici C/C SiC**

M. Labanti, G. L. Minocari, E. Trentini



## Obiettivo del lavoro

valutazione della sensibilità del composito ceramico C/C SiC al danneggiamento dovuto a sollecitazioni di fatica ciclica

### *Attività svolta:*

- caratterizzazione meccanica del materiale,
- analisi dell'affidabilità (Weibull),
- prove cicliche su campioni standard (C-ring),
- verifica dei risultati su un componente reale (tubo).



## Caratterizzazione meccanica del materiale

### *Caratteristiche dei campioni*

C-ring in composito C/C SiC ottenuto per

- filament winding del tubo,
- pirolisi,
- silificazione per infiltrazione in fase liquida/vapore,
- taglio del C-Ring



fibre di C ad alto modulo con orientazione +/- 45° (alcuni strati interni a 90°)

matrice di C e SiC

presenza di Si libero

densità 2.5÷2.6 g/cm<sup>3</sup>

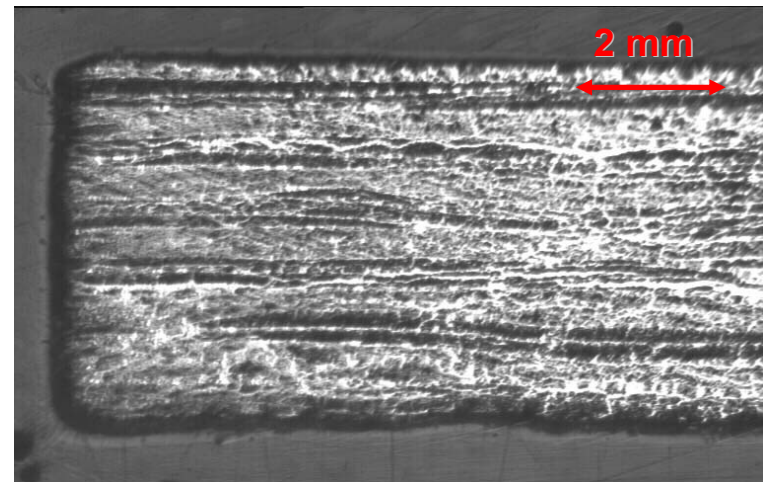
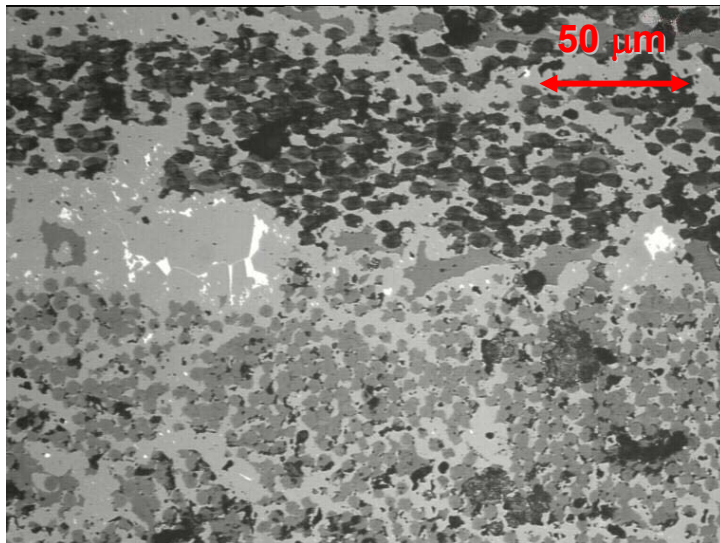
presenza di vuoti, cricche

porosità aperta 0.1÷1.2%, totale 4÷5%



## Microstruttura del materiale

*analisi microstrutturale tramite  
microscopia ottica*



- bassa porosità
- fibre di due tipi e con due differenti orientazioni
- SiC tra i vari strati di fibre e tra le fibre stesse, poco Si non reagito



## Analisi delle fasi su C-ring

- la sezione del campione, tagliata lontano dalla zona di frattura è stata studiata tramite un analizzatore d'immagine computerizzato
- il SiC si trova sia tra gli strati di fibre, sia tra le fibre stesse,
- il Si libero, in quantità limitata, è presente solo tra gli strati di fibre, all'interno del SiC.

Analisi delle fasi (%)	
Porosità	4-5
C libero + fibre	61-66
SiC	24-30
Si libero	3-5



## Prove di compressione su campioni C-ring



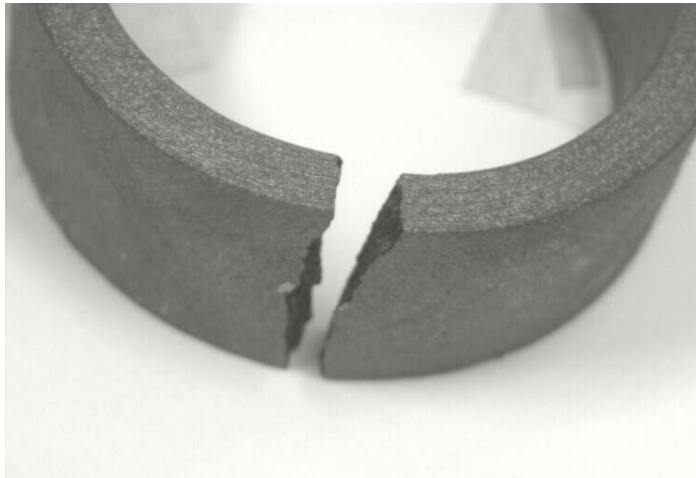
*Proprietà meccaniche del materiale*  
(prove effettuate su 10 campioni)

Resistenza (MOR) [MPa]	206 $\pm$ 9
Modulo elastico [GPa]	135 $\pm$ 6
Deformazione a rottura [%]	0.19 $\pm$ 0.02
Modalità di rottura	fragile
Modulo di Weibull	17.2

calcolo delle sollecitazioni nominali secondo lo standard ASTM C1323-96 (EN 843-6 in fase di sviluppo)

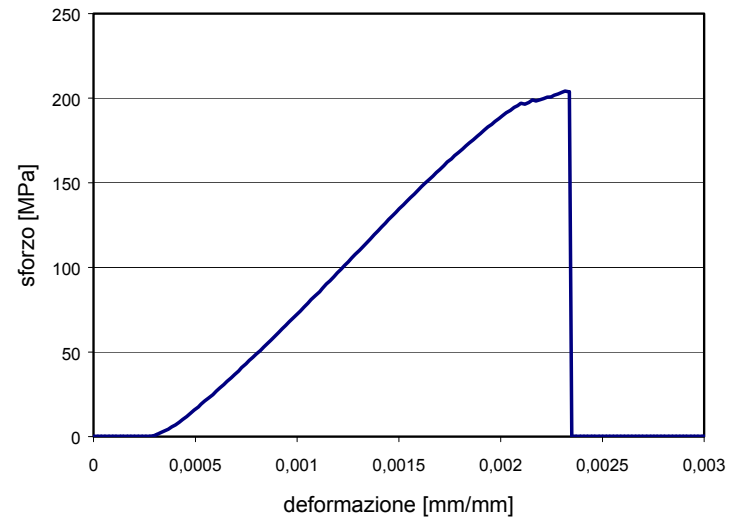


## Prove di compressione su C-ring



sopra: C-ring dopo rottura  
destra: curva sforzo-deformazione

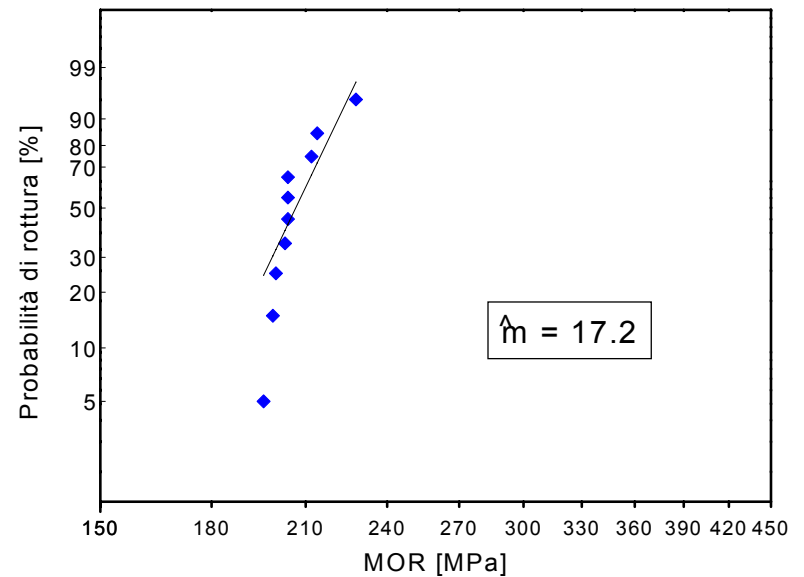
la *frattura è fragile*: non si verifica deformazione “plastica” significativa



## Prove di compressione su C-ring

*analisi statistica di Weibull (approssimata) su 10 campioni*

$\sigma_m$ [MPa]	206
dev.st. [MPa]	9
$\hat{\sigma}_0$ (max.like.) [MPa]	211
m (regr. lin.)	19,7
$\hat{m}$ (max. like.)	17,2

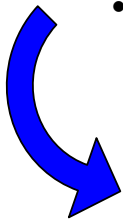




## Prove di fatica ciclica

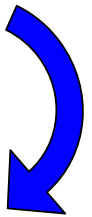
*prove preliminari su tubi chiusi e flangiati:*

- la rottura avviene in prossimità della flangia o della giunzione, si ha cioè cedimento della struttura per grandi difetti concentrati (30-40 bar),
- non si è osservato danneggiamento dovuto alla fatica (strain gauges),
- rottura a sollecitazione bassa (30 bar  $\cong$  15 MPa nel tubo)



*prove su C-ring*

- campioni standard
- geometria semplice
- carico massimo  $\cong$  70 ÷ 90% MOR



*prova a step su un tubo*

- p max crescente a step nel tempo
- tentativo di avvicinarsi gradualmente al limite di fatica



## Prove di fatica ciclica

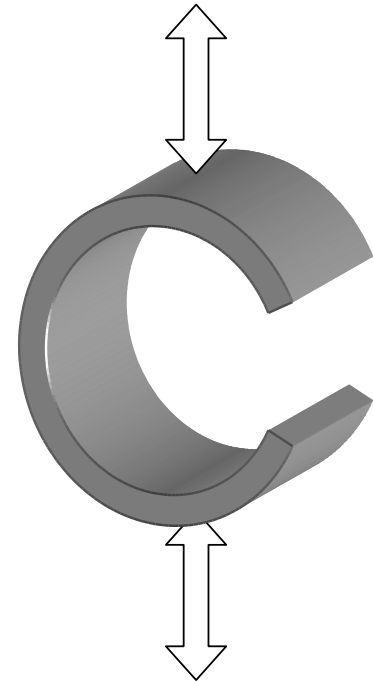
*assemblaggio per le prove di pressurizzazione e fatica ciclica*



## Prove di fatica ciclica su C-ring

### Modalità delle prove:

- compressione ciclica,
- frequenza 1Hz,
- sollecitazione minima  $\approx 27$  MPa,
- sollecitazione massima 70% (144 MPa), 80%, 85%, 88% e 90% MOR (185 MPa),
- l'effetto della fatica è stato valutato in base alla deformazione "plastica" accumulata ed alla variazione di rigidità del campione,
- prove condotte fino a rottura o a max. 100.000 cicli.

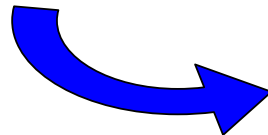
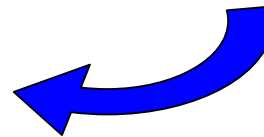


## Prove di fatica ciclica su C-ring

### *Risultati delle prove*

- 70 e 80% MOR: i campioni non subiscono danneggiamento misurabile dopo  $10^5$  cicli,
- 90% MOR: i campioni si rompono dopo pochi cicli senza indicazioni evidenti di fatica,
- **85% e 88%** MOR: i campioni si rompono mostrando **indicazioni di fatica** negli ultimi cicli,

- aumento della cedevolezza del campione
- deformazione “plastica” crescente



il limite di fatica del materiale stimato è pari a 70÷80% MOR.



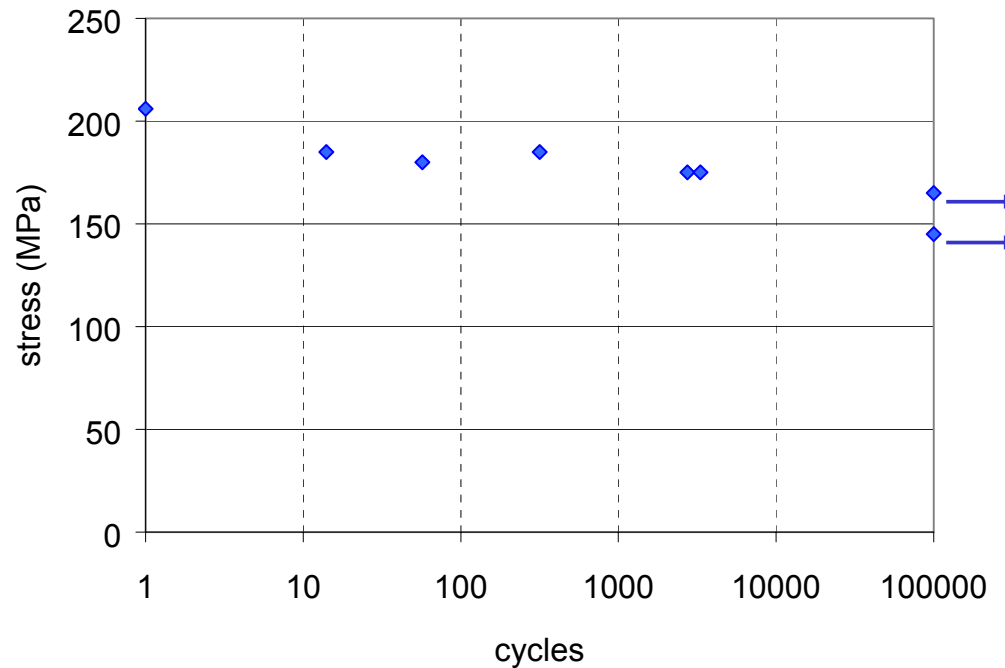
## Prove di fatica ciclica su C-ring

%MOR	stress [MPa]	cycles
100	206	1
90	185	14
90	185	316
88	180	57
85	175	2740
85	175	3316
80	165	100000 (*)
70	145	100000 (*)

(\*)

(\*)

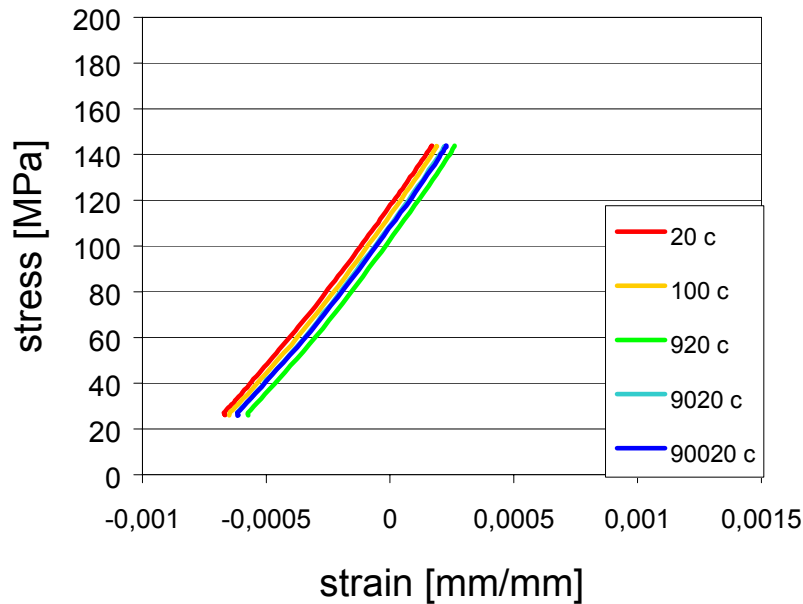
(\*) frattura non raggiunta



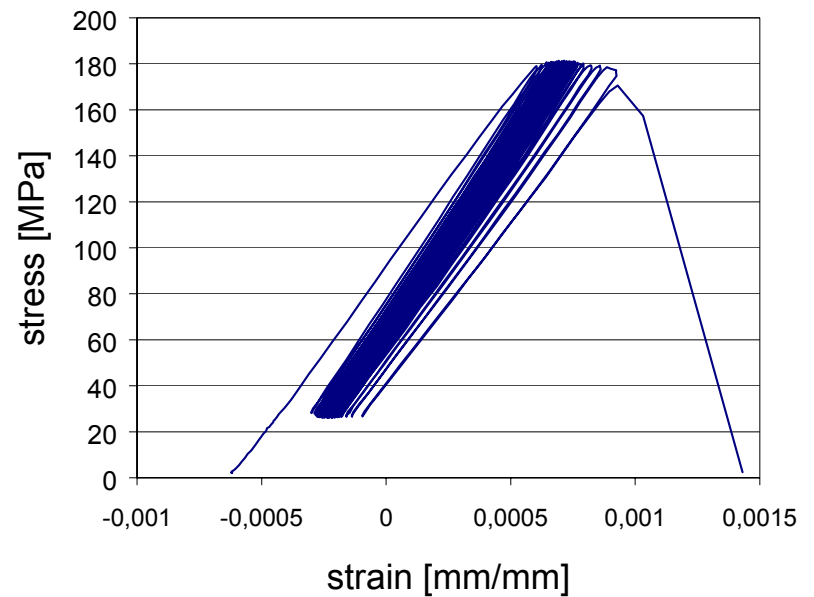
*Risultati delle prove di fatica e curva di Wöhler*



## Prove di fatica ciclica su C-ring



curve sforzo-deformazione,  
campione sollecitato al 70% MOR

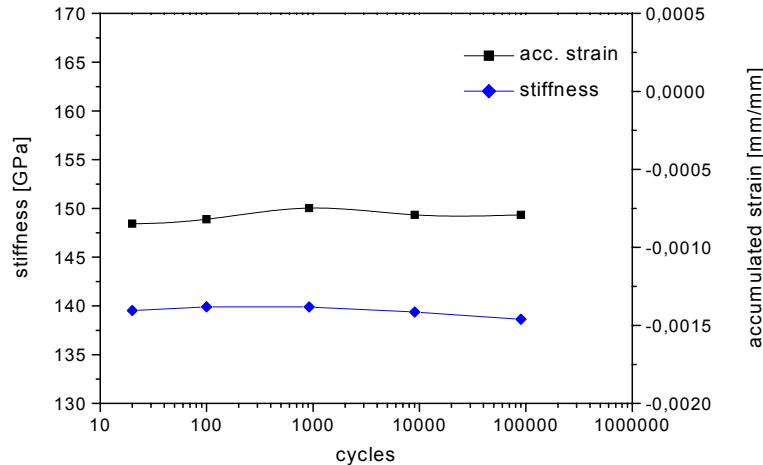


curve sforzo-deformazione,  
campione sollecitato all' 88% MOR

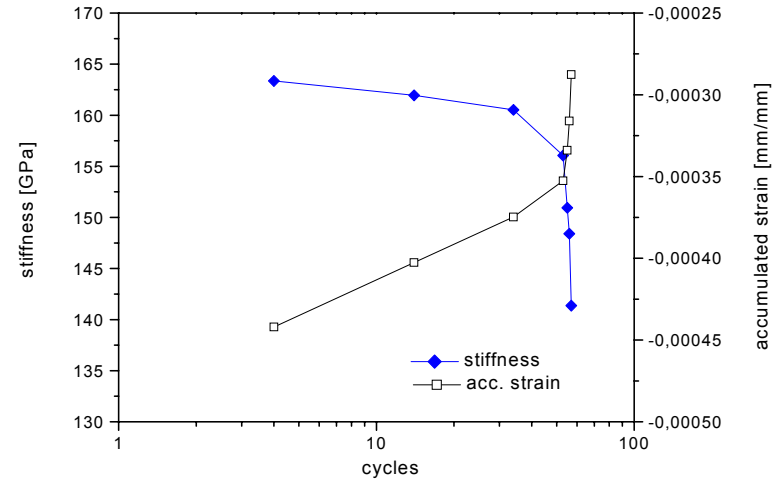


# Prove di fatica ciclica su C-ring

## 70 % MOR



## 88% MOR



effetto della fatica ciclica: la rigidità del campione è costante a 70 % MOR mentre all' 88% MOR cambia sensibilmente pochi cicli prima del cedimento, comportamento simile si osserva per la deformazione accumulata



## Prove di pressurizzazione ciclica

### *caratteristiche del campione*

tubo chiuso e flangiato  $\phi$  50x5x250 mm,

procedura di preparazione



- filament winding,
- Resin Transfer Moulding,
- pirolisi,
- silificazione per infiltrazione in fase liquida,
- flangia ed end cap fissati con pins, giunzione in fase di silificazione

fibre di carbonio con orientazione  $\pm 45^\circ$   
matrice C-SiC

presenza di delaminazioni e discontinuità  
rilevate con analisi non distruttive con US





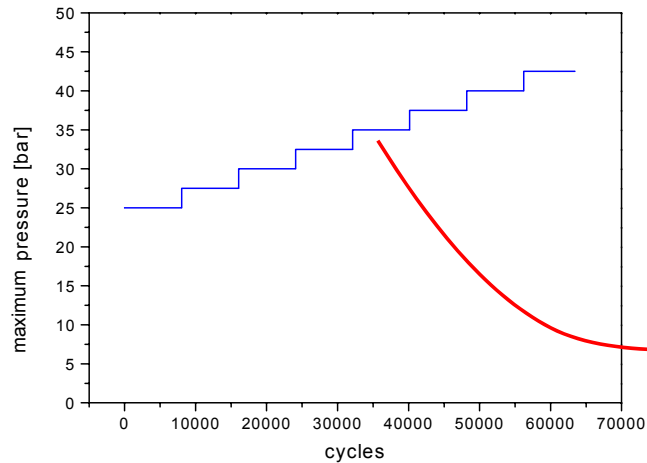
## Prove di pressurizzazione ciclica

### *Prove di pressurizzazione ciclica su un tubo chiuso e flangiato*

- Stessa attrezzatura e software di pressurizzazione delle prove preliminari,
- per misurare le deformazione e poter valutare l'eventuale effetto della fatica il tubo è stato strumentato con due strain gauge, longitudinale e trasversale, lungo le direzioni (nominali) principali di deformazione,
- di conseguenza gli strain gauge sono stati allineati a 45° rispetto alle fibre, in modo da risentire del comportamento meccanico della matrice,
- è stata applicata una pressione con andamento sinusoidale di frequenza 1 Hz,
- pressione minima di 2 bar e pressione massima crescente a partire da 25 bar,
- la pressione massima è stata gradualmente aumentata di 2.5 bar ogni 8030 cicli.

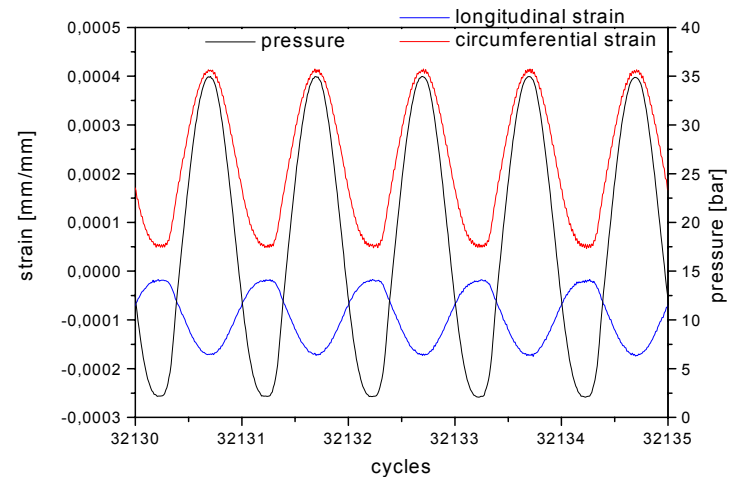


## Prove di pressurizzazione ciclica



Sequenza di pressurizzazione

esempio di ciclo di pressurizzazione (p max 35 bar) e deformazioni rilevate



## Prove di pressurizzazione ciclica

### *Risultati*

- la rottura del tubo si è verificata a 42.5 bar ( $\approx$  22 MPa nel tubo), dopo 63404 cicli (di cui 7194 cicli a 42.5 bar),
- la frattura ha origine in prossimità della flangia,
- la deformazione circonferenziale è sempre positiva, mentre quella longitudinale è sempre negativa (nella matrice),
- indicazioni di fatica: la deformazione accumulata e la rigidità del campione in direzione circonferenziale non variano in modo significativo nel corso della prova, mentre la rigidità del tubo mostra un leggero calo in direzione longitudinale,
- durante l'ultimo pacchetto di cicli ( $p_{max}$  42.5 bar) non si registrano variazioni significative dei parametri di danneggiamento a fatica.



## Prove di pressurizzazione ciclica



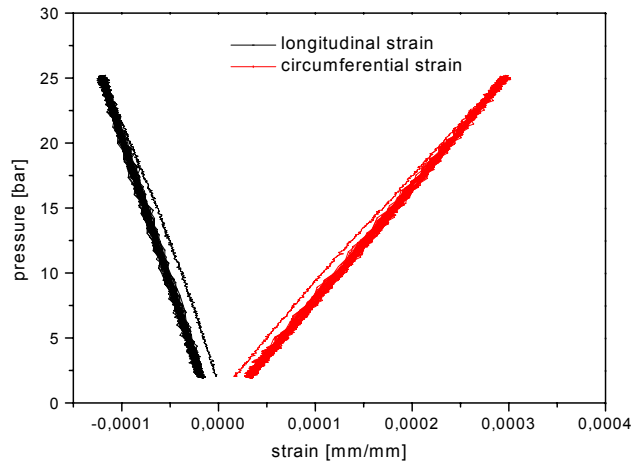
tubo dopo il cedimento  
in prossimità della flangia



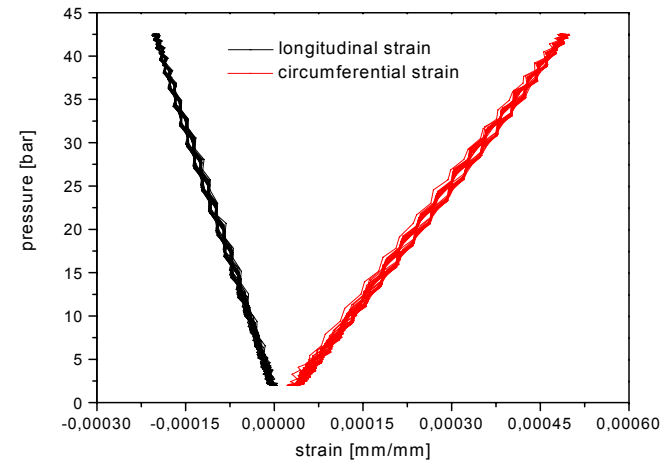
particolare del  
tubo dopo il cedimento



## Prove di pressurizzazione ciclica



cicli 1-20  
p max 25 bar

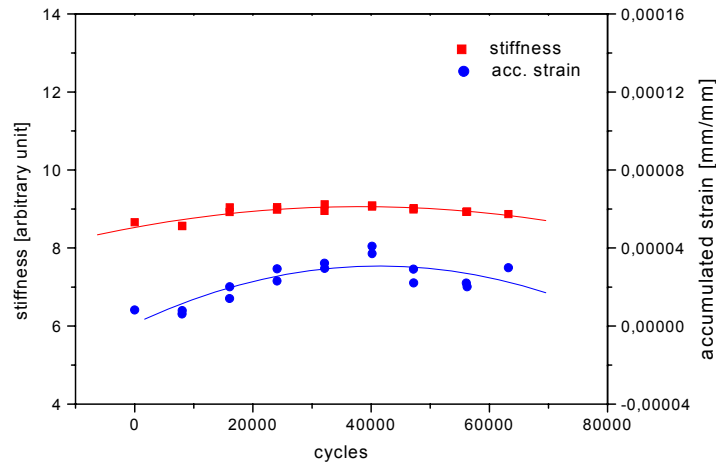


cicli 56211-56230  
primi 20 cicli a p max 42.5 bar

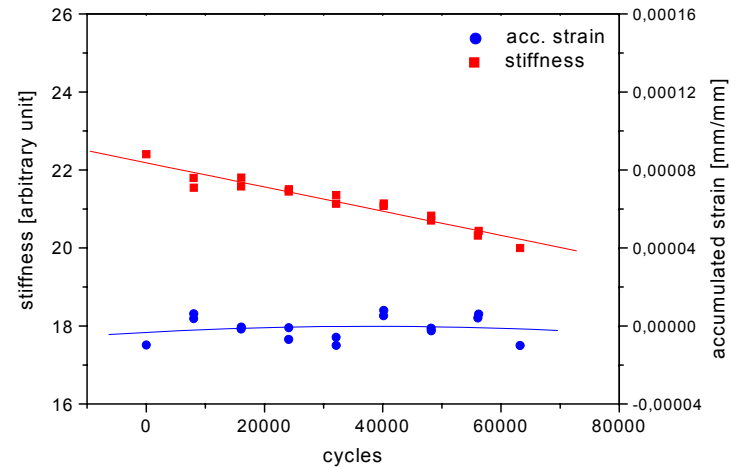


# Prove di pressurizzazione ciclica

*indicazioni di fatica nel corso della prova a step*



rigidezza circonferenziale e  
deformazione accumulata

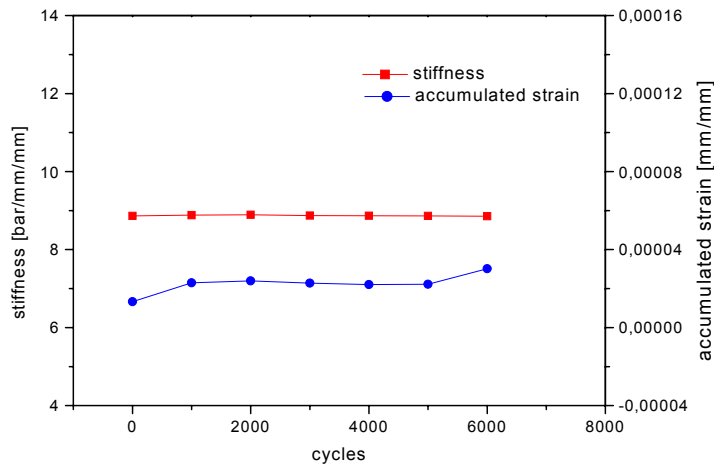


rigidezza longitudinale e  
deformazione accumulata

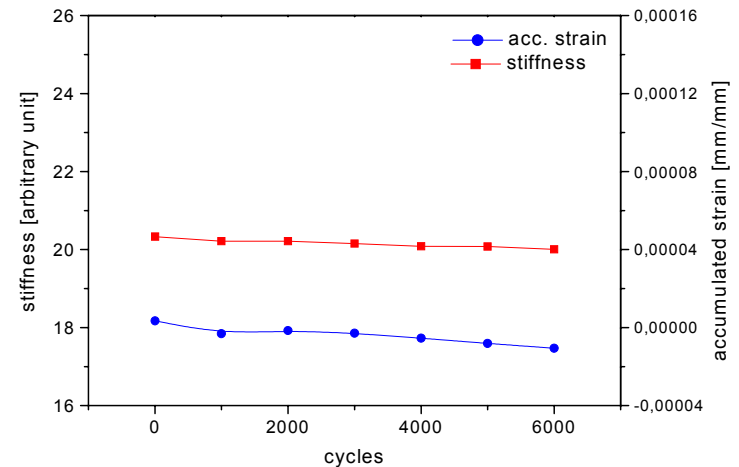


# Prove di pressurizzazione ciclica

*indicazioni di fatica nel corso dei cicli a pmax 42.5 bar*



rigidezza circonferenziale e  
deformazione accumulata  
p max 42.5 bar



rigidezza longitudinale e  
deformazione accumulata  
p max 42.5 bar



## Conclusioni

### *prove cicliche su C-ring*

- le prove cicliche sui **C-ring** hanno permesso di ottenere una rottura dovuta a fatica pura, sollecitando i campioni con uno sforzo massimo pari all'85 ÷ 88% MOR (175÷181MPa),
- in queste condizioni, poco prima del cedimento, la rigidità del campione diminuisce gradualmente e si osserva una deformazione irreversibile crescente nel tempo,
- la curva di Wöhler indica che il probabile limite di fatica è pari a 70÷80% MOR,
- le indicazioni di danneggiamento sono più chiare a carichi più alti (sollecitazione massima 88% MOR), mentre a carichi inferiori non sono chiaramente valutabili, almeno fino a 100.000 cicli.





## Conclusioni

### *prova a step sul tubo chiuso e flangiato*

- la prova a step sul **tubo** non ha dato un'indicazione significativa di danneggiamento per fatica,
- ai vari step di carico non si rileva un danneggiamento, eccetto durante la prima rampa di carico a 25 bar,
- nel corso della prova si osserva un leggero calo della rigidità longitudinale del campione,
- durante i cicli finali (pressione massima 42.5 bar) non si sono riscontrate variazioni importanti della deformazione plastica totale e della rigidità,
- la sollecitazione massima a cui il campione cede ( $\cong 21$  MPa nel tubo, rottura nella giunzione con la flangia) è molto inferiore alla resistenza del materiale prevista ( $\cong 14\%$  del MOR, 155 MPa),
- analogamente a quanto osservato nelle prove preliminari, il cedimento è quindi probabilmente correlato a difetti e concentrazioni di tensione nella giunzione alla flangia.

