

Исследование керамики при внедрении алмазной пирамиды Виккерса

Приведены результаты испытаний на твердость и трещиностойкость поверхности материалов на основе нитрида кремния и диоксида циркония при индентировании пирамидой Виккерса.

Для исследуемых материалов установлено наличие на кривых изменения этих характеристик участков стабилизации механизмов деформирования и разрушения, а также то, что одной из причин нелинейности диаграмм деформирования является, вероятно, микрорастрескивание стеклофазы и фазовые переходы, происходящие в области отпечатка индентора. При этом определено полуэмпирическое соотношение, наиболее приемлемое для расчета K_{1c} исследуемых конструкционных керамик.

Благодаря успехам, достигнутым в создании конструкционных изделий из керамики, стали актуальными вопросы их неразрушающего контроля, а также поиска методов идентификации материалов, из которых они изготовлены. Представляет интерес для этих целей использовать метод индентирования поверхности изделий, например, применив широко распространенную пирамиду Виккерса. На основании информации, получаемой при изучении отпечатка индентора, можно судить о твердости керамики, трещиностойкости и локальных особенностях разрушения поверхности в этой области. Подобным исследованиям уделяют внимание многие авторы [1—4].

В настоящей работе для исследований выбрано два достаточно характерных (хрупких, линейноупругих) материала — нитридкремниевая и диоксидциркониевая керамики, полученные по современным технологиям. Первая (в дальнейшем Керамика-1*) — спечена при давлении, равном 1000 МПа, вторая (Керамика-2) — горячего изостатического прессования (температура $t=1460^\circ\text{C}$ и давление прессования $p=151$ МПа).

Для большей достоверности определенных экспериментальных данных и более обоснованных выводов параллельно с Керамикой-1 изучали подобные ей Керамику-1а и Керамику-1б. В первой несколько ниже процентное содержание стеклофазы, вторая горячепрессованная, с той же целью выбрана подобная ей по зернистости и составу (диоксид циркония с добавкой 3% оксида иттрия) Керамика-2а, но в отличие от Керамики-1а она получена в окислительной среде и потому имеет почти белый цвет (Керамика-2 темносерая).

Для исследований взята испытательная машина 1958VI-10, на которую был установлен

* Цифры на рисунках соответствуют цифровой и буквенной индексации материалов в тексте.

модернизированный нагружающий автономный блок [5], содержащий захват индентора и двухкоординатный столик. Благодаря использованию универсальной испытательной машины и высокоточной электронной измерительной системы блока для нагружения керамики можно было проводить исследования в широком диапазоне нагрузок, контролируя при этом скорость их приложения, что фактически исключается в серийно выпускаемых твердомерах.

После предварительной обработки и получения заданных размеров исследуемая поверхность образца на шлифовальном оборудовании доводилась до 12-го класса чистоты. Для снятия поверхностных напряжений, возникающих при механической обработке образцов, их выдерживали в зависимости от физико-химических свойств исследуемых материалов, а также от технологии их изготовления, при этом учитывали изложенные рекомендации [6]. Так, образцы из керамики на основе нитрида кремния выдерживали в термокамере при температуре 750°C (близкой к температуре размягчения стеклофазы) в течение 120 мин, а образцы из материалов на основе диоксида циркония — при 1200°C в течение 240 мин. Диапазон прикладываемых к индентору нагрузок выбран с таким расчетом, чтобы, с одной стороны, он частично «перекрывал» нагрузки, применяемые в известном методе микроиндентирования, а с другой — чтобы размеры дефектов (в нашем случае отпечаток и трещину), образующихся при этом, были соизмеримы с теми технологическими или эксплуатационными аномалиями, которые присутствуют в керамике или изделиях из нее.

Итак, испытания выполняли при нагрузках от 5 до 600 Н. Скорость перемещения траверсы испытательной машины составляла 0,05 мм/мин. Для более точного определения характерных размеров отпечатка на каждом уровне нагружения делали от 6 до 12 уколов индентором и статистически обрабатывали результаты. Длину диагоналей отпечатка и трещин, формирующихся в его углах, измеряли на отечественном микроскопе типа МИК-1, обеспечивающем увеличение более 700 раз. Этот же микроскоп использовали и при фотографировании отпечатков (рис. 1, а).

Для расчета показателей твердости и трещиностойкости данные измерений усредняли.

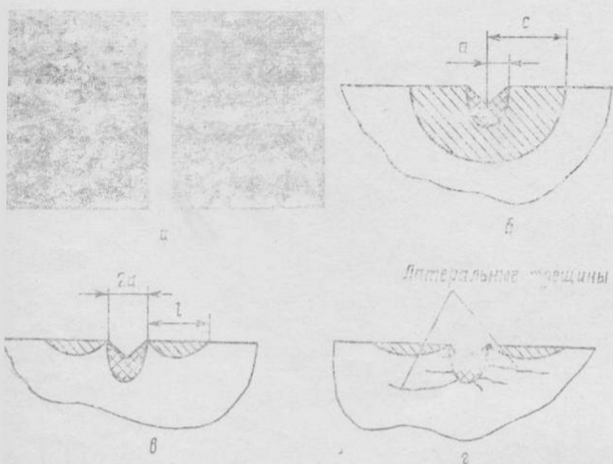


Рис. 1. Характерные виды деформирования и разрушения керамики при индентировании: а — отпечаток индентора и образовавшиеся трещины; б, в, г — геометрия радиальной, алмквиста и латеральных трещин соответственно.

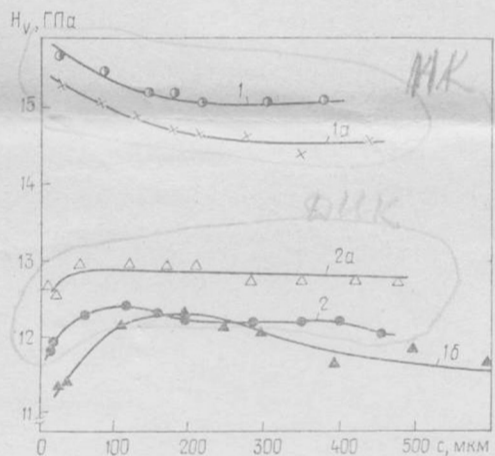


Рис. 2. Диаграммы изменения твердости конструкционной керамики.

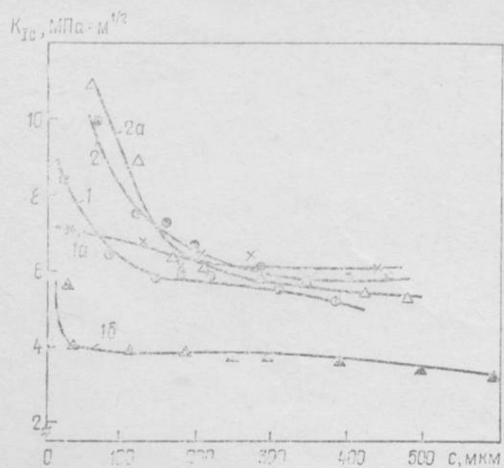


Рис. 3. Диаграммы изменения коэффициента интенсивности напряжений керамики.

Твердость керамики по Виккерсу H_V определяли по формуле [7]

$$H_V = \frac{\alpha P}{a^2}, \quad (1)$$

где $\alpha = 463,6$; P — нагрузка индентирования, H ; a — полудиагональ отпечатка индентора, мкм.

Критический коэффициент интенсивности напряжений рассчитывали по известным зависимостям, учитывающим длину трещин, формирующихся в углах отпечатка индентора. Следует отметить, что при этом виде испытаний возможно образование характерных типов трещин в зоне отпечатка (рис. 1, б—г). Поэтому, определив вначале размеры диагоналей отпечатков и длину трещин, индентированную поверхность повторно полировали: удаляли поверхностные слои материала на глубину 10...50 мкм, что позволяет не только уточнить тип образовавшейся трещины, но и выяснить особенности деформирования и разрушения материала в зоне отпечатка индентора.

Критический коэффициент интенсивности напряжений находили по наиболее подходящей зависимости. Так, при образовании радиальной (срединной) трещины (рис. 1, б) использовали, как правило, полуэмпирическую зависимость Эванса — Чарльза [8]:

$$K_{Ic} = \frac{0,15kH_Va^2}{\Phi c^{3/2}} \quad (2)$$

или Ниихары [9]:

$$K_{Ica} = \frac{0,203H_Va^2}{c^{3/2}}, \quad (3)$$

где Φ — коэффициент стесненности материала; c — длина радиальной трещины; k — коэффициент, учитывающий наличие свободной поверхности.

В случае образования трещины Палмквиста (рис. 1, в) применяли зависимость Ниихары [10]:

$$K_{Ic} = \frac{(0,035H_Va)(E\Phi/H_V)^{0,4}}{\Phi l^{0,5}}, \quad (4)$$

где E — модуль упругости первого рода; l — длина трещины Палмквиста.

Результаты испытаний. на твердость и трещиностойкость поверхности материалов представлены в виде зависимостей их значений или отношения H_V/K_{Ic} от длины трещины, формирующейся в углах отпечатка индентора. Показано также изменение длины самой трещины от величины нагрузки индентирования для исследуемых материалов. Так, рис. 2 иллюстрирует изменение твердости материалов в зависимости от длины трещины при индентировании.

Как видно из рисунка, больше всего изменяется начальный участок кривой, практически

Таблица 1
Некоторые характеристики исследуемой керамики

Материал	Плотность, кг/м ³	Статический модуль упругости, ГПа	Динамический модуль упругости, ГПа	Нагрузка, Н	Предел прочности, МПа	Предельная деформация 10 ⁻⁴ , м/м
Керамика-1	3,29	296	307	1048	520	26,9
Керамика-1а	3,28	293	311	1005	547	19,2
Керамика-1б	3,31	283	287	956	476	16,2
Керамика-2	5,98	200	206	1650	805	40,1
Керамика-2а	5,93	202	205	1670	815	40,4

Примечание. Для всех материалов мера хрупкости равна 1,0.

Таблица 2
Трещиностойкость исследуемых материалов

Материал	Величина K_{Ic} (МПа·м ^{1/2})	
	Индентирование	Изгиб
Керамика-1	5,9	6,0
Керамика-1а	6,1 ... 6,2	6,2
Керамика-1б	3,9 ... 4,1	4,3 ... 4,4
Керамика-2	5,8 ... 5,9	5,8
Керамика-2а	5,4	4,0 ... 4,1

вне зависимости от характера материала (кислородсодержащая или бескислородная керамика). И лишь по достижении определенной величины действующей на индентор нагрузки, а соответственно и образующейся при этом длины трещины, устанавливается достаточно продолжительный участок поведения кривой, на котором она почти параллельна оси абсцисс. Так, для материалов на основе нитрида кремния (Керамика-1, Керамика-1а) этот участок начинается при длине трещины, равной 150 ... 160 мкм, что соответствует нагрузке на индентор в 120 ... 140 Н, для Керамики-1б — при длине трещины 100 мкм ($P=50$ Н), а для кислородсодержащих Керамики-2, Керамики-2а — при длине трещины 50 ... 60 мкм ($P=50 ... 70$ Н). Продолжительность же участка стабилизации значений твердости для исследуемых материалов различна.

Аналогично по характеру поведение и изменение такой характеристики материала, как трещиностойкость его поверхности (рис. 3): неустойчивость на начальном этапе деформирования и разрушения (как правило, это участок довольно резкого падения абсолютных значений коэффициента интенсивности напряжений (КИН), затем участок достаточно стабильных значений и при последующем увеличении нагрузки на индентор отмечается снижение величины K_{Ic} . При этом необходимо подчеркнуть тот факт, что, по мнению некоторых авторов

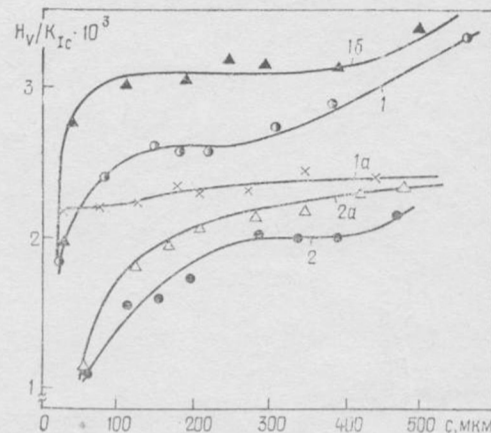


Рис. 4. Зависимость повреждаемости керамики от длины трещины при индентировании.

[11, 12], определяемые свойства непосредственно отражают способность материала противостоять повреждаемости его поверхности. Оценивают эти свойства в процессе одного и того же испытания и, как показывает анализ экспериментальных данных, твердость и трещиностойкость — взаимозависимые характеристики керамики. Таким образом, представляет интерес рассмотреть зависимость изменения отношения H_V/K_{Ic} (характеризующего в определенной мере повреждаемость поверхности материала) от длины трещины индентирования.

На рис. 4 показана такая зависимость при увеличении длины трещины от 20 ... 25 до 500 ... 550 мкм. Как и ранее, для исследуемых материалов прослеживается резкое изменение этих зависимостей в начальный период, нагружения и образования трещин. Затем наблюдается относительно небольшой участок стабилизации и последующий участок, как правило, резкого ее возрастания.

Следовательно, полученные результаты достаточно наглядно иллюстрируют возможность применения предлагаемой методики для оценки твердости и трещиностойкости керамики. С другой стороны, имея в виду информативность данных исследований, необходимо отметить, что даже для таких близких по своим прочностным характеристикам (табл. 1) материалов на этих рисунках хорошо видны отличительные особенности в их поведении. Например, наличие участка стабилизации на кривой повреждаемости образцов из Керамики-2 (рис. 4) позволяет предположить, что значения твердости и КИН в этом интервале, вероятно, наиболее близки к истинным для данного материала.

Сопоставляя величину K_{Ic} на этом участке с полученной для такой же керамики методом выращивания острой трещины при изгибе балочки с надрезом по описанной методике [13], видим, что расхождение между ними не превышает 2 ... 3 % (табл. 2). Для материала Ке-

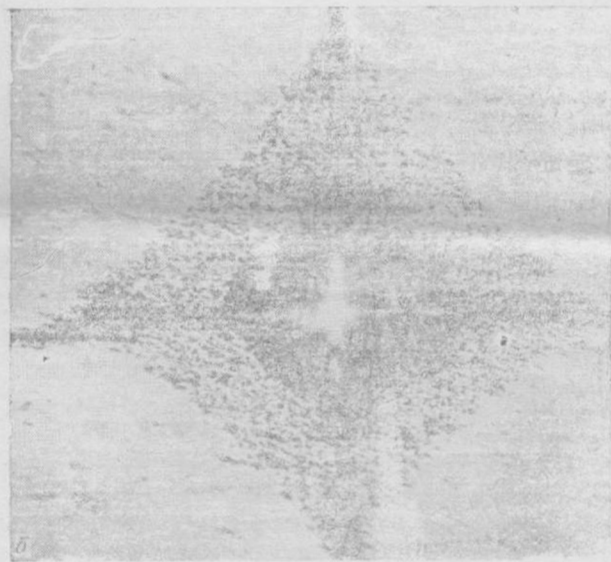
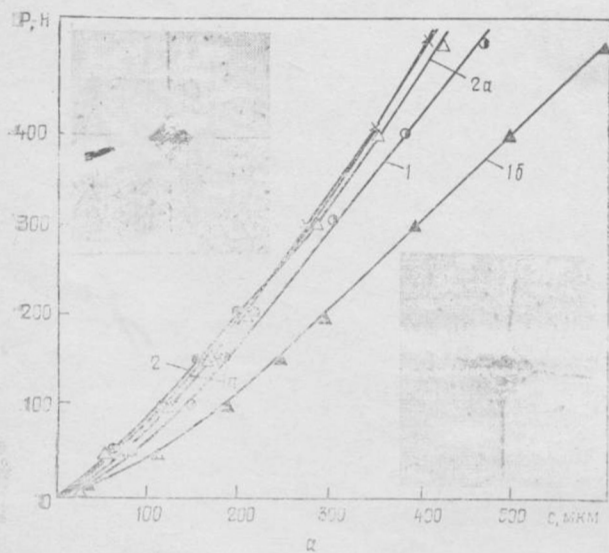


Рис. 5. Диаграммы деформирования и характерный вид трещины при индентировании (а), а также микроразрушения в области отпечатка индентора керамики на основе нитрида кремния (б).

рамика-2а такой участок отсутствует (рис. 4). Нет его и на кривой изменения коэффициента интенсивности напряжений (рис. 3). Следовательно, величина K_{Ic} , по всей вероятности, находится ниже значения $5,4 \text{ ППа} \cdot \text{м}^{1/2}$, полученного при нагрузке, равной 600 Н, и длине трещины около 500 мкм.

Как показали данные определения критического коэффициента интенсивности напряжений методом выращивания острой трещины в пределах 1000...2000 мкм при изгибе балочки, величина K_{Ic} стабилизировалась на уровне 4,0...4,1 МПа·м^{1/2}. Ранее уже отмечалось, что материалы Керамика-1 и Керамика-1а отличаются друг от друга лишь деформативностью (табл. 1). Однако их твердость (рис. 2), а значит, и повреждаемость (рис. 4) заметно раз-

нятся между собой. Если поведение кривых изменения твердости аналогично для обоих материалов и различаются только их абсолютные величины, то для кривых изменения повреждаемости характерна разница в поведении и их абсолютных значениях в соответствующих точках.

Для Керамики-1, процентное содержание мелкодисперсной (10...15 мкм) стеклофазы которой после спекания при температуре 1850 °С составляет 14,3 по сравнению с 11,3 % в Керамике-1а, более резко проявляется нестабильность начального участка кривой (рис. 4), связанная с процессом деформирования здесь транскристаллитной трещины. Менее продолжителен и участок кривой, где уравнивается взаимодействие механизмов деформирования и разрушения, а также механизмов сопротивления материала этим явлением. В этой керамике, так же как в Керамике-1б, интенсивнее зарождаются и развиваются с выходом на поверхность (разрушения отпечатка индентора, (рис. 1, а) латеральные трещины, что сопровождается повторным изломом и, как указано выше, резким возрастанием кривой (рис. 4). Это, по-видимому, позволяет установить верхнюю границу увеличения нагрузки индентирования для данного материала.

Таким образом, анализ поведения зависимостей изменения твердости и трещиностойкости исследуемой керамики от величин нагрузки индентирования подтверждает, что существование участков кривых, на которых отношение этих величин почти неизменно, при увеличивающейся длине транскристаллитной трещины, связано, вероятно, с наблюдающимся относительно устойчивым равновесием между действующими механизмами деформирования и разрушения, а также способностью материала противостоять их развитию. Следовательно, можно предположить, что определяемые на этом интервале нагрузки (характер поведения кривых при откладывании по оси абсцисс величин, действующих на индентор нагрузок, практически не отличается) или развития трещины данные характеристики находятся наиболее близко к истинным их значениям для исследуемых материалов.

Обсуждение результатов. Важность вопроса определения трещиностойкости конструкционной керамики при индентировании обнаружилась в связи с появлением в печати работ Эванса, Лауна, Свэйна и других авторов [14—18] о принципах деформирования и разрушения хрупких материалов, а также полученных при этом экспериментальных результатах. Так, установлено [14], что увеличение длины трещины c для стекла пропорционально возрастанию нагрузки $p^{2/3}$. В дальнейшем этими авторами и в других исследованиях по определению коэффициента трещиностойкости хрупких материалов

11, 19] была теоретически обоснована и экспериментально подтверждена необходимость распространения анализа размерностей механического разрушения с упругого режима на упруго-пластический.

Однако, как свидетельствуют экспериментальные данные, полученные на современных керамических материалах, наличие нелинейно-нелинейных диаграмм деформирования не всегда связано с существованием пластичности. На рис. 5, а показано изменение характерных (для определения коэффициента интенсивности напряжений при индентировании) размеров длин трещин в зависимости от величины действующей нагрузки. Как видно, эти зависимости носят выраженный нелинейный характер. Если природа появления нелинейности диаграмм деформирования у них различна. Например, для керамики на основе нитрида кремния появление ее, вероятнее всего, обусловлено образованием под индентором зоны микроразрушения (рис. 5, б) присутствующей в материалодисперсной стеклофазы. Глубина зоны трещин в десятки раз больше глубины отпечатка индентора.

Таким образом, по мере роста нагрузки индентирования увеличивается и зона разрушения материала, поглощая значительную часть полевой энергии нагружения. Особенно это заметно на начальном этапе индентирования, когда еще не сформировались транскристаллические трещины в диагональных углах отпечатка и деформирование материала происходит в основном вследствие образования микротрещин. В результате чего нарушается сплошность структуры в этой области.

В материалах Керамика-2, Керамика-2а по мере зон микрорастрескивания не наблюдается. Однако, как известно, под действием нагрузки на индентор в зоне отпечатка для материала на основе частично стабилизированного диоксида циркония характерны процессы межфазных превращений. На их существование и происходящие при этом деформации было указано в ряде работ [20—22]. Такие процессы, с большой вероятностью, если сравнить с микрорастворением в керамике на основе Si_3N_4 заходят не только тонкие приповерхностные слои образца вокруг отпечатка [23], но и до глубинной зоны материала под индентором.

Известные изменения в исследуемых материалах являются, по-видимому, одной из основных причин той нелинейности диаграмм деформирования, которая, как видно из рис. 5, а, характерна для большинства из них.

С другой стороны, такие характеристики материала, как модуль упругости первого рода (модуль Юнга), коэффициент Пуассона, коэффициент трения, и др., полученные для исход-

ного состояния структуры и входящие в коэффициент стесненности Φ [24], используемый в большинстве полуэмпирических зависимостей при вычислении коэффициента трещиностойкости, могут при этом вносить существенные погрешности в его определение. Так, по результатам анализа [25] установленных зависимостей $K_{Ic} = f(c)$ для частично стабилизированного диоксида циркония при индентировании значения K_{Ic} различаются почти на 60 %.

Следует также отметить, что в материалах на основе нитрида кремния, так же как и на основе частично стабилизированного диоксида циркония, на всем интервале нагружения образуются трещины Палмквиста (рис. 5, а). Однако с учетом вышеизложенного для определения коэффициента интенсивности напряжений исследуемых материалов оказалось более приемлемо использовать зависимость (3), предложенную Ниихарой.

Сопоставление данных, полученных по указанной методике расчета, с величинами K_{Ic} , найденными для этих же материалов методом изгиба балочки с «острой трещиной» [13], показало достаточно близкую сходимость результатов (табл. 2), в то время как для зависимостей (2) и (4) расхождение значений K_{Ic} в некоторых точках кривых достигает 16...20 %. Отмечено [23, 26] хорошее соответствие результатов, определенных с помощью соотношения (3) для материалов на основе Al_2O_3 с упрочняющей добавкой ZrO_2 , и полученных другими методами. Поэтому применение полуэмпирического соотношения (3) Ниихара с целью нахождения коэффициентов интенсивности напряжений аналогичных материалов более целесообразно по сравнению с другими методами.

Выводы

1. Установлены зависимости изменения характеристик твердости и трещиностойкости поверхности от величин нагрузки индентирования для двух типов керамических материалов, полученных по современным технологиям.

2. Обнаружено наличие участка стабилизации (горизонтальный участок на кривых изменения соотношения характеристик H_v/K_{Ic}) механизмов деформирования и разрушения керамики при индентировании.

3. Определено, что одной из причин нелинейности диаграмм деформирования исследуемых материалов является образование глубинных зон микрорастрескивания и фазовых превращений в области отпечатка индентора.

4. По результатам проведенных исследований установлено, что для определения коэффициента трещиностойкости поверхности такого типа керамических материалов наиболее приемлемо полуэмпирическое соотношение Ниихара.

Summary

Results are given after studies of materials on the silicon nitride and zirconium dioxide base for their surface hardness and crack resistance using Vickers pyramid indentation. The materials in question are found to have, in curves for these characteristics variations, sections of strain and failure mechanism stabilization. It is also shown that one of strain diagram nonlinearity causes, probably, lies in microcracking of the glass phase and phase transitions occurring in the indentation area. Moreover, a semiempirical relationship is determined which is the most acceptable for calculation of K_{Ic} for structural ceramics studied.

1. Evans A. G. Fracture mechanic determinations // Fracture mechanics of ceramics.— N. Y.: Plenum, 1974.— Vol. 1.— 17 p.
2. Charkaborty D., Mukerji J. Indentation. Induced cracks in Hot-Pressed Si_3N_4 // Indian J. Technol.— 1982.— 20.— P. 361—365.
3. Lawn B. R., Marshall D. B., Dabbs T. P. C Fatigue strength of glass. A controlled flaw study // Strength Inorg. Glass: Proc. NATO Adv. Res Workshop, Algarve (March 21—25, 1983).— N. Y.; London, 1985.— P. 249—259.
4. Lankford J. Indentation microfracture in the palmavist crack regime: implications for fracture toughness evaluation by the indentation method // J. Mater. Sci. Let.— 1982.— 1.— P. 493—495.
5. Испытательный комплекс для определения механических свойств керамики при комнатной температуре БИКИНТ-2 / Г. А. Гогопи, А. П. Волощенко, А. В. Дроздов и др.— Киев, 1988.— 8 с. Информ. письмо / Ин-т пробл. прочности АН УССР. № 145.
6. Soga N., Shiona T. Crack growth and phase transformation in partially stabilized zirconia // J. Soc. Mater. Sci. Jap.— 1986.— 35, N 388.— P. 59—65.
7. Binner J. G. P., Stevens R. The measurement of toughness by indentation // J. Brit. Ceram. Soc.— 1984.— 83, N 6.— P. 168—172.
8. Evans A. G., Charles E. A. Fracture toughness determinations by indentation // J. Amer. Ceram. Soc.— 1976.— 59, N 7.— P. 371—372.
9. Нийхара А. Сб. тр. 21-й конф. по результатам фундаментальных исследований в области керамики.— Фукуда, 1983.— С. 59—66.
10. Niihara K., Morena K., Hasselman D. P. H. Evaluation of K_{Ic} of brittle solids by the indentation method with low cracktoindentations // J. Mater. Sci. Let.— 1982.— 1.— P. 13—16.
11. Lawn B. R., Marshall D. B. Indentation fracture and strength degradation in ceramics // Fracture mechanics ceramics (Plenum Publishing Corporation).— 1978.— 3.— P. 205—209.
12. Marshall D. B., Lawn B. R. Hardness toughness and brittleness: an indentation analysis // J. Amer. Ceram. Soc.— 1979.— 62, N 7—8.— P. 347—350.
13. Трещиностойкость керамики на основе диоксида циркония / Г. А. Гогопи, В. П. Завада, А. И. Фесенко, В. И. Галенко.— Киев, 1989.— 16 с.— Деп. в ВИНТИ 25.04.89. № 2690-B89.
14. Lawn B. R., Wilshaw T. R. Indentation fracture: principles and application // J. Mater. Sci.— 1975.— 10, N 7.— P. 1049—1081.
15. Lawn B. R., Fuller E. R. Equilibrium penny-like cracks in indentation fracture // Ibid.— 10, N 7.— P. 2016—2024.
16. Klags R. H., Review of stress intensity factors for surface and internal cracks // Structures and Materials Report 343, Department of Supply, Australian Defence Scientific Service Aeronautical Research Laboratories.— 1973.— April.— P. 58—61.
17. Evans A. G., Wilshaw T. R. Quasi-static solid particle damage in brittle solids // Acta Metal.— 1976.— 24, N 10.— P. 939—956.
18. Swain M. V., Hagan J. T. Indentation plasticity and the ensuing fracture of glass // J. of Physics.— 1986.— 9, N 15.— P. 2201—2214.
19. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: J. Direct Crack. Measurements / G. R. Austis, P. Chatikul, B. R. Lawn, D. B. Marshall // J. Amer. Ceram. Soc.— 1981.— 64, N 9.— P. 533—538.
20. Нукума К., Сагада М. Прочность, вязкость разрушения и виккерсовая твердость тетрагональных поликристаллов ZrO_2 , стабилизированных CeO_2 (Ce—ТЦП) // J. Mater. Sci.— 1985.— 20, N 4.— P. 1178—1184.
21. Marshall D. B., Swain M. V. Crack resistance curves in magnesium-partially-stabilized zirconia // J. Amer. Ceram. Soc.— 1988.— 71, N 6.— P. 399—407.
22. Hannink R. H. J., Swain M. V. A mode of deformation on partially stabilised zirconia // J. Mater. Sci.— 1981.— 16, N 5.— P. 1428—1431.
23. Хори С. и др. Влияние отжига на результаты измерений вязкости керамики Al_2O_3 с добавкой ZrO_2 , проводящихся вдавливанием по Виккерсу // Еге кекай си; J. Ceram. Soc. Jap.— 1984.— 92, № 5.— P. 296—297.
24. March D. M. Plastic flow in glass // Proc. Phys. Soc.— 1964.— 279, N 1378.— P. 420—435.
25. Roger L. K. Matsumoto evaluation of fracture toughness determination methods as applied to ceria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal // J. Amer. Ceram. Soc.— 1987.— 70, N 12.— P. 366—368.
26. Lange F. F. Transformation toughening. Part 4. Fabrication, fracture toughness and strength of Al_2O_3 — ZrO_2 composites // J. Mater. Sci.— 1982.— 17.— P. 247—254.

Ин-т пробл. прочности АН УССР

Поступила 20.03.90