УДК 621.178.15 *А.В.*

А.В.Башта, Н.И. Штефан, канд. техн. наук, доценти

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК КОНСТРУКЦИОННОЙ КЕРАМИКИ МЕТОДОМ ИНДЕНТИРОВАНИЯ

Национальный университет пищевых технологий Национальный технический университет Украины (КПИ) eshtefan@usuft.kiev.ua

Приведены результаты испытаний на твердость и трещиностойкость поверхности материалов оксидной бескислородной керамики U npu индентировании пирамидой Виккерса. Установлено для исследованных материалов наличие на кривых изменения этих характеристик участков, где величина твердости и трешиностойкости практически не изменяется. Предлагается для определения характеристик твердости и трещиностойкости хрупких материалов использовать кривую повреждаемости, показывающую как изменяется величина их отношения от длины трешины индентирования. Отмечена взаимосвязь указанных характеристик с другими физико-механическими свойствами исследуемых материалов.

Постановка проблемы исследования. Механические характеристики керамики в настоящее время практически в одинаковой мере интересуют и промышленность, и медицину. Уникальные особенности этого типа материалов позволяют все более широко применять их в различных отраслях народного хозяйства, в том числе и в пищевой, в особенности, перерабатывающей промышленности. Высокая твердость и износостойкость изделий из керамики, при низком взаимодействии с окислительными и агрессивными средами, делает их незаменимыми также 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, приводят к тому, что даже для одного и того же материала расхождения в данных могут достигать 60% и больше [5, 6].

Цель работы. Комплексное исследование механического поведения керамики при идентировании пирамидой Виккерса и определение особенностей изменения значений ее твердости и трещиностойкости в зависимости от прилагаемой нагрузки.

Методика исследования. Для работы были отобраны два материала на основе спеченного нитрида кремния с размером зерна 4...10 мкм, полученные по различным технологиям, один горячепресованный карбид кремния с размером зерен до 20 мкм и три материала на основе диоксида циркония с различным процентным содержанием стабилизирующих добавок оксидов иттрия и магния (таблица 1). При этом размер зерен частично стабилизированного оксидом иттрия Y2O составлял 3...5мкм, а оксидом магния MgO- соответственно - 20...25 мкм.

Известны различные методики определения характеристик прочности хрупких конструкционных материалов [7,8,9]. Данные исследования проводили на испытательной машине 1958УІс использованием модернизированного блока для 10 испытаний керамики на изгиб [10], снабженного алмазным индентором Виккерса. Более подробно методика испытаний описана в работе [11].

Определение коэффициента интенсивности напряжений осуществляли по полуэмпирической зависимости Ниихары [12], как наиболее соответствующей для расчетов коэффициента трещиностойкости в такого рода материалах [13]

> $K_{1c} = 0,203a^2 \cdot H_{\rm w} \cdot c^{-3/2},$ (1)

где a - полу диагональ отпечатка идентора, H_{v} - твердость

материала, с - длина радиальной трещины.

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

$$H_{\rm v} = 463, 6 \cdot F / a^{-2},$$

где *F* – действующая на индентор нагрузка.

PIC N	и подустые ма	Перналы	п ил физи	С-мелан	П-ческие л	арактерие		Ман
Nº	Наимено-	индекс	Плот-	Статич	динам.	Предел	Предел	мера
Nº	вание	мат-а	ность,	модуль	модуль	прочн.	деформ.	хруп-
п/п	Матери-		г/см3	упруг.	упруг.	МПа	× 10 ⁻	кости
	ала			ГПа	ГПа		⁴ M/M	
1.	Нитрид							
	кремния	HK-1	3.27	325	314	658	20.2	1.0
	(Si ₃ N ₄)							
2.	Нитрид							
	кремния	НК-2	3,29	296	284	531	17.9	1,0
	(Si ₃ N ₄)							
3.	Карбид							
	кремния	KK-1	3,24	319	313	357	11,2	1,0
	(SiC)							
4.	Диоксид							
	циркония	ДЦИ-1	6,02	201	222	310	15,4	1.0
	$(ZrO_2+$	a contraction						
	+3%Y2O)							
5.	Лиоксил							
	пиркония	ЛЦИ-2	5.79	202	217	272	13.4	1.0
	$(7.rO_2+$		-,				,.	.,.
	+2.5%Y ₂ O)							
6.	Лиоксид							
30	циркония	ЛШM-1	4.80	141	153	174	15.7	0.71
	$(7rO_{2}+$.,00				,/	.,,,,
	+6%Mg(0)							
	() () () () () () () () () ()							

Основные результаты испытаний и их обсуждение. Определение твердости и трещиностойкости поверхности 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. Величина твердости на участке стабилизации поведения кривой изменяется от 4 до 16 ГПа. при этом на ее начальном участке, который соответствует этапу перехода от нагрузок микротвердости $(F \le 10H)$ 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_{ν} и наоборот – для НК-1 и КК-1 заметное их уменьшение, в то же время для ДЦИ-1 величина твердости остается практически неизменной на достаточно продолжительном диапазоне (5...500 H) действующих нагрузок.



Такой же по характеру поведения участок кривой наблюдается и на диаграмме, отражающей трещиностойкость исследуемых материалов. На рис.2 показано изменение значений K_{1c} на достаточно большом отрезке увеличения длины трещины идентирования. Как и в случае с твердостью материалов, на этой

наглядно прослеживается область (от нуля диаграмме 100 мкм), в которой значения приблизительно, до K_{1c} претерпевают наибольшие изменения, чаще всего это носит ярко выраженный ниспадающий характер. После чего наступает замедление скорости падения значений K_{1c} с последующей, как отмечалось выше, ИХ стабилизацией. Данный участок стабилизации значений на диаграмме, характеризующей изменение величины K_{1c} ОТ длины трещины, является более продолжительным (150...400 мкм) по сравнению с аналогичным участком неизменяемости величины значений кривых твердости, приведенных на рис.1. При дальнейшем увеличении нагрузки, идентирования, как показывают экспериментальные исследования, снова наблюдается падение значений К₁с.



радиальной трещины индентирования

Известно, что эти характеристики взаимосвязаны и, как уже отмечалось, их отношение определяет способность материала противостоять механическим повреждениям его поверхности, а для изделий из керамики это в большинстве случаев является

Поэтому определяющим ИХ разрушение. 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 идентирования) в материале. Обращает на себя внимание участок диаграммы контролируемого увеличения или медленного «подрастания» [14] длины трещины, где, вероятно, уравновешиваются действия механизмов деформирования и идентировании способностью разрушения при материала противостоять их развитию. Для всех исследуемых 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 80...250 мкм.





Вызывает интерес определение значений величины твердости и коэффициента · интенсивности напряжений на участке неизменяемости их отношения на диаграмме повреждаемости поверхности материала. В таблице 2 приведены усредненные значения этих величин при длине трещины 300...360 мкм.

Учитывая же постоянство этих характеристик на достаточно продолжительном, как отмечалось выше, участке медленного 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, упругости модулем И пределом прочности, твердостью, трещиностойкостью исследуемых материалов. Чем выше плотность, тем больше величины модулей упругости и пределов прочности (НК-1 и НК-2, табл. 1,2). 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, но с относительно низкой деформативностью трещиностойкостью И $K_{1a} = 3,6 M \Pi a \cdot m^{1/2}$ имеет довольно невысокий предел прочности $(\sigma^{B} = 357 M\Pi a)$. Нитрид кремния (НК-1) с размером зерен почти в два раза меньшим, чем у КК-1, при практически равных С значениях плотности, НО заметно более высокой деформативностью и более высоким значение К_{1c}, 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 и трещиностойкости, но с почти троекратным превосходством в значениях твердости, (ДЦМ-1) существенно сказывается на повреждаемости такого типа материалов.

Отмечая выше обсуждавшиеся физико-механические характеристики, нельзя не остановиться на особенностях

чиверство освіти і науклі Украни

процессов деформирования и разрушения, происходящих при идентировании изучавшейся керамики. На рис. 4 приведены некоторые характерные виды деформирования и разрушения оксидной (а, б, в, г) и нитридкремниевой (д, е) керамики.

Уср	Габлица 2					
Наименова	Нагрузк	Длина	Длина	Твердость,	K_{1c}	$H \cdot 10^3$
ние	а, Н	полу-	трещ.,	ГПа	1/2	$\frac{1}{1/2}$
матер.		диоганали	MKM		МПа М"-	$K_{1c}M$
		отпечатка				
		, MKM				
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
<u>ДЦМ-1</u>	400	216,3	144,6	4,0	5,5	0,71

В значительной мере отличительные особенности реакции материала на внедрение индентора становятся заметны после повторного полирования его поверхности. Так, для керамики НК-2, содержащую мелкодисперсную стеклофазу, под индентером образуется достаточно глубокая (в десятки раз превышающая глубину самого отпечатка) зона микро-разрушений (рис. 4, е). Однако, для диоксидциркониевой керамики, при нагрузках до 600 Н, видимых изменений под индентором в материале не наблюдается (рис. 4, б). Под действием нагрузок в зоне отпечатка и прилегающей к нему области для такого рода материалов (ДЦМ-1) характерны процессы межфазовых превращений [15,16]. оказывающие заметное влияние на механизмы деформирования и разрушения, а в конечном счете, и на определяемые значения твердости и трещиностойкости (рис. 4, в, г). Говоря об особенностях деформирования, следует отметить, что для этих материалов, применение метода индентирования пирамидой Виккерса с целью определения твердости и особенно коэффициента интенсивности напряжений представляется ограниченным. Поскольку внутренние напряжения, возникающие в материале, способствуют не только межфазовым превращениям и образованию субмакроскопических зерен в зоне индентирования,

Унистерство освіти гнауки України

но и более равномерно перераспределяясь на границе отпечатка, вызывают при этом образование трещин не только и не столько в углах отпечатка, сколько по границам этих субзерен (рис. 4, в, г).

> 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, размеры которой используются при расчетах коэффициента трещиностойкости по полуэмпирической зависимости (1).

> Анализируя особенности поведения кривых повреждаемости (резкие возрастания, убывания на отдельных участках, схематически показанных на рис. 6), можем предположить, что это вызвано различным характером процессов, происходящих в такого рода материалах. 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 углах отпечатка.

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



д) е) Рис.4. Виды отпечатков индентора и трещин в керамике:а, в, д – после

индентирования; б, г, е – после повторного полирования, а,б- частичностбилизированный окисью иттрия диоксидциркония, в,г-частичностабилизированный окисью магния, д,е- нитрид кремния







Рис. 6. Диаграмма повреждаемости керамики при индентировании **Выводы:**

1. 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 [17].

2. Для исследуемых материалов расхождения в значениях K_{1c} , полученных при идентировании на участке стабилизации и при изгибе не превышают (3...5)% для диоксидциркониевой и (8-10)% для нитридкремниевой керамики.

3. 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 данных материалов.

4. Предлагаемая методика и получаемые в ходе исследования данные твердости и трещиностойкости керамики могут использоваться как оценочные характеристики этих материалов при проектировочных расчетах.

Список литературы

- 1. Мильман Ю.В. Зависимость твердости от нагрузки на индентор и твердость при фиксированной диагонали отпечатка// Пробл. прочности. 1990.-№6.-С. 52-56.
- Игнатович С.Р., Закиев И.М., Борисов Д.И., Закиев В.И. Оценка повреждаемости слоя материалов при циклическом нагружении методами наноиндентирования и наносклерометрии // Проблем.прочности. – 2006. - №4. – С. 132 – 139.
- 3. Evans A.G. and Cannon Toughing of brittle solids by mastensitic transformations. / Asta metall. 1986. v. 34- № 5. P. 761 800.
- 4. Laugier M.T. Toughness Determinatio in Ceramics Using Sharp and Blunt Jndentation Technigues// Ceram. Internat. 1989.-№15.-P.323-325.
- Roger L.K. Mamsumoto Evaluation of Fracture toughness determination methods as applied toceria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal// J.Amer.Gram. Soc., 1987.-v.70-№12.-P. 366-368.
- Fischer H. and Marx R. Fracture toughness of dental ceramics: comparison of bending and indentation method // Dental Mater. – 2002. -№1 – P. 112-119.

- Мильман Ю.В. Новые методики микро механических испытаний материалов методом локального нагружения жестким индентором // Соврем. материаловедение XXI век. – Киев: Наук. думка, 1998. – С. 637-655.
- Гогоци Г.А., Галенко В.И., Озерский Г.И. и др. Прямое определение сопротивления керамики разрушению по методу краевого сказывания // завод. лаб. – 2006. № 3. С. 49-53.
- 9. Гогоци Г.А., Галенко В.И., Мудрик С.П. и др. Разрушение стекла при краевом скалывании // Пробл. прочности. 2007. №6. С.103-112.
- Испытательный комплекс для определения механических свойств керамики при комнатной температуре БИКИНТ-2/Г. А. Гогоци, А.П. Волощенко, А.В. Дроздов.-//Киев.-1988.-Информ. письмо № 145.-8С.-АН УССР. Ин-т пробл. прочности.
- 11. Гогоци Г.А., Башта А.В. Исследование керамики при внедрении алмазной пирамиды Виккерса.- пробл. прочности.- 1990.-№9.- 49-54С.
- Ниихара А. Сборник трудов 21-й Конференции по результатам фундаментальных исследований в области керамики// Фуку да.- 1983. – С. 59-66.
- Хори, Сабуро и др.. Влияние отжига на результаты измерения вязкости керамики All₂O₃ с добавкой ZrO₂, проводящихся вдавливанием по Виккерсу. – Еге кекай си// J.Cer.Soc. Jap. 1984. v.92-№5.-Р. 296-297.
- Kwon of Hun, Trogolo J.A. Postindentation slowcrack growth and its effecten mechanical property determinations in zirconia ceramics// 1 st. Int Ceram. Sci and Technol. Congr. Anaheim. Calit. Oct. Ceram. Sci and Technol. Congr. Anaheim. Calit. Oct. 31- № vv. 3. – 1989. Meet. Abstr. – [Culumbus(Ohio)]. 1989 – P. 43.
- Marshall O.B. and Swain M.V. Crack resistance curves in magnesia partially stabilized zireonia / I. Amer. Cer. Soc. 1988. v. 71. - № 6. – P. 399 – 407.
- 16. Гогоци Г.А. Сопротивление керамики разрушению: базовая диаграмма и R-линия // Пробл. прочности. 2006. №3. С. 60-74.
- Гогоци Г. А., Завада В.П., Фесенко А.И. Трещиностойкость керамики на основе диоксида циркония / Деп. в ВИНИТИ. 25.04.89 Г. № 2690 – в-89.

А.В. Башта, Н.І. Штефан, канд. техн. наук, доценти

ДОСЛІДЖЕННЯ МЕХАНІЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК КОНСТРУКЦІЙНОЇ КЕРАМІКИ МЕТОДОМ ІНДЕНТУВАННЯ

Приведені результати випробувань на твердість і тріщиностійкість поверхні матеріалів оксидної і без кисневої кераміки при індентуванні пірамідою Віккерса.

Встановлено для матеріалів наявність на кривих зміни цих характеристик ділянок, де величина і тріщиностійкості практично твердості не Пропонується змінюється. для визначення твердості характеристик i тріщиностійкості матеріалів використовувати крихких криву руйнування, що показує як змінюється величина їх відношення від довжини тріщини індентування.

Відмічено взаємозв'язок указаних характеристик з іншими фізико-механічними властивостями матеріалів, що досліджувались.

A. B. Bashta, N.I.Shtefan, candidate of sciences, senior lecturer

THE MECHANICAL CHARACTERISTICS RESEARCH of CONSTRUCTIONAL CERAMICS by THE INDENTER METHOD

The results of the hardness and crack resistance tests of oxide and without oxygen surfaces of ceramics materials by a diamond-pointed pyramid are given.

Some parts on curve change where the volume of hardness and crack resistance practically does not changing for the investigated materials are established. For crack materials the hardness and crack resistance characteristics definition is offered to use a injury curve, showing their attitude volume by crack length changing.

The interrelation of the specified characteristics with other physical-mechanical properties of researched materials is marked.

Кафелра теоретичної механіки та опору матеріалів

Розрахунково-графічна робота №3 з предмету опір матеріалів

Викланач . Башта с Е

("ry,teura (pyun M-2-2

Ommento M.M.

•

r = r = r = 0.000

Kma 2006