

А.В. БАШТА, канд. техн. наук, доц., НУПТ, Киев

МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРОЧНОСТИ ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ КОНСТРУКЦИОННОЙ КЕРАМИКИ

Приведены результаты исследований твердости и трещиностойкости поверхности образцов конструкционной керамики методом индентирования. По результатам исследований, для характеристики механической прочности поверхности хрупких материалов, предлагается использовать кривую повреждаемости, которая показывает как изменяется величина отношения H_v / K_{1c} от длины трещины индентирования.

Постановка проблемы исследования. Механические характеристики керамики в настоящее время практически в одинаковой мере интересуют различные области деятельности человека. Уникальные особенности этого типа материалов позволяют все более широко применять их в народном хозяйстве, в том числе в пищевой и перерабатывающей промышленности. Высокая твердость и износостойкость изделий из керамики, при низком взаимодействии с окислительными и агрессивными средами, делает их незаменимыми также и в ортопедической хирургии медицины.

Анализ последних достижений и публикаций позволяет отметить особое внимание к вопросам, связанным с определением физико-механических свойств керамических материалов как у нас в стране [1, 2] так и за рубежом [3, 4]. Однако отсутствие единой методологии оценки этих характеристик, широкий диапазон нагрузок, при которых проводятся испытания, довольно большой набор полуэмпирических зависимостей для определения их значений, а также не всегда полный и точный учет особенностей механизмов деформирования и разрушения приводит к тому, что даже для одного и того же материала расхождения в данных могут достигать 60 % и больше [5].

Цель работы. Комплексное исследование характеристик прочности керамики при индентировании пирамидой Виккерса и определение особенностей изменения значений ее твердости и трещиностойкости приповерхностных слоев в зависимости от прилагаемой нагрузки.

Методика исследования. Для работы были отобраны (табл. 1) два ма-

териалы на основе спеченного нитрида кремния (НК-1 и НК-2) с размером зерна 4...10 мкм, полученные по различным технологиям.

Один горячепрессованный карбид кремния (КК-1) с размером зерен до 20 мкм.

А также два материала на основе диоксида циркония с различным процентным содержанием стабилизирующих добавок оксида иттрия (3 % Y_2O – ДЦИ-1 и 2,5 % Y_2O – ДЦИ-2) и размером зерен 3...5 мкм.

Таблица 1 – Исследуемые материалы и их физико-механические характеристик

№ п/п	Материал	Плотность, г/см ³	$E_{ст}$, ГПа	$E_{дин}$, ГПа	σ_B , МПа	Предел деформации, $\times 10^{-4}$ м/м	Мера хрупкости
1	НК-1	3,27	325	314	658	20,2	1,0
2	НК-2	3,29	296	284	531	17,9	1,0
3	КК-1	3,24	319	313	357	11,2	1,0
4	ДЦИ-1	6,02	201	222	310	15,4	1,0
5	ДЦИ-2	5,79	202	217	272	13,4	1,0

Известны [6, 7] различные методики определения характеристик прочности хрупких конструкционных материалов.

Данные исследования проводили на испытательной машине 1958УІ-10 с использованием модернизированного блока для испытаний керамики на изгиб, снабженного алмазным индентором Виккерса.

Более подробно методика испытаний описана в работе [8].

Определение коэффициента K_{Ic} (1) осуществляли по полуэмпирической зависимости Ниихары, как наиболее соответствующей для расчетов коэффициента трещиностойкости в такого рода материалах [10].

$$K_{Ic} = 0,203a^2 \cdot H_v \cdot c^{-3/2}, \quad (1)$$

где a – полу диагональ отпечатка идентора; H_v – твердость материала; c – длина радиальной трещины.

Твердость при индентировании пирамидой Виккерса поверхности исследуемого материала определяли по известной зависимости (2):

$$H_v = 436,6 \cdot F \cdot a^{-2}, \quad (2)$$

где F – действующая на индентор нагрузка.

Основные результаты испытаний и их обсуждение. Определение твердости и трещиностойкости поверхностных слоев материалов представлены в виде зависимостей их значений от длины диагонали отпечатка или длины трещин, формирующихся в его углах.

На рис. 1 показаны зависимости изменения твердости исследуемых материалов от длины диагонали отпечатка.

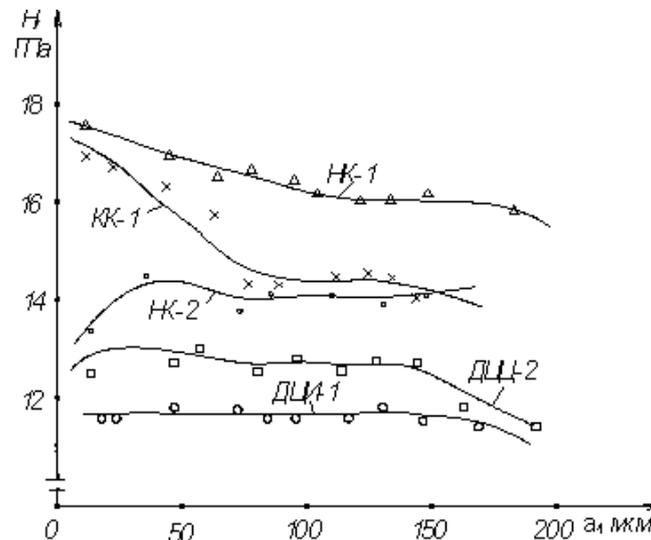


Рис. 1 – Зависимость значений твердости от длины диагонали отпечатка индентора

Величина твердости на участках стабилизации поведения кривых изменяется от 10 до 17 ГПа. При этом на начальных участках, которые соответствуют этапу перехода от нагрузок микротвердости ($F \leq 10H$) к твердости ($F > 10H$), это различие и того больше.

Следует также отметить, что на этом этапе нагружения поведение большинства материалов заметно отличается друг от друга.

Так для материалов ДЦИ-1, ДЦИ-2 и НК-2 происходит увеличение значений H_v и наоборот – для НК-1 и КК-1 заметное их уменьшение, на достаточно продолжительном диапазоне (5...500 Н) действующих нагрузок.

Такой же по характеру поведения участок кривой наблюдается и на диаграмме, отражающей трещиностойкость приповерхностных слоев исследуемых материалов.

На рис. 2 показано изменение значений K_{Ic} на достаточно большом отрезке увеличения длины трещины идентирования. Как и в случае с твердостью поверхности материалов, на диаграмме трещиностойкости наглядно прослеживается область (от нуля приблизительно, до 150 мкм), в которой значения K_{Ic} претерпевают наибольшие изменения.

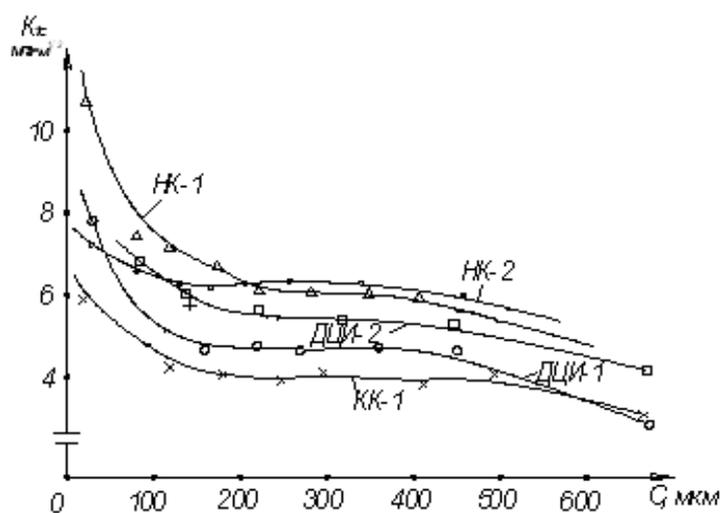


Рис. 2 – Зависимость значений K_{1c} от длины радиальной трещины индентирования

Чаще всего это носит ярко выраженный ниспадающий характер. После чего наступает замедление падения величины значений K_{1c} с последующей, как отмечалось выше, её стабилизацией. Данный участок стабилизации значений на диаграмме, характеризующей изменение величины K_{1c} от длины трещины, является более продолжительным (150...450 мкм) по сравнению с аналогичным участком неизменяемости величины значений кривых твердости, приведенных на рис. 1. При дальнейшем увеличении нагрузки, индентирования, как показывают экспериментальные исследования, снова наблюдается падение значений K_{1c} .

Известно [11], что эти характеристики взаимосвязаны между собой и, как уже отмечалось, их отношение определяет способность материала противостоять механическим повреждениям его поверхности, а для изделий из керамики это в большинстве случаев является определяющим их разрушение.

Поскольку, при любом нагружении конструкционного элемента, зарождение и развитие трещины в условиях эксплуатации происходит на его поверхности.

Поэтому кривую, характеризующую изменение отношения H_v / K_{1c} от длины трещины или величины действующей нагрузки, целесообразно назвать «диаграммой повреждаемости поверхности керамики». В дальнейшем, для краткости, – «диаграммой повреждаемости».

На рис. 3 приведены кривые повреждаемости, показывающие зависимость отношения H_v / K_{1c} от величины дефекта (в нашем случае трещина индентирования) в материале. Обращает на себя внимание участок диаграммы контролируемого увеличения или равномерного «подростания» длины тре-

щины, где, вероятно, уравниваются действия механизмов деформирования и разрушения при indentировании способностью материала противостоять их развитию.

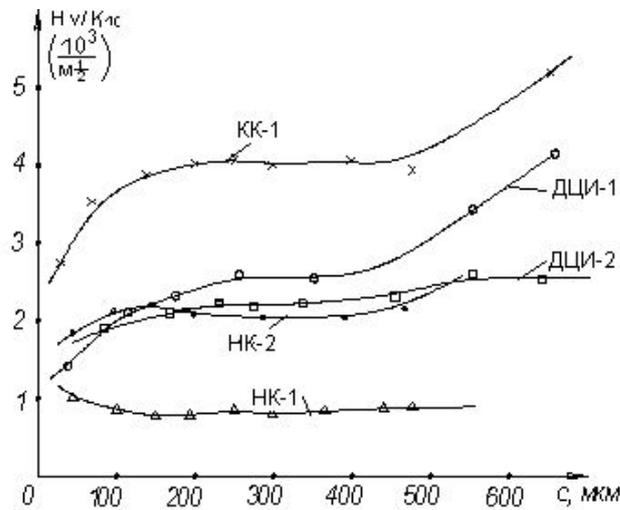


Рис. 3 – Изменение кривых характеризующих повреждаемость поверхности керамических материалов при indentировании

Для всех исследуемых в работе керамических материалов определены такие участки на диаграммах повреждаемости. Они практически параллельны по отношению к оси абсцисс.

Продолжительность этих участков кривых (если по оси абсцисс откладывают длину трещины) различна и составляет 100...450 мкм.

Вызывает интерес определение значений величины твердости и коэффициента интенсивности напряжений на участке неизменяемости их отношения на диаграмме повреждаемости поверхности материала.

В табл. 2 приведены усредненные значения этих величин при длине трещины 200...400 мкм.

Таблица 2 – Усредненные данные экспериментальных исследований

Материал	Нагрузка F , Н	Длина полудиоанали отпечатка a , мкм	Длина трещины l^* , мкм	Твердость H_v , ГПа	K_{1c} , МПа·м ^{1/2}	H_v / K_{1c} , $10^3 / м^{1/2}$
НК-1	400	11,2	226,1	15,3	6,1	2,51
НК-2	400	116,8	215,0	13,6	6,2	2,19
КК-1	200	80,8	220,8	14,2	3,6	3,95
ДЦИ-1	300	111,4	237,8	11,3	4,1	2,76
ДЦИ-2	300	104,6	208,6	12,7	5,1	2,49

l^* – длина трещины от угла отпечатка (основания) до ее вершины

Учитывая же постоянство этих характеристик на достаточно продолжительном, как отмечалось выше, участке установившегося подрастания длины трещины, вероятно, следует предположить наиболее близкое соответствие полученных значений твердости и трещиностойкости истинным величинам исследуемых материалов.

Анализ полученных экспериментальных результатов указывает на тесную взаимосвязь между плотностью, дисперсностью, модулем упругости и пределом прочности, твердостью, трещиностойкостью исследуемых материалов. Чем выше плотность, тем больше величина упругости, предел прочности (НК-1 и НК-2, табл. 1 и 2). С увеличением размеров зерен или структурных частиц материала, как правило, снижается его трещиностойкость и наблюдается падение предела прочности.

Так, карбид кремния (КК-1, табл. 2) при достаточно высокой плотности, модуле упругости и твердости, имеет относительно низкую деформативность и трещиностойкость ($K_{Ic} = 3,6 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$), а также предел прочности ($\sigma_b = 357 \text{ МПа}$). Нитрид кремния (НК-1) с размером зерен почти в два раза меньшим, чем у карбид кремния (КК-1), при практически равных значениях плотности, но с заметно более высокой деформативностью и более высоким значением K_{Ic} , имеет чуть ли не в два раза выше предел прочности.

В то же время для одного и того же типа материалов (диоксид циркония) заметная разность в значениях плотности, дисперсности, модуле упругости, при практически равной деформативности, трещиностойкости, и твердости, не существенно сказывается на его повреждаемости.

Отмечая выше обсуждавшиеся физико-механические характеристики, нельзя не остановиться на особенностях процессов деформирования и разрушения, происходящих при indentировании изучавшейся керамики.

На рис. 4 приведены некоторые характерные виды деформирования и разрушения оксидной (а, б) и нитридикремниевой (в, г) керамики.

В значительной мере отличительные особенности реакции материала на внедрение индентора становятся заметны после повторного полирования его поверхности.

Так, для керамики НК-2, содержащей мелкодисперсную стеклофазу, под индентором образуется достаточно глубинная (во многом превышающая глубину самого отпечатка) зона микроразрушений (рис. 4 г). В то время как для диоксидциркониевой керамики, при нагрузках до 600 Н, видимых изменений под индентором в материале не наблюдается (рис. 4 б).

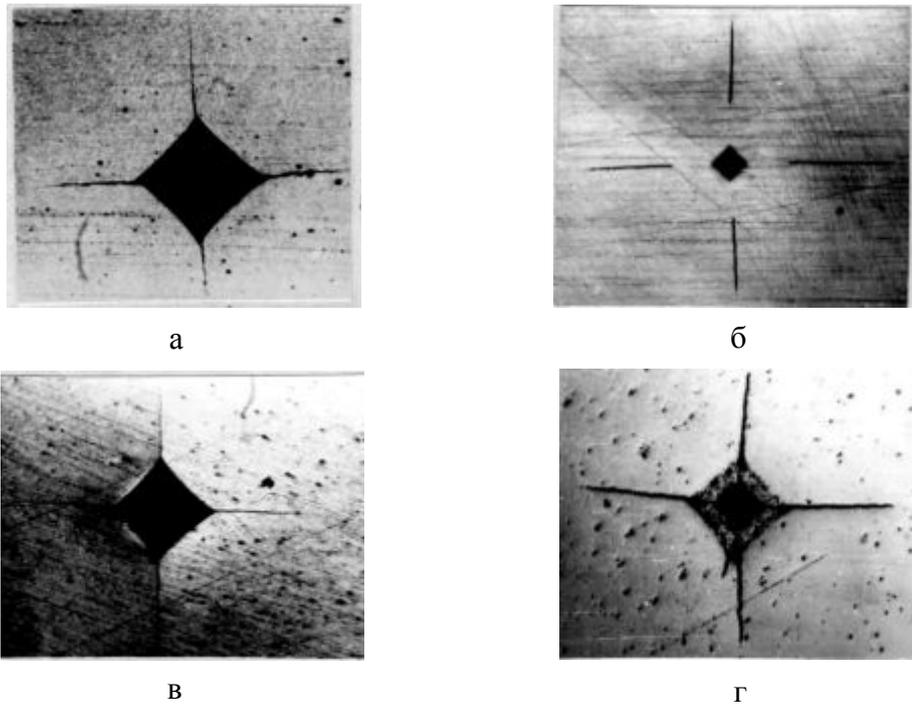


Рис. 4 – Характерные виды отпечатков индентора и трещин в керамике:
 а, в – сразу после индентирования; б, г – после повторного полирования;
 а, б – диоксид циркония частично стабилизированный окисью иттрия;
 в, г – нитрид кремния

На рис. 5 показаны форма и зона микро разрушений под индентером, образующая в совокупности практически классическую радиальную трещину, характерную для таких однородных материалов как стекло, кварц, алмаз и им подобные

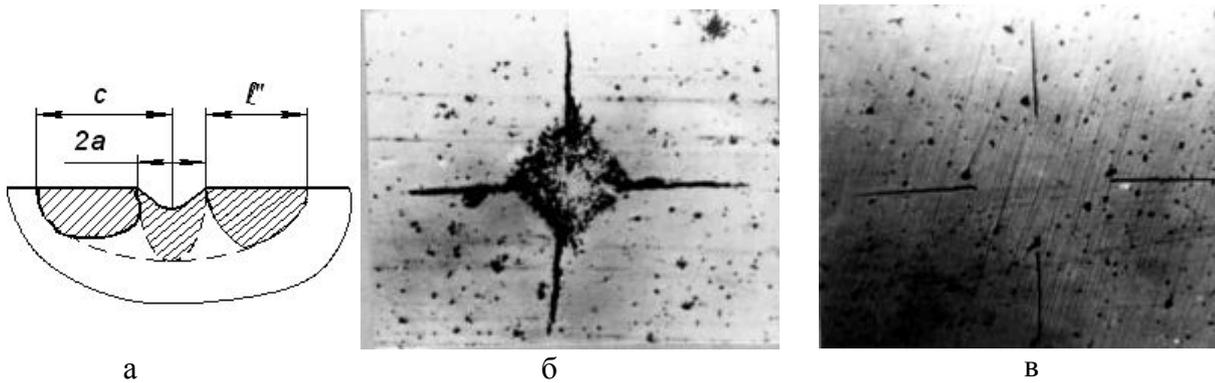


Рис. 5 – Схемы и виды деформирования и разрушения:
 а – схематизированное изображение отпечатка и образующихся трещин Палмквиста;
 б – материал на основе Si_3N_4 ; в – материал на основе ZrO_2

. Размеры таких трещин используются при расчетах коэффициента трещиностойкости по полуэмпирической зависимости (1).

Анализируя особенности поведения кривых повреждаемости (резкие возрастания, убывания, а также относительно стабильное их поведение на отдельных участках, схематически показанных на рис. 6, можем предположить, что это вызвано различным характером процессов, происходящих при нагружении в такого рода материалах.

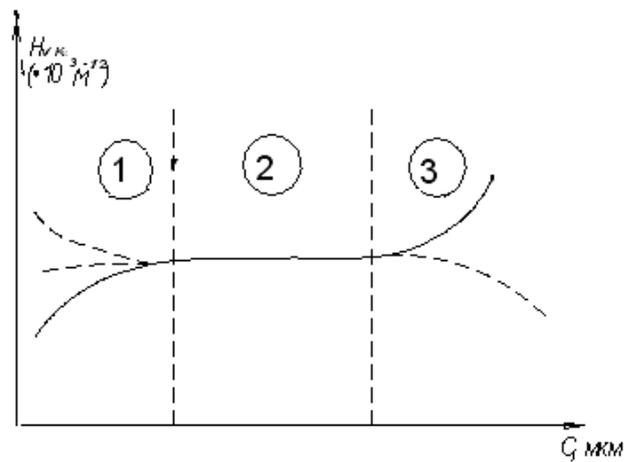


Рис. 6 – Диаграмма повреждаемости керамики при индентировании

Вероятно, первый участок характеризует процессы, происходящие в отдельных частицах (или зернах). Излом диаграммы при переходе от 1-го участка ко 2-му, по видимому, соответствует завершению процесса формирования магистральных (транскристаллитных) трещин в приповерхностных слоях материала.

Второй же излом, на рассматриваемой диаграмме повреждаемости, указывает на переход контролируемого, пропорционального нагружению, развития процессов деформирования и разрушения при индентировании к их лавинообразному нарастанию, т.е. фактически к потере материалом способности противостоять действию механизмов разрушения в зоне отпечатка (рис. 3).

Таким образом, переход к третьему участку диаграммы является наиболее опасным с точки зрения конструкционной прочности этих материалов, так как при достижении определенной величины размера дефекта (трещины) или действующей нагрузки процесс разрушения в них становится уже необратимым.

Поэтому, говоря о твердости и трещиностойкости конструкционной керамики необходимо представлять о какой области значений этих характеристик идет речь.

То ли это рассматриваются процессы деформирования и разрушения на

внутризеренном уровне, то ли речь идет об этих характеристиках материала как такового.

Поскольку разность в значениях исследуемых параметров, а также в особенностях деформирования и разрушения для этих материалов может быть достаточно существенной.

Выводы.

Исходя из особенностей деформирования и разрушения исследуемых материалов при индентировании и используя указанную полуэмпирическую зависимость Ниихары, удалось получить результаты достаточно близкие к данным альтернативных методов, в частности, метода «выращивания» острой трещины в балочке при чистом изгибе [12].

Для исследуемых материалов расхождения в значениях K_{Ic} , полученных при индентировании на участке стабилизации и при изгибе не превышают (3...5) % для диоксидциркониевой и (8 – 10) % для нитридкремниевой керамики.

Учитывая полученные экспериментальные данные можем, вероятно, предполагать, что определенные на втором участке диаграммы повреждаемости керамики, величины твердости и трещиностойкости поверхности находятся наиболее близко к истинным их значениям для исследованных материалов.

Предлагаемая методика и получаемые в ходе исследования данные твердости и трещиностойкости могут использоваться как оценочные характеристики повреждаемости материалов при их создании, а также при проекторочных расчетах изделий из них.

Список литературы: 1. Новиков Н.В. Микротвердость и трещиностойкость монокристаллов кубического нитрида бора / Н.В. Новиков, С.Н. Дуб, В.И. Мальцев // Сверхтвердые материалы. – 1983. – № 5. – С. 16 – 20. 2. Мильман Ю.В. Зависимость твердости от нагрузки на индентор и твердость при фиксированной диагонали отпечатка / Ю.В. Мильман // Проблемы прочности. – 1990. – № 6. – С. 52 – 56. 3. Evans A.G. Toughening of brittle solids by martensitic transformations / A.G. Evans / *Asta metall.* – 1986. – Vol. 34, № 5. – P. 761 – 800. 4. Melles W.H. The exact calculation of stress intensity factors in transformation toughened ceramics by means of integral equation / W.H. Melles // *Int. J. Fract.* – 1989. – Vol. 41, № 1. – P. 1 – 22. 5. Wachtman John B. Ceramics and ceramic composites – opportunities and cooperative research modes / John B. Wachtman // *Defect Prop and Process: High-Tech Nonmetall.*: Boston (Mass.) 2-4 dec. 1985 y.: press. – Pittsburgh (PA), 1986. – P. 3 – 14. 6. Fantuzzi G. Effect of Nonstoichiometry of Fracture Toughness and Hardness of Yttrium Oxide Ceramics / G. Fantuzzi, G. Orange, K. Liang // *J. Amer. Ceram. Soc.* – 1989. – Vol. 72, № 8. – P. 1560 – 1563. 7. Fischer H. Fracture toughness of dental ceramics: comparison of bending and indentation method /

H. Fischer, R. Marx // Dental Mater. – 2002. – № 1. – P. 112 – 119. **8.** Мильман Ю.В. Новые методики микро механических испытаний материалов методом локального нагружения жестким индентором / Ю.В. Мильман // Современное материаловедение XXI век: сб. науч. трудов ИПМ. – К.: Наук. думка, 1998. – С. 637 – 655. **9.** Гогоци Г.А. Исследование керамики при внедрении алмазной пирамиды Виккерса / Г.А. Гогоци, А.В. Башта // Проблемы прочности. – 1990. – № 9. – С. 49 – 54. **10.** Niihara K. Evaluation of K_c brittle solids by the indentation method with low crack-to in ratios / K. Niihara, M. Marchall, D.P.H. Hasselmann // J. Mater. Sci. Lett. – 1982. Vol. 1, № 1. – P. 13 – 16. **11.** Гогоци Г.А. Прямое определение сопротивления керамики разрушению по методу краевого скалывания / [Г.А. Гогоци, В.И. Галенко, Г.И. Озерский и др.] // Завод. лаб. – 2006. – № 3. – С. 49 – 53. **12.** Гогоци Г.А. Трещиностойкость керамики на основе диоксида циркония / Г.А. Гогоци, В.П. Завада, А.И. Фесенко. – М., 1989. – 89 с. – Деп. в ВИНТИ, № 2690.

Поступила в редколлегию 20.08.12

УДК 621.178.15

Механические характеристики прочности приповерхностных слоев конструкционной керамики / А.В. БАШТА // Вісник НТУ «ХП». – 2012. – № 48 (954). – (Серія: Хімія, хімічна технологія та екологія). – С. 15 – 24. – Бібліогр.: 12 назв.

Наведені результати досліджень твердості і тріщиностійкості поверхні зразків конструкційної кераміки методом індентування. По результатах досліджень, для характеристики пошкодження поверхні крихких матеріалів, пропонується використовувати криву пошкоджуваності, яка показує як змінюється величина відношення H_v / K_{Ic} від довжини тріщини індентування.

The results of tests of hardness and fracture toughness of the surface of structural ceramics samples by indentation are shown. According to the results of experiments the curve of damages is proposed to use to give characteristics of brittle materials damage, this curve shows how a number of ratio H_v / K_{Ic} changes from the indent crack length.