

## Effetti di curva-R nella rettifica ed usura dei ceramici

### R-curve effects for machining and wear of ceramics

R.O. SCATTERGOOD, S. SRINIVASAN, T.G. BIFANO, T.A. DOW

#### Riassunto

Scopo di questo lavoro è di presentare alcuni recenti dati che illustrano i possibili effetti del comportamento della curva R per situazioni tecnologicamente importanti, caratterizzate dalla presenza di cricche relativamente corte. Dai dati esistenti e dalla relativa discussione emerge chiaramente che il comportamento della curva R esercita un effetto significativo e potenzialmente limitante sulle prestazioni dei ceramici nel campo tribologico e nei processi di fabbricazione di precisione, come nella rettifica con diamante. Rimangono, come sfida per i ricercatori futuri, in primo luogo da sviluppare metodi di misura appropriati per caratterizzare quantitativamente le curve R relative alle condizioni di tenacità in presenza di cricche corte; in secondo luogo, da sviluppare una conoscenza di base delle relazioni che intercorrono fra caratteristiche della curva R e microstruttura, ai fini di migliorare ed ottimizzare le proprietà di tenacità in presenza di cricche corte dei materiali ceramici.

#### Introduzione

Il crescente interesse che è venuto circondando i moderni ceramici strutturali e la loro utilizzazione sono strettamente connessi con le proprietà a frattura. La tenacità a frattura  $K_{Ic}$  rappresenta forse il parametro maggiormente critico ai fini della progettazione e dell'applicazione di questi ceramici avanzati in molte e diverse aree di applicazione. La tenacità dei materiali ceramici può essere incrementata facendo ricorso a diverse strategie di processo. Fra questi vanno annoverati la tenacizzazione per trasformazione, il rinforzo con whiskers

#### Abstract

The intent of this paper has been to present recent data which illustrates the possible effects of R-curve behavior for technologically important situations that involve relatively short cracks. From the existing data and inferences drawn therefrom, it appears clear that R-curve behavior has a significant and potentially limiting effect on ceramic performance in tribology and in precision fabrication processes such as diamond grinding. It remains as a challenge for future researchers to, first, develop appropriate test methods to quantitatively characterize R-curves for the short-crack toughness regime and, second, to develop a basic understanding of the relationship between R-curve characteristics and microstructure so that the short-crack toughness properties of ceramic materials can be improved and optimized.

#### Introduction

The emergence and utilization of modern structural ceramics is closely coupled with their fracture properties. The fracture toughness  $K_{Ic}$  is perhaps the most critical parameter for the design and application of these advanced ceramics in many different application areas. Increased toughness in ceramic materials is achieved by using a variety of different processing strategies. Included among these are transformation toughening, whisker-reinforcement for ceramic composites and various microstructural modifications that produce toughening by microcrack generation, crack deflection or

North Carolina State University, Raleigh, NC 27695-7918

Contributing editor: C. Palmonari

per i ceramici compositi e varie modificazioni microstrutturali che producono un effetto tenacizzante mediante generazione di microcricche, deviazione delle cricche o meccanismi di collegamento delle cricche<sup>11-13</sup>. In casi favorevoli si possono raggiungere livelli di tenacità nel campo di 10-20 MPa m<sup>1/2</sup>, che corrispondono ad un miglioramento di quasi un ordine di grandezza rispetto ai ceramici convenzionali ed ai vetri.

Comune a tutti i meccanismi di tenacizzazione è la presenza di una "zona di processo" all'apice della cricca, che spesso si estende sulla scia di una cricca che avanza. Nel caso di tenacizzazione per trasformazione, questa zona si forma a seguito della trasformazione  $t \rightarrow m$ , indotta dalla sollecitazione, di precipitati metastabili<sup>11</sup>. Per i compositi rinforzati con whiskers, caratterizzati da idonee proprietà interfaciali whisker/matrice, la zona deriva da processi di collegamento e di slittamento dei whiskers lungo i fianchi delle superfici delle cricche in via di sviluppo<sup>12</sup>. Dal momento che i fenomeni della zona di processo insorgono come conseguenza sia dei campi di sollecitazione all'apice delle cricche, che dell'estensione della cricca attraverso la microstruttura, le curve di resistenza all'accrescimento delle cricche, o curve R, sono ben note in letteratura con riferimento ai metalli ed alle leghe per l'ingegneria. Nel caso dei metalli, la curva R è una conseguenza di come la zona plastica all'apice della cricca (zona di processo) dipende dallo spessore del provino e/o dallo stato tensionale<sup>15-16</sup>. Nei ceramici la plasticità è trascurabile e l'origine dell'effetto della curva R è molto diverso, anche se vi si possono applicare la stessa fenomenologia di base ed i medesimi criteri di frattura.

In Fig. 1 è riportata una curva R in forma schematica. La resistenza all'accrescimento delle cricche R è direttamente correlata alla tenacità a frattura  $K_{Ic}$  mediante la relazione  $R = \beta K_{Ic}^2/E$ , dove E è il modulo di elasticità e  $\beta$  è una costante di primo ordine, funzione dello stato tensionale (R e  $K_{Ic}$  verranno utilizzati in questa sede in modo intercambiabile). La resistenza o tenacità in Fig. 1 aumenta da un basso valore iniziale  $K_{Ic}^0$  per cricche corte al valore asintotico  $K_{Ic}^\infty$  per cricche lunghe. L'elevata tenacità  $K_{Ic}^\infty$  corrispondente al valore limite per le cricche lunghe è quella normalmente misurata nelle prove di tenacità a frattura convenzionalmente impiegate per i ceramici, quali ad esempio la prova per indentazione Vickers o la prova DCB. In generale, trattandosi di ceramici convenzionali e di vetri, si è indotti a riguardare la tenacità come un valore costante (e solitamente basso). Rispetto alla tenacità costante, l'esistenza di un comportamento del tipo curva R produce effetti nuovi. A seconda delle condizioni di carico e della dimensione iniziale delle cricche, si può assistere ad un accrescimento stabile delle cricche o a effetti di improvviso sviluppo delle cricche, prima di giungere ad un loro accrescimento instabile ed al concomitante collasso del componente<sup>15-16</sup>. Le curve R sono pure in grado di produrre un certo grado di insensibilità alle cricche della resistenza a frattura, argomento di particolare interesse nella progettazione strutturale; questa insensibilità riduce gli effetti di degrada-

crack-bridging mechanisms<sup>11-14</sup>. In favorable cases, toughness values in the range of 10-20 MPa-m<sup>1/2</sup> are possible, which represents almost an order-of-magnitude improvement relative to conventional ceramics and glasses.

Common to all of the toughening mechanisms is the occurrence of a "process zone" at the crack tip, which often extends into the wake of an advancing crack. For transformation toughening, the zone arises due to the stress-induced  $t \rightarrow m$  transformation of metastable precipitates<sup>11</sup>. For whisker-reinforced composites with suitable whisker-matrix interfacial properties, the zone results from whisker-bridging and whisker-sliding processes along the flanks of the advancing crack faces<sup>12</sup>. Because the process-zone phenomena develop as a consequence of both crack tip stress fields and crack extension through the microstructure, crack resistance curves are often manifest. Crack resistance curves, or R-curves, are well known in the literature for engineering metals and alloys. For metals, the R-curve is a consequence of the dependence of the crack-tip plastic zone (process zone) on specimen thickness and/or stress state<sup>15-16</sup>. In ceramics, plasticity is negligible and the origin of the R-curve effect is quite different, but the same basic phenomenology and fracture criteria apply.

Fig. 1 shows an R-curve in schematic form. The crack resistance R is directly related to fracture toughness  $K_{Ic}$  via  $R = \beta K_{Ic}^2/E$ , where E is the modulus and  $\beta$  is a constant of order one, depending on stress state (R and  $K_{Ic}$  will be used interchangeably here). The resistance or toughness in Fig. 1 rises from a low initial value  $K_{Ic}^0$  for short cracks to the asymptotic value  $K_{Ic}^\infty$  for long cracks.

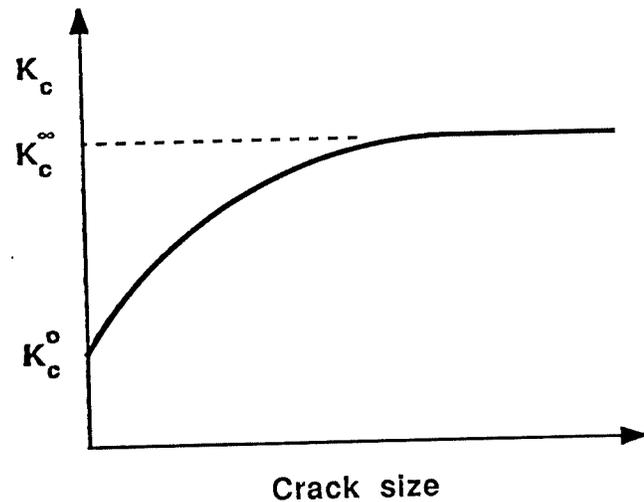


Fig. 1 - Andamento schematico della curva R. La tenacità a frattura  $K_{Ic}$  (ovvero la resistenza R all'accrescimento delle cricche) aumenta da un valore iniziale  $K_{Ic}^0$  per cricche corte ad un valore asintotico  $K_{Ic}^\infty$  per cricche lunghe. Schematic of R-curve behavior. Fracture toughness  $K_{Ic}$  (or crack growth resistance R) rises from an initial value  $K_{Ic}^0$  for short cracks to a large-crack asymptote  $K_{Ic}^\infty$ .

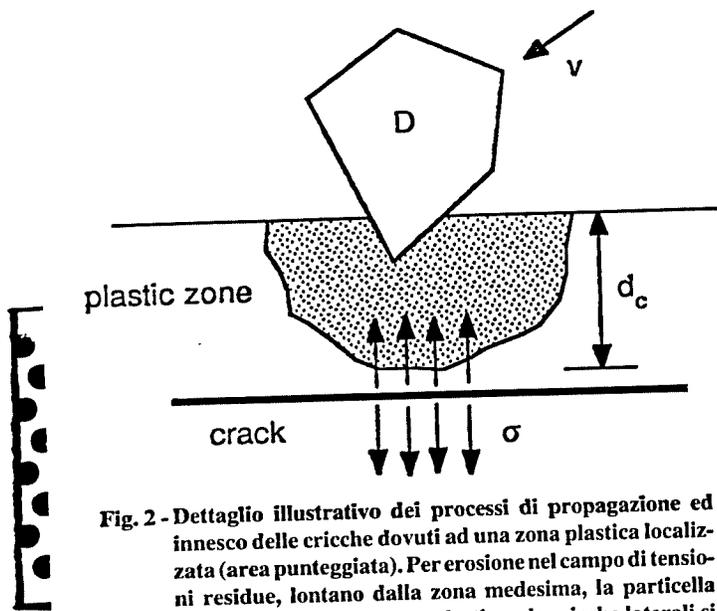


Fig. 2 - Dettaglio illustrativo dei processi di propagazione ed innesco delle cricche dovuti ad una zona plastica localizzata (area punteggiata). Per erosione nel campo di tensioni residue, lontano dalla zona medesima, la particella incidente produce la zona plastica e le cricche laterali si propagano. Nel caso di rettifica, la particella rappresenta i grani della mola abrasiva. Se la profondità di penetrazione è inferiore al valore critico  $d_c$ , i processi di innesco delle cricche non possono avvenire in prossimità del campo di tensioni.

*Schematic to illustrate crack propagation and crack initiation processes due to a localized plastic zone (dotted). For erosion, the impacting particle produces the zone and lateral cracks propagate in the far-field residual stresses. For grinding, the particle represents grains on the grinding wheel. If the depth of penetration (grinding depth) is less than a critical value  $d_c$ , crack initiation processes in the near-field stresses cannot occur.*

zione di resistenza meccanica prodotti dai difetti intrinseci, indotti da processi<sup>[7]</sup>. In ogni caso, nonostante le applicazioni, non sono questi gli effetti di interesse primario per il presente lavoro.

In diverse aree applicative, ed in particolare in quelle della tribologia e della lavorazione di precisione che verranno più oltre discusse, i fenomeni della curva R rivestono un ruolo significativo nel limitare le prestazioni del materiale: un ruolo connesso con gli effetti che essi esercitano sulla comparsa di danni rilevanti e sui meccanismi di frattura. La tenacità relativa a cricche di rilevanti dimensioni  $K_{Ic}$ , associata al meccanismo di tenacizzazione nei ceramici avanzati strutturali, può anche non avere alcun ruolo in situazioni in cui predominano gli effetti dovuti a cricche corte. Infatti, dato il comportamento della curva R, in certi casi le condizioni di picco della tenacità possono essere meno soddisfacenti di quanto non lo siano condizioni relative a livelli inferiori. Questo lavoro si propone proprio di presentare e discutere alcuni concetti e recenti risultati, in grado di evidenziare la rilevanza degli effetti della curva R nella situazione di cricche corte, ad esempio in condizioni di usura erosiva e nella rettifica di precisione con diamante.

L'erosione dei ceramici da parte di particelle solide è un

The high toughness  $K_{Ic}$  in the long-crack limit is what is usually measured in conventional fracture toughness tests for ceramics, for example, Vickers indentation or DCB tests. In general, when dealing with conventional ceramics and glasses, one is inclined to regard the toughness as a constant (and usually low) value. Relative to constant toughness, the existence of an R-curve behavior produces new effects. Depending on loading conditions and initial crack sizes, there can be stable crack growth or crack pop-in effects prior to unstable crack growth and concomitant failure<sup>[5-6]</sup>. R-curves can also produce a degree of flaw insensitivity for failure strength that is of interest in structural design; it reduces the strength-degradation effects of intrinsic, processing-induced flaws<sup>[7]</sup>. However, while still applicable, these are not the effects of prime interest for the work reported here.

In a variety of application areas, and in particular in the areas of tribology and precision grinding to be discussed further, R-curve phenomena play a significant role in limiting material performance through their effect on the relevant damage and fracture mechanisms. The large-crack toughness  $K_{Ic}$  associated with toughening mechanisms in advanced structural ceramics may play no role whatsoever in situations where short-crack effects predominate. In fact, because of R-curve behavior, peak-toughness conditions may be less suited in certain cases than are lower toughness conditions. The intent of this paper is to present and discuss some insights and recent results that illustrate the relevance of R-curve effects for short-crack situations, viz., erosive wear and precision diamond grinding. Solid-particle erosion of ceramics is a process governed by the extension of lateral cracks. As shown in Fig. 2, an erodent particle with size  $D$  and velocity  $v$  strikes the target surface and causes lateral cracks to extend. Individually, or through damage accumulation mechanisms<sup>[8]</sup>, such cracks will lead to surface microchipping, thus removing material and leading to erosive wear. Fig. 3 shows an SEM micrograph of a typical single-impact erosion event for an MgO-doped partially stabilized zirconia (MgO-PSZ). The scale of the impact fracture damage, manifest in Fig. 3 as surface micro-chipping around the impact site, is the order of 100  $\mu\text{m}$  in typical cases.

Erosion damage can be analyzed by considering the propagation of lateral cracks in the residual stress field of the plastic zone generated by particle impact.

Fracture mechanics analysis, coupled with either quasistatic<sup>[9]</sup> or dynamic<sup>[10]</sup> particle-impact models, gives the erosion rate  $\Delta W$  (mass loss/mass erodent) as

$$\Delta W = \beta K_{Ic}^{4/3} D^m v^n \quad (1)$$

where  $m$  and  $n$  are power-law exponents for the erodent particle size  $D$  and velocity  $v$ , respectively,  $K_{Ic}$  is the fracture toughness and  $\beta$  is a constant that depends weakly on properties such as hardness and density. The key material parameter for given erosion conditions emerges as the fracture toughness.

processo governato dallo sviluppo delle cricche laterali. Come mostrato in Fig. 2, una particella erodente di dimensione  $D$  e velocità  $v$  urta la superficie bersaglio e provoca lo sviluppo di cricche laterali. Singolarmente o con un meccanismo di accumulazione del danno<sup>[8]</sup>, tali cricche porteranno ad una microscheggiatura superficiale, rimuovendo così del materiale e provocando un'usura abrasiva. La Fig. 3 riporta una micrografia al SEM di un tipico evento di erosione da impatto singolo per una zirconia parzialmente stabilizzata con MgO (MgO-PSZ). La scala del danno determinato dalla frattura da impatto, evidente in Fig. 3 come microscheggiatura superficiale intorno al sito di impatto, è, in casi tipici, dell'ordine dei 100  $\mu\text{m}$ .

Il danno da erosione può essere analizzato considerando la propagazione delle cricche laterali nel campo tensionale residuo della zona plastica generata dall'impatto della particella. L'analisi mediante la meccanica della frattura, unita a modelli di impatto delle particelle quasi-statici<sup>[9]</sup> o dinamici<sup>[10]</sup>, fornisce l'indice di erosione  $\Delta W$  (massa erosa/massa erodente) come

$$\Delta W = \beta K_c^{2/3} D^m v^n \quad (1)$$

dove gli esponenti  $m$  e  $n$  definiscono l'influenza rispettivamente della dimensione  $D$  e della velocità  $v$  della particella erodente,  $K_c$  è la tenacità a frattura e  $\beta$  è una costante, che dipende debolmente da proprietà quali la durezza e la densità. Si vede chiaramente che il parametro fondamentale del materiale per date condizioni di erosione è la tenacità a frattura. La rettifica di precisione con diamante costituisce un'altra area applicativa dove gli effetti della curva R possono essere rilevanti. Nella lavorazione di precisione lo scopo che ci si propone è quello di ottenere una finitura superficiale eccellente ed esente da fratture, operando sotto quelle che vengono spesso denominate condizioni di lavorazione "in regime di duttilità"<sup>[11-13]</sup>. Con una rigidezza ed un controllo adeguati della macchina, e con appropriate caratteristiche dei materiali impiegati, è possibile ottenere superfici con elevate proprietà ottiche ed esenti da fratture. La Fig. 2 mostra anche il concetto che sottende la lavorazione in regime di duttilità. In questo caso la particella è un grano di diamante sulla mola. Quando la profondità di penetrazione del grano è inferiore alla profondità critica  $d_c$ , non si verifica l'innesco della frattura e la rimozione del materiale avviene secondo un processo di taglio plastico, come nel caso dei metalli duttili. Quando si supera  $d_c$  e ne consegue la frattura della superficie, si giunge ad una microscheggiatura simile a quella mostrata in Fig. 3, anche se l'ordine di grandezza delle dimensioni delle cricche è inferiore ai 5-10  $\mu\text{m}$ . Un limite inferiore per la profondità critica  $d_c$  per l'innesco della cricca può essere dedotto sulla base dei modelli di meccanica della frattura, secondo la seguente espressione:

$$d_c = \beta \left[ \frac{K_c}{H} \right]^2 \left[ \frac{E}{H} \right] \quad (2)$$

dove  $H$  è la durezza,  $E$  è il modulo di elasticità,  $K_c$  è la tenacità

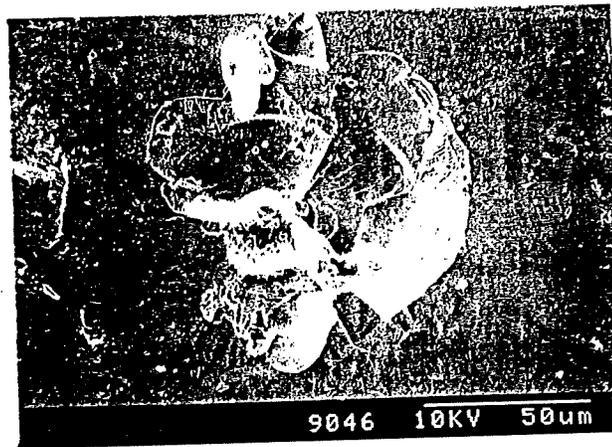


Fig. 3 - Micrografia al SEM della microscheggiatura, indotta da una cricca laterale, prodotta dall'impatto di una singola particella erodente su MgO-PSZ. Le cricche si dipartono dalla zona centrale di contatto. Nel caso in esame,  $D = 270 \mu\text{m}$  e  $v = 93 \text{ m/s}$  con impatto normale.

SEM micrograph of lateral-crack induced micro-chipping produced by single erodent particle impact on MgO-PSZ. The cracks emanate from the central contact zone. For the case shown,  $D = 270 \mu\text{m}$  and  $v = 93 \text{ m/s}$  at normal impact.

Precision diamond grinding is another application area where R-curve effects can be relevant. The intent here is to obtain fracture-free, fine surface finishing by grinding under what are often called "ductile regime" grinding conditions<sup>[11-13]</sup>. With suitable machine stiffness and control, and appropriate material properties, fracture-free, optical quality surfaces can be achieved. Fig. 2 also shows the underlying concept for ductile-regime grinding. In this case, the particle is a diamond grain on the grinding wheel. When the depth of penetration of the grain is less than a critical depth  $d_c$ , fracture initiation does not occur and material removal occurs by a plastic cutting process, as in the case of ductile metals. When  $d_c$  is exceeded and surface fracture damage does ensue, the micro-chipping damage is similar to that shown in Fig. 3, but the crack size-scales are less than 5-10  $\mu\text{m}$ .

A lower bound for the critical depth  $d_c$  for crack initiation can be obtained from fracture mechanics models as

$$d_c = \beta \left[ \frac{K_c}{H} \right]^2 \left[ \frac{E}{H} \right] \quad (2)$$

where  $H$  is hardness,  $E$  is elastic modulus,  $K_c$  is fracture toughness and  $\beta$  is a constant for given grinding (plastic zone) conditions<sup>[14-15]</sup>. Fracture toughness again emerges as a key parameter because, relative to  $E$  and  $H$ , order-of-magnitude changes in  $K_c$  by microstructural modification (toughening) for a given ceramic system are the more realistic possibility.  $K_c$  is a critical issue for improved material response in both equations (1) and (2), although in practice the former involves primarily the minimization of crack propagation while the

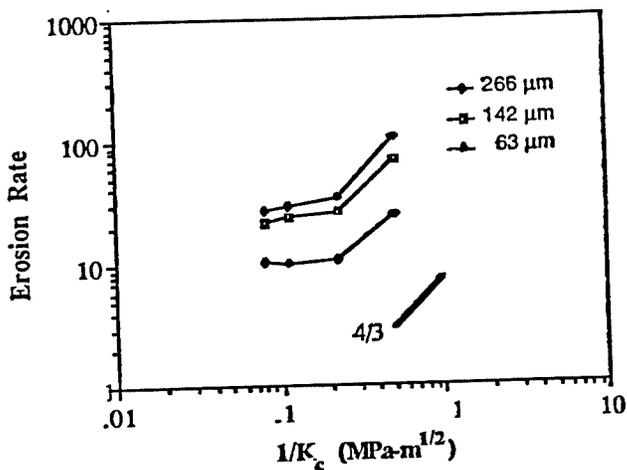


Fig. 4 - Indice di erosione in regime stazionario  $\Delta W$  ( $g/g 10^4$ ) in funzione di  $1/K_c$  ( $MPa \cdot m^{1/2}$ ) per MgO-PSZ<sup>[16]</sup>. Le dimensioni delle particelle erodenti sono come indicato. I dati si riferiscono ad impatto normale con  $v = 93$  m/s. La linea con pendenza 4/3 corrisponde all'andamento della tenacità relativa a grosse cricche, discussa nel testo.  
*Steady-state erosion rate  $\Delta W$  ( $g/g 10^4$ ) vs.  $1/K_c$  ( $MPa \cdot m^{1/2}$ ) for MgO-PSZ<sup>[16]</sup>. The data is for normal impact with  $v = 93$  m/s. The line with slope 4/3 is the slope for the large-crack toughness correlation discussed in the text.*

relativamente all'erosione di una serie di compositi con matrice di allumina e rinforzata con whiskers di SiC, per i quali la tenacità aumenta in corrispondenza dei più elevati contenuti di whiskers di SiC<sup>[18]</sup>.

Prove di rettifica di precisione con diamante sono state effettuate con uno speciale apparato di laboratorio con elevata rigidità e appositamente costruito. Allo scopo di ottenere velocità di alimentazione della mola nel campo dei nm/riv., è stato utilizzato un controllo mediante retroazione con sensori capacitivi. Dal momento che in letteratura sono assai scarsi i dati sperimentali sui fenomeni di innesco delle cricche in processi quali la microindentazione o la rettifica, si è proceduto ad una serie di esperimenti su diversi ceramici e vetri, nell'ambito di un quadro predefinito e fisso di condizioni operative di lavorazione<sup>[11-13,19]</sup>. Prove di rettifica sono state condotte impiegando una geometria "a tuffo", quale schematicamente mostrata in Fig. 5. Anche in condizioni ottimali di rigenerazione della mola, non è stato possibile mantenere il runout a meno di circa 100-150 nm. Di conseguenza, le prove di rettifica di precisione a tuffo erano analoghe al taglio con fresa ad un solo tagliente mediante i grani di diamante sulla superficie della mola. Le velocità di alimentazione (nm/riv.) corrispondono ad un'effettiva profondità di taglio (nm) calcolata per una data velocità di alimentazione.

Per ciascuno dei ceramici e dei vetri presi in considerazione è stata effettuata una serie di prove di rettifica meccanica a diverse profondità. La densità superficiale della frattura per microscheggiatura è stata valutata mediante micrografie al SEM e metodi stereologici. Un diagramma della densità di

The plunge feed rates (nm/rev.) correspond to an effective grinding depth (nm) for given plunge rate.

A series of grinding tests at different grinding depths were made on each of the candidate ceramics and glasses. The areal density of micro-chipping fracture was measured using SEM micrographs and stereological methods. A plot of the fracture density vs. grinding depth then quantifies the transition to ductile-regime (fracture-free) conditions. The critical depth  $d_c$  for crack initiation is determined from such plots as  $d_c^{meas}$ . The fracture toughness  $K_c$  of all samples was measured using the Vickers indentation method; E and H were also measured<sup>[19]</sup>. Fig. 6 shows the results of the precision diamond grinding tests as a logarithmic plot of the calculated critical depth  $d_c^{calc}$  vs. the measured critical depth  $d_c^{meas}$ . Values of  $d_c^{calc}$  were obtained from equation (2) with the arbitrary choice  $\beta = 1$ . The straight line through the data points has slope = 1, and so is the correlation line predicted by equation (2). The position of the line calibrates the value of  $\beta$  for given grinding conditions. The correlation fit is good for a wide range of ceramics and glasses. Notable exceptions occur for sintered alumina and peak toughened MgO-PSZ (denoted "toughened zirconia" in Fig. 6). In these latter cases (open points), the values of  $d_c^{meas}$  are much less than is consistent with the correlation line, i.e.,

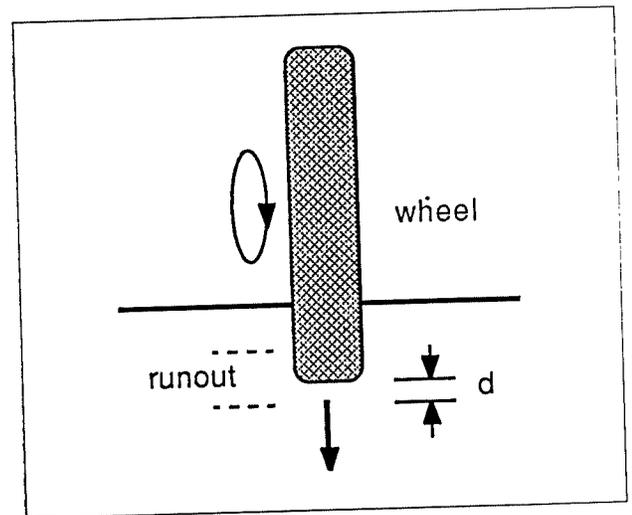


Fig. 5 - Schema della geometria "a tuffo" cui si è fatto ricorso nelle prove di rettifica. La mola abrasiva è fatta avanzare contro la superficie del provino (freccia) senza alimentazione trasversale. L'effettiva profondità di rettifica  $d$  viene determinata a partire dalla velocità di alimentazione (mm/riv.). Il runout della mola (linee tratteggiate) è maggiore di  $d$ , per cui quest'ultimo è un'effettiva profondità di rettifica, in analogia ad un'operazione di taglio con fresa ad un solo tagliente.

*Schematic of the geometry used for plunge-grind tests. The rotating grinding wheel is fed into the sample surface (arrow) without cross feed. The effective grinding depth  $d$  is determined by the plunge-feed rate (mm/rev). Wheel runout (dashed lines) is larger than  $d$  and so the latter is an effective grinding depth, analogous to a fly-cutting operation.*

a frattura e  $\beta$  è una costante, per predefinite condizioni di rettifica (zona plastica)<sup>[14-15]</sup>. La tenacità a frattura emerge ancora come parametro fondamentale in quanto, rispetto a  $E$  e  $H$ , le variazioni dell'ordine di grandezza di  $K_{Ic}$  a seguito di modificazioni strutturali (tenacizzazione) rappresentano, per un dato sistema ceramico, la possibilità maggiormente realistica.  $K_{Ic}$  è altresì un parametro critico ai fini di una migliore risposta del materiale sia nell'equazione (1) che nell'equazione (2), nonostante, in pratica, la prima coinvolga essenzialmente la minimizzazione della propagazione delle cricche, mentre la seconda preveda la completa eliminazione del processo di innesco delle cricche.

### Risultati sperimentali

A prima vista, gli elevati valori di  $K_{Ic}$  associati ai moderni ceramici tenacizzati suggeriscono la possibilità di migliorare considerevolmente le prestazioni dei ceramici nelle aree applicative soggette all'erosione e con la rettifica di precisione, tenendo conto del peso di  $K_{Ic}$  nelle equazioni (1) e (2). I risultati sperimentali nel seguito presentati sono stati ottenuti, almeno in parte, allo scopo di esplorare questa possibilità. Fra questi sono riportati anche recenti risultati ottenuti da altri autori relativi all'erosione dovuta a particelle solide e la rettifica di ultra-precisione con diamante.

Le prove di erosione da particelle solide sono state effettuate su una serie di provini ceramici di MgO-PSZ tenacizzata per trasformazione, con dimensione media dei grani  $d = 50 \mu\text{m}$ . I provini sono stati sottoposti a trattamento termico, per ottenere a valori di tenacità compresi fra 2 e 12 MPa  $\text{m}^{1/2}$  (la tenacità è stata misurata mediante prove DCB). L'azione erosiva è stata realizzata mediante una soffiante ad aria, impiegando come agente erodente delle polveri abrasive di allumina Norton E-17. L'indice di erosione in regime stazionario è stata ottenuta diagrammando la perdita di peso del provino in funzione della massa accumulata di agente erodente sul provino. Dopo una fase transitoria iniziale, la curva diviene lineare, e la sua pendenza fornisce l'indice di erosione  $\Delta W$ , in  $\text{g/g}^{[16]}$ .

In Fig. 4 è diagrammato in scala logaritmica, per la MgO-PSZ, l'andamento dell'indice di erosione, in regime stazionario, in funzione dell'inverso del valore della tenacità,  $1/K_{Ic}$ . Le diverse curve corrispondono alle differenti dimensioni indicate delle particelle erodenti, mentre sono fissate tutte le altre condizioni. In accordo con l'equazione (1), questi diagrammi dovrebbero consistere in linee rette, con pendenza pari a 4/3; questo tipo di correlazione è stato osservato per una serie di ceramici convenzionali non tenacizzati e di vetri<sup>[17]</sup>. I dati diagrammati in Fig. 4 si discostano in maniera apprezzabile da questo comportamento. Infatti, all'aumentare della tenacità (ovvero al diminuire, in Fig. 4, di  $1/K_{Ic}$ ), l'indice di erosione tende a saturarsi, e ciò indica che ogni eventuale incremento del grado di tenacizzazione fino al valore di picco è praticamente inefficace ai fini del miglioramento della resistenza ai danni da erosione. Analoghi effetti di saturazione sono stati osservati

latter involves complete elimination of the crack initiation processes.

### Experimental Results

At first sight, the high  $K_{Ic}$  values associated with modern, toughened ceramics suggests that they can be used to markedly improve ceramic performance in application areas associated with erosion or precision grinding, vis-a-vis the effect of  $K_{Ic}$  in equations (1) or (2). The experimental results presented here were obtained, at least in part, to explore this possibility. Recent data obtained by the authors for solid-particle erosion and ultra-precision diamond grinding are included.

Solid-particle erosion tests were made on a series of transformation-toughened MgO-PSZ ceramics with mean grain size  $d = 50 \mu\text{m}$ . The samples were heat treated to produce toughness values ranging from 2 to 12 MPa- $\text{m}^{1/2}$ , as measured using DCB tests. Erosion testing was done using an air-blast apparatus and Norton E-17 alumina abrasives as the erodent. Steady-state erosion rates were obtained by plotting the sample mass loss vs. the accumulated mass of erodent impacted on the sample. After an initial transient, the curve becomes linear and the slope gives the erosion rate  $\Delta W$  in  $\text{g/g}^{[16]}$ .

Fig. 4 shows the steady-state erosion rates for MgO-PSZ plotted logarithmically vs. the inverse toughness values  $1/K_{Ic}$ . The different curves correspond to the different erodent particle sizes indicated, with all other conditions fixed. According to equation (1), these plots should give straight lines with a slope = 4/3; this kind of correlation has been observed for a series of conventional, non-toughened ceramics and glasses<sup>[17]</sup>. The data in Fig. 4 show marked deviations from this behavior. In fact, as toughness is increased ( $1/K_{Ic}$  decreasing in Fig. 4), the erosion rates tend to saturate, indicating that an increasing degree of toughening up to peak toughness is ineffective for improving resistance to erosion damage. Similar saturation effects were observed for the erosion of a series of SiC whisker-reinforced alumina matrix composites, where toughness increased with larger SiC whisker contents<sup>[18]</sup>.

Precision diamond grinding tests were made using a specially constructed, high stiffness laboratory grinding apparatus. Feedback control with capacitance gauge sensors was used to obtain grinding-wheel feed rates in the range of nm/rev. Since very little experimental data is available in the literature on crack initiation phenomena for processes such as micro-indentation or grinding, a series of experiments were made on different ceramics and glasses using a standard set of grinding conditions<sup>[11-13,19]</sup>. Grinding tests were made using a plunge-mode geometry, as shown schematically in Fig. 5. Even with optimum wheel truing conditions, wheel runout cannot be held to less than about 100-150 nm. Consequently, the precision plunge-grind tests were analogous to fly-cutting via the "high spot" diamond grains on the wheel.

frattura in funzione della profondità di taglio quantifica dunque la transizione alle condizioni di regime di duttilità (esente da frattura). La profondità critica  $d_c$  per l'innesco delle cricche viene determinata da tali diagrammi come  $d_c^{meas}$ . La tenacità a frattura  $K_{Ic}$  di tutti i provini è stata misurata facendo ricorso al metodo di indentazione Vickers; si è poi proceduto anche alla misura di  $E$  e  $H^{[19]}$ .

In Fig. 6 vengono mostrati i risultati delle prove di rettifica di precisione con diamante in forma di diagramma logaritmico della profondità critica calcolata  $d_c^{calc}$  in funzione della profondità critica misurata  $d_c^{meas}$ . I valori di  $d_c^{calc}$  sono stati ottenuti dall'equazione (2), con la scelta arbitraria  $\beta = 1$ . La linea retta fra i punti ha pendenza pari a 1, e rappresenta pertanto la linea di correlazione predetta dall'equazione (2). La posizione della linea calibra il valore di  $\beta$  per predefinite condizioni di lavorazione. La correlazione è buona per un'ampia gamma di ceramici e di vetri. Degne di nota sono le eccezioni rappresentate dall'allumina sinterizzata e dalla MgO-PSZ tenacizzata (denominata, in Fig. 6, "zirconia tenacizzata"). In questi due casi i valori di  $d_c^{meas}$  sono molto più bassi di quanto prevedibile sulla base della linea di correlazione, e ciò significa che la prestazione effettiva del ceramico è assai inferiore rispetto ai livelli prevedibili sulla base dei valori di  $K_{Ic}$  e delle altre proprietà del materiale.

#### Discussione

Le deviazioni dai risultati attesi, evidenziate nelle Figg. 4 e 6, possono essere interpretate in termini di comportamento della curva R. I valori di tenacità  $K_{Ic}$  utilizzati per diagrammare i dati nelle citate figure sono stati ottenuti facendo ricorso ai metodi convenzionali di misura della tenacità a frattura, metodi che fanno riferimento alla tenacità relative a macrocricche  $K_{Ic}^{\infty}$ . Tuttavia, nel caso in esame, il campo dimensionale delle cricche associate ai danni da microscheggiatura corrisponde a meno di 100  $\mu\text{m}$  (e molto meno nel caso di rettifica di precisione). La tenacità da impiegare ai fini progettuali o di analisi deve quindi essere la tenacità relativa alla gamma dimensionale operativa delle cricche. Se fosse nota in dettaglio la forma della curva R, sarebbe possibile procedere ad un aggiustamento dei dati diagrammati nelle Figg. 4 e 6, per cui si potrebbero verificare quantitativamente le correlazioni attese. Purtroppo attualmente, per la maggior parte dei ceramici, i dati disponibili in letteratura sulle caratteristiche della curva R sono molto scarsi. Nondimeno, per quanto concerne i casi dell'erosione e della rettifica, ci si può riferire in modo euristico all'andamento prevedibile della curva R. Come verrà più oltre discusso, ciò consente di approfondire utilmente le proprietà a frattura di rilevante interesse ai fini dei processi in esame.

In Fig. 7 sono schematicamente indicate le curve R di alcuni ceramici tenacizzati per trasformazione, adatte al caso di erosione. I tratti orizzontali forniscono i valori asintotici di tenacità relativa a grandi cricche (la linea più bassa rappresen-

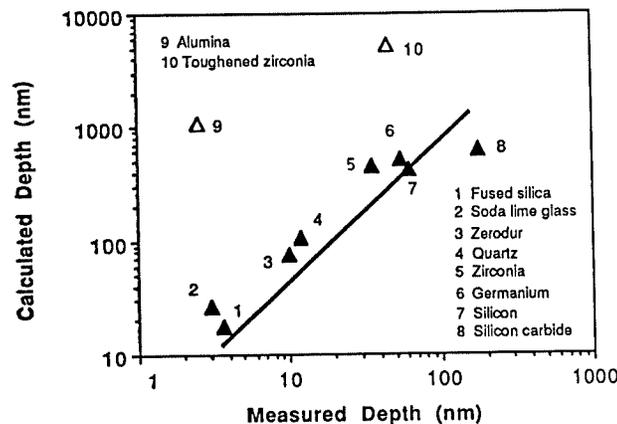


Fig. 6 - Profondità critica calcolata (nm) in funzione della profondità critica misurata (nm) per i diversi ceramici e vetri indicati. I valori misurati sono stati ottenuti dai valori di densità di frattura superficiale, ricavati a partire da micrografie al SEM dei danni di superficie, relativi ad una serie di profondità di rettifica crescenti. La transizione a superfici esenti da fratture fornisce il valore della profondità critica. I valori calcolati della profondità critica sono stati ottenuti dall'equazione (2), come descritto nel testo. La linea di correlazione ha pendenza pari a 1. La velocità di rettifica superficiale è di 5 m/s, con una mola diamantata a legame metallico con grani di 6  $\mu\text{m}^{[19]}$ .

*Calculated critical depth (nm) vs. measured critical depth (nm) for the different ceramics and glasses indicated. Measured critical depth values were obtained from areal surface fracture densities determined using SEM micrographs of the surface damage for a series of increasing grinding depths. The transition to fracture-free surfaces gives the critical depth value. The calculated critical depth values were obtained from equation (2) as described in the text. The correlation line has slope = 1. Surface grinding speed = 5 m/s with a metal-bonded 6  $\mu\text{m}$  diamond grinding wheel<sup>[19]</sup>.*

ceramic performance is very much less than expected based on the values of  $K_{Ic}$  and the other material properties.

#### Discussion

The deviations from the expected results shown in Figs. 4 and 6 can be interpreted in terms of R-curve behavior. The toughness values  $K_{Ic}$  used for plotting the data in the figures are obtained from conventional fracture toughness test procedures, where the large-crack toughness  $K_{Ic}^{\infty}$  is measured. However, for the cases at hand, crack-size scales associated with the microchipping damage processes are less than 100  $\mu\text{m}$  (much less for precision diamond grinding). The toughness to be used for design or analysis purposes must then be the toughness appropriate for the operative crack-size scales. If the detailed form of the R-curve were known, adjustment of the data in Figs. 4 and 6 would be possible, and the expected correlations could be tested quantitatively.

ta la linea base relativa a materiale non tenacizzato, con  $K_c$  costante). Il fattore di intensità degli sforzi applicati,  $K$ , diminuisce all'aumentare della dimensione della cricca, dal momento che la tensione "applicata" è la tensione residua in una zona lontana indotta da quella localizzata interessata da danneggiamento plastico (Fig. 2). L'intersezione delle curve  $K$  e  $K_c$  indica l'estensione delle tensioni laterali all'equilibrio, che determina l'indice di erosione  $\Delta W$  per prefissate condizioni. Il punto nero in Fig. 7 è la linea di base relativa al materiale non tenacizzato. I punti bianchi corrispondono alle effettive dimensioni delle cricche per materiali tenacizzati con valori di tenacità crescenti asintoticamente ( $K_c^\infty$ ). I punti grigi corrispondono invece alla dimensione delle cricche che si otterreb-

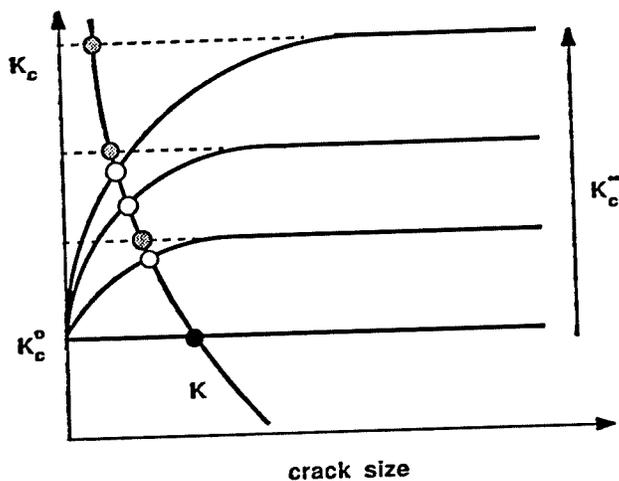


Fig. 7 - Rappresentazione degli effetti della curva R nell'erosione di MgO-PSZ. Le curve di tenacità a frattura, all'aumentare del grado di tenacizzazione, sono contrassegnate da valori crescenti della tenacità asintotica (rispetto a grosse cricche)  $K_c^\infty$ . Il fattore  $K$  di intensità degli sforzi "applicati" dovuto alle sollecitazioni della zona plastica diminuisce come indicato. La propagazione delle cricche all'equilibrio corrisponde all'intersezione delle curve  $K$  e  $K_c$ . Punto nero = linea base (materiale non tenacizzato); punti bianchi = propagazione effettiva delle cricche; punti grigi = propagazione delle cricche per valori di tenacità pari a  $K_c^\infty$ , tenacità relativa a cricche di grandi dimensioni. Si osserva un effetto di saturazione (punti bianchi) rispetto alla previsione per cricche di grandi dimensioni (punti grigi). I parametri specifici dipendono dalla forma della curva R.

*Schematic for R-curve effects in erosion of MgO-PSZ. Fracture toughness curves for increasing degrees of toughening are indicated by increasing values of the asymptotic (large-crack) toughness  $K_c^\infty$ . The "applied" stress intensity factor  $K$  due to plastic zone stresses decreases as shown. Equilibrium crack extension corresponds to the intersection of  $K$  and  $K_c$  curves. Black point = baseline (non-toughened case); open points = actual crack extension; shaded points = crack extension for large-crack toughness  $K_c^\infty$ . A saturation effects is observed (open points) relative to the large-crack prediction (shaded points). Details depend on the R-curve shape.*

However, at present there is very little data available in the literature on R-curve characteristics for most ceramics. Nevertheless, the trends expected from R-curve behavior can be addressed in a heuristic fashion for the case of erosion or grinding. As discussed next, this provides useful insight on the fracture properties relevant to the processes.

Fig. 7 shows schematically a series of R-curves for transformation-toughened ceramics appropriate to the situation for erosion. The horizontal lines give the large-crack, asymptotic toughness values (the lower line being the non-toughened baseline case with constant  $K_c$ ). The applied stress intensity factor  $K$  decreases with increasing crack size because the "applied" stress is the far-field residual stress due to the localized plastic damage zone (Fig. 2). Intersection of the  $K$  and  $K_c$  curves gives the equilibrium lateral-crack extension, which determines the erosion rate  $\Delta W$  for given conditions. The black point in Fig. 7 is the baseline for non-toughened material. The open points are the actual crack extensions for toughened materials with increasing asymptotic ( $K_c^\infty$ ) values. The shaded points are the extensions that would obtain if the large-crack asymptotic toughness  $K_c^\infty$  were the proper value. As is evident, the actual erosion rates can be expected to show a significant saturation behavior, relative to predictions made based on the large-crack toughness values. This is the underlying rationale for interpreting the data shown in Fig. 4; the plot is made using the measured large-crack  $K_c^\infty$  values, which are the only values available from the DCB test procedure used.

R-curve behavior for MgO-PSZ has been established, both from experiments<sup>[20]</sup> and from model predictions<sup>[21-22]</sup>. The rise (steepness) of the R-curve appears to be relatively shallow for transformation-toughening mechanisms<sup>[20]</sup>, so that significant effects at crack size-scales of the order of 100  $\mu\text{m}$  or less can be expected. This is consistent with the erosion data presented here. Furthermore, another more subtle effect is possible. Simple model predictions suggest that the R-curves may cross over, i.e., the rise of the R-curve becomes more shallow as the asymptotic toughness  $K_c^\infty$  is increased so that non-peak-toughened MgO-PSZ can have a higher short-crack toughness than does peak-toughened material<sup>[17,20]</sup>. Confirming experimental data are lacking. For appropriate crack-size scales, such cross-over effects imply that the peak-toughened condition (maximum  $K_c^\infty$ ) would show poorer erosion resistance than non-peak toughened conditions. There is at least a suggestion that this might be the case for the 63  $\mu\text{m}$  erodent particle size data in Fig. 4. The point to be made here is that the rise or steepness of the R-curve can be an important factor for the design of improved ceramic performance for shortcrack situations. This may in fact be more important than achieving the highest possible peak-toughness.

The situation for precision diamond grinding concerns crack initiation rather than crack propagation. Crack initiation models are quite difficult to construct because they depend on the

bero se il valore asintotico di tenacità  $K_c^*$  per grandi cricche fosse il valore giusto. Appare evidente che ci si può attendere che la velocità effettiva di erosione mostri un significativo comportamento di saturazione, in rapporto alle previsioni effettuate sulla base dei valori di tenacità per grandi cricche. Su questa base si possono razionalmente interpretare i dati mostrati in Fig. 4: un diagramma costruito sulla base dei valori misurati di  $K_c^*$ , gli unici valori che è possibile ottenere con il metodo DCB utilizzato.

Per la MgO-PSZ il comportamento della curva R è stato determinato, sia sperimentalmente<sup>[20]</sup>, che sulla base di modelli previsionali<sup>[21-22]</sup>. La salita (pendenza) della curva R appare relativamente bassa per i meccanismi di tenacizzazione per trasformazione<sup>[20]</sup>, per cui ci si possono attendere significativi effetti in corrispondenza di dimensioni delle cricche dell'ordine di 100  $\mu\text{m}$  o meno. Ciò è congruente con i dati di erosione qui presentati. Oltre a ciò, è possibile un ulteriore effetto, più sottile. Le previsioni basate su modelli semplici portano a ritenere che le curve R possano incrociarsi, cioè la risalita della curva R diventa meno accentuata all'aumentare del valore asintotico della tenacità  $K_c^*$ ; è così possibile che una MgO-PSZ non tenacizzata al massimo possa essere accreditata di una più elevata tenacità in corrispondenza di cricche corte, rispetto ad una MgO-PSZ a tenacità massima<sup>[7,20]</sup>. Mancano dei dati sperimentali a conferma. Per valori appropriati delle dimensioni delle cricche, questo effetto di incrocio implica che alla condizione di massima tenacizzazione (massimo  $K_c^*$ ) dovrebbe corrispondere una resistenza all'erosione peggiore rispetto alle condizioni di non massima tenacizzazione. Vi è quanto meno un suggerimento che potrebbe collegarsi all'andamento illustrato in Fig. 4, relativo al caso di particelle erodenti di 63  $\mu\text{m}$ . In ogni caso, ciò che vale la pena di fissare a questo punto è che la salita o pendenza della curva R può essere un fattore importante ai fini della progettazione di ceramici con prestazioni superiori in presenza di cricche corte. Ciò può in effetti rivelarsi più importante, di quanto non lo sia l'ottenimento del picco di tenacità più elevato possibile.

La rettifica di precisione dei ceramici coinvolge più l'innescare delle cricche che non la loro propagazione. I modelli di innescare delle cricche sono piuttosto difficili da costruire, in quanto dipendono dagli specifici percorsi di deformazione-frattura. È tuttavia possibile ricorrere ad alcune considerazioni relativamente semplici di meccanica della frattura per ottenere un limite inferiore della profondità critica  $d_c$  di innescare della frattura (Fig. 2). In Fig. 8 è riportato l'andamento del fattore K di intensità degli sforzi applicati in funzione della dimensione delle cricche  $c$ , all'aumentare della dimensione della zona plastica. K presenta un valore massimo, in quanto, se ci si allontana sufficientemente dalla zona centrale, diminuisce la tensione "applicata" dovuta alla deformazione plastica localizzata. Ciò richiede che si abbia  $K \rightarrow 0$  per  $c \rightarrow \infty$ , da cui si ottiene  $K_{\text{max}}$ . Il valore globale di  $K_{\text{max}}$  viene determinato valutando K per ogni possibile lunghezza ed orientamento delle cricche all'interno del campo tensionale elastico.

Una dimensione critica della zona plastica, per cui si abbia

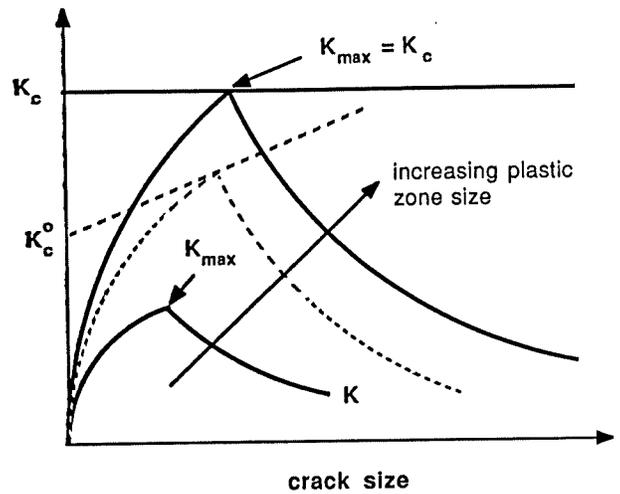


Fig. 8 - Andamento degli effetti sulla curva R nella rettifica di precisione con utensile diamantato. K ha l'andamento illustrato con valore massimo  $K_{\text{max}}$ . All'aumentare della profondità di rettifica, aumenta la dimensione della zona plastica e K varia come indicato.  $K_{\text{max}}$  aumenta in quanto è essenzialmente il prodotto della tensione di snervamento e della radice quadrata della dimensione media della zona. La profondità critica (dimensione della zona) si ha per  $K_{\text{max}} = K_c$ . Se si verifica un comportamento nella curva R (del tipo linee tratteggiate), la dimensione della zona necessaria per l'innescare della cricca si riduce e la profondità critica  $d_c$  si abbassa, corrispondentemente alla diminuzione di tenacità.

*Schematic for R-curve effects in precision diamond grinding K has the form shown with maximum  $K_{\text{max}}$ . As grinding depth increases, the plastic zone size increases and K varies as indicated.  $K_{\text{max}}$  increases because it is essentially the product of yield stress and the square root of a mean zone size dimension. The critical depth (zone size) obtains for  $K_{\text{max}} = K_c$ . If R-curve behavior occurs (dashed lines), then the zone size needed for crack initiation is reduced and the critical depth  $d_c$  is lowered, commensurate with the reduction in toughness.*

detailed deformation-fracture paths. However, relatively simple fracture mechanics considerations can be used to obtain a lower bound for the critical depth  $d_c$  for crack initiation (Fig. 2).

Fig. 8 shows the applied stress intensity factor K vs. crack size  $c$  for increasing plastic zone sizes. K passes through a maximum because, as one moves sufficiently far away from the zone center, the "applied" stress due to the localized plastic deformation decreases. This requires that  $K \rightarrow 0$  as  $c \rightarrow \infty$ , and so a maximum  $K_{\text{max}}$  is obtained. The global  $K_{\text{max}}$  is determined by evaluating K for all possible crack lengths and orientations within the elastic stress field. A critical plastic zone size such that  $K_{\text{max}} = K_c$  then determines a lower bound for the critical depth  $d_c$  for crack initiation, i.e., no fracture processes are possible if  $K_{\text{max}} < K_c$ .

$K_{max} = K_c$ , determina quindi un limite inferiore per la profondità critica  $d_c$  di innesco delle cricche; in altre parole, non sono possibili processi di frattura se è  $K_{max} < K_c$ . Il risultato porta all'equazione (2), dove tutti i fattori geometrici e di scala sono inclusi nella costante  $\beta^{[14-15]}$ .

L'effetto del comportamento della curva R è indicato in Fig. 8 dalla curva  $K_c$  tratteggiata. È evidente che in questo caso  $d_c$  deve essere ridotta, a causa del valore più basso della tenacità a frattura operativa per la condizione  $K_{max} = K_c$ . Questa è la giustificazione logica delle discrepanze rilevate nei risultati di rettifica di precisione relativi all'allumina ed alla MgO-PSZ a massima tenacizzazione, mostrati in Fig. 6. L'entità della riduzione dipende ancora dalla forma specifica della curva R. In particolare, ci si può attendere che la salita o pendenza della curva possa rappresentare una considerazione importante ai fini del processo di innesco delle cricche.

Il fatto che la MgO-PSZ mostri effetti significativi di curva R, come chiaramente evidenziato nei risultati delle prove di rettifica di precisione riportati in Fig. 6, non è inatteso. In effetti, le dimensioni estremamente contenute delle cricche (5-10  $\mu\text{m}$ ) associate con il danneggiamento da microscheggiatura durante rettifica, unite alla salita relativamente lenta delle curve R per la MgO-PSZ<sup>[20]</sup>, portano a ritenere che il materiale a massima tenacizzazione non differisca in misura significativa dal materiale non tenacizzato, per quanto concerne la tenacità relativa a cricche particolarmente piccole. Ciò è quanto avviene nel caso in esame, come documentato dal confronto, in Fig. 6, fra i dati della "zirconia" (non tenacizzata) e quelli della "zirconia tenacizzata" (con picco di tenacizzazione). Per questi due casi le profondità critiche misurate sono quasi uguali. Date le caratteristiche delle curva R, la tenacizzazione per trasformazione è virtualmente inefficace ai fini del miglioramento del processo.

Forse più sorprendente è la circostanza che, in Fig. 6, l'allumina presenti un significativo scostamento. Normalmente l'allumina policristallina sinterizzata viene considerata fra i ceramici convenzionali non tenacizzati, con valori modesti di  $K_c$ . Un recente lavoro di Cook et al.<sup>[23-24]</sup> ha evidenziato come l'allumina possa presentare un comportamento di curva R, e come i relativi effetti possano essere significativi. L'origine della curva R è riconducibile al processo di collegamento delle cricche indotto dalle coazioni al bordo dei grani lungo i fianchi delle superfici delle cricche in fase di avanzamento. Tali effetti sono stati documentati in lavori sperimentali<sup>[23]</sup> e mediante analisi con modelli<sup>[24]</sup>.

Un recente lavoro degli Autori, che utilizza una versione modificata della tecnica di flessione a quattro punti di provini indentati descritta da Cook et al.<sup>[24]</sup>, ha riguardato la determinazione di curve R di materiali ceramici. In questa tecnica indentazioni a carichi controllati P sono realizzate su provini accuratamente lappati, che successivamente vengono sottoposti a frattura a quattro punti, registrando la tensione di rottura  $\sigma$ .

L'idea fondamentale è che il carico P controlli la dimensione iniziale delle cricche, per cui  $\sigma$  è funzione della tenacità  $K_c$ .

The result leads to equation (2), where all the geometrical and scaling factors are subsumed in the constant  $\beta^{[14-15]}$ .

The effect of R-curve behavior is indicated in Fig. 8 by the dashed  $K_c$  curve. It is evident that  $d_c$  must be reduced in this case, because of the lower operative fracture toughness value for the condition  $K_{max} = K_c$ . This is the underlying rationale for the discrepancies in the alumina and peak-toughened MgO-PSZ precision grinding results shown in Fig. 6. The amount of reduction again depends on the detailed form of the R-curve. In particular, the rise or steepness of the curve can be expected to be an important consideration for the crack initiation processes.

That MgO-PSZ shows significant R-curve effects, as manifest in the precision grinding results shown in Fig. 6, is not unexpected. In fact, the very short crack-size scales (5-10  $\mu\text{m}$ ) associated with micro-chipping damage in grinding, along with the relatively slow rise in the R-curves for MgO-PSZ<sup>[20]</sup>, suggests that peak-toughened material may not differ significantly from non-toughened material insofar as very short-crack toughness is concerned. This appears to be the case, as is disclosed by a comparison of the "zirconia" (non-toughened) vs. "toughened zirconia" (peak-toughened) data points in Fig. 6. The measured critical depths are almost the same for these two cases. Because of the R-curve characteristics, transformation-toughening is virtually ineffective for improving the process.

That alumina shows a significant deviation in Fig. 6 is perhaps surprising. Sintered, polycrystalline alumina is usually considered to be a conventional non-toughened ceramic, with moderate  $K_c$  values. Recent work by Cook, et al.<sup>[23-24]</sup> has shown that alumina can display R-curve behavior, and that the effects can be significant. The origin of the R-curve is due to crack-bridging processes induced by grain boundary constraints along the flanks of the advancing crack faces. The effects have been documented in experiments<sup>[23]</sup> and by model analysis<sup>[24]</sup>. Recent work by the current authors, using a modified version of the indentation four-point bend test technique described by Cook et al.<sup>[24]</sup>, has been concerned with the determination of R-curves in ceramics. In this technique, indentations for controlled loads P are made on carefully polished bend bars. These are broken in four-point bending and the breaking stress  $\sigma$  is recorded. The essential idea is that the load P controls the initial crack size, and  $\sigma$  is then a function of toughness  $K_c$  at that crack size. The R-curve is obtained, albeit indirectly, by deconvolution of the measured  $\sigma$  vs. P data. Fig. 9 shows very recent indentation four-point bend test data obtained by the current authors<sup>[25]</sup> for the same sintered alumina stock used for the precision grinding test results shown in Fig. 6.

The deviation of the  $\sigma$  vs. P data in Fig. 9 for lower values of the load P (small cracks) from the asymptote line at larger P values (large cracks) is due to R-curve behavior. Deconvolution of the data, using an exponential saturation law for the R-curve shape function<sup>[25]</sup>, gave  $K_c^0 = 0.51 \text{ MPa m}^{1/2}$  and  $K_c^\infty = 3.90$



relativa a cricche di quella dimensione. La curva R viene ottenuta, anche se indirettamente, mediante deconvoluzione dei valori misurati di  $\sigma$  in funzione di P.

La Fig. 9 riporta alcuni dati, ottenuti dagli Autori<sup>[25]</sup>, di prove di flessione a quattro punti di provini indentati, ottenuti dallo stesso stock di allumina sinterizzata utilizzato per le prove di rettifica di precisione, i cui risultati sono diagrammati in Fig. 6. La deviazione che si registra, Fig. 9, fra i valori di  $\sigma$  in funzione di P per i valori più bassi del carico P (piccole cricche), e la linea asintotica a valori più elevati di P (grosse cricche) è riconducibile al comportamento della curva R.

La deconvoluzione dei dati, ottenuta utilizzando una legge esponenziale di saturazione per la funzione di forma della curva R<sup>[25]</sup>, ha fornito  $K_{c^0} = 0,51 \text{ MPa m}^{1/2}$  e  $K_{c^{\infty}} = 3,90 \text{ MPa m}^{1/2}$ .  $K_{c^0}$  è la tenacità corrispondente al minimo della scala microstrutturale, che per l'allumina sinterizzata policristallina può essere assunta corrispondente ed alla dimensione dei grani  $d = 8 \mu\text{m}$ . I valori di  $K_{c^0}$  evidenziano una certa sensibilità alla procedura di deconvoluzione, ed i metodi di analisi dei dati sono attualmente oggetto di studio<sup>[25]</sup>. È chiaro tuttavia che  $K_{c^0}$  deve essere compreso fra 0,2 e 0,8  $\text{MPa m}^{1/2}$ , con il valore  $K_{c^0} = 0,51 \text{ MPa m}^{1/2}$  particolarmente adatto rispetto ai dati di Fig. 9. Dal momento che, nel caso dell'allumina, il danno da frattura per microscheggiatura indotto dalla rettifica di precisione è pure dell'ordine della dimensione dei grani<sup>[19]</sup>, si può assumere che la tenacità a frattura operativa per l'innesco delle cricche sia  $K_c \equiv K_{c^0} = 0,51 \text{ MPa m}^{1/2}$ . Quando questo valore di  $K_c$  viene impiegato per "aggiustare" il valore calcolato  $d_c^{\text{calc}}$  per l'allumina in Fig. 6 (il valore mostrato corrisponde alla tenacità alle grosse cricche,  $K_{c^{\infty}}$ ), il risultato viene a trovarsi sulla linea di correlazione.

Si vede quindi che, anche nei ceramici "convenzionali" come l'allumina sinterizzata, il comportamento della curva R è un fattore assai significativo nel controllo delle prestazioni, per i processi nei quali sono coinvolte cricche di piccole dimensioni. Infine, di tutti i materiali ceramici mostrati in Fig. 6, ci si potrebbe aspettare che, oltre all'allumina ed alla MgO-PSZ, anche il SiC debba presentare una deviazione sistematica dalla linea di correlazione, come conseguenza del comportamento della curva R. Tutti i rimanenti ceramici di Fig. 6 sono materiali monolitici o vetri, senza caratteristiche microstrutturali in grado di produrre effetti di curva R. Il SiC impiegato per le prove descritte era di tipo "reaction bonded": non è chiaro a priori che questa microstruttura possa produrre un comportamento di curva R.

Ricerche sono attualmente in corso sulla misura e sulla quantificazione degli effetti del comportamento della curva R nei materiali ceramici, e sulle correlazioni che intercorrono fra queste caratteristiche ed i processi tribologici e di lavorazione di precisione del tipo di quelli discussi in questo articolo. Il fine ultimo è ovviamente quello di comprendere le relazioni fra la tenacità relativa alle cricche corte e la microstruttura, in vista della possibilità di sviluppare ceramici con superiori prestazioni, per queste e per altre importanti aree di applicazione.

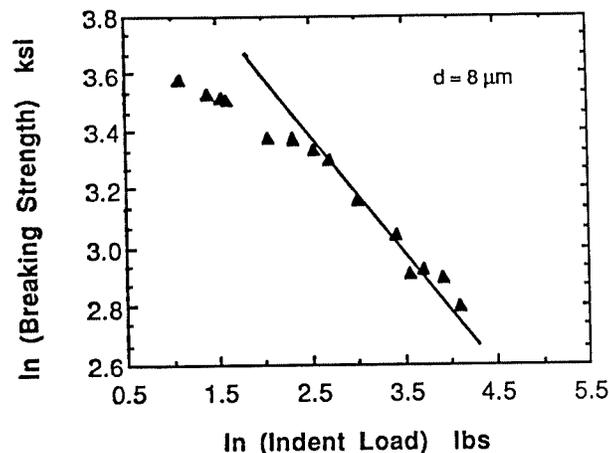


Fig. 9 - Diagramma logaritmico della tensione di rottura  $\sigma$  (ksi) in funzione del carico di indentazione P (lbs) misurato nella prova di flessione a quattro punti, per una allumina sinterizzata con dimensione dei grani  $d = 8 \mu\text{m}$ . Ciascun dato rappresenta la media di 4-5 misure. Si è tenuto conto solo delle prove nelle quali la frattura si è innescata in corrispondenza dell'indentazione. La linea asintotica per elevati valori di P (notevoli dimensioni delle cricche) ha una pendenza pari a  $-1/3$  e rappresenta la linea di correlazione valida qualora la tenacità a frattura  $K_c$  sia indipendente dalla dimensione delle cricche (in assenza quindi di effetti di curva R)<sup>[25]</sup>.

*Logarithmic plot of breaking stress  $\sigma$  (ksi) vs. indentation load P (lbs) measured in four-point bending for a sintered alumina with grain size  $d = 8 \mu\text{m}$ . Each data point represents the average of 4-5 tests. Tests are included only if the fracture initiated at the indentation crack. The asymptotic line at large P (large-crack size) has slope  $= -1/3$  and is the correlation line that would follow if fracture toughness  $K_c$  is independent of crack size (no R-curve effect)<sup>[25]</sup>.*

$\text{MPa-m}^{1/2}$ .  $K_{c^0}$  is the toughness at the minimum microstructural size scale, which for sintered polycrystalline alumina can be taken as the grain size  $d = 8 \mu\text{m}$ . The values of  $K_{c^0}$  show some sensitivity to the deconvolution procedure, and the data analysis methods are currently under investigation [25]. It is clear, however, that  $K_{c^0}$  must be in the range  $0.2 \text{ MPa-m}^{1/2}$  to  $0.8 \text{ MPa-m}^{1/2}$ , with  $K_{c^0} = 0.51 \text{ MPa-m}^{1/2}$  giving a very good fit for the data in Fig. 9. Since precision-grinding induced microchipping fracture damage for alumina is also the order of the grain size<sup>[19]</sup>, one can assume that the operative fracture toughness for crack initiation is  $K_c \equiv K_{c^0} = 0.51 \text{ MPa-m}^{1/2}$ . When this value of  $K_c$  is used to "adjust" the calculated value  $d_c^{\text{calc}}$  for alumina in Fig. 6 (the value shown corresponds to large-crack toughness  $K_{c^{\infty}}$ ), the result falls on the correlation line. Thus, it appears that even in "conventional" ceramics such as sintered alumina, R-curve behavior is a very significant factor in controlling performance for processes that involve small crack-size scales.

Finally, of all the ceramic materials shown in Fig. 6, one might

## Ringraziamenti

Gli Autori ringraziano l'U.S. Department of Energy per il supporto fornito con il contratto No. DE-FG05-84ER45115, ed il Precision Engineering Center della North Carolina University per il supporto pure fornito, sotto gli auspici del programma ONR URI e degli sponsor industriali affiliati.

expect that in addition to alumina and MgO-PSZ, the SiC ceramic might also show a systematic deviation from the correlation line as a result of R-curve behavior. All the rest of the ceramics in Fig. 6 are monolithic materials or glasses, without microstructural features that would produce R-curve characteristics. The SiC stock used for the grinding tests was a reaction-bonded grade. It is not clear a priori that this microstructure will lead to R-curve behavior.

Current research is underway to measure and quantify the effects of R-curve behavior in ceramic materials, and to relate it to tribological and precision fabrication processes of the kind discussed in this paper. The ultimate goal is of course to understand the relationship between short-crack toughness properties and microstructure, so that improved ceramics can be developed for these and other relevant application areas.

## Acknowledgements

The authors are indebted to the U.S Department of Energy for support under Grant No. DE-FG05-84ER45115, and to the Precision Engineering Center at North Carolina State University for support under the auspices of the ONR URI program and Industrial Affiliate sponsors.

## Bibliografia/References

- [1] A.G. EVANS and A.H. HEUER, *Jour. Am. Cer. Soc.*, **63**, 241 (1980).
- [2] R. WARREN and V.K. SARIN, in press, "Applications of Fracture Mechanics to Composite Materials", W. Friedrich, ed. (1988).
- [3] D.B. MARSHALL and J.E. RITTER, *Cer. Bull.*, **66**, 309 (1987).
- [4] K.T. FABER and A.G. EVANS, pts. I and II, *Acta Met.*, **31**, 565 (1983).
- [5] M.F. KANNINEN and C.H. POPELAR, "Advanced Fracture Mechanics", Oxford Press (1985).
- [6] D. BROEK, "Elementary Engineering Fracture Mechanics", Martinus Nijhoff (1986).
- [7] M.V. SWAIN, *Acta Met.*, **33**, 2083 (1985).
- [8] S. SRINIVASAN and R.O. SCATTERGOOD, in press, *Wear* (1988).
- [9] S.M. WIEDERHORN and B.R. LAWN, *J. Am. Cer. Soc.*, **62**, 66 (1979).
- [10] A.G. EVANS, M.E. GULDEN and M.E. ROSENBLATT, *Proc. Roy. Soc.*, **A361**, 343 (1978).
- [11] T. BIFANO, T. DOW and R.O. SCATTERGOOD, *Proc. Adv. in Optical Fabrication*, SPIE, **966** (1988).
- [12] T. BIFANO, T. DOW and R.O. SCATTERGOOD, "Ultraprecision in Manufacturing Engineering", M. Weck and R. Hartel, eds., Springer-Verlag, **22** (1988).
- [13] P. BLAKE, T. BIFANO, T. DOW and R.O. SCATTERGOOD, *Amer. Cer. Soc. Bull.*, **67**, 1083 (1988).
- [14] B.R. LAWN and A.G. EVANS, *Jour. Mat. Sci.*, **12**, 2195 (1977).
- [15] S.S. CHIANG, D.B. MARSHALL and A.G. EVANS, pts. I and II, *Jour. App. Phys.*, **53**, 298 (1982).
- [16] S. SRINIVASAN and R.O. SCATTERGOOD, *Adv. Cer. Mat.*, **3**, 345 (1988).
- [17] B.J. HOCKEY, S.M. WIEDERHORN and H. JOHNSON, *Frac. Mech. Cer.*, **3**, 379 (1978).
- [18] M. SYKES, J.L. ROUTBORT and R.O. SCATTERGOOD, *Composites*, **18**, 153 (1987).
- [19] T. BIFANO, PhD Thesis, North Carolina State University (1988).
- [20] D.B. MARSHALL, *Jour. Am. Cer. Soc.*, **69**, 173 (1986).
- [21] R. McMEEKING and A.G. EVANS, *Jour. Am. Cer. Soc.*, **65**, 242 (1982).
- [22] B. BUDIANSKY, J. HUTCHINSON and J. LAMBROUPOLOS, *Int. Jour. Solids Struc.*, **19**, 337 (1983).
- [23] R.F. COOK, B.R. LAWN and C.J. FAIRBANKS, *Jour. Am. Cer. Soc.*, **68**, 604 (1985).
- [24] R.F. COOK, C.J. FAIRBANKS, B.R. LAWN and Y.W. MAI, *Jour. Mat. Res.*, **2**, 345 (1987).
- [25] S. SRINIVASAN, PhD thesis research in progress, North Carolina State University (1988).

# CERAMICA ACTA

Organo Ufficiale del Centro Ceramico Bolognese  
Consiglio Nazionale di Sperimentazione per l'Industria Ceramica  
Settembre-Ottobre 1971

Numero 4-5



- Piastrelle di ceramica: le regole
- Scivolosità dei pavimenti
- Il boro nelle acque
- Ceramiche tenacizzate
- Bioceramici