



UNIVERSITÀ DEGLI STUDI
DI TRENTO

Dipartimento di Ingegneria dei Materiali
e Tecnologie Industriali

Progettazione e produzione di laminati ceramici ad elevate prestazioni meccaniche

Prof. Ing. Vincenzo M. Sglavo

Giornata di studio IGF
La frattura nei materiali ceramici
Faenza, 14 novembre 2003

Materiali ceramici

comportamento meccanico “fragile”

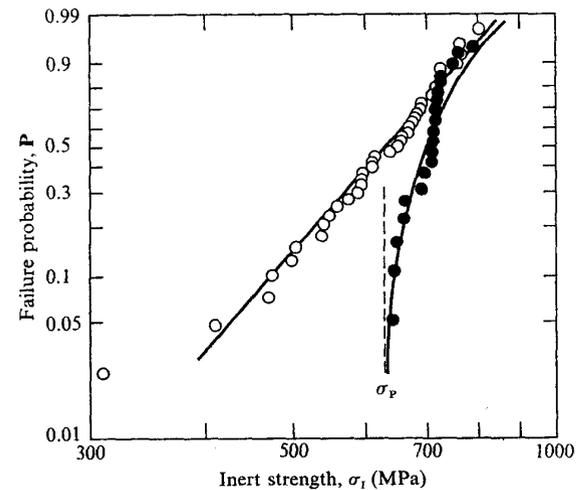
- bassa tenacità a frattura (K_{IC})
- difetti di produzione
- difetti prodotti in esercizio



dispersione statistica della resistenza, σ_f
“limitata affidabilità in applicazioni strutturali”

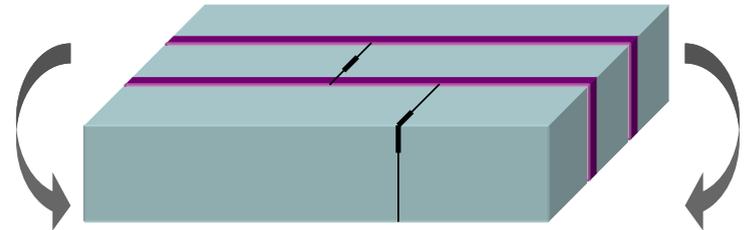
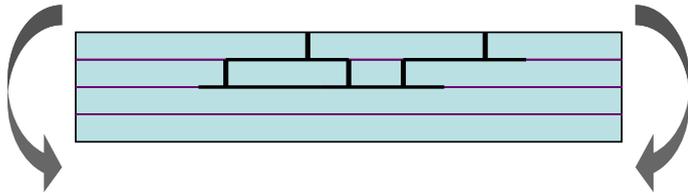
Possibili soluzioni:

- *miglioramento dei processi produttivi*
- *meccanismi di tenacizzazione*
- *proof testing*



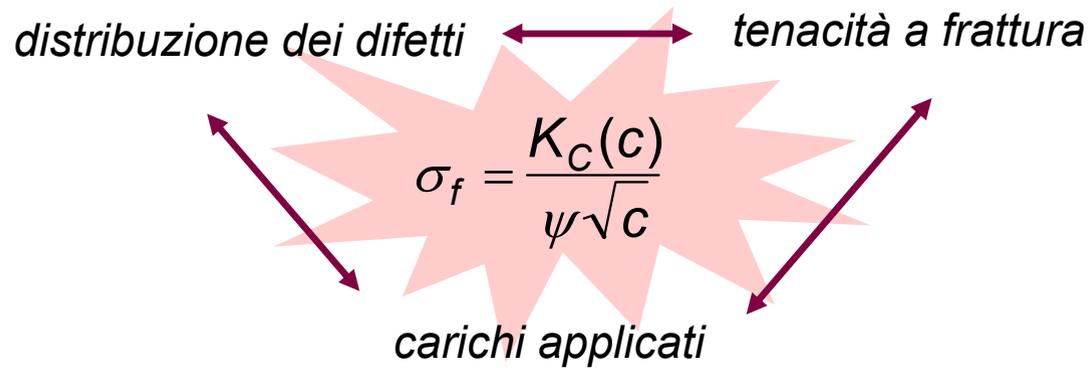
Materiali ceramici “tenaci”

- ✓ Zirconia (PSZ, TZP) - *transformation toughening*
- ✓ Compositi - *crack bridging*
 - Particelle duttili
 - Whisker
 - Fibre
- ✓ A microstruttura controllata - *grain bridging*
- ✓ Laminati
 - Ad interfaccia debole - *crack deflection*
 - Con interstrati in compressione - *crack arrest*

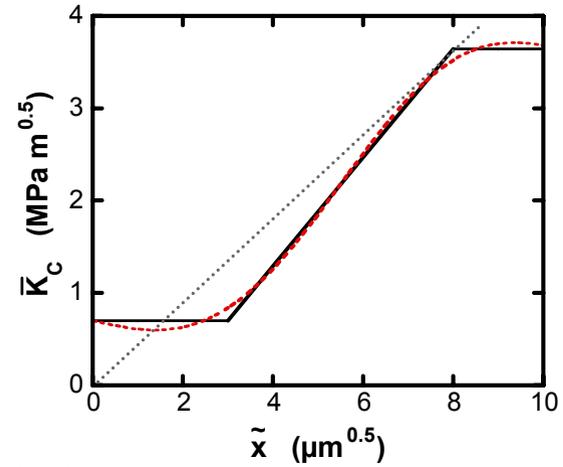
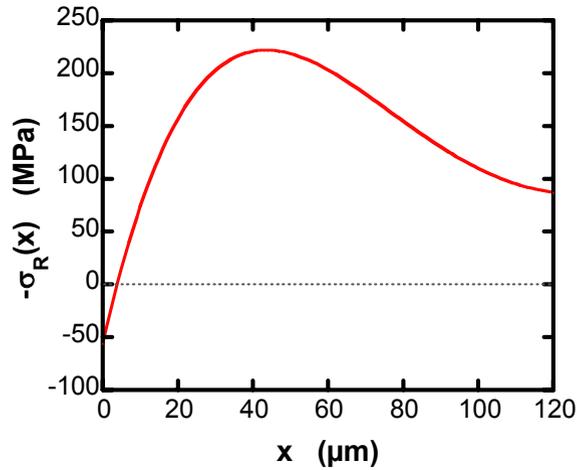


Rinforzo dei materiali ceramici

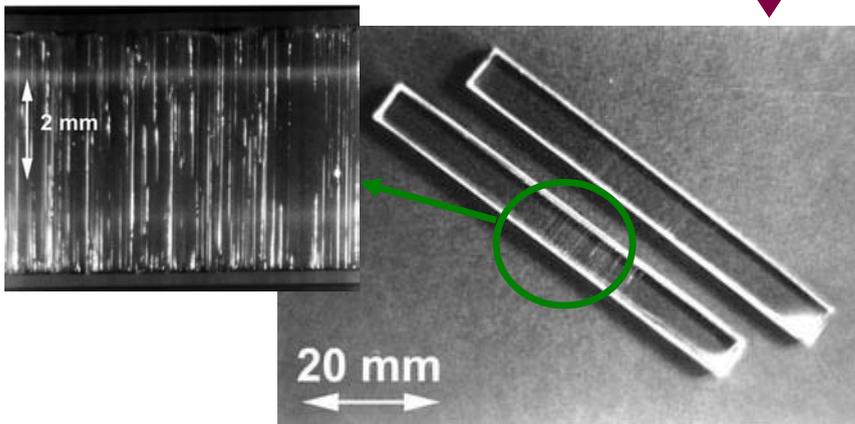
approccio di meccanica della frattura



Vetri ESP (Engineered Stress Profile)



doppio scambio ionico



resistenza a flessione:

$130 \pm 16 \text{ MPa}$



$426 \pm 18 \text{ MPa}$

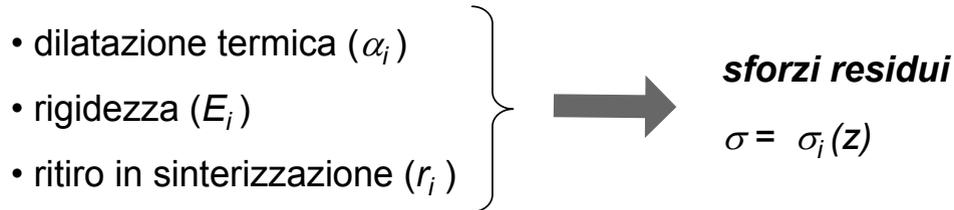
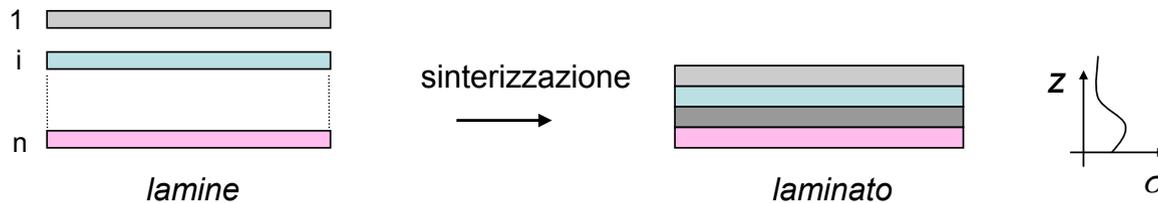
Obiettivo

progettazione e produzione di laminati soggetti a sforzi residui

“ottimizzati”



elevata resistenza e affidabilità meccanica



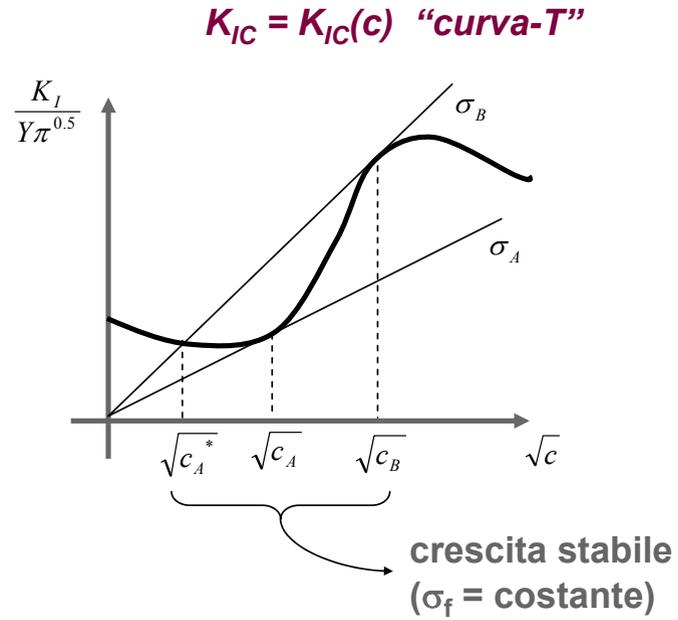
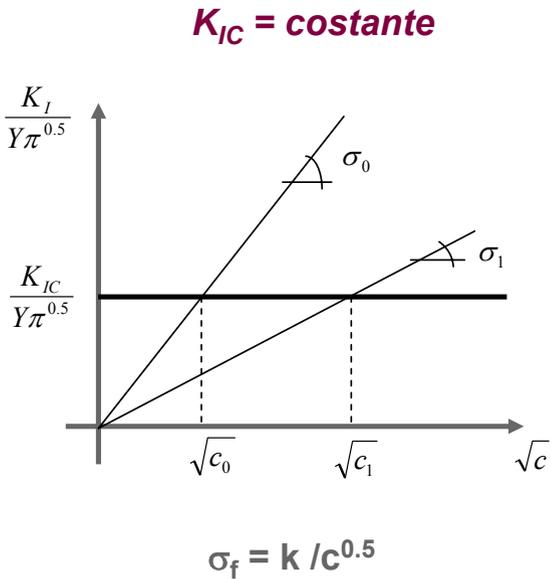
Sommario

- **introduzione**
- **progettazione dei laminati**
sforzi residui, tenacità a frattura
- **produzione dei laminati**
tape casting, laminazione, difettosità
- **comportamento meccanico**
resistenza a flessione, danneggiamento
- **conclusioni**

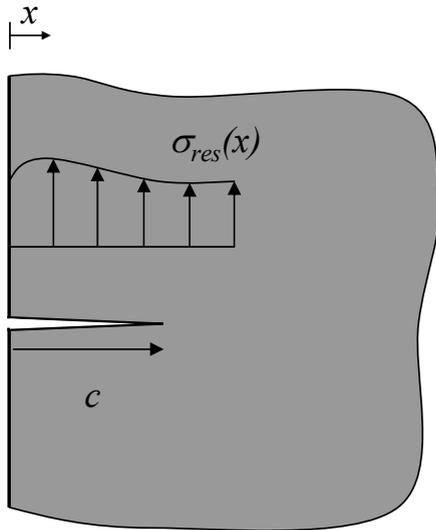
Introduzione

frattura fragile

condizione di equilibrio: $K_{I,appl} = Y\sigma(\pi c)^{0.5} = K_{IC}$



Introduzione (cont.)



$$K_{I,appl} = K_{I,ext} + K_{I,res} = K_{IC}$$

tenacità a frattura apparente

$$\bar{K}_{IC} = K_{IC} - \underbrace{\int_0^c \sigma_{res}(x) h_G(x, c) dx}_{K_{I,res}}$$

$$\text{se } \sigma_{res} < 0 \quad \bar{K}_{IC} > K_{IC}$$

Sforzi residui

deformazione differenziale

condizione iniziale – LAMINATO SCARICO



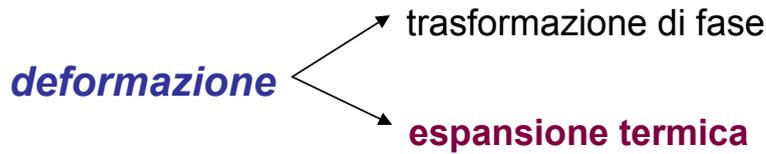
deformazione libera (adesione nulla) – LAMINATO SCARICO



deformazione impedita (adesione perfetta) ⇔ SFORZI RESIDUI



Progettazione



$$\varepsilon = \frac{\Delta V}{V}$$

$$\varepsilon = \alpha \Delta T$$

laminati simmetrici (perfetta adesione)



$$\left\{ \begin{array}{ll} \sum_{i=1}^n \sigma_i t_i = 0 & \text{equilibrio} \\ \varepsilon_i = e_i + \alpha_i \Delta T = \varepsilon & \text{congruenza} \\ \sigma_i = E_i^* e_i & \text{legame costitutivo} \end{array} \right.$$

materiale



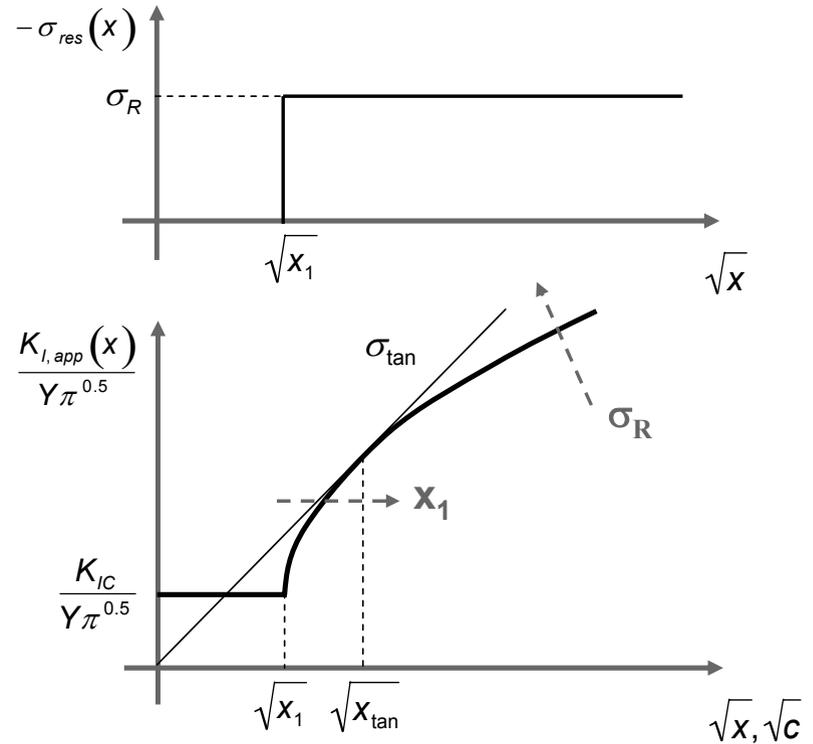
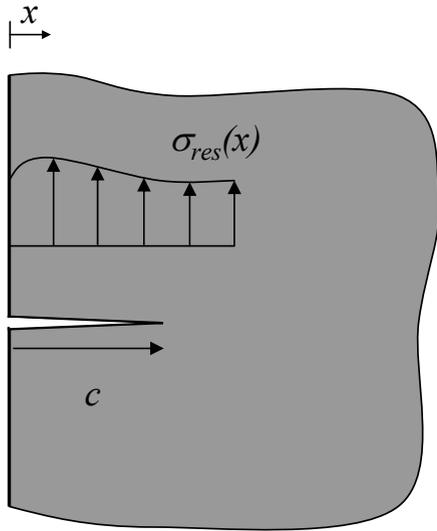
sforzi residui

$$\sigma_i = E_i^* (\alpha_{lam} - \alpha_i) \Delta T$$

$$\alpha_{lam} = \frac{\sum_{i=1}^n E_i^* t_i \alpha_i}{\sum_{i=1}^n E_i^* t_i}$$

Progettazione (cont.)

sforzi residui - tenacità a frattura

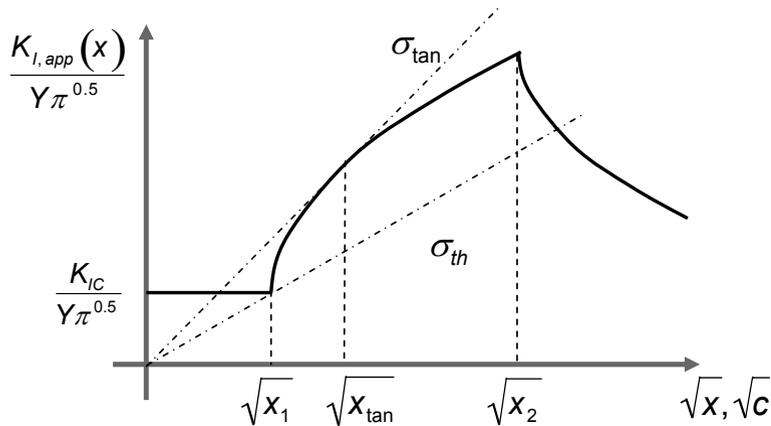
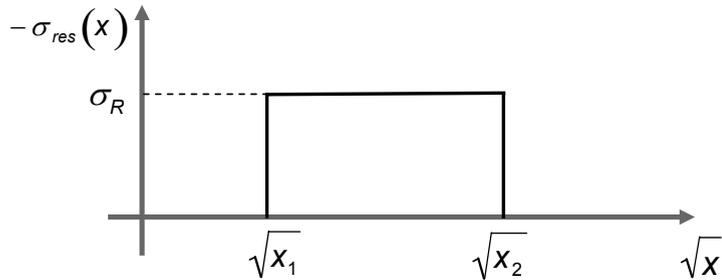


$$\bar{K}_{IC} = K_{IC} - \int_0^c \sigma_{res}(x) h_G(x, c) dx$$



$$\begin{cases} \bar{K}_{IC} = K_{IC} & 0 < x < x_1 \\ \bar{K}_{IC} = K_{IC} + 2Y \left(\frac{c}{\pi} \right)^{0.5} \sigma_R \left(\frac{\pi}{2} - \arcsin \left(\frac{x_0}{c} \right) \right) & x_1 < x < +\infty \end{cases}$$

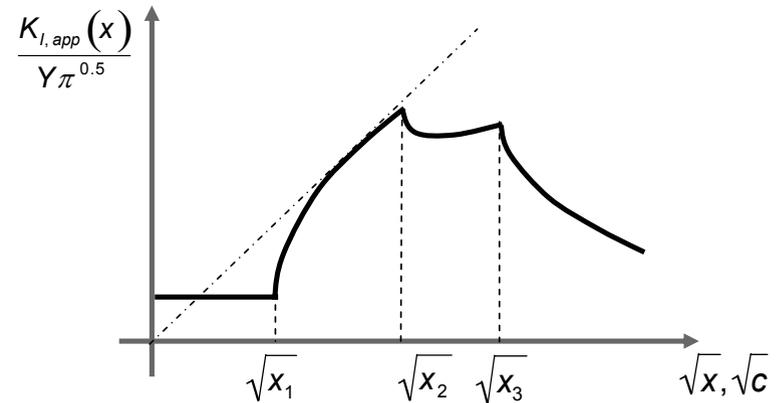
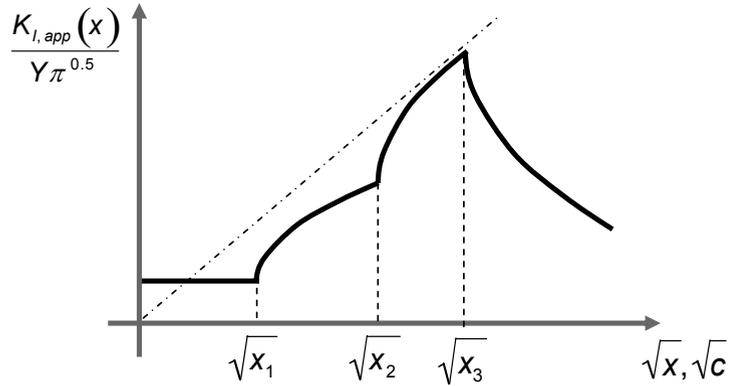
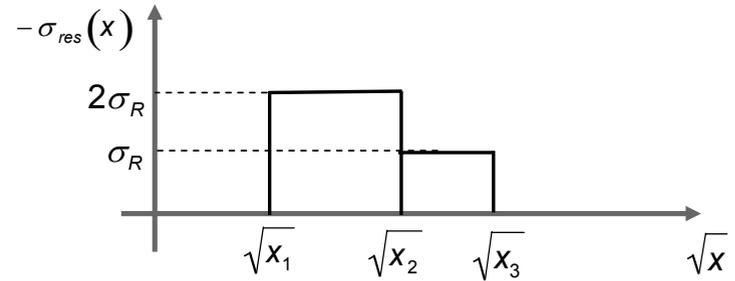
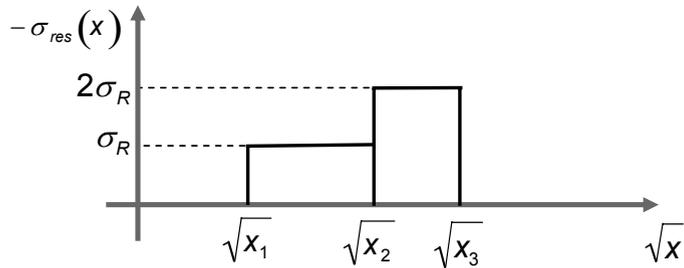
Progettazione (cont.)



$$\begin{cases} \bar{K}_{IC} = K_{IC} & 0 < x < x_1 \\ \bar{K}_{IC} = K_{IC} + 2Y \left(\frac{c}{\pi}\right)^{0.5} \sigma_R \left[\frac{\pi}{2} - \arcsin\left(\frac{x_1}{c}\right) \right] & x_1 < x < x_2 \\ \bar{K}_{IC} = K_{IC} + 2Y \left(\frac{c}{\pi}\right)^{0.5} \sigma_R \left[\arcsin\left(\frac{x_2}{c}\right) - \arcsin\left(\frac{x_1}{c}\right) \right] & x_2 < x < +\infty \end{cases}$$

Progettazione (cont.)

sforzi residui - crescita stabile

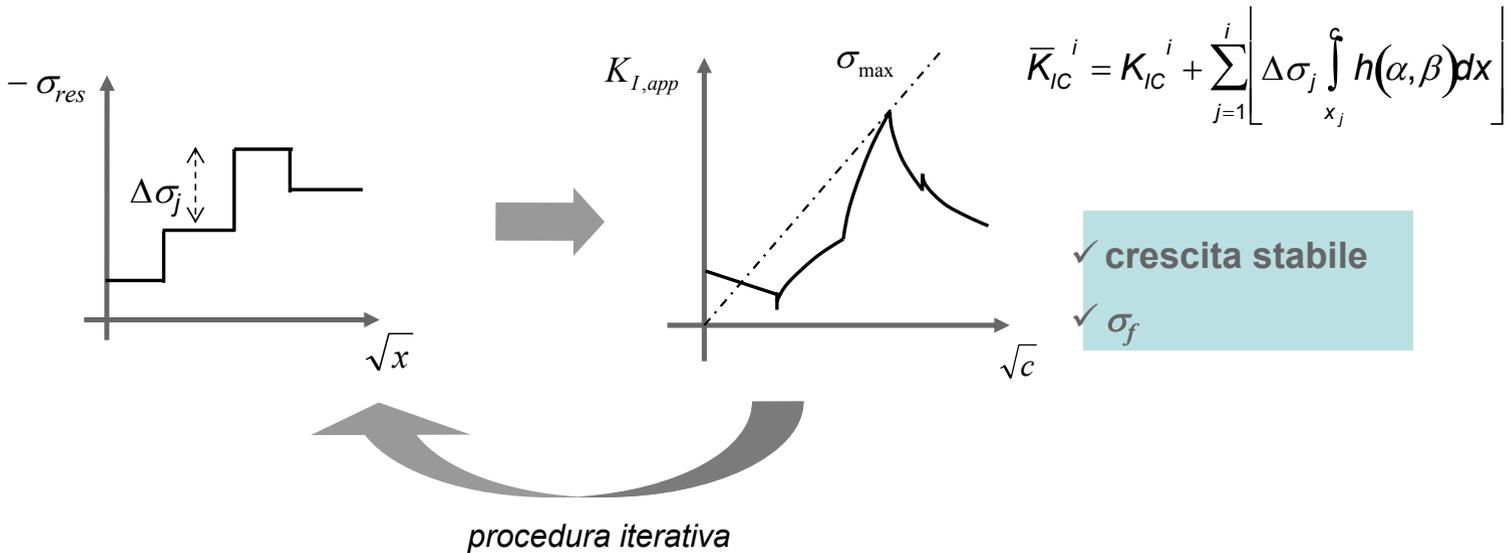


Progettazione (cont.)

profilo degli sforzi residui

- sforzo residuo
- spessore lamina
- ordine di impilaggio

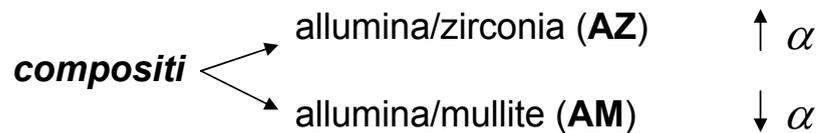
procedura progettuale



Materiali

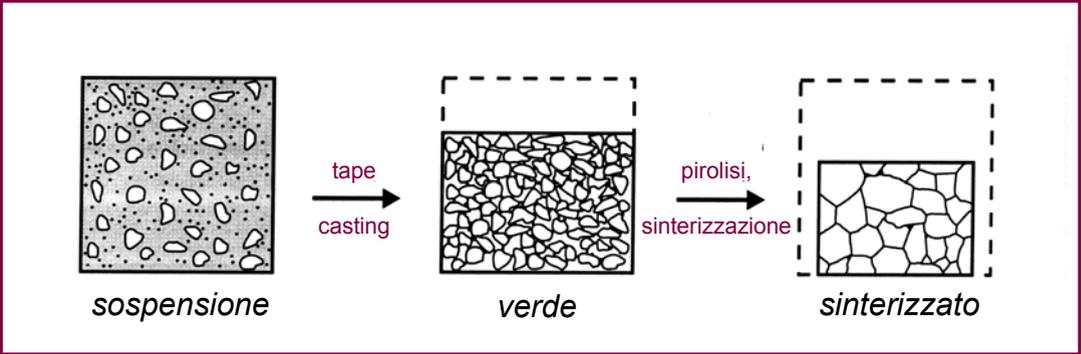
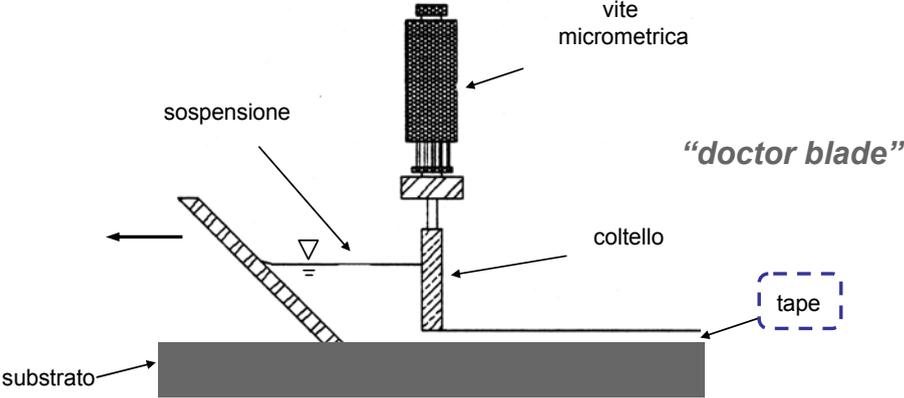
<i>materiale</i>	<i>nome commerciale</i>	<i>purezza [%]</i>	D_{50} [μm]	E [GPa]	$\alpha_{25-1000}$ [$10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$]
$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	A-16SG, ALCOA	> 99.8	0.4	400	~8
t-ZrO ₂	TZ-3YS, TOSOH	> 99.5	0.4	210	~10.5
$3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$	KM101, KCM	> 99.7	0.8	230	~5

- scelta basata su:**
- diverso coefficiente di espansione termica
 - rigidità elevata
 - compatibilità fisico-chimica



Processo

tape casting



Processo *(cont.)*

sospensione acquosa

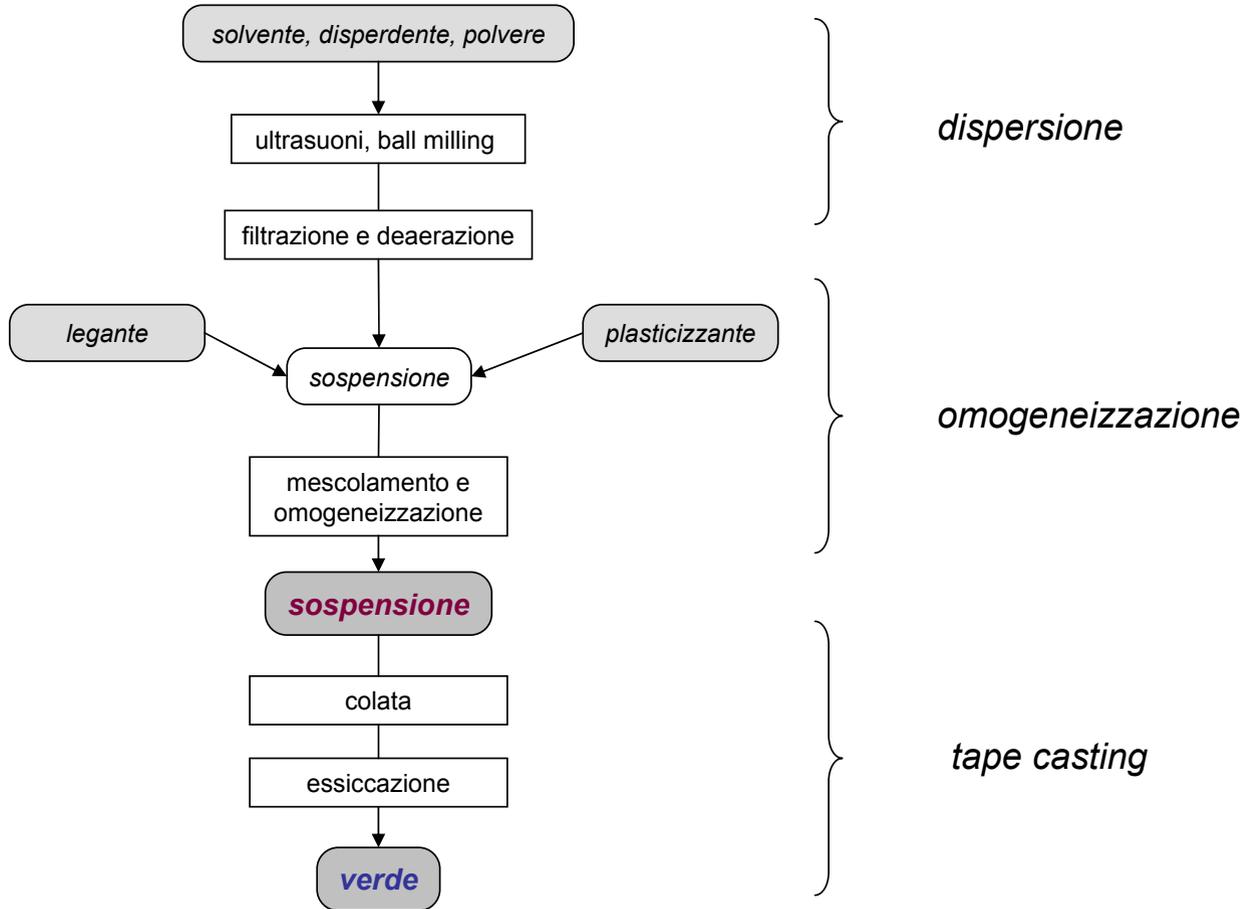
<i>componente</i>	<i>funzione</i>	<i>provenienza</i>	<i>densità</i> <i>[g/cm³]</i>	<i>wt%</i>	<i>vol%</i>
Al ₂ O ₃	polvere	ALCOA A 16-SG	3.88	70.9	39.0
acqua	solvente	-	1.00	17.3	36.9
emuls. acrilica (bassa Tg)	plastificante	DURAMAX 1000	1.03	3.6	7.4
emuls. acrilica (alta Tg)	legante	DURAMAX 1235	1.05	7.2	14.6
PMA-NH ₄	disperdente	DARVAN C	1.11	1.1	2.0

- controllo pH
- emulsioni acriliche



buona fluidità e limitata tixotropia

Processo (cont.)



Processo *(cont.)*

tape casting



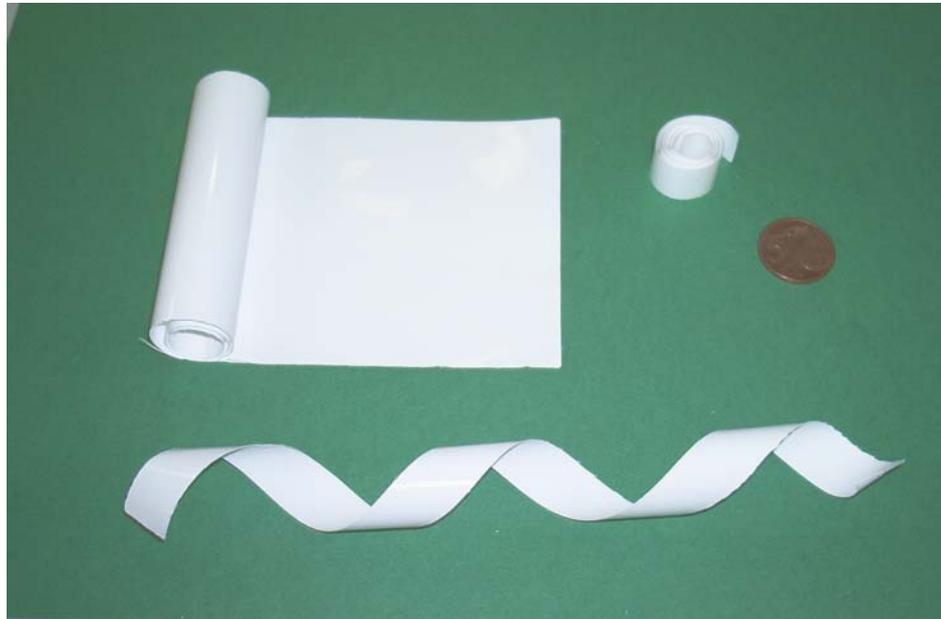
parametri sperimentali:

- “*doctor blade*” a doppia lama
- velocità di colata = 1 m/min
- altezza delle lame = 100-250 μm
- substrato PET/Al/PE
- lunghezza = 1 m

➔ essiccazione in ambiente ad umidità controllata (UR = 70-90%)

Processo *(cont.)*

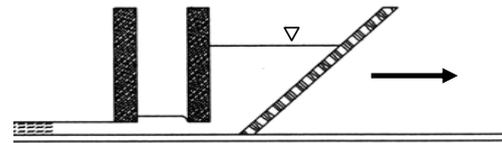
verde: omogeneo e privo di difetti



verde in allumina, spessore $\approx 120 \mu\text{m}$

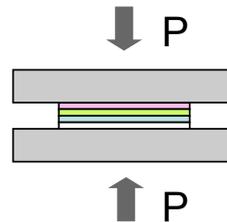
Processo *(cont.)*

- preparazione della sospensione
- *tape casting*
- taglio e impilaggio

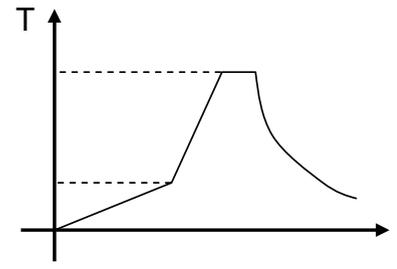


- laminazione

- $P = 30 \text{ MPa}$
- $T = 70^\circ\text{C}$



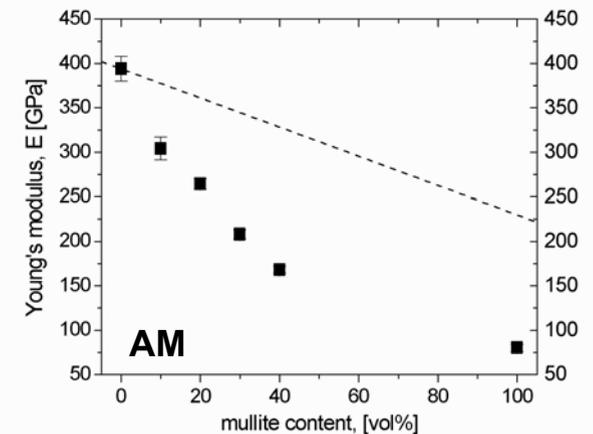
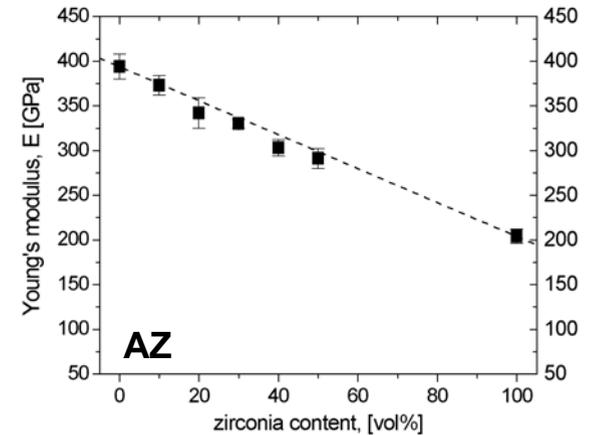
- pirolisi ($1^\circ\text{C}/\text{min}$ fino a 600°C)
- sinterizzazione (2 h a 1600°C)



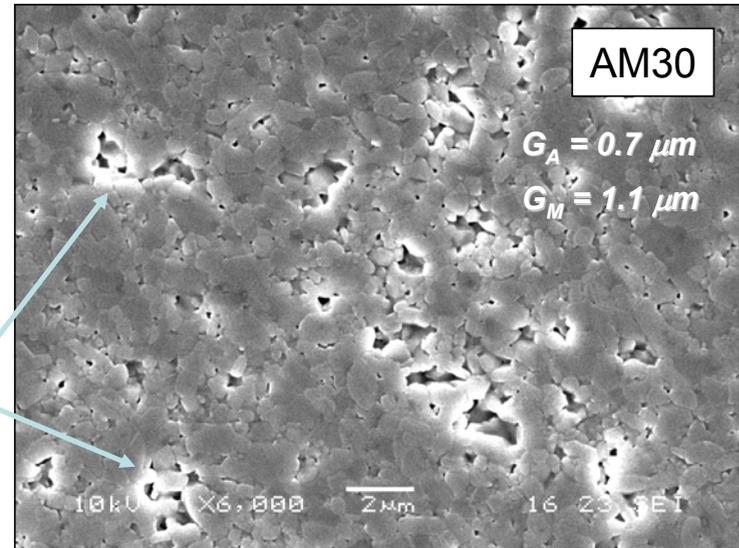
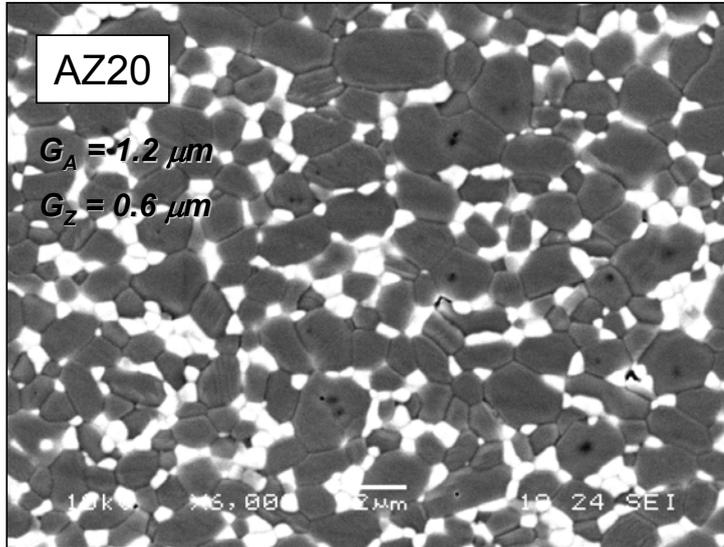
Caratterizzazione dei materiali

laminati omogenei

<i>materiale</i>	ρ_{rel} [%]	α [$10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$]	K_{IC} [$\text{MPa m}^{0.5}$]
AZ0	98.9	7.75	3.6
<i>compositi AZ</i>			
AZ10	99.4	8.07	3.1
AZ20	99.2	8.25	3.6
AZ30	99.3	8.37	3.6
AZ40	99.2	8.68	4.5
<i>compositi AM</i>			
AM10	91.8	7.63	2.8
AM20	86.9	7.30	3.1
AM30	83.6	7.12	2.6
AM40	79.4	6.88	2.4



Caratterizzazione dei materiali (cont.)



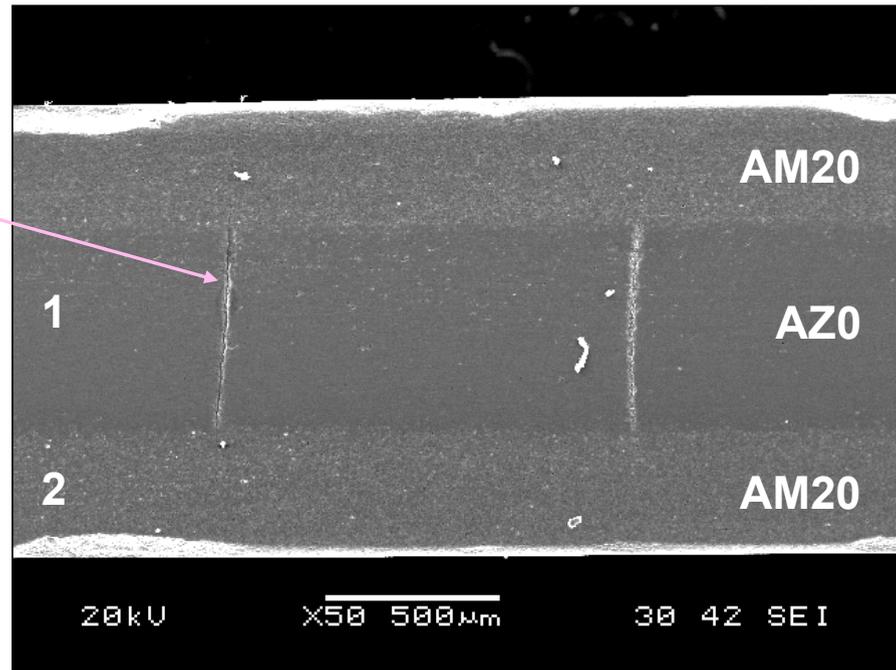
porosità residua

Caratterizzazione dei laminati

difettosità nei laminati

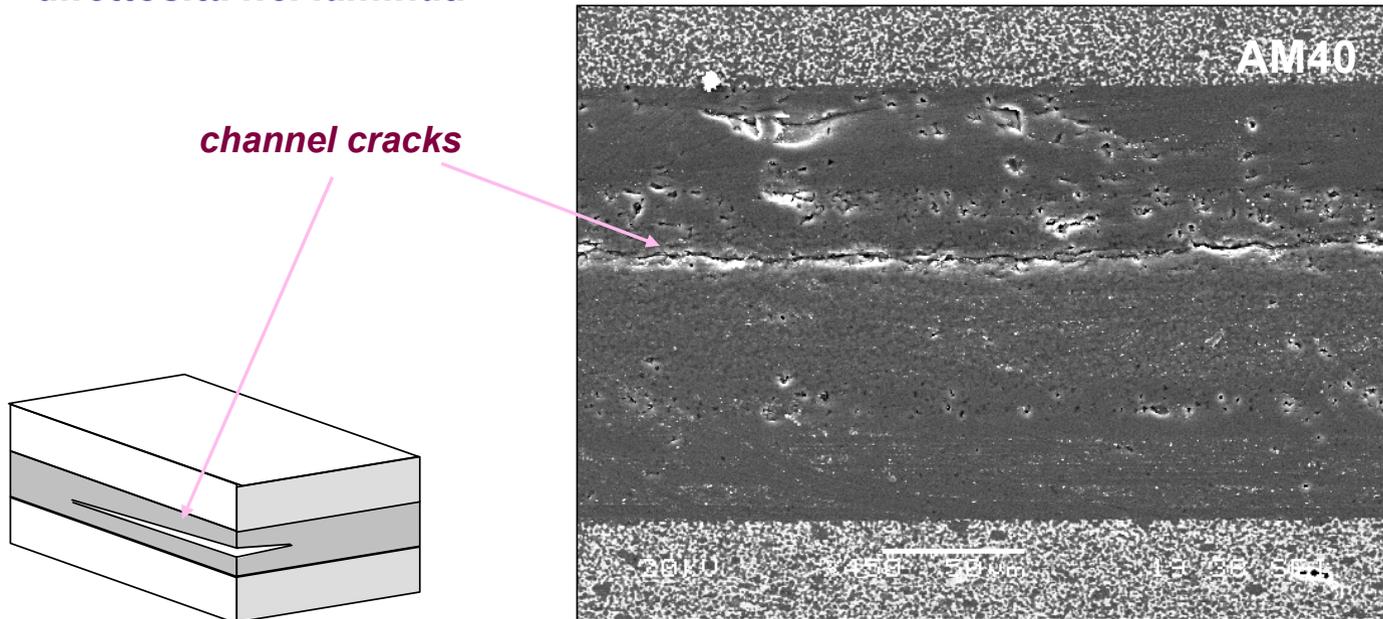
channel cracks

- ✓ fenomeni di desinterizzazione
- ✓ sforzi di trazioni elevati
- ✓ elevato rapporto t_2/t_1



Caratterizzazione dei laminati *(cont.)*

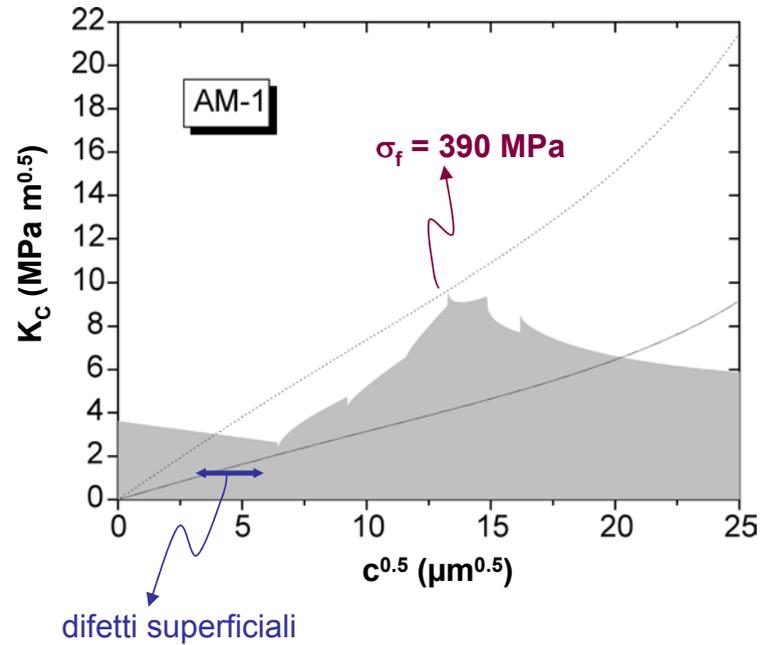
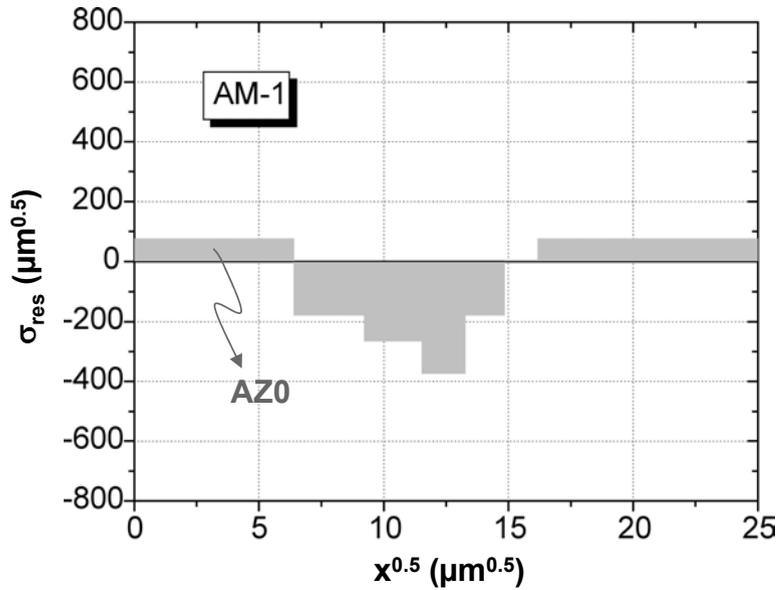
difettosità nei laminati



- ✓ strati sottili con sforzi di compressione elevati
- ✓ triassialità degli sforzi

Caratterizzazione dei laminati (cont.)

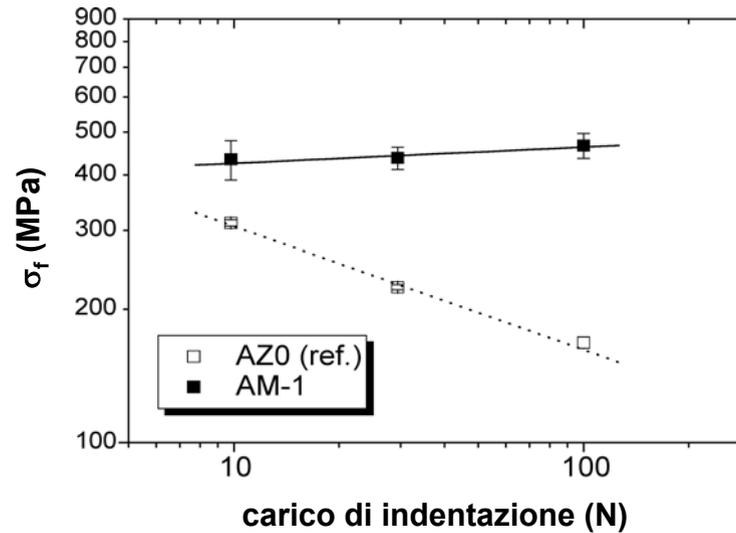
laminati AM: allumina-mullite



Caratterizzazione dei laminati *(cont.)*

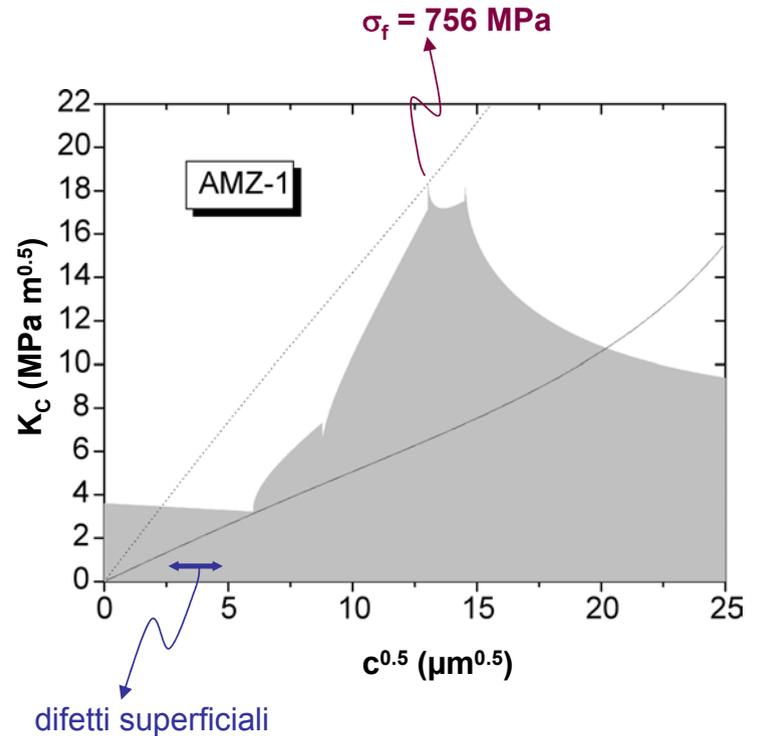
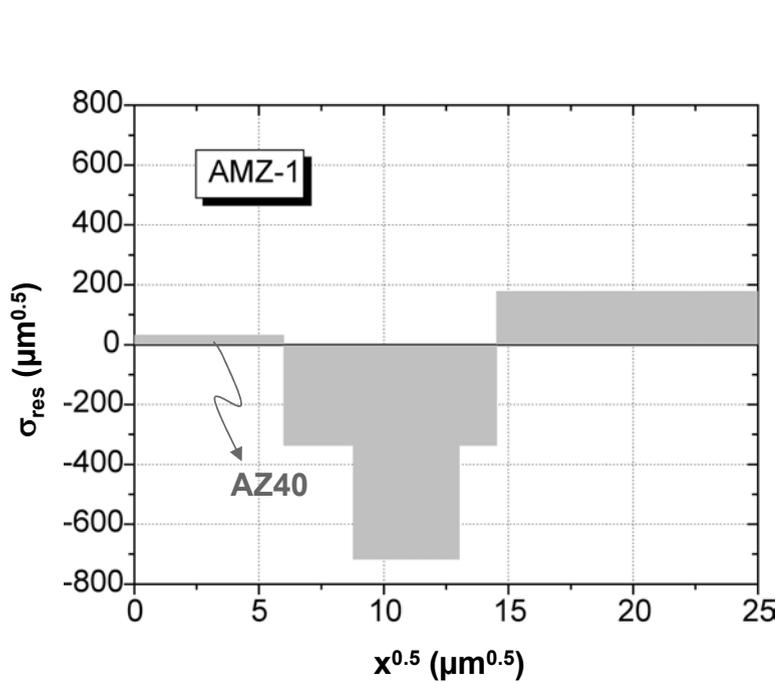
laminati AM: allumina-mullite

	σ_f [MPa]	dev std [%]	σ_{min} [MPa]	σ_{max} [MPa]	m
AZ0	418 ± 43	10.3	346	488	12
AM-1	456 ± 32	6.9	405	501	17



Caratterizzazione dei laminati (cont.)

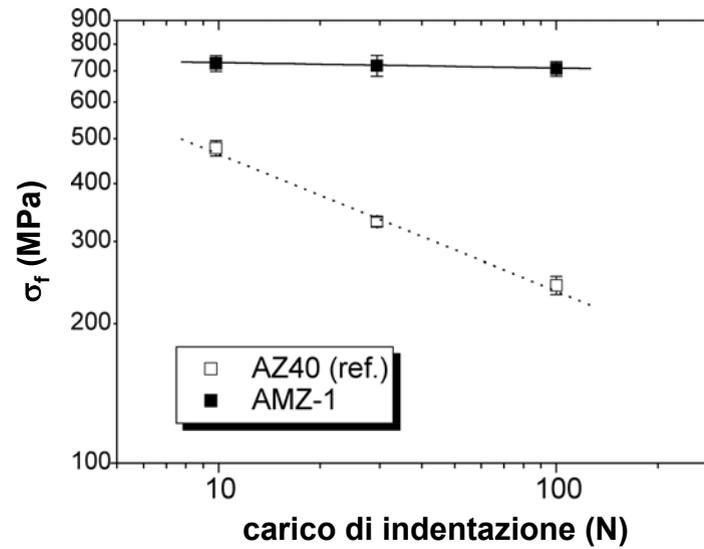
laminati AMZ: allumina-mullite-zirconia



Caratterizzazione dei laminati (cont.)

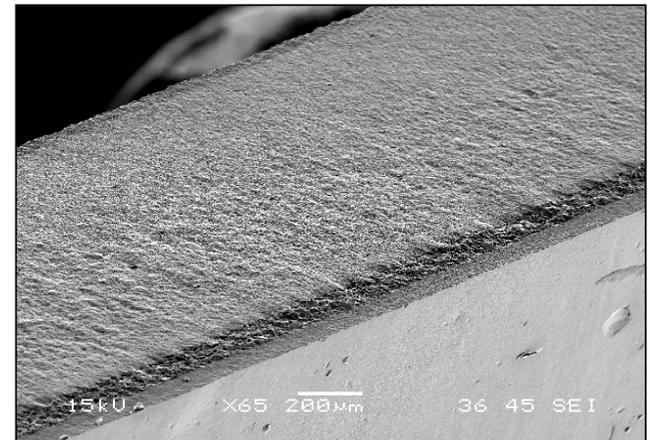
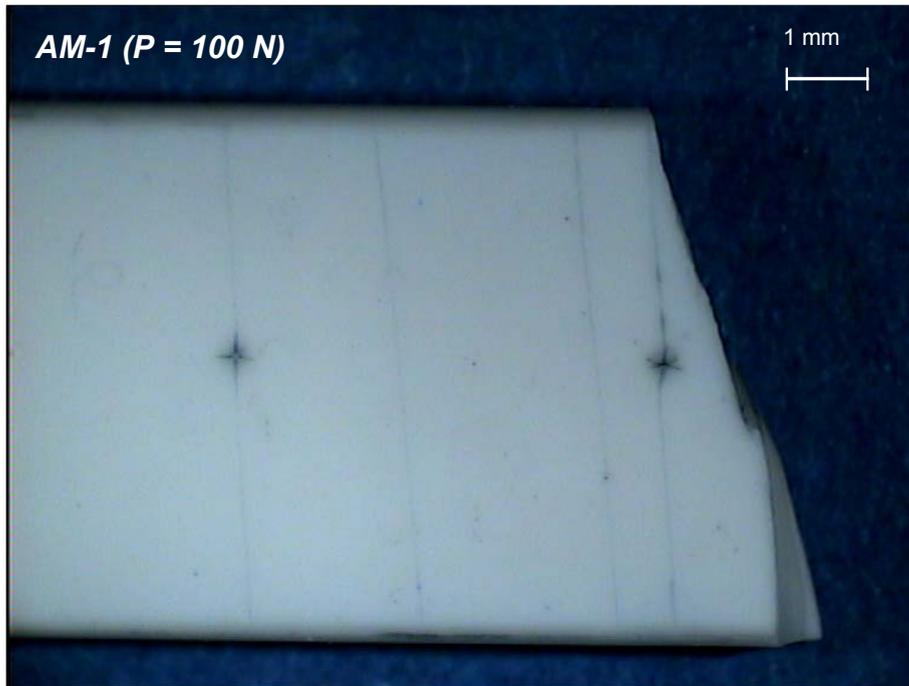
laminati AMZ: allumina-mullite-zirconia

	σ_f [MPa]	dev std [%]	σ_{min} [MPa]	σ_{max} [MPa]	m
AZ40	741 ± 86	11.6	586	892	10
AMZ-1	692 ± 25	3.6	649	738	34



Caratterizzazione dei laminati *(cont.)*

frattografia: crescita stabile dei difetti superficiali

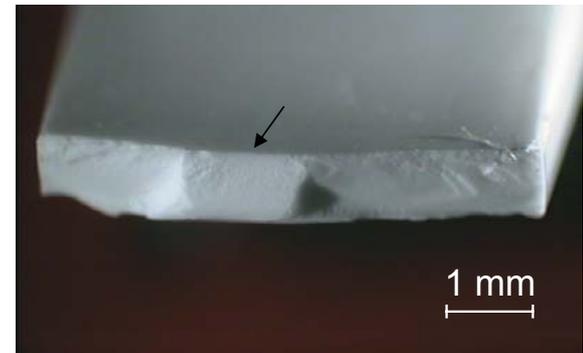
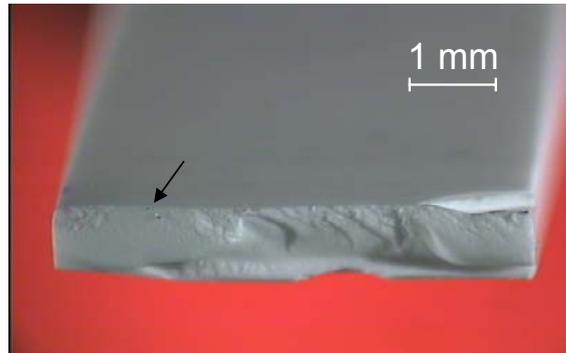


Caratterizzazione dei laminati (cont.)

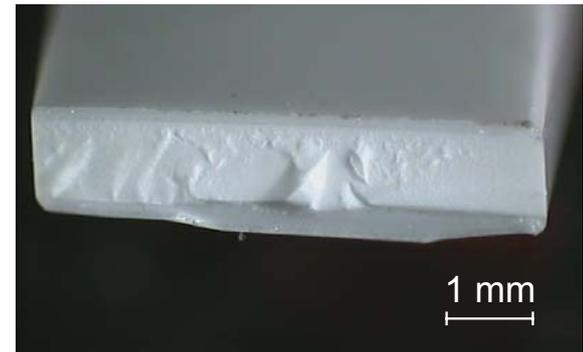
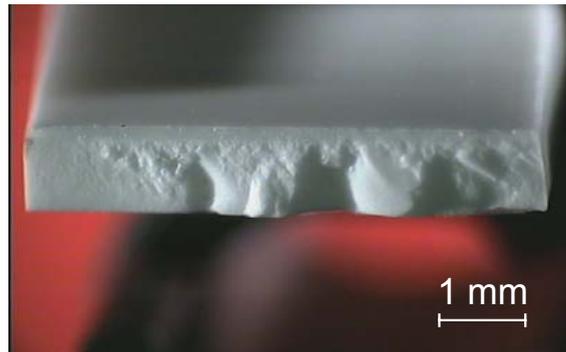
frattografia: crescita stabile dei difetti

campioni tal quali

AZ40



AMZ-1

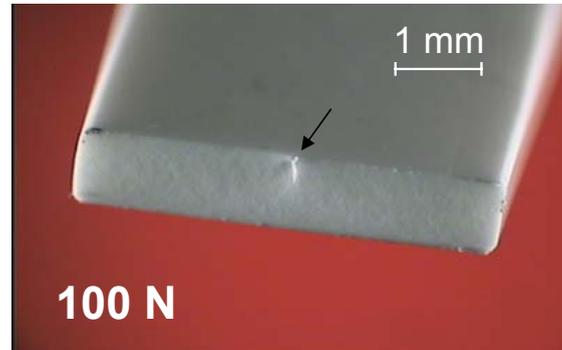
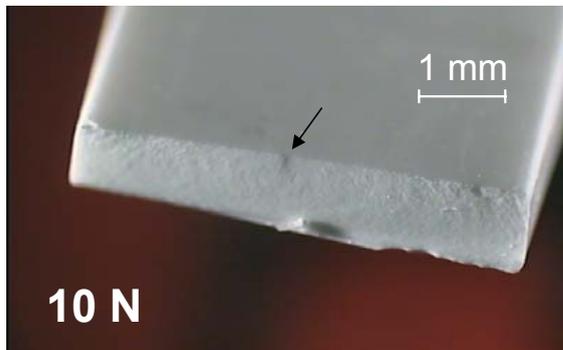


Caratterizzazione dei laminati *(cont.)*

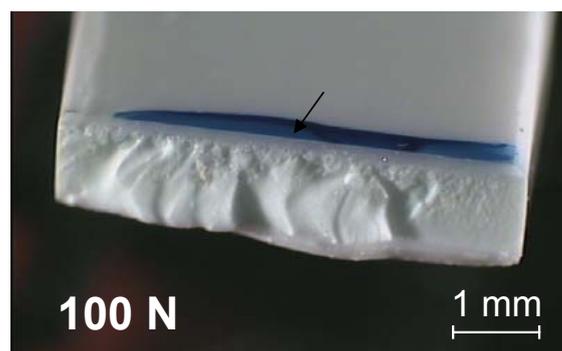
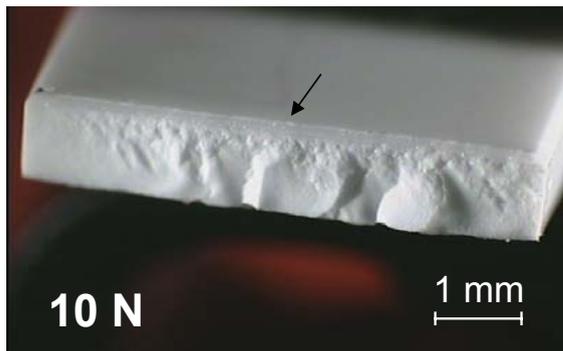
frattografia: crescita stabile dei difetti

campioni indentati

AZ40



AMZ-1

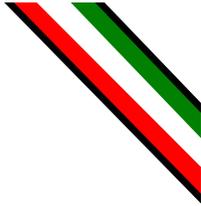


Conclusioni

Possono essere progettati e prodotti laminati ceramici innovativi caratterizzati da:

- *resistenza a flessione predefinita e poco dispersa*
- *ottima resistenza al danneggiamento*
- *crescita stabile dei difetti prima della rottura (preavviso di frattura)*
- *elevata affidabilità strutturale*

Ringraziamenti



- Ing. Massimo Bertoldi
- Ing. Massimo Paternoster
- Università di Trento