

氧化铝基陶瓷材料断裂韧性的测量与评价

李大梅¹ 尤显卿 许育东 刘宁² 石敏
(合肥工业大学材料科学与工程学院,合肥,230009)

摘 要 用压痕法和单边切口梁法测量了氧化铝基陶瓷材料的断裂韧性,对这两种方法所测得的结果进行了分析对比,确定了最适用的压痕法计算公式。研究发现,原料粉末的起始粒度对用压痕法计算材料 K_{IC} 的最优公式选择并无影响,但对材料的断裂韧性及抗弯强度有不同程度的影响,亚微米第二相增强微米基体的材料综合力学性能最佳;TiN 的加入使 Al_2O_3-TiC 基体材料的断裂韧性有所增加;在较小的压痕载荷下计算出的材料的断裂韧性值更接近实际;在用不同的公式计算同一材料的断裂韧性值时,断裂韧性值与压痕载荷之间有相似的关系曲线。

关键词 断裂韧性 压痕法 单边切口梁法 氧化铝基陶瓷

绝大部分工程陶瓷材料断裂方式为脆性断裂,其断裂行为较好地符合线弹性力学所要求的裂纹尖端平面应变条件。预测结构材料的力学性能所必需的一个重要参数是断裂韧性。断裂韧性 K_{IC} 是描述材料瞬间断裂时的裂纹尖端临界应力强度,即瞬间断裂裂纹扩展阻力,是 I 型裂纹系统所能承受的外加应力场强度的极限值,在数值上等于 I 型裂纹所在平面上材料的连结单元间的连接力在裂纹尖端处引起的应力场强度的负值,即材料的本征韧性 $T^{[1-4]}$ 。

陶瓷材料断裂韧性的评定方法主要有^[1-4]单边切口梁法,山形切口法,压痕法,双扭法,双悬臂梁法和压痕强度法等。它们有助于建立更可靠的测量陶瓷断裂韧性特征的基础。很长一段时间以来,这些方法中没有哪一个被优先选用,因为它们中的每一个都有明显的缺点,这限制了它们的应用^[5]。由于直接压痕法和单边切口梁法较其它测试方法具有试样尺寸小、试样加工及操作简单迅速的优点,而对具有低的 K_{IC} 值的脆性材料尤其有用^[3,4]。所以本次实验就选取这两种方法测量氧化铝基陶瓷材料的 K_{IC} 值。

单边切口梁法 (SENB) 通常被认为是一种研究得较为成熟的测量方法^[6]。对于陶瓷材料断裂力学研究中常用的三点弯曲 SENB 试样,在试样高宽比 $W/B=2$,高跨比 $W/L=1/4$ 的条件下,由边界配位法得到的 K_{IC} 近似表达式为:

$$K_{IC} = PL/BW^{3/2} \cdot f(a/w) \quad (1)$$

式中, P 为试样所承受的外加载荷, L 为三点弯曲跨距, a 为切口深度, $f(a/w)$ 为试样的几何形状因子,由下式^[4]给出:

$$f(a/w) = 2.9(a/w)^{12} - 4.6(a/w)^{32} + 21.8(a/w)^{52} - 37.6(a/w)^{72} + 38.7(a/w)^{92}$$

压痕法 (IM 法) 是在 Vickers 硬度测定的同时,由压痕及其四角产生的裂纹长度、 E 及维氏硬度 H 值求得 K_{IC} 的方法^[2]。目前,压痕断裂已经被确立为决定陶瓷断裂韧性的一种简单且重要的技术^[7]。压痕断裂机理的出现给分析陶瓷对受约束的尖锐接触点的明显复杂的形变/断裂反应提供了一个基础^[8]。在固体中,由 Vickers 压头引起的裂纹模式可以分为两种截然不同的裂纹系统。一种是中位裂纹系统,由两个半月形裂纹组成;另一种是 Palmqvist 裂纹系统,由四个半椭圆形裂纹组成。对大多数有低的断裂韧性值的陶瓷而言,通过 Vickers 压痕法只有中位裂纹系统可以得到明显的发展^[9]。对于不同形式的裂纹,计算 K_{IC} 的公式不同,即使对于同种类型的裂纹,也有数种不同的计算方程提案。这种方法的优点是用小试样即可测试,即在测 Vickers 硬度的同时获

作者简介:李大梅,女(1980-),合肥工业大学硕士研究生。

表 1 实验材料的制备工艺

试样 序号	试 样 成 分					热压工艺(热压温度×热压压力×热压时间)
	微米级粉末(wt.%)		亚微米/纳米级粉末(wt.%)			
	Al ₂ O ₃	TiC	Al ₂ O ₃	TiC	TiN	
A1	70	30				1700°C×30MPa×60min
A2	70			30		1650°C×30MPa×60min
A3		30	70			1650°C×30MPa×60min
A4			70	30		1650°C×30MPa×60min
A5			70	15	15	1650°C×30MPa×60min

得 K_{IC} 值,可谓一举两得,缺点是测得的 K_{IC} 值随材料的性质不同会产生一定的误差^[2],导致了这些方程的应用有一定的局限性,计算出的 K_{IC} 值有时会有很大差异,因此正确选用压痕方程,找出适合特定材料的压痕方程就成为影响 K_{IC} 值准确度的关键^[10]。

本文的目的在于综合评价和分析压痕法及单边切口梁法测得的氧化铝基陶瓷材料的 K_{IC} 值,找出压痕法测量该体系材料 K_{IC} 的较为理想的压痕方程;探讨原料粉末的起始粒度、第二相种类、压痕载荷及计算公式对材料 K_{IC} 的影响。

1 实 验

1.1 试样制备

将 Al₂O₃ 粉末、TiC 粉末和 TiN 粉末按设计好的方案配料混合,以无水乙醇为介质,在超声分散仪中超声分散 1 小时;然后将经超声分散的混合粉料放入尼龙球磨罐中,在酒精介质中玛瑙球磨 4 小时,将球磨完毕的粉料经烘干、过筛、研磨后装入石墨模中,在氮气保护下热压。制备工艺见表 1。将材料的热压烧结试样磨平后,经切割、研磨、逐级抛光后,得到所需形状和尺寸的标准试样。

1.2 实验过程

1.2.1 直接压痕法

试样尺寸为 $h \times b \times l = 3\text{mm} \times 4\text{mm} \times 36\text{mm}$,将试样的实验面以 $0.5\mu\text{m}$ 金刚石研磨膏抛光,然后在 HV—120 型维氏硬度仪上,用不同的载荷在试样抛光面上压出压痕,保荷时间为 15 秒。用 XJL-02 型立式金相显微镜观察压痕,准确测量出材料的大、小压痕的对角线尺寸 d_1 、 d_2 及裂纹尺寸 l ,并求得相应的 $d\{d=(d_1+d_2)/2\}$ 、 $a\{a=d/2\}$ 及 $c\{c=a+l\}$,将 d 代入维氏硬度的计算公式中,求出维氏硬度值 H ;弹性模量 E 用混合定律求得。最近对 Al₂O₃/TiC 复合材料进行的研究表明,在不小于 49N 的载荷下压制的压痕裂纹也表现为半饼状类型。这就使得我们可以避开裂纹

形状对压痕韧性测试结果的影响问题,直接采用 Anstis 等人提出的适用于半饼状压痕裂纹系统的公式进行压痕韧性计算^[11]。将所得数据代入计算公式(2)~(9),求得 K_{IC} 值。

表 2 压痕法计算断裂韧性的公式

公 式	参考文献
(2) $K_{IC}=0.0725P \cdot c^{-1.5}$	[7]
(3) $K_{IC}=0.0752P \cdot c^{-1.5}$	[9]
(4) $K_{IC}=0.203 H \cdot a^2 \cdot c^{-1.5}$	[12]
(5) $K_{IC}=0.035(E/H)^{0.25} \cdot P \cdot c^{-1.5}$	[7]
(6) $K_{IC}=0.016 (E/H)^{0.5} \cdot P \cdot c^{-1.5}$	[8]
(7) $K_{IC}=0.028 H0.5 \cdot E^{0.5} \cdot a2 \cdot c^{-1.5}$	[13]
(8) $K_{IC}=0.057 H0.6 \cdot E^{0.4} \cdot a2 \cdot c^{-1.5}$	[10]
(9) $K_{IC}=0.129 (c/a)^{-1.5} \cdot (E\Phi/H)^{0.4} \cdot H \cdot a0.5/\Phi$	[3]

式中, K_{IC} 的单位是 $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, E 为弹性模量 (GPa), H 为维氏硬度 (GPa, 由 $H=1.8544P/d^2$ 给出), d 为压痕对角线的平均值 (μm), P 为载荷 (N), c 为裂纹半长 (μm), Φ 为约束因子 (≈ 3)。

1.2.2 单边切口梁法

试样尺寸为 $h \times b \times l = 5\text{mm} \times 2.5\text{mm} \times 25\text{mm}$,将试样沿高度方向切割出深度为 2.5mm、宽度小于 0.2mm 的切口后,进行三点弯曲试验,跨距为 20 mm,压头下压速率为 $0.05\text{mm} \cdot \text{min}^{-1}$ 。试验在 DCS-5000 型岛津材料试验机上进行。在试样高宽比 $W/B=2$,高跨比 $W/L=1/4$ 的条件下, $f(a/W)$ 的值为 2.665^[4]。记下每次试验的断裂载荷 P ,与其它数据一起代入公式(1),求得 K_{IC} 值。

2 结果和讨论

2.1 原料粉末的起始粒度对材料断裂韧性值的影响

使用压痕法测量材料的 K_{IC} 时,所用的压头载荷分别为 4kg、5kg、6kg、8kg 和 10kg。用不同的压痕法公式计算出的四种用不同粒度的原料粉末制备的 Al₂O₃-TiC 复合陶瓷的 K_{IC} 值和单边切口梁法测得的 4 种材料的 K_{IC} 值列于表 3 中。

从表 3 可以看出:

表3 实验材料的断裂韧性

材料	断 裂 韧 性 (MPa·m ^{1/2})								
	公式(2)	公式(3)	公式(4)	公式(5)	公式(6)	公式(7)	公式(8)	公式(9)	公式(1)
A1	5.47±0.17	5.67±0.74	7.09±0.93	5.48±0.64	5.20±0.54	4.22±0.44	6.41±0.70	7.50±0.82	4.45
A2	5.21±0.76	5.40±0.79	6.76±0.99	5.27±0.70	5.06±0.61	4.11±0.49	6.21±0.77	7.27±0.90	4.34
A3	3.57±0.35	3.70±0.36	4.62±0.45	3.99±0.34	4.22±0.31	3.42±0.25	4.98±0.39	5.83±0.45	3.69
A4	4.59±0.39	4.76±0.40	5.96±0.50	4.78±0.40	4.71±0.40	3.82±0.32	5.72±0.48	6.69±0.56	3.96

(1)对同一种材料来说,使用不同的计算式有不同的 K_{IC} 值。出现这种现象的原因,主要是由于这些公式是不同的学者对相同或不同的材料从不同的角度进行研究,根据不同的实验结果得出的计算式,因此在用于计算氧化铝基陶瓷材料的断裂韧性时有较大的离散性。

(2)由上述公式(2)~(9)计算出的四种材料的 K_{IC} 值,其大小顺序基本一致。因此,如果仅仅比较 Al_2O_3 -TiC 复合陶瓷之间断裂韧性的大小,用这些公式中的任意一个都能得到想要的结果。通过对比压痕法和 SENB 法所测得的 K_{IC} 值,可以发现公式(7)的计算结果最接近于 SENB 法所测得的 K_{IC} 值,且其标准偏差最小。这说明在 Al_2O_3 -TiC 复合陶瓷体系中,该公式的测试结果的精确度高于其它压痕法计算公式,其数据分散性较小。

(3)通过上述分析可以发现,原料粉末的起始粒度对确定压痕法测 Al_2O_3 -TiC 复合陶瓷 K_{IC} 值的最佳计算公式并无影响。所以,在以后测量该体系材料的 K_{IC} 值时,可以不必考虑原料粉末的起始粒度,直接选取公式(7)进行计算。

(4)对比公式(7)的计算结果和 SENB 法所测得的 K_{IC} 值,可以发现 SENB 法所测得的 K_{IC} 值要高于压痕法的计算结果。这是因为^[1,3]用 SENB 法测量 K_{IC} 值是以线弹性断裂力学为基础而推导出来的,在公式的推导中,一个重要的边界条件是设想裂纹的体积为零,即切口宽度为零,这在实际情况中是无法实现的。通常认为,用 SENB 法测定材料断裂韧性时,应在切口的根部制造一条长度为切口宽度 2 倍的尖裂纹,即可测得较为准确的 K_{IC} 值。但对陶瓷材料而言,采用疲劳的方法制造这种根部裂纹是极其困难的,而常用具有一定宽度的切口来代替上述裂纹,由于切口底部的钝化效应,由这一技术测得的 K_{IC} 值往往偏高,尤其是对于细晶材料,测试误差更为显著。对这一实验现象进行的分析认为“切口钝化效应”在细晶材料中较为显著。切口钝化作用越明显, K_{IC} 值越高。

(5) Al_2O_3 基体中 TiC 颗粒第二相的加入使这四种材料的断裂韧性都高于纯氧化铝陶瓷的 K_{IC} 值^[14]

3.21MPa·m^{1/2},且 $A1>A2>A4>A3$ 。这是因为:

第一^[15],由于 Al_2O_3 -TiC 体系中的基体(m)与增强相(p)的热膨胀上的不匹配, $\alpha_p < \alpha_m$,所得到的残余应力值应为正值。当主裂纹到达有张应力的晶界时,可能沿晶界形成微裂纹,使主裂纹尖端的应力集中分散,从而造成裂纹的偏转,晶界应力与外加应力的作用结果,将造成能量的吸收、转移或消耗,这样会使材料得到强化与增韧,所以复合陶瓷的断裂韧性要高于纯氧化铝陶瓷。

第二,四种试样的断口扫描照片如图 1 所示,图中稍暗的相为 Al_2O_3 基体,稍亮的相为 TiC 增强相。

通过对比可以发现,四种材料中均匀性最差的是 A3,这是因为基体和第二相的粉末粒度的差别对粉末混合过程中的分散性有很大的影响,而 A3 的基体为纳米粉末,第二相为微米粉末,从断口扫描照片上可以看出是基体粉末团聚在 TiC 颗粒周围,显微结构缺陷较多,且该材料是以沿晶断裂为主,所以材料的 K_{IC} 值相比起来就比较低;在材料 A1、A2 和 A4 的断口扫描照片中可以明显看到由于穿晶断裂引起的解理台阶和 TiC 相从基体被拔出后留下的孔洞,这说明 TiC 在烧结过程中可以有效地填补孔洞,提高致密度,由于材料中的穿晶断裂所占比例有差别,因而材料的 K_{IC} 值也有不同。另外由于复合材料的增韧效果主要依赖于大尺寸晶粒的存在,所以这三种材料的 K_{IC} 值大小顺序为 $A1>A2>A4$ 。实验测得 A1、A2、A3、A4 的抗弯强度则分别为 539、594、603、640MPa,即 $A1<A2<A3<A4$ 。综合比较这四种材料的抗弯强度和断裂韧性可以发现,A2 的综合力学性能最佳,即在微米基体中添加亚微米第二相能得到力学性能较好的材料;纳米/纳米复合材料并没有得到预想中的优异的力学性能,这或许与材料的制备过程有关,因而,以后的实验中会对这个研究方向给予更大的关注。

2.2 第二相种类、压痕载荷及计算公式对材料断裂韧性值的影响

压痕法和单边切口梁法测得 A4、A5 两种材料的断裂韧性列于表 4 中。从表 4 可以看出:

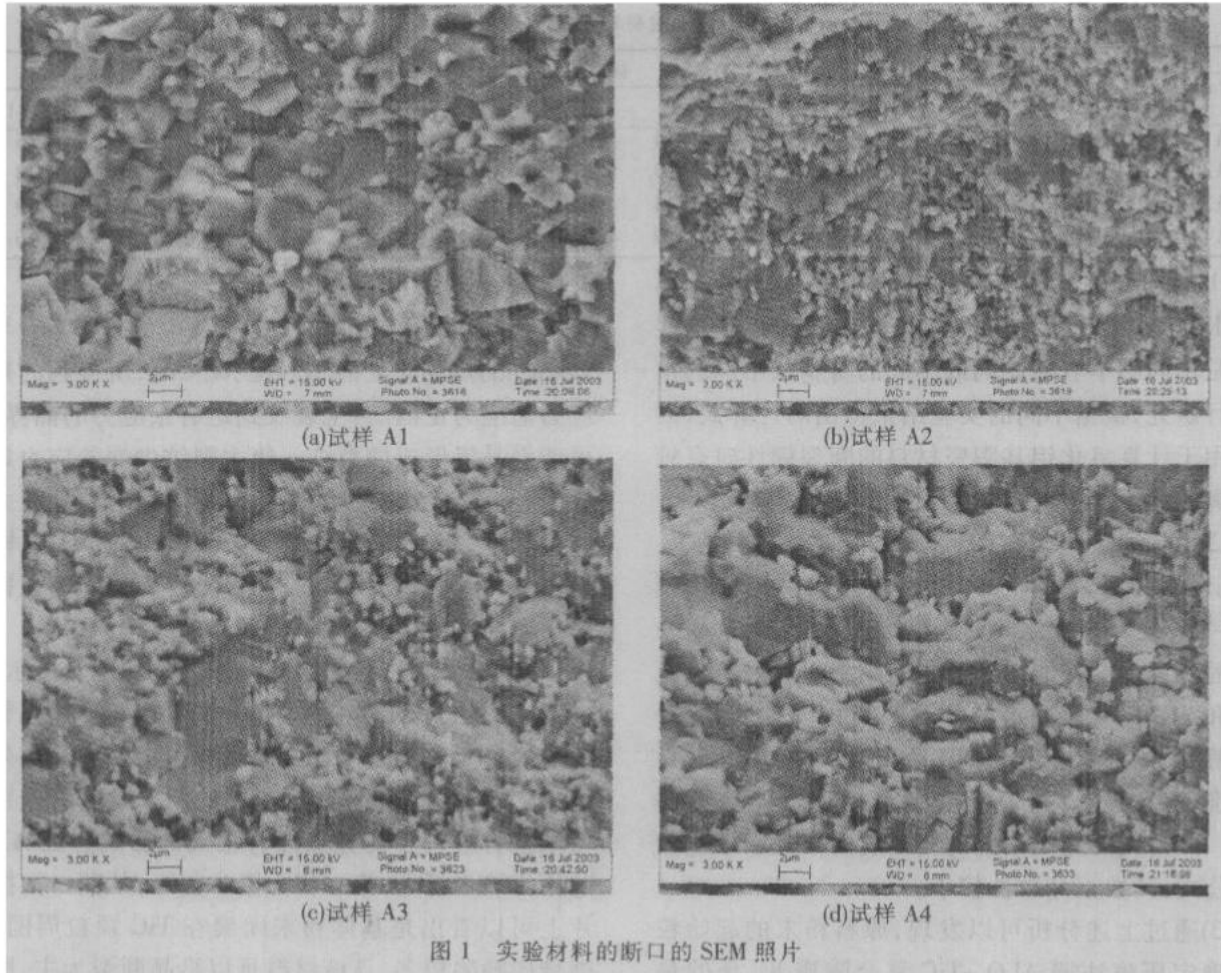


图 1 实验材料的断口的 SEM 照片

(1)15wt.% TiN 代替 $Al_2O_3-30wt.\% TiC$ 中的 15wt.%TiC 以后, 复合陶瓷 A5 的断裂韧性相比于 A4 有所增加。这是因为^[16,17], 第一, TiN 比 TiC 软, 一般认为 TiN 在常温下显示塑性; 第二, TiN 成分的引入起到了更为明显地控制晶粒长大的作用, 使

$Al_2O_3/TiC/TiN$ 复合陶瓷的晶粒更细而且晶粒尺寸分布均匀, 这对提高材料的强度和塑性无疑是有益的。其次, Al_2O_3-TiC/TiN 的双骨架结构也因晶粒的缩小而穿插的更加紧密、均匀, 也就更牢固, 这不仅有利于材料本身力学性能的提高, 也有利于材料使

表 4 实验材料的断裂韧性

材料	压痕载荷	断 裂 韧 性 (MPa·m ^{1/2})								
		公式(2)	公式(3)	公式(4)	公式(5)	公式(6)	公式(7)	公式(8)	公式(9)	公式(1)
A4	4kg	4.47	4.63	5.80	4.67	4.63	3.76	5.61	6.57	3.96
	5kg	4.70	4.87	6.10	4.93	4.90	3.98	5.94	6.95	
	6kg	4.33	4.49	5.62	4.58	4.58	3.72	5.53	6.47	
	8kg	5.21	5.40	6.76	5.38	5.25	4.26	6.40	7.49	
	10kg	4.24	4.40	5.51	4.32	4.18	3.39	5.11	5.98	
	AVE	4.59	4.76	5.96	4.78	4.71	3.82	5.72	6.69	
	σ	0.39	0.40	0.50	0.40	0.40	0.32	0.48	0.56	
A5	4kg	6.43	6.67	8.35	6.11	5.49	4.46	6.92	8.10	4.37
	5kg	5.36	5.56	6.96	5.16	4.70	3.81	5.89	6.89	
	6kg	5.54	5.74	7.19	5.49	5.15	4.17	6.37	7.46	
	8kg	6.04	6.27	7.85	6.09	5.81	4.71	7.15	8.37	
	10kg	4.68	4.86	6.08	4.77	4.60	3.72	5.63	6.58	
	AVE	5.61	5.82	7.29	5.52	5.15	4.18	6.39	7.48	
	σ	0.67	0.69	0.87	0.59	0.52	0.42	0.65	0.76	

注: AVE 用某一公式计算材料的压痕断裂韧性值时, 在不同载荷下的断裂韧性值的平均值; σ 为在不同载荷下的断裂韧性值的标准偏差。

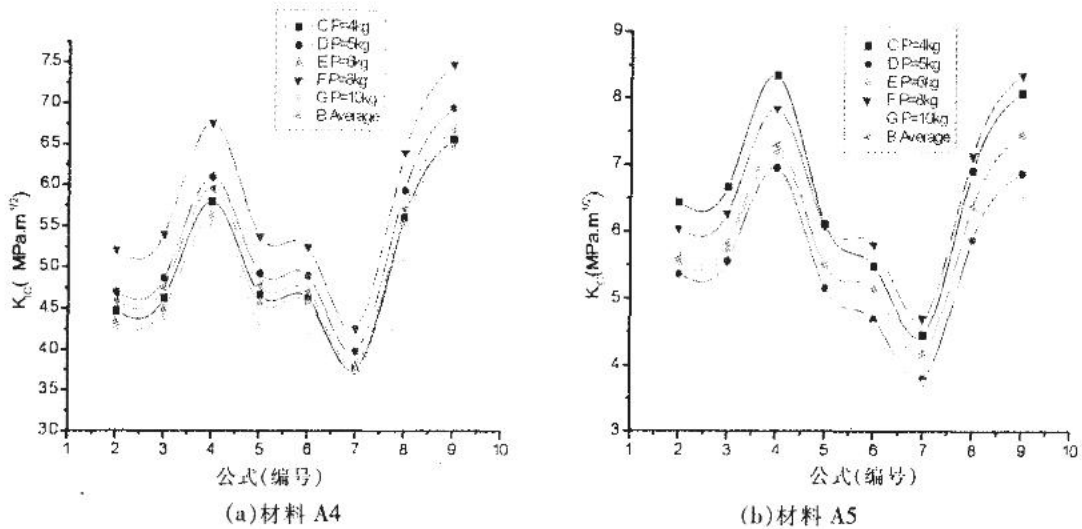


图 2 不同公式在某一固定载荷下计算的材料断裂韧性值与平均值之间的关系

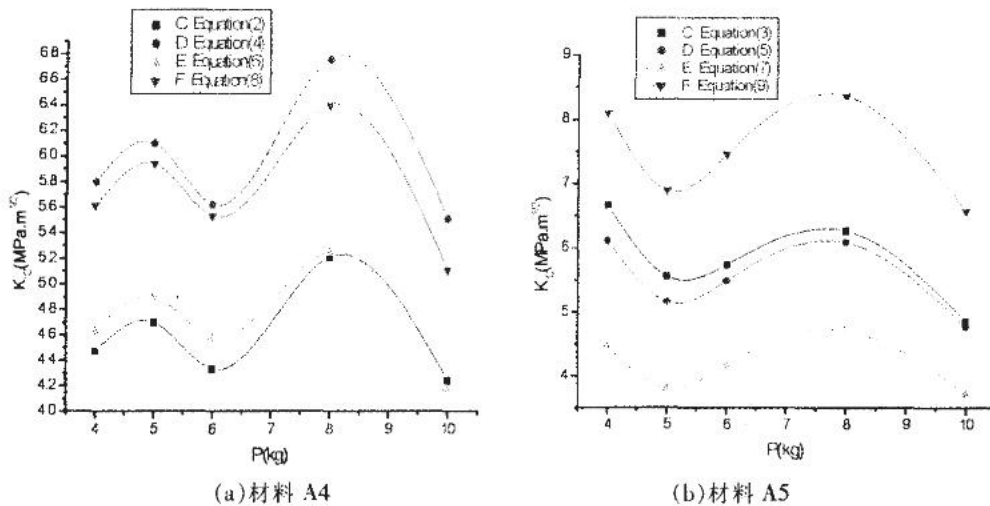


图 3 所选公式计算的材料断裂韧性值与压痕载荷之间的关系

用过程中综合性能的提高。

(2)一种材料在不同的载荷下有不同的 K_{IC} 值。那么,在用压痕法测量该体系材料的 K_{IC} 值,到底是在大载荷还是小载荷下得到的数值可靠性更高呢?利用表中的数据,将这两种材料的压痕载荷、所选的计算公式与断裂韧性的关系绘于图 2 和图 3 中,其中图 2 的横坐标为压痕法计算公式的序号。

由图 2(a)和 2(b)可以发现,对材料 A4,压痕载荷为 4kg 和 5kg 时,由公式(2)~(9)计算所得的 K_{IC} 值与其平均值最为接近;对材料 A5,压痕载荷为 6kg 时,由公式(2)~(9)计算所得的 K_{IC} 值与其平均值最为接近。所以,可以这样推断,在使用压痕法测量该体系材料的 K_{IC} 值时,较小的压痕载荷下所得的结果更接近实际。

由图 3(a)和 3(b)可以发现,在使用不同的公式计算同一材料的 K_{IC} 值时, K_{IC} 值与压痕载荷之间有

相似的关系曲线,在某一载荷处固定出现极大值或极小值,这样,我们可以用某一个公式得出这一材料的断裂韧性与压痕载荷之间的大致的关系。

3 结论

(1) 在使用不同的计算公式和不同的压痕载荷时,压痕法测量氧化铝基陶瓷材料的断裂韧性有不同的值,但各种材料的断裂韧性值大小顺序不变。SENB 法所测得的断裂韧性值由于切口钝化效应的存在而偏高。在用压痕法测量氧化铝基陶瓷材料的断裂韧性时,建议用公式(7)进行计算,将缩小压痕法与 SENB 法的测量偏差。

(2) 原料粉末的粒度对用压痕法计算材料的断裂韧性的最优公式选择并无影响,但对材料的断裂韧性及抗弯强度有不同程度的影响,通过综合分析

材料这两方面的数值,发现材料 A2 的综合性能最佳。TiN 的加入使 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ 基体材料的断裂韧性有所增加。

(3) 在较小的压痕载荷下计算出的材料的断裂韧性值更接近实际。在用不同的公式计算同一材料的断裂韧性值时,断裂韧性值与压痕载荷之间有相似的关系曲线。

参考文献

- 1 林广涌,雷廷权,周玉.陶瓷材料断裂韧性的评定方法[J].宇航材料工艺,1995,4:12-19.
- 2 周玉.陶瓷材料学[M].哈尔滨:哈尔滨工业大学出版社,1995.
- 3 K.NIIHARA,R.MORENA,D.P.H.HASSELMAN. Evaluation of KIC of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios [J]. Journal of Materials Science Letters, 1982, 1: 13-16.
- 4 龚江洪.陶瓷材料断裂力学[M].北京:清华大学出版社,2001.
- 5 George A. Gogotsi. Fracture toughness of ceramics and ceramics composites [J]. Ceramics International, 2003, 29: 777-784.
- 6 刘伯威,樊毅,张金生,潘进. MoSi_2 复合材料断裂韧性的测量及评价[J].中国有色金属学报,2001,11(5):810-814.
- 7 K. Tanaka. Elastic/plastic indentation hardness and indentation fracture toughness: the inclusion core model [J]. Journal of Materials Science, 1987, 22: 1501-1508.
- 8 G.R. Anstis, P. Chantikul, B.R. Lawn, and D.B. Marshall. A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness:I, Direct Crack Measurements [J]. Journal of the American Ceramics Society, 1981, 64(9): 533-538.
- 9 Zhuang Li, A. Ghosh, A.S. Kobayashi, and R.C. Bradt. Indentation Fracture Toughness of Sintered Silicon Carbide In the Palmqvist Crack Regime [J]. Journal of the American Ceramics Society, 1989, 72(6): 904-911.
- 10 马勤,杨延清,康沫狂.压痕法测定热压 MoSi_2 基复合材料 K_{IC} 值的研究 [J].稀有金属材料与工程,1996,25(2):30-32.
- 11 龚江洪,关振铎.陶瓷材料压痕韧性的统计性质 [J].无机材料学报,2002,17(1):96-104.
- 12 束德林.金属力学性能[M].北京:机械工业出版社,1997.
- 13 B.R. Lawn and A.G. Evans, D.B. Marshall. Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Median/Radial Crack System [J]. Journal of the American Ceramics Society, 1980, 63(9-10): 574-581.
- 14 Jingguo Li, Lian Gao, Jingkun Guo. Mechanical properties and electrical conductivity of $\text{TiN-Al}_2\text{O}_3$ nanocomposites [J]. Journal of the European Ceramics Society, 2003, 23: 69-74.
- 15 郭景坤.陶瓷材料的强化与增韧新途径的探索[J].无机材料学报,1998,13(1):23-26.
- 16 郭瑞松,蔡舒,季惠明,吴厚政.工程结构陶瓷[M].天津:天津大学出版社,2002.
- 17 张炳荣,刘宏,宋勇,甘朝亢. $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ti(C,N)}$ 陶瓷刀具材料的性能与显微结构的研究 [J].山东轻工业学报,1995,9(4):27-31,38.

(收稿日期 2004-06-08)

Measurement and Evaluation of Fracture Foughness of Alumina Matrix Ceramics

Li Damei You Xianqing Xu Yudong Liu Ning Shi Min

(Department of Materials Science and Engineering, Hefei University of Technology, Hefei 230009)

ABSTRACT

Fracture toughness of alumina matrix ceramics measured by indentation method and single edge notched beam specimen techniques were analyzed and contrasted, and the most suitable indentation method equation was confirmed. Results revealed that the fracture toughness and flexure strength of the materials were influenced at varied degree by the original granularity of the powders, which had no effect on the selection of the most suitable equation for calculating the fracture toughness of the materials by indentation method. The composite with micrometer matrix reinforced by sub-micrometer second phase had the best comprehensive mechanical properties. The addition of TiN increased the fracture toughness of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ matrix material. The results measured with the applied lower indentation loads were closer to the fact. When different equations were used to calculate the fracture toughness of the same material, the fracture toughness values had the similar dependence on the indentation loads.

KEY WORDS fracture toughness; indentation method; single edge notched beam specimen techniques; alumina matrix ceramics