

УДК 621.178.15.

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

МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРОЧНОСТИ ПРИПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ КОНСТРУКЦИОННОЙ КЕРАМИКИ

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 твердості до тріщиностійкості від довжини тріщини індентування.

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 indentировании пирамидой Виккерса и определение особенностей изменения значений ее твердости и трещиностойкости приповерхностных слоев в зависимости от прилагаемой нагрузки.

Методика исследования. Для работы были отобраны (см. таблицу 1) два материала на основе спеченного нитрида кремния с размером зерна 4...10 мкм, полученные по различным

Исследуемые материалы и их физико-механические характеристики Табл. 1

№ п/п	Материал	Индекс мат-ла	Плотност, г/см ³	E _{ср} , ГПа	E _{дин} , ГПа	σ _в , МПа	Предел деформ × 10 ⁻⁴ м/м	Мера хрупкости
1.	Нитрид кремния (Si ₃ N ₄)	НК-1	3,27	325	314	658	20,2	1,0
2.	Нитрид кремния (Si ₃ N ₄)	НК-2	3,29	296	284	531	17,9	1,0
3.	Карбид кремния (SiC)	КК-1	3,24	319	313	357	11,2	1,0
4.	Диоксид циркония (+ 3%Y ₂ O)	ДЦИ-1	6,02	201	222	310	15,4	1,0
5.	Диоксид циркония (+ 2,5%Y ₂ O)	ДЦИ-2	5,79	202	217	272	13,4	1,0

технологиям, один горячепресованный карбид кремния с размером зерен до 20 мкм и два материала на основе диоксида циркония с различным процентным содержанием стабилизирующих добавок оксида иттрия и размером зерен 3...5 мкм.

Известны [6,7] различные методики определения характеристик прочности хрупких конструкционных материалов. Данные исследования проводили на испытательной машине 1958УИ-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].

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

(1)

где a - полу диагональ отпечатка индентора, H_v - твердость материала, c - длина радиальной трещины.

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

$$H_v = 463,6 \cdot F \cdot a^{-2},$$

(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. 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.

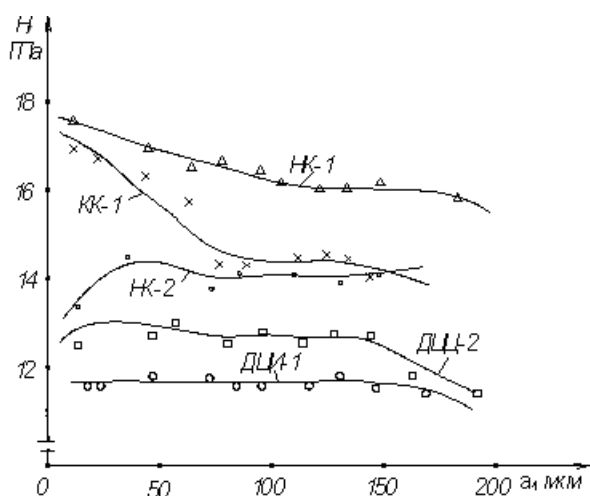


Рис. 1. Зависимость значений твердости от длины диагонали отпечатка индентора

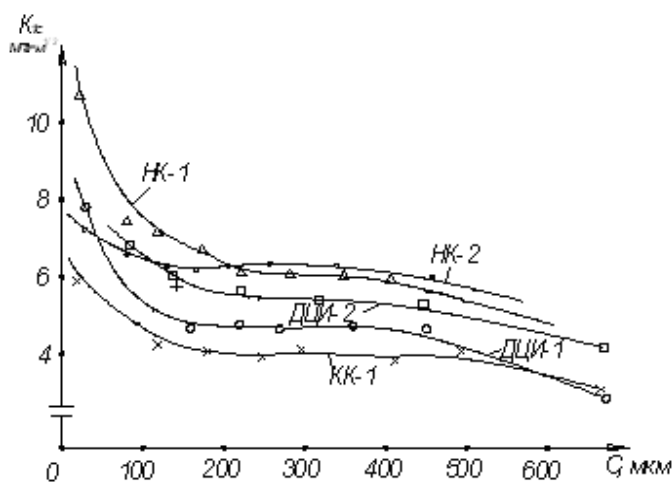
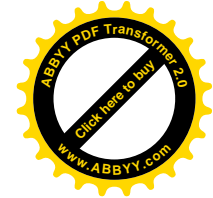


Рис. 2. Зависимость значений K_{Ic} от длины радиальной трещины индентирования



Такой же по характеру поведения участок кривой наблюдается и на диаграмме, отражающей трещиностойкость приповерхностных слоев исследуемых материалов. На рис. 2 показано изменение значений K_{1c} на достаточно большом отрезке увеличения длины трещины indentирования. Как и в случае с твердостью поверхности материалов, на диаграмме трещиностойкости наглядно прослеживается область (от нуля приблизительно, до 150 мкм), в которой значения K_{1c} претерпевают наибольшие изменения. 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, indentирования, 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 indentирования) в материале. Обращает на себя внимание участок диаграммы контролируемого увеличения или равномерного «подрастания» длины трещины, где, вероятно, уравниваются действия механизмов деформирования и разрушения при indentировании способностью материала противостоять их развитию. 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.

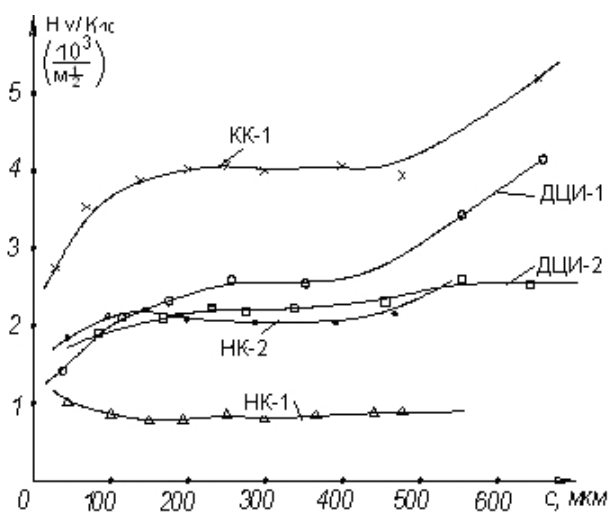


Рис. 3. Изменение кривых характеризующих повреждаемость поверхности керамических материалов при indentировании.

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 200...400 мкм.

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. 1и2). С увеличением размеров зерен или структурных частиц материала, как правило, снижается его трещиностойкость и наблюдается падение предела прочности. Так, карбид кремния (КК-1 см. табл.2) при достаточно высокой плотности, модуле упругости и твердости, имеет относительно низкую деформативность и трещиностойкость ($K_{1c} = 3,6 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$), 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_{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, трещиностойкости, и твердости, не существенно сказывается на его повреждаемости.

Усредненные данные экспериментальных исследований Табл. 2

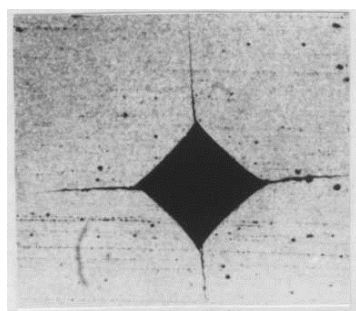
Материал	Нагрузка F, Н	Длина полуэллиптической отпечатка a, мкм	Длина трещины l*, мкм	Твердость Н _V , ГПа	K _{1c} , МПа*м ^{1/2}	H _V /K _{1c} , 10 ³ /м ^{1/2}
НК-1	400	11,2	226,1	15,3	6,1	2,51
НК-2	400	116,8	215,0	13,6	6,2	2,19
КК-1	200	80,8	220,8	14,2	3,6	3,95
ДЦИ-1	300	111,4	237,8	11,3	4,1	2,76
ДЦИ-2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

l* - длина трещины от угла отпечатка (основания) до ее вершины.

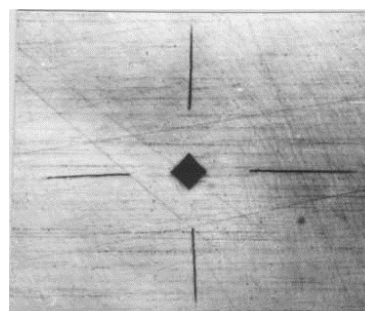
Отмечая выше обсуждавшиеся физико-механические характеристики, нельзя не остановиться на особенностях процессов деформирования и разрушения, происходящих при indentировании изучавшейся керамики. На рис. 4 приведены некоторые характерные виды деформирования и разрушения оксидной (а, б) и нитридкремниевой (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).

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

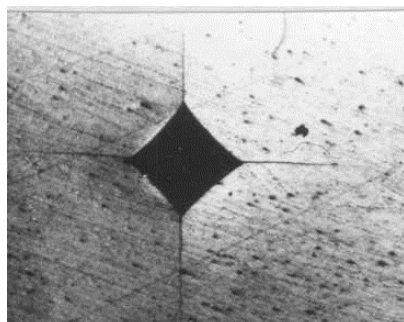


a)

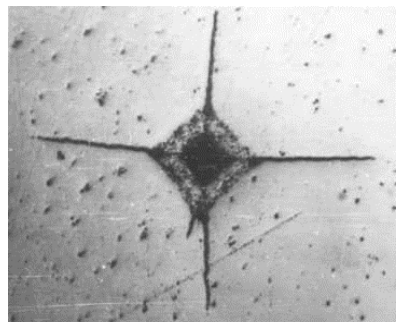


б)

диоксид циркония частично стабилизированный окисью иттрия



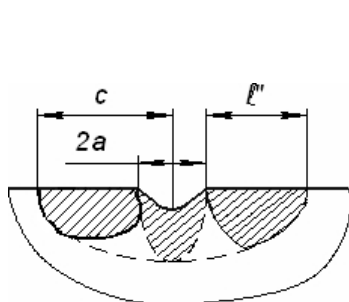
в)



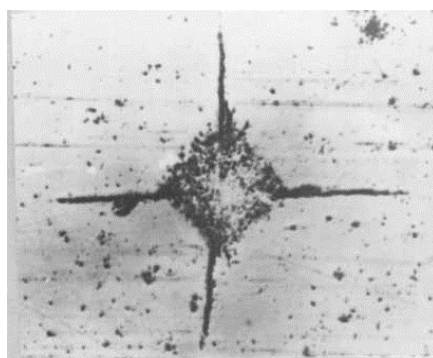
з)

Нитрид кремния

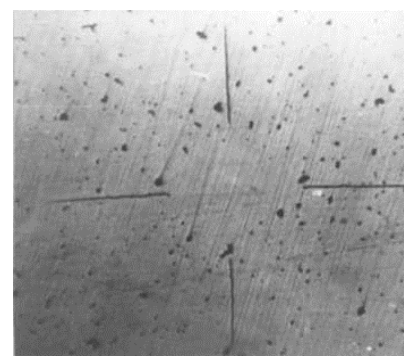
Рис. 4. Характерные виды отпечатков индентора и трещин в керамике: *a, в* – сразу после индентирования; *б, з* – после повторного полирования.



a)



б)



в)

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

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

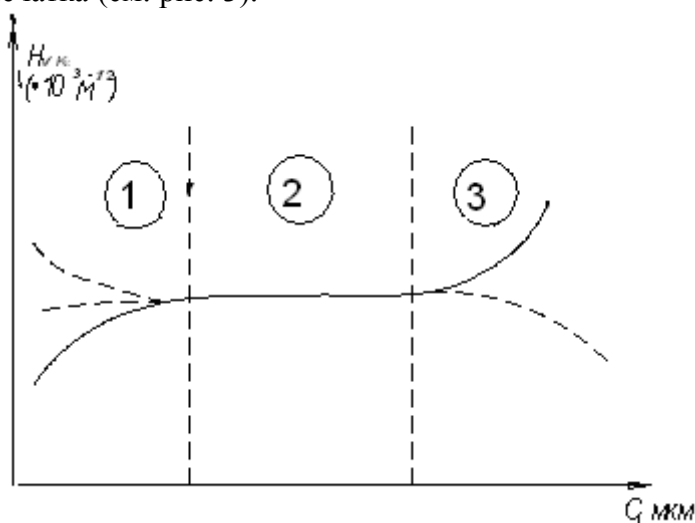


Рис. 6. Диаграмма повреждаемости керамики при indentировании

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.

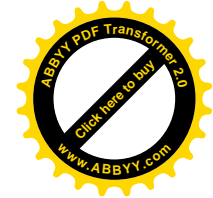
Выводы:

1. Исходя из особенностей деформирования и разрушения исследуемых материалов при indentировании 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).

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

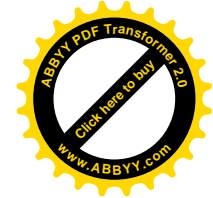
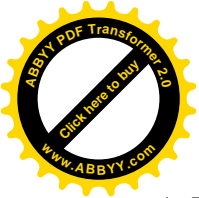
3. Учитывая полученные экспериментальные данные можем, вероятно, предполагать, что определенные на втором участке диаграммы повреждаемости керамики, величины твердости и трещиностойкости поверхности находятся наиболее близко к истинным их значениям для исследованных материалов.

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



Литература

1. Новиков Н.В., Дуб С.Н., Мальцев В.И. Микротвердость и трещиностойкость монокристаллов кубического нитрида бора// Сверхтвердые материалы.-1983.-№5.-С. 16-20 .
2. Мильман Ю.В. Зависимость твердости от нагрузки на индентор и твердость при фиксированной диагонали отпечатка// Пробл. прочности. – 1990.-№6.-С. 52-56.
3. Evans A.G. and Cannon Toughing of brittle solids by martensitic transformations. / *Asta metall.* 1986. v. 34- № 5. P. 761 – 800.
4. Melles W.H. The exact calculation of stressintensity factors in transformation toughened ceramics by means of integral equation / *Int. J. Fract.* 1989, v. 41 – № 1. – P. 1 – 22.
5. Wachtman John B. (Ir). Ceramics and ceramic composites – opportunities and cooperative research modes.//*Defect Prop/ and Process/ High – Technol Nonmetall Mater. Symp., Boston. Mass. Dec/ 2-4. 1985 / -Pittsburgh (Pa). 1986. P.3-14.*
6. Fantazzi G., Orange G., Liang K. Effect of Nonstoichiometry of Fracture Toughness and Hardness of Yttrium Oxide Ceramics.//*J. Amer. Ceram. Soc* 1989.-v.72.-№8.-P. 156-1563.
7. Fischer H. and Marx R. Fracture toughness of dental ceramics: comparison of bending and indentation method // *Dental Mater.* – 2002. - №1 – P. 112 -119.
8. 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.
9. Гогоци Г.А., Башта А.В. Исследование керамики при внедрении алмазной пирамиды Виккерса.- *Пробл. прочности.*- 1990.-№9.- С. 49-54.
10. Ниихара А. Сборник трудов 21-й Конференции по результатам фундаментальных исследований в области керамики// *Фуку да.*- 1983. – С. 59-66.
11. Гогоци Г.А., Галенко В.И., Озерский Г.И. и др. Прямое определение сопротивления керамики разрушению по методу краевого скалывания // *завод. лаб.* – 2006. № 3. С. 49-53.
12. Гогоци Г. А., Завада В.П., Фесенко А.И. Трещиностойкость керамики на основе диоксида циркония / *Деп. в ВИНТИ. 25.04.89 Г. № 2690 – в-89.*



А .В. Башта, канд.техн. наук, доцент

ДОСЛІДЖЕННЯ МЕХАНІЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК КОНСТРУКЦІЙНОЇ КЕРАМІКИ МЕТОДОМ ІНДЕНТУВАННЯ

Приведені результати випробувань на твердість і тріщиностійкість поверхні кераміки при індентуванні пірамідою Віккерса.

Встановлено для оксидної і без кисневої кераміки наявності на кривих зміни цих характеристик ділянок, де величина твердості і тріщиностійкості практично не змінюється. Пропонується для визначення таких характеристик крихких матеріалів використовувати криву руйнування, що показує як змінюється її величина від довжини тріщини індентування.

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

A.V. Bashta, PhD, Sciences, lecturer

RESEARCH of the MECHANICAL CHARACTERISTICS of CONSTRUCTIONAL CERAMICS by a METHOD ИНДЕНТИРОВАНИЯ

The results of tests on hardness and трещиностойкость of a surface of materials оксидной and бескислородной of ceramics are given at индентировании by a pyramid Виккерса.

The presence on curve change of these characteristics of sites is established for the investigated materials, where the size of hardness and трещиностойкости practically does not change. It is offered for definition of hardness and трещиностойкости of the characteristics of a surface of fragile materials to use a curve повреждаемости, showing as the size of the attitude(relation) H_v / K_{1c} .

From length of a crack индентирования changes.

Is marked also close interrelation of the specified characteristics with other физико-mechanical properties of researched materials.