

ΑΒΕΒΑΙΟΤΗΤΑ ΣΤΗ ΜΕΤΡΗΣΗ ΤΗΣ ΑΝΤΟΧΗΣ ΣΕ ΣΧΙΣΜΟ ΜΕ ΤΗ ΜΕΘΟΔΟ ΤΗΣ ΣΤΑΤΙΚΗΣ ΕΝΤΥΠΩΣΗΣ

Π. Κάβουρας^{1,2}, Κ.Α. Χαριτίδης³, Θ. Κεχαγιάς¹, Φ. Κομνηνού¹ και Θ. Καρακώστας¹

¹Τμήμα Φυσικής, Αριστοτέλειο Πανεπιστήμιο Θεσσαλονίκης, 54124 Θεσσαλονίκη
²Ελληνικό Ινστιτούτο Μετρολογίας, Διεύθυνση Μηχανικών Μεγεθών, ΒΠΠΕΘ, Σίνδος
³Σχολή Χημικών Μηχανικών, Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, Ηρώων Πολυτεχνείου 9,
Ζωγράφου, 157 80, Αθήνα
e-mail: pkavo@physics.auth.gr

Λέξεις-Κλειδιά: αντοχή σε σχισμό, στατική εντύπωση, ισοζύγιο αβεβαιότητας.

1. Περίληψη

Η μέθοδος της στατικής εντύπωσης μπορεί να χρησιμοποιηθεί για τον προσδιορισμό της αντοχής σε σχισμό (Indentation Fracture Toughness – IFT) [1]. Η μέθοδος συνίσταται στον προσδιορισμό της σκληρότητας και του μέτρου ελαστικότητας με εντυπωτή γεωμετρίας Κnoop και στη δημιουργία επιφανειακών σχισμών (ακτινικών ή Palmqvist) με εντυπωτή γεωμετρίας Vickers [2]. Η εκτίμησή τους είναι απαραίτητη για το πείραμα, διότι οδηγεί σε μείωση της τελικής αβεβαιότητας ή/και βελτιώνει την ακρίβεια υπολογισμού της τελικής αβεβαιότητας των μετρήσεων. Αυτό μπορεί να γίνει είτε με τη μείωση των αβεβαιοτήτων μέτρησης ενδιάμεσων μεγεθών, όπως π.χ. της ελαστικής σταθεράς ή της σκληρότητας Κnoop (αβεβαιότητες τύπου Β), είτε με την αύξηση του πλήθους των μετρήσεων (αβεβαιότητα τύπου Α) είτε με τη χρήση καλύτερα προσδιορισμένων παραμέτρων, όπως π.χ. το φορτίο εντύπωσης ή το μέγεθος του ίχνους της εντύπωσης (αβεβαιότητες τύπου Β). Στην παρούσα εργασία, προσδιορίστηκε το ισοζύγιο αβεβαιοτήτων της μεθόδου, με σκοπό τον εντοπισμό των σημαντικότερων πηγών αβεβαιοτήτων τύπου-Β [3].

2. Περιγραφή της μεθόδου

Η τιμή της IFT προκύπτει από τη μέτρηση του μήκους των ακτινικών σχισμών ή σχισμών Palmqvist και την εφαρμογή της παρακάτω σχέσης:

$$K_{IC} = \delta \sqrt{\frac{E}{H_K}} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (1)$$

όπου, K_{IC} είναι η IFT, δ ένας καθαρός αριθμός που εξαρτάται από τη γεωμετρία του εντυπωτή ίση με 0.016 για εντυπωτή Κnoop, E η ελαστική σταθερά, H_K η μικροσκληρότητα Κnoop, P το φορτίο εντύπωσης και c το μήκος των επαγόμενων επιφανειακών σχισμών. Το μήκος αυτό είναι ίσο με:

$$c = \frac{c_1 + c_2}{4} \quad (2)$$

όπου c_1 και c_2 είναι τα μήκη των σχισμών, που λαμβάνονται όπως φαίνεται στην Εικόνα 1α.

Για τον υπολογισμό της IFT πρέπει να είναι γνωστές οι τιμές της ελαστικής σταθεράς και της μικροσκληρότητας. Η διαδικασία μέτρησης της IFT έχει ως εξής:

- Κατασκευή της καμπύλης επίδρασης του μεγέθους της εντύπωσης (Indentation Size Effect - ISE). Από αυτή την καμπύλη θα προσδιοριστεί το φορτίο εντύπωσης πάνω από το οποίο η τιμή της μικροσκληρότητας είναι ανεξάρτητη του φορτίου.

- ο Προσδιορισμός της τιμής της μικροσκληρότητας με εντυπωτή Κνοορ και εφαρμογή της σχέσης:

$$H_K = 14.229g \frac{P}{d^2} \quad (3)$$

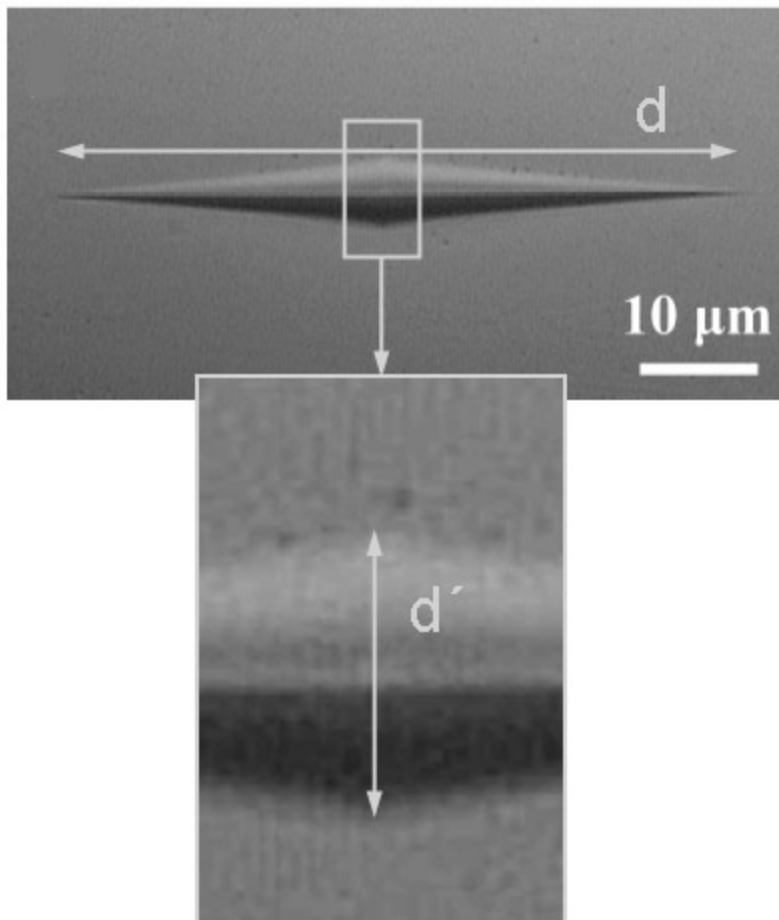
- όπου d είναι το μήκος της μεγάλης διαγωνίου του ίχνους της εντύπωσης
- ο Προσδιορισμός της ελαστικής σταθεράς με εντυπωτή Κνοορ από τη σχέση:

$$E = \frac{H_K}{0.3125 - 2.2222 \frac{d'}{d}} \quad (4)$$

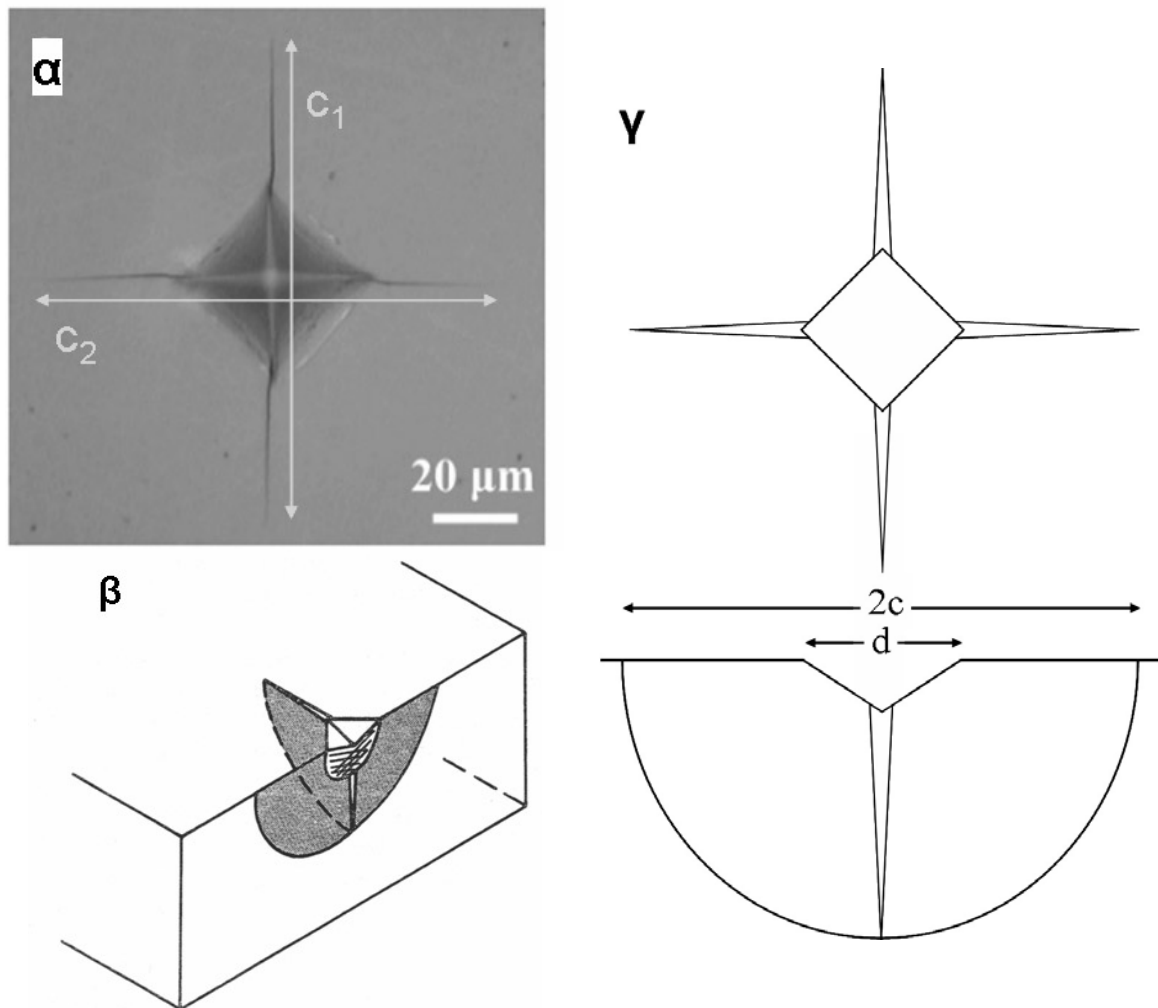
όπου d' είναι το μήκος της μικρής διαγωνίου του ίχνους της εντύπωσης (βλέπε και Εικόνα 1 για τον τρόπο που λαμβάνονται τα μήκη των διαγωνίων).

- ο Προσδιορισμός της IFT μέσω της σχέσης (1).

Πληροφορίες για τον τρόπο που λαμβάνονται τα μήκη των σχισμών στις σχέσεις (1) και (2) δίδονται στην Εικόνα 2.



Εικόνα 1: Οπτικό μικρογράφημα ίχνους εντύπωσης Κνοορ (επάνω). Η παρατήρηση έγινε με πλάγια προσπίπτοντα φωτισμό για να αύξηση της ευκρίνειας. Αυτός ο τρόπος παρατήρησης βελτιώνει κυρίως τη μέτρηση της μικρής διαγωνίου του ίχνους της εντύπωσης (d'), όπως φαίνεται στην κάτω οπτικό μικρογράφημα.



Εικόνα 2: (α) Οπτικό μικρογράφημα εντύπωσης Vickers η οποία έχει επάγει ευθύγραμμη και ισότροπη διάδοση ενδιάμεσων σχισμών. Σημειώνονται τα μήκη c_1 και c_2 , όπως αυτά χρησιμοποιούνται στη σχέση (2). (β) Τρισδιάστατο σκαρίφημα, όπου φαίνεται η γεωμετρία των ενδιάμεσων σχισμών. Έχει ληφθεί από Cook & Pharr (1990) [2]. (γ) Διδιάστατο σκαρίφημα, όπου παρουσιάζεται η κάτωψη και πλάγια όψη της εντύπωσης (α). Αναγράφονται και τα μήκη της διαγωνίου της εντύπωσης (d) και του μήκους c , όπως αυτό χρησιμοποιείται στη σχέση (1).

3. Η αβεβαιότητα στην τιμή της IFT

Η αβεβαιότητα της τελικής τιμής της IFT, δίνεται ως η τετραγωνική ρίζα του αθροίσματος των τετραγώνων των αβεβαιοτήτων τύπου A και B.

$$u_{K_{IC}} = \sqrt{(u_{K_{IC}}^A)^2 + (u_{K_{IC}}^B)^2} \quad (5)$$

Η περιγραφή της φύσης των δύο αυτών τύπων αβεβαιοτήτων δίδεται σε άλλη εργασία του περιέχεται σε αυτόν τον τόμο [4]. Η μέτρηση της IFT ξεκινάει με τη μέτρηση της μικροσκληρότητας Knoop, η αβεβαιότητα της οποίας εξαρτάται και από ένα αριθμό αβεβαιοτήτων τύπου B. Η αβεβαιότητα στη μέτρηση της ελαστικής σταθεράς περιέχει και την αβεβαιότητα της μικροσκληρότητας Knoop, ως αβεβαιότητα τύπου B. Με τη σειρά της, η αβεβαιότητα της IFT περιέχει τις αβεβαιότητες της μικροσκληρότητας και της

ελαστικής σταθεράς ως αβεβαιότητες τύπου Β. Στον Πίνακα 1 δίδεται η ακολουθία των διαδικασιών μετρήσεων και οι αβεβαιότητες τύπου Β που τις επηρεάζουν. Συνεπώς, η τελική αβεβαιότητα π.χ. της ελαστικής σταθεράς εμφανίζεται ως αβεβαιότητα τύπου Β στη μέτρηση της IFT.

Πίνακας 1: Συγκεντρωτική παρουσίαση των αβεβαιοτήτων τύπου Β που υπεισέρχονται στη μέτρηση των μεγεθών της μικροσκληρότητας Κnoop, Ελαστικής σταθεράς και IFT.

Μετρούμενο μέγεθος	Τελική αβεβαιότητα	Αβεβαιότητες τύπου Β	Σύμβολα
Μικροσκληρότητα Κnoop (H_K)	u_{HK}	Επιτάχυνση της βαρύτητας (g)	u_g
		Φορτίο εντύπωσης (P)	u_P
		Μήκος μεγάλης διαγωνίου ίχνους εντύπωσης (d)	u_d
Ελαστική σταθερά (E)	u_E	Μικροσκληρότητα Κnoop (H_K)	u_{HK}
		Μήκος μεγάλης διαγωνίου ίχνους εντύπωσης (d)	u_d
		Μήκος μικρής διαγωνίου ίχνους εντύπωσης (d')	$u_{d'}$
IFT (K_{IC})	u_{KIC}	Φορτίο εντύπωσης (P)	u_P
		Μικροσκληρότητα Κnoop (H_K)	u_{HK}
		Ελαστική σταθερά (E)	u_E
		Μήκος ενδιάμεσων σχισμών (c)	u_c

Για να προσδιοριστεί η έκταση στην οποία επηρεάζεται η αβεβαιότητα τύπου Β της μέτρησης της IFT από τις αβεβαιότητες u_P , u_{HK} , u_E και u_c πρέπει καταρχήν να υπολογιστούν οι αντίστοιχοι συντελεστές ευαισθησίας P_P , P_{HK} , P_E και P_c . Κατόπιν πρέπει να κατασκευαστεί το ισοζύγιο αβεβαιοτήτων. Οι συντελεστές ευαισθησίας ισούνται με τη μερική παράγωγο της σχέσης (1) ως προς τα αντίστοιχα μεγέθη. Στον Πίνακα (2) παρουσιάζεται η διαδικασία υπολογισμού των συντελεστών ευαισθησίας και η αναλυτική τους μορφή. Ο συντελεστής δ της σχέσης (1) λαμβάνεται ως σταθερά, συνεπώς δε συμμετέχει στο ισοζύγιο αβεβαιοτήτων.

Πίνακας 2: Αναλυτική μορφή των συντελεστών ευαισθησίας που υπεισέρχονται τη μέτρηση της IFT.

Αρχική εξίσωση	$K_{IC} = f(P, H_K, E, c)$			
Συντελεστές ευαισθησίας	$P_P = \frac{\partial f}{\partial P}$	$P_{HK} = \frac{\partial f}{\partial H_K}$	$P_E = \frac{\partial f}{\partial E}$	$P_c = \frac{\partial f}{\partial c}$
Αναλυτική μορφή	$\delta \sqrt{\frac{E}{H_K}} \frac{1}{c^{3/2}}$	$-\frac{1}{2} \delta \sqrt{\frac{E}{H_K^3}} \frac{P}{c^{3/2}}$	$\frac{1}{2} \delta \frac{1}{\sqrt{EH_K}} \frac{P}{c^{3/2}}$	$-\frac{3}{2} \delta \sqrt{\frac{E}{H_K}} \frac{P}{c^{5/2}}$

Το ισοζύγιο αβεβαιοτήτων είναι ένας εύληπτος τρόπος παρουσίασης της έκτασης στην οποία επηρεάζεται η αβεβαιότητα τύπου Β της μέτρησης της IFT από τις αβεβαιότητες u_P , u_{HK} , u_E και u_c . Στο ισοζύγιο αβεβαιοτήτων συγκρίνονται ουσιαστικά οι τιμές των όρων $\sigma P_i^2 u_i^2$, όπου σ είναι μια σταθερά που πρέπει να συμπεριληφθεί λόγω διόρθωσης των μονάδων μέτρησης, που στην προκειμένη περίπτωση $\sigma=10$. Οι όροι αυτοί έχουν επιλεγεί για να συγκριθούν, διότι η τιμή της αβεβαιότητας τύπου Β της IFT εξαρτάται από αυτούς μέσω της σχέσης:

$$u_B = \sqrt{\sigma P_P^2 u_P^2 + \sigma P_{HK}^2 u_{HK}^2 + \sigma P_E^2 u_E^2 + \sigma P_c^2 u_c^2} \quad (6)$$

Στον Πίνακα 4 παρουσιάζεται το ισοζύγιο αβεβαιοτήτων. Οι πειραματικές τιμές που χρησιμοποιήθηκαν προέκυψαν από τη μέτρηση της IFT σε ένα ομοιογενές υαλώδες υλικό που περιέχει οξείδιο μολύβδου (PbO) και πυριτία (SiO₂). Οι τιμές των u_{HK} και u_E

αντιπροσωπεύουν τις αβεβαιότητες των μετρήσεων που προέκυψαν από τα προηγούμενα βήματα της διαδικασίας μέτρησης της IFT. Ο υπολογισμός των u_p και u_c περιγράφεται σε άλλη εργασία [4].

Πίνακας 4: Ισοζύγιο αβεβαιοτήτων για μέτρηση της IFT.

Μέγεθος	P [gf]	H_K [GPa]	E [GPa]	c [μm]
Αβεβαιότητα τύπου B (u_i)	2.83×10^{-2}	0.1114	0.5785	0.34
Συντελεστές ευαισθησίας (P_i)	0.000556	-0.00203	0.000581	-0.00117
$\sigma P_i^2 u_i^2$	2.47376×10^{-7}	5.13611×10^{-7}	1.12821×10^{-6}	1.5792×10^{-6}
Σχετική συνεισφορά (P_i/P_c)	0.1566	0.3252	0.7144	1

4. Συμπεράσματα

Από το ισοζύγιο αβεβαιοτήτων μέτρησης της IFT βλέπουμε οι σημαντικότεροι παράγοντες αβεβαιότητας είναι η αβεβαιότητα στη μέτρηση του μήκους των επαγόμενων σχισμών (c) και στη μέτρηση της ελαστικής σταθεράς (E). Προκειμένου να μειώσουμε την αβεβαιότητα τύπου B της IFT, θα πρέπει να περιορίσουμε τα u_c και u_p . Για να γίνει κάτι τέτοιο, θα πρέπει να βελτιώσουμε την ακρίβεια στις μετρήσεις των αποστάσεων επάνω στην επιφάνεια των δειγμάτων. Συνεπώς, η βελτίωση της διακριτικής ικανότητας του οπτικού συστήματος με το οποίο μεγεθύνεται η εικόνα του ίχνους της εντύπωσης, καθώς και η ευκρίνεια της ψηφιακής κάμερας που χρησιμοποιείται θα επηρεάζουν έχουν τη μεγαλύτερη συνεισφορά στην μείωση της αβεβαιότητας τύπου B της IFT.

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

- [1] K.K. Ray, A.K. Dutta, Brit. Ceram Trans. 98 (1999) 165-171.
- [2] R.F. Cook, G.M. Pharr, J. Amer. Ceram. Soc. 73 (1990) 787-817.
- [3] BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP and OIML 1995 *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement* 2nd edn ISBN 92-67-10188-9.
- [4] Π. Κάβουρας, Γ. Δημητρακόπουλος, Θ. Κεχαγιάς, Φ. Κομνηνού, Θ. Καρακώστας *Πηγές αβεβαιοτήτων στη μέτρηση της μικροσκληρότητας με τη μέθοδο της στατικής εντύπωσης*, Πρακτικά 2^{ου} Τακτικού Συνεδρίου Μετρολογίας.