

Test a frattura SENB e SEVNB di allumina RC-HP sinterizzata

Guido Esposito,

tutor: Laura De Lorenzis, Antonio Licciulli

Dipartimento di Ingegneria dell'Innovazione Università di Lecce, via per Arnesano, 73100 Lecce

SINTESI

La tenacità a frattura di allumina ad alta purezza Baikowski RC-HP sinterizzata è stata valutata mediante i metodi Single-Edge V-Notched Beam (SEVNB) e Single-Edge Notched Beam (SENB). I campioni sono stati ottenuti mediante slip-casting seguito da trattamento termico intermedio di compattazione, lavorazione meccanica per abrasione e sinterizzazione a 1550 °C. La messa a punto del processo ha consentito una buona finitura superficiale senza rettifica dei provini sinterizzati, limitando così molto tempi e costi di preparazione, a fronte di una precisione dimensionale non sempre accettabile nel sinterizzato. La lunghezza e il raggio di raccordo all'apice degli intagli sono stati caratterizzati mediante microscopio ottico. Le misure della densità apparente e del modulo a flessione lasciano supporre una sinterizzazione incompleta e una certa porosità residua, di cui viene proposta la probabile causa. I risultati a frattura sono quindi inferiori a quanto riportato nella letteratura più recente, ma coerenti con le attese; in particolare si manifesta la forte dipendenza della tenacità a frattura misurata con il metodo SENB dalla larghezza dell'intaglio, già osservata in numerosi studi. Il rapporto tra i valori di K_{IVN} rilevati con tecnica SENB e SEVNB è risultato valere circa 1.2. La buona ripetibilità dei risultati, a fronte di un limitato impiego di risorse tecnologiche, e la versatilità del metodo mostrano che il metodo SEVNB ha le carte in regola per l'uso sistematico nella pratica di laboratorio.

INTRODUZIONE

L'impiego dei materiali ceramici avanzati in applicazioni strutturali, in cui potrebbero trarsi grandi benefici dalle loro elevate proprietà di resistenza, stabilità termica ed inerzia chimica, è fortemente ostacolato dalla bassa tenacità a frattura propria di questi materiali. Nella ricerca dell'affidabilità nelle applicazioni tecnologiche, un ruolo chiave assume allora la comprensione del rapporto tra microstruttura e comportamento meccanico, e di converso la disponibilità di un metodo consolidato, affidabile e accurato di misura della tenacità a frattura. La norma ASTM C1421-99 [1], le corrispondenti ISO e JIS e una lunga serie di esperienze applicative, in particolar modo in Giappone e negli USA, hanno fornito agli specialisti un quadro piuttosto articolato di metodologie sperimentali per la meccanica della frattura dei ceramici. Passando in rassegna, come fa Kübler [2], gli aspetti salienti di quelle più consolidate si deve notare che il metodo Single-Edge Precracked Beam (SEPB), per quanto evidenzia il comportamento del materiale in presenza di cricche reali e non richieda il gravoso pre-criccaggio a fatica, richiede però apparati di carico raffinati, una certa abilità micrografica e molta esperienza per ottenere precricche valide e risultati coerenti.

Il metodo Chevron-Notched Beam (CNB) non richiede precriccaggio, ma l'intaglio Chevron risulta difficile da realizzare con precisione su provini ceramici di limitate dimensioni, come quelle standard; fornisce risultati validi, inoltre, solo per evidenza di propagazione stabile della cricca.

Il test Surface Crack in Flexure (SCF) permette di studiare il comportamento del materiale con cricche generate da indentature Knoop, di dimensioni paragonabili ai difetti presenti nel materiale, ma può comportare, a seconda del materiale, difficoltà a volte insormontabili nella misura frattografica delle cricche.

Il metodo Indentation Fracture (IF) richiede campioni molto piccoli, ricavando la tenacità a frattura dalla lunghezza delle cricche che si generano ai vertici di un'indentatura Vickers, ma non risulta sufficientemente affidabile e, secondo diversi autori, non è adatto ai ceramici tenacizzati di nuova concezione.

I risultati del metodo Single-Edge Notched Beam (SENB), largamente impiegato nei primi tentativi di misura della tenacità a frattura di materiali ceramici per la sua semplicità e velocità di esecuzione, risentono pesantemente della larghezza effettiva dell'intaglio, e non possono quindi avere validità generale.

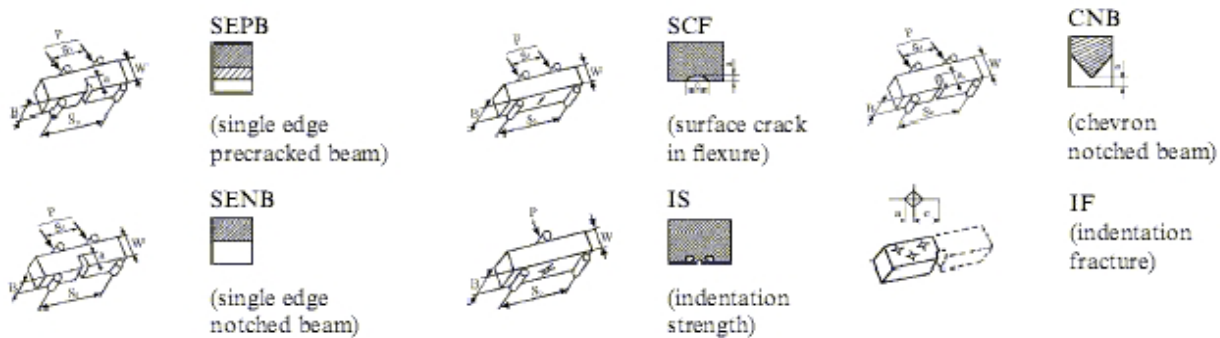


Fig. 1 - Metodi in uso per la determinazione della tenacità a frattura dei materiali ceramici (da Gogotsi [3])

Una trattazione esaustiva di questo inconveniente del SENB è di Damani, Gstrein e Danzer [5], nella quale l'aumento della tenacità misurata per raggi di raccordo dell'intaglio superiori a un valore critico viene spiegato assumendo che la frattura sia provocata dalla propagazione di difetti microstrutturali o indotti dalla lavorazione soggetti al campo di tensioni presente all'apice dell'intaglio. La tensione all'apice dell'intaglio può assumere valori inferiori in modo significativo a quelli all'apice di una cricca della stessa lunghezza, inducendo con ciò una sovrastima della effettiva tenacità a frattura del materiale. Il valore critico del raggio di raccordo alla base viene qui stimato essere pari alla massima dimensione microstrutturale del materiale, per cui risultati universalmente validi potrebbero essere ottenuti dal SENB solo con intagli strettissimi, difficilmente realizzabili in pratica.

Il metodo SEVNB, concettualmente analogo al SENB, si basa su intagli a V aventi raggio di raccordo alla base di pochi micron ottenuti con una lametta e della pasta diamantata a partire da normali intagli da 0.2-0.3 mm di larghezza. Un approccio di questo tipo è stato proposto fin dai primi anni '80 e il crescente interesse [4] [6] verso la ripetibilità e la semplicità di questo metodo ha indotto il consorzio Versailles Advanced Materials and Standards (VAMAS) a organizzare nel 1997 un round robin dal quale è emerso un sostanziale allineamento tra i valori della tenacità a frattura di allumina, nitrato di silicio e carburo di silicio rilevata mediante tecniche SEPB, CNB, SCF e SEVNB. Ulteriori studi, tra cui merita menzione quello di Gogotsi [3] per l'attenzione rivolta anche al SENB, sembrano indicare proprio nel SEVNB il metodo di test a frattura con il miglior rapporto tra accuratezza, semplicità e impegno tecnologico richiesto, anche nel caso di compositi ceramici.

Obiettivo di questo lavoro di laboratorio, nell'ambito dei Corsi di Meccanica dei Materiali e della Frattura e Scienza e Tecnologia dei Materiali Ceramici, è stata l'applicazione dei metodi SEVNB e SENB nella caratterizzazione a frattura di un campione di allumina del tipo commercialmente disponibile.

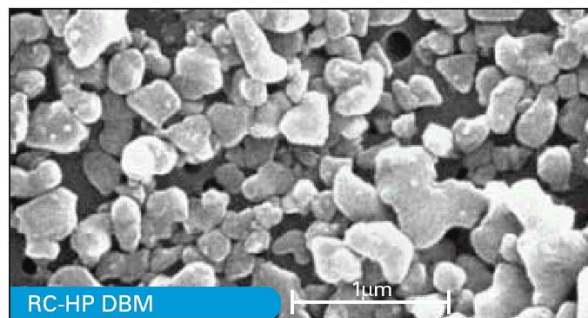
Particolare attenzione è stata prestata alla possibilità di impiegare attrezzature semplici ed economiche, in tutte le fasi della realizzazione dei provini e dei test a frattura, senza rinunciare a una sufficiente precisione dei risultati, e alla messa a punto in qualche misura del processo di slip-casting, per ottenere la migliore qualità e omogeneità possibili tra i provini ceramici.

Si è infine cercato di correlare i risultati del SENB e quelli SEVNB, per poter eventualmente trarre beneficio dalla grande velocità, facilità e ripetibilità delle prove SENB nel ciclo di sviluppo di materiali ceramici.

REALIZZAZIONE DEI PROVINI

E' stata impiegata allumina ad alta purezza Baikowski-Malakoff RC-HP additivata con MgO, formulata per la realizzazione di componenti resistenti a usura, bioceramici e utensili. Di seguito sono riportate le caratteristiche fisiche, la distribuzione granulometrica in massa e una micrografia SEM della polvere, commercializzata allo stato DBM (Dry Ball Milled). Tutte le informazioni e i grafici relativi sono forniti dal produttore.

Superficie specifica BET	7 ~ 9 cm ² /g
Diametro mediano delle particelle	0.35 μm
Densità	3.97 g/cm ³
Ritiro Lineare	17.7 %
Purezza	> 99.97 %
Diametro particelle d ₂₀	0.19 μm
Diametro particelle d ₅₀	0.35 μm
Diametro particelle d ₉₀	0.71 μm



Tab. 1 – Proprietà fisiche della RC-HP DBM

Fig. 2 – Osservazione al SEM della polvere di allumina

Si può osservare la distribuzione bimodale del diametro delle particelle, che assicura insieme all'aggiunta di MgO un'ottimale densificazione dell'allumina durante la sinterizzazione. La reattività di queste polveri è quantificata dall'elevata superficie specifica misurata con tecnica BET, superiore a 7 cm²/g. Ciò lascia ipotizzare una densificazione pressoché completa anche a temperature inferiori a 1600 °C, ma rende rilevanti e piuttosto bruschi i cambiamenti dimensionali durante il trattamento termico; in queste condizioni diventa tassativo controllare con attenzione la velocità dell'apporto termico durante i cicli di compattazione e sinterizzazione.

Prove del processo di formatura sono state condotte inizialmente impiegando una sospensione al 45 % in volume di Al₂O₃ – 005, più economica della RC-HP. Gli stampi per lo slip casting sono stati ottenuti, in maniera efficace, versatile e rapida assemblando barrette plastiche con un morsetto costruito ad hoc (Fig. 4) sul supporto drenante in gesso. Un contenitore è stato applicato superiormente, per contenere una quantità di sospensione ceramica superiore a quella strettamente necessaria (Fig. 5); ciò rende più uniforme la deposizione e migliora la compattezza dei green. Tale soluzione è stata abbandonata, causa gli inevitabili effetti di bordo sul gradiente di deposizione e sulla porosità, in favore della formatura di una piastra monolitica, da cui ricavare i provini per taglio con una troncatrice (Presi P100) dotata di disco diamantato da 0.35 mm di spessore e di un apposito afferraggio.

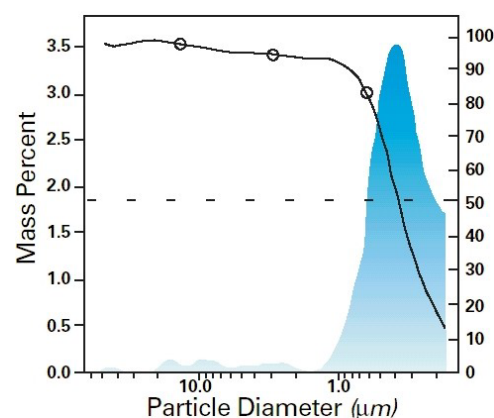


Fig. 3 – Distribuzione granulometrica



Fig. 4 – Set-up per formatura di provini singoli



Fig. 5 – Slip casting di una piastra

La sospensione oggetto della prova è stata preparata al 45 % vol. di allumina RC-HP con una opportuna quantità di disperdente a base poliaccrilica (Dispex A40); il tempo di formatura ed essiccazione, per una lastra avente dimensioni di 60 x 44 x 8 mm, è risultato di circa 6 ore.

Poiché la lavorazione dei provini ceramici sinterizzati, come indicato dalle norme ASTM, avrebbe richiesto speciali attrezzature (dischi abrasivi diamantati) non disponibili presso il laboratorio di Materiali Ceramici e Compositi, si è optato per una sinterizzazione in due fasi (Tab 2), eseguendo le lavorazioni esclusivamente sul materiale pre-sinterizzato.

	COMPATTAZIONE	SINTERIZZAZIONE
RAMPA INIZIALE	3 °C / min. fino a 400 °C	2,5 °C / min. fino a 1000 °C
RAMPA AVANZATA	0.5 °C / min.	0,3 °C / min.
STAZIONAMENTO	90 min. a 1100 °C	90 min. a 1550 °C
RAFFREDDAMENTO	3 ~ 5 °C / min.	3 ~ 5 °C / min.

Tab. 2 – Cicli termici di compattazione e sinterizzazione

Nel taglio del materiale pre-sinterizzato, che ha consistenza poco superiore al gesso, un disco al SiC realizza velocità di taglio superiori a motivo della grana più grossolana, ma la grande fragilità lo rende una scelta poco pratica. Come riportato in precedenza, la reattività delle polveri di RC-HP obbliga a una bassissima velocità di riscaldamento dei campioni, soprattutto in presenza di dimensioni molto diverse: una rampa a 2 °C / min. ha prodotto in tutti i casi la rottura della piastra per shock termico durante la compattazione. Spianare e portare a misura le superfici maggiori della piastra prima di affettarla conduce a un sensibile risparmio di tempo nella successiva rettifica, eseguita a mano con normali carte abrasive al corindone numero 800-1200 (Fig. 6).



Fig. 6 – Sequenza di lavorazione per taglio e rettifica



Fig. 7 – Distorsioni nei provini



Fig. 8 – Piastre per limitare le distorsioni in fase di sinterizzazione

Avendo stimato con prove ripetute il ritiro al 15 % circa, larghezza e spessore dei campioni pre-sinterizzati sono stati portati a 3.45 x 4.70 mm. In questo modo gran parte dei provini sinterizzati è risultata in discreto accordo con i requisiti dimensionali della ASTM C1421 [1].

La precisione geometrica non è stata altrettanto soddisfacente: diversi campioni, all'uscita dal forno, hanno manifestato distorsioni di apprezzabile entità (Fig. 7), che ne hanno impedito l'utilizzo.

Come da manuale in questi casi, durante la sinterizzazione si è cercato di limitare la curvatura attraverso pesi e piastre in materiale refrattario. Il set-up improvvisato (fig. 8) si è però dimostrato non del tutto efficace; probabilmente migliori risultati si sarebbero potuti ottenere da un set di appoggi appositamente realizzato, con adeguata finitura delle superfici, e con pesi più consistenti. Il tipo stesso di funzionamento del forno utilizzato (Lenton UAF-16), caratterizzato da grosse resistenze in SiC e quindi in grado di eseguire rampe lente solo attraverso forti impulsi, potrebbe aver giocato un ruolo nelle evidenti curvature osservate.

Sono state realizzate barrette di lunghezza compresa tra 32 e 50 mm circa, permettendo queste ultime di ricavare ciascuna due provini su 30 mm di luce, con notevole risparmio di tempo e di materiale.

L'allumina RC-HP utilizzata è stata inoltre sommariamente caratterizzata riguardo alla densità apparente, al modulo di Young e al modulo a flessione (MOR).

La densità apparente è stata calcolata seguendo le indicazioni della ASTM C373, mediante il principio di Archimede, previa bollitura in acqua per meglio intrudere la porosità aperta del ceramico. Data la precisione della bilancia di ± 0.01 g, è stato realizzato un campione apposito di dimensioni di 15 x 15 x 4 mm circa per avere, con la maggiore

base di misura, una valutazione più precisa. La stima del ritiro ha fornito in questo caso risultati compresi tra il 14 e il 15 % circa.

La densità apparente è risultata pari a 3.77 g/cm³, con una porosità aperta stimata attorno al 5 % .

Il modulo a flessione è stato valutato su tre provini realizzati appositamente aventi sezione di 3 x 5 mm, testati a tre punti con luce di 40 o 30 mm e spostamento imposto di 0.5 mm/min. ; il modulo di Young è stato ricavato dalla parte lineare del diagramma carico – spostamento mediante le formule della teoria delle travi. La geometria dei provini e i risultati sono riportati nella Tab. 3.

Provino	L [mm]	W [mm]	B [mm]	Luce [mm]	MOR [MPa]	E [GPa]
MOR1	51.1	5.096	3.274	40	277. 9	241. 29
MOR2	50.2	5.052	3.141	40	294. 4	275. 96
MOR3	39.2	4.993	3.045	30	295. 2	180. 48

Tab. 3 – Modulo a flessione e di Young della RC-HP per i tre provini

Tali prove sono solo indicative delle effettive proprietà meccaniche dell'allumina RC-HP, in quanto il numero di campioni (tre) è ben poco significativo dal punto di vista statistico. Ciò nonostante, si possono trarre alcune interessanti conclusioni. Il modulo di Young è molto inferiore ai valori tipici riportati in letteratura per l'allumina, e analogamente il modulo a flessione è inferiore ai risultati (poco meno di 400 MPa) raggiunti dalla RC-HP in prove analoghe, lasciando supporre una densificazione incompleta del ceramico sinterizzato. Componenti realizzati con una sospensione uguale, fresca di miscelazione, e sinterizzati nelle stesse condizioni hanno manifestato un ritiro molto più accentuato e il colore tendente al paglierino tipico della Al₂O₃ .Il colore biancastro e, soprattutto, il ritiro più limitato della RC-HP usata per i provini confermano l' ipotesi di porosità residua dovuta a sinterizzazione incompleta. Ciò è da imputarsi con tutta probabilità a un degrado del disperdente poliacrilico durante lo stoccaggio della sospensione di allumina. E' lecito attendersi pertanto, dai test successivi, valori della tenacità a frattura inferiori a 3. 5 – 3. 7 MPa √m, quanto cioè riportato nella letteratura più recente[2][3] per materiali e test a frattura analoghi.

PREPARAZIONE DEI PROVINI E CONFIGURAZIONE DI PROVA

Avendo effettuato tutte le lavorazioni possibili, compresi gli smussi, prima della sinterizzazione, sono stati selezionati i provini che non presentavano distorsioni apprezzabili. Per effettuare con precisione gli intagli sui campioni di allumina è stato usato un dispositivo artigianale a 2 assi (Fig. 9) equipaggiato di un Dremel (a velocità variabile tra 5000 e 37000 rpm) e una torretta portapezzo movimentata da due viti micrometriche. Gli intagli sono stati eseguiti usando un disco diamantato a grana grossa per uso odontotecnico, avente diametro 20 mm e spessore 0.22 mm, mosso a 6000 rpm. La torretta è stata dotata di un piccolo sistema di raffreddamento ad acqua, per evitare la veloce usura del disco, studiato per impieghi meno gravosi.

I campioni sono stati solidamente fissati, in gruppi di 4, su un supporto di legno mediante colla a caldo (Fig. 10) ; questo sistema ha permesso di realizzare intagli della stessa lunghezza su provini diversi e quindi velocizzare la relativa misura, mediante microscopio ottico (Nikon EPIPHOT 200) .

Come si osserva della Fig. 11, il disco con rivestimento diamantato su una sola faccia produce un intaglio asimmetrico, che si è ipotizzato si comporti nel test SENB come un intaglio più stretto, avente raggio di raccordo pari a quello misurato in prossimità dell'estremità di quello reale.

I provini per test SEVNB sono stati successivamente lavorati usando le indicazioni fornite da Kübler [2] : gli intagli a V sono stati realizzati usando comuni lamette (spesse circa 0. 12 mm), montate su un rasoio, e pasta diamantata da 3 e 1 μm rispettivamente per la sgrossatura e la finitura dell'intaglio (Fig. 11). I risultati, come intuibile per un metodo manuale, dipendono dall'abilità dell'operatore; è stato comunque relativamente semplice ottenere intagli a V con raggio di raccordo compresi tra 14 e 37 μm (Fig. 12). Il tempo di lavorazione richiesto per la preparazione è risultato pari a circa 90 minuti per 4 provini SEVNB.

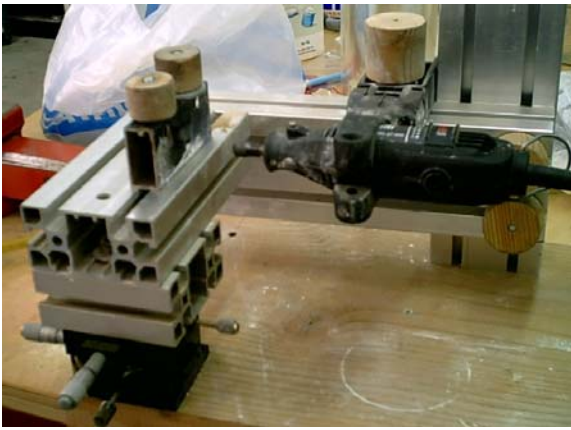


Fig. 9 – Torretta a 2 assi, pilotata da viti micrometriche

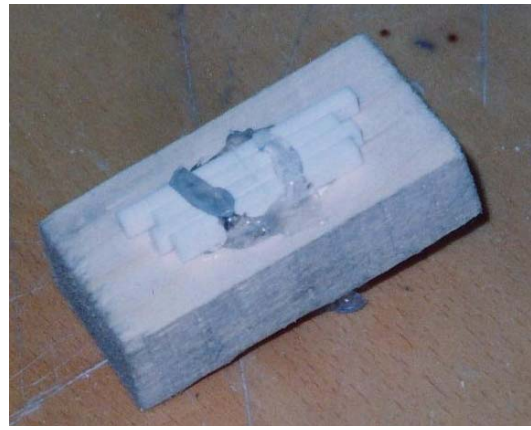


Fig. 10 – Fissaggio dei provini sul supporto in legno

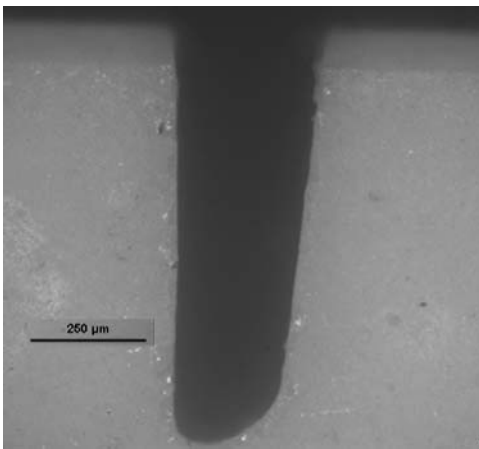


Fig. 11 – Intaglio nei provini SENB



Fig. 12- V-Notching mediante lametta e pasta diamantata

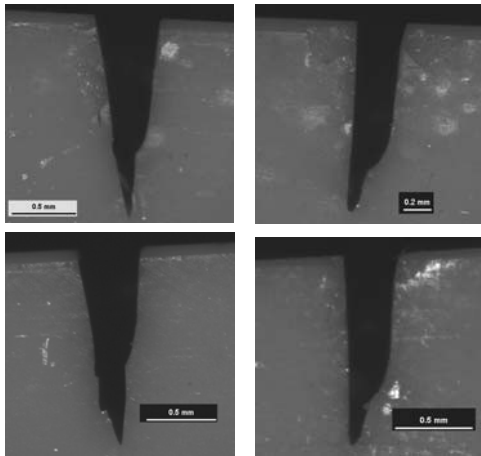


Fig. 13 – Esempi di intagli a V nel SEVNB

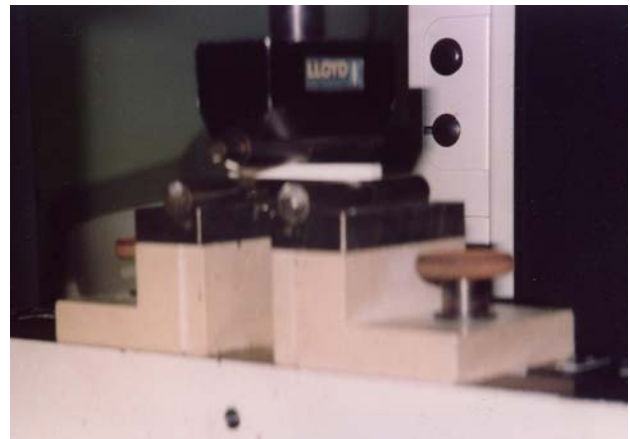


Fig. 14 – Cella di carico Lloyd LR-5K e set-up di test

Le prove sono state condotte in configurazione a 3 punti, con luce di 30 mm , su una macchina di test Lloyd LR-5K [Fig. 14]; la velocità di spostamento è stata impostata a 0.5 mm / min. Da notare che lo spostamento viene misurato indirettamente dalla macchina, comportando una minore accuratezza rispetto a set-up più raffinati, come quello usato in [3]. Gli appoggi della macchina sono costituiti da rulli fissi aventi diametro 10 mm, e ciò potrebbe aver introdotto un leggero errore (dell'ordine di 2-3 per cento) nei risultati [1].

La tenacità a frattura è stata valutata, a partire dal carico massimo, con la formula riportata nella norma ASTM:

$$K_{Ivn} = \frac{3 \cdot P_{max} \cdot 10^{-6} \cdot S_0 \cdot \sqrt{a/W}}{2 \cdot (1 - a/W)^{3/2} \cdot B \cdot W^{3/2}} \cdot g(a/W)$$

dove P_{max} è il carico massimo rilevato durante la prova, S_0 la luce di prova, a è la profondità misurata dell'intaglio, W e B sono rispettivamente larghezza e spessore del provino e infine $g(a/W)$ è una funzione polinomiale di a/W tabulata nella stessa norma.

Un certo numero di provini era stato all'inizio destinato a essere testato con il metodo SEPB, che richiede un piccolo intaglio di spessore inferiore a 100 μm . Non disponendo di attrezzature idonee, si è pensato di realizzare questi intagli sul materiale pre-sinterizzato usando una lametta lappata a 65 μm di spessore e irruvidita con carta abrasiva a grana grossa. Dopo la sinterizzazione, sono risultati degli intagli di spessore alla base variabile tra 60 e 100 μm . Anche questi campioni sono stati testati a frattura con il metodo SENB, per meglio comprendere la dipendenza di K_{Inb} dallo spessore dell'intaglio nel materiale. I risultati inaspettati emersi da questo lotto di campioni indicano che questo sistema di intaglio falsa i test introducendo un danno microstrutturale impossibile da quantificare successivamente. Tali risultati, indicati nel seguito con SENB-0.12, sono quindi riportati solo per completezza.

RISULTATI E DISCUSSIONE

Non essendo stato possibile effettuare micrografie SEM dei campioni, la microstruttura e in particolare la dimensione dei grani della RC-HP può essere solo stimata in base al trattamento termico, alle caratteristiche della polvere di partenza e a qualche riferimento bibliografico [7]. La dimensione dei grani dovrebbe essere compresa tra 4 e 10 μm ; questo implica che i risultati del SEVNB dovrebbero risentire ancora dell'effetto di intaglio, secondo il criterio empirico formulato da diversi Autori [2] [5].

I risultati sono riportati nella Tabella 4 e, per confronto con i dati emersi dal round robin VAMAS del 1997 [2], come grafici in Fig. 15 e 16.

	Numero provini	K_{IVN} MPa \sqrt{m}	Dev. Std. MPa \sqrt{m}
SEVNB	11	2.796	± 0.296
SENB	8	3.342	± 0.261
SENB-0.12	6	2.652	± 0.267

Tab. 3 - Risultati delle prove a frattura

Come anticipato, i valori risultano sensibilmente più bassi rispetto a quelli presenti in letteratura per questi metodi di prova, a causa della porosità residua. La ripetibilità del metodo SEVNB e quella, migliore, del metodo SENB qui evidenziate sono da considerarsi pienamente accettabili, in quanto risultato di una procedura di realizzazione dei provini tutt'altro che consolidata; tali incertezze risultano infatti comparabili o migliori di quelle emerse nel round robin.

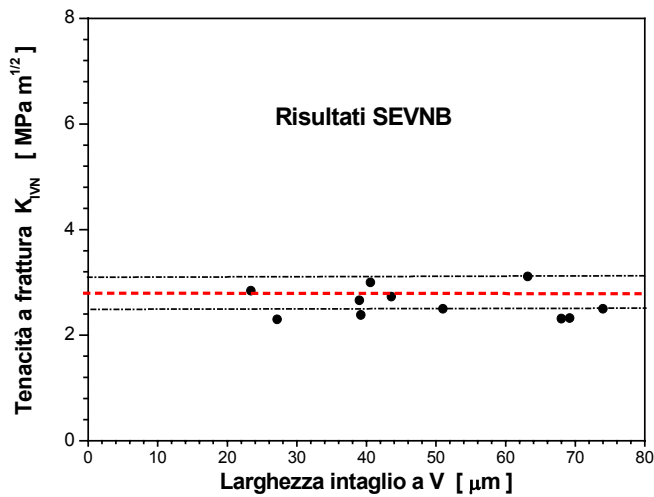


Fig. 15 – Risultati SEVNB

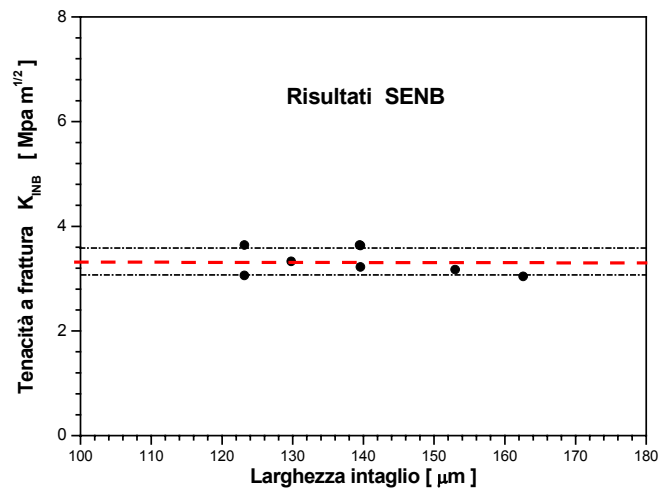


Fig. 16 – Risultati SENB

Nei grafico in Fig. 16 si nota la minore dispersione dei risultati ricavati tramite SENB; questo induce a considerare favorevolmente la possibilità di mettere in qualche modo in relazione SENB e SEVNB per sfruttare la insuperata facilità di preparazione dei provini semplicemente intagliati.

I risultati SENB e SEVNB sono stati correlati con la metodologia avanzata da Damani *et al.* in [4] [5], ricavando attraverso una interpolazione a due parametri $K_{IC} = K_{IvN} \cdot \tanh\left(2 \cdot Y \cdot \sqrt{\frac{\delta a}{\rho}}\right)$ il valore intrinseco K_{IC} della tenacità a frattura e la dimensione presumibile δa dei difetti presenti in prossimità dell'apice dell'intaglio, la cui crescita determina la frattura del provino. In questa relazione si è supposto, seguendo le conclusioni degli stessi autori, che nell'allumina la fase di intaglio determini un danneggiamento modellabile come uniforme lungo lo spessore del provino, per cui Y si è posto pari a 1.12 [Fig. 17].

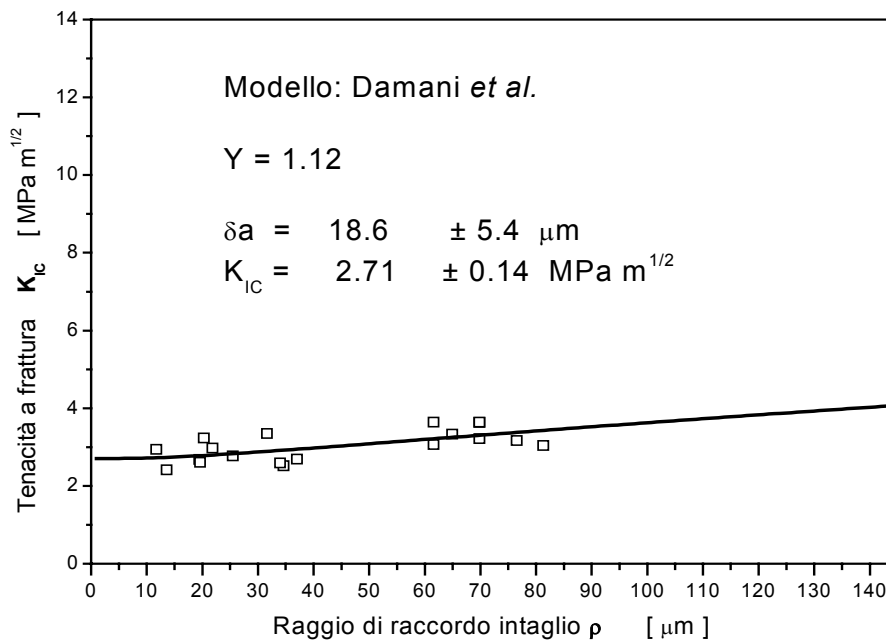


Fig. 17 – Correlazione tra i risultati SEVNB e SENB secondo Damani

Il modello applicato corregge il piccolo scostamento presente tra tenacità vera del materiale e valore misurato mediante SEVNB a causa degli intagli a V, ancora troppo larghi rispetto alla microstruttura della RC-HP. Il valore di δ_a estrapolato è peraltro in ottimo accordo con quello trovato dagli stessi Damani *et al.* per l' Al_2O_3 in [4].

Si ritiene utile riportare, per verificare la validità delle procedure di prova, i diagrammi carico-spostamento forniti dalla cella di carico (Fig. 18 –19). Al di là della non linearità iniziale, dovuta al set-up piuttosto che al materiale, il comportamento della RC-HP è molto simile nei diversi provini e in entrambi i tipi di test ed evidenzia una limitatissima crescita stabile prima del picco di carico. La stabilità esibita dalle prove in questo caso risulta probabilmente penalizzata dalla bassa rigidezza della macchina di prova (il cui carico massimo è di soli 5 kN)

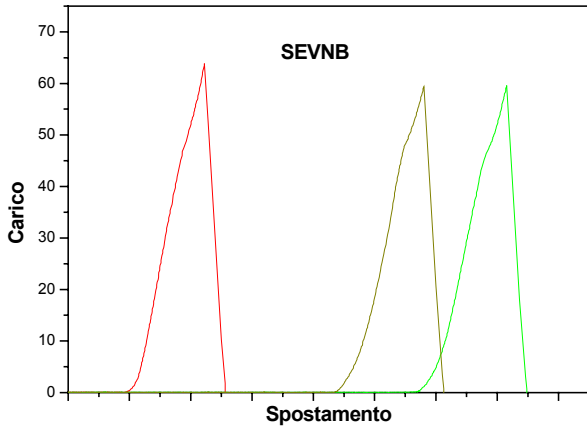


Fig. 18 – Diagrammi $P-\delta$ nei test SEVNB

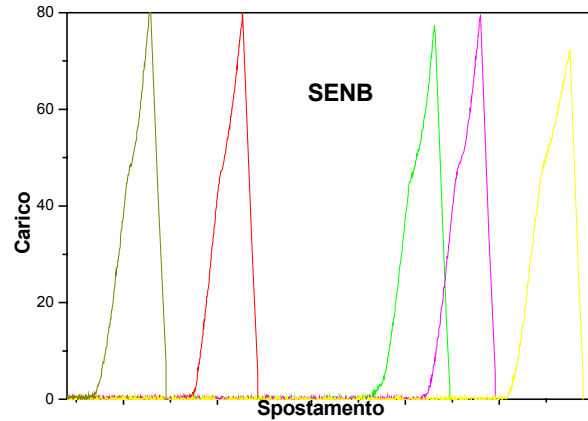


Fig. 19 – Diagrammi $P-\delta$ nei test SENB

CONCLUSIONI

I risultati delle prove a frattura SENB e SEVNB, seppure penalizzati dalla porosità residua dei provini, sono in buon accordo con quanto riportato in letteratura. Il metodo SENB fornisce, in rapporto alla geometria dell'intaglio, valori della tenacità che possono allontanarsi notevolmente da quelli effettivi del materiale. Da questo punto di vista, il metodo SEVNB si è dimostrato molto affidabile, a dispetto delle limitate risorse impegnate; il modello di Damani, Gstrein e Danzer ha consentito inoltre di pervenire a una stima ancora migliore della tenacità a frattura dell'allumina RC-HP testata. Il rapporto tra tenacità a frattura misurata mediante SENB e SEVNB è risultato di circa 1,20. Sebbene tale conclusione non possa avere alcuna validità generale, si propone quale utile riferimento nella pratica comune di laboratorio, dove la velocità e il bassissimo costo per l'esecuzione dei test SENB potrebbero risultare rilevanti in ambiti non critici. Una conferma alle ipotesi fatte in questa sede, riguardo alla microstruttura del materiale, potrebbe venire dall'osservazione al SEM delle superfici di frattura.

L'introduzione sistematica dei test a frattura SEVNB consentirebbe in definitiva, di avere a disposizione uno strumento accurato, poco costoso, semplice e versatile abbastanza da poter essere usato non solo con ceramiche monolitiche, ma anche con compositi a matrice ceramica [3]. L'esperienza maturata e soprattutto la disponibilità di un dispositivo semi-automatico per eseguire intagli a V, come quello visto in [2][4], potrebbe dare un forte contributo in termini di ripetibilità dei risultati, contribuendo con ciò a rendere i test a frattura una pratica di routine nello sviluppo dei materiali ceramici.

RINGRAZIAMENTI

Si ringraziano i Docenti dei corsi, Dott. A. Licciulli e Ing. L. De Lorenzis, per l'interesse e la disponibilità sempre dimostrati durante la realizzazione di questa modesta esperienza di laboratorio.

Un ringraziamento particolare va inoltre all'ing. S. Barbagallo e alla dott.ssa D. Diso per la insostituibile collaborazione nell'utilizzo di molta della strumentazione utilizzata per questo lavoro.

BIBLIOGRAFIA

- [1] ASTM C 1421-99 “Standard test method for determination of fracture toughness of advanced ceramics at ambient temperature “
- [2] J.J. Kubler, “Fracture toughness of ceramics using the SEVNB method; from a preliminary study to a standard test method”, *Fracture Resistance Testing of Monolithic and Composite Brittle Materials* ASTM STP 1409 (2002)
- [3] G.A. Gogotsi, “Fracture toughness of ceramics and ceramic composites”, *Ceramics International* 29 (2003).
- [4] R. Damani, Ch. Schuster, R. Danzer, “Polished notch modification of SENB-S fracture toughness testing“, *Journal of European Ceramic Society* 17 (1997).
- [5] R.Damani, R. Gstrein, R. Danzer, “Critical notch-root radius effect in SENB-S fracture toughness testing“, *Journal of European Ceramic Society* 16 (1996).
- [6] A. Awaji, Y. Sakaida, “V-Notch Technique for Single Edge Notched Beam and Chevron Notch Methods”, *Journal of American Ceramic Society*, vol. 76 no. 11 (1990)
- [7] W.H. Tuan, M.J. Lai, M.C. Lin, C.C. Chan, and S.C. Chiu “The Mechanical Performance of Alumina as a Function of Grain Size,“, *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 36 (1994)