

УДК 621.178.15.

А .В. Башта, канд.техн. наук НУХТ, Киев

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТВЕРДОСТИ И ТРЕЩИНОСТОЙКОСТИ КОНСТРУКЦИЙ КЕРАМИКИ МЕТОДОМ ИНДЕНТИРОВАНИЯ

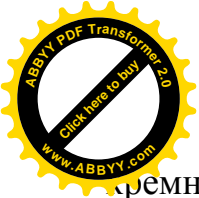
*Приведены результаты испытаний на твердость и трещиностойкость поверхности образцов оксидной и бескислородной керамики при индентировании пирамидой Виккерса. По результатам исследований, предлагается для характеристик повреждаемости поверхности хрупких материалов использовать кривую повреждаемости, показывающую 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 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 (1,2,3,4,5), так и за рубежом (6,7,8,9,10). 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 (11, 12).

**Цель работы.** Комплексное исследование механического поведения керамики при индентировании пирамидой Виккерса и определение особенностей изменения значений ее твердости и трещиностойкости 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 технологиям, один горячепрессованный карбид



ремния с размером зерен до 20 мкм и три на основе диоксида циркония с различным процентным содержанием стабилизирующих добавок оксидов иттрия и магния. При этом размер зерен частично стабилизированного оксидом иттрия  $ZrO_2$  составлял 3...5 мкм, а оксидом магния – соответственно – 20...25 мкм.

Известны 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 (16), снабженного алмазным индентором Виккерса. Более подробно методика испытаний описана в работе (17).

Исследуемые материалы и их физико-механические характеристики

**Таблица 1**

№ № п/п	Наименование Материала	Индекс мат-а	Плотность, г/см <sup>3</sup>	Статич модуль упруг. ГПа	Динам модуль упруг. ГПа	Предел прочн. МПа	Предел деформ $\times 10^{-4}$ м/м	Мера хрупкости
1.	(Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> )	НК-1	3,27	325	314	658	20,2	1,0
2.	(Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> )	НК-2	3,29	296	284	531	17,9	1,0
3	(SiC)	КК-1	3,24	319	313	357	11,2	1,0
4.	(ZrO <sub>2</sub> +3%Y <sub>2</sub> O)	ДЦИ-1	6,02	201	222	310	15,4	1,0
5.	(ZrO <sub>2</sub> +2,5%Y <sub>2</sub> O)	ДЦИ-2	5,79	202	217	272	13,4	1,0
6.	(ZrO <sub>2</sub> +6%MgO)	ДЦМ-1	4,80	141	153	174	15,7	0,71

Определение коэффициента интенсивности напряжений (1) осуществляли по полу эмпирической зависимости Ниихары (18), как наиболее соответствующей для такого рода материалов (19,20)

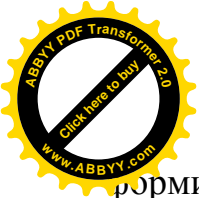
$$K_{Ic} = 0,203a^2 \cdot H_v \cdot c^{-3/2}, \quad (1)$$

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):

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

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 ( $P \leq 10H$ ) к твердости ( $P > 10H$ ), 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, в то же время для ДЦИ-1 величина твердости остается практически неизменной на достаточно продолжительном диапазоне (5...500 Н) действующих нагрузок.

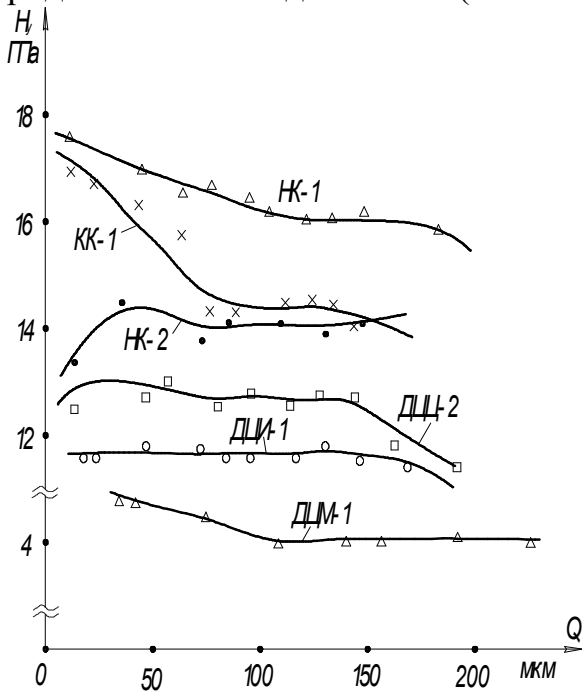


Рис. 1 Зависимость значений твердости от длины диагонали отпечатка индентора

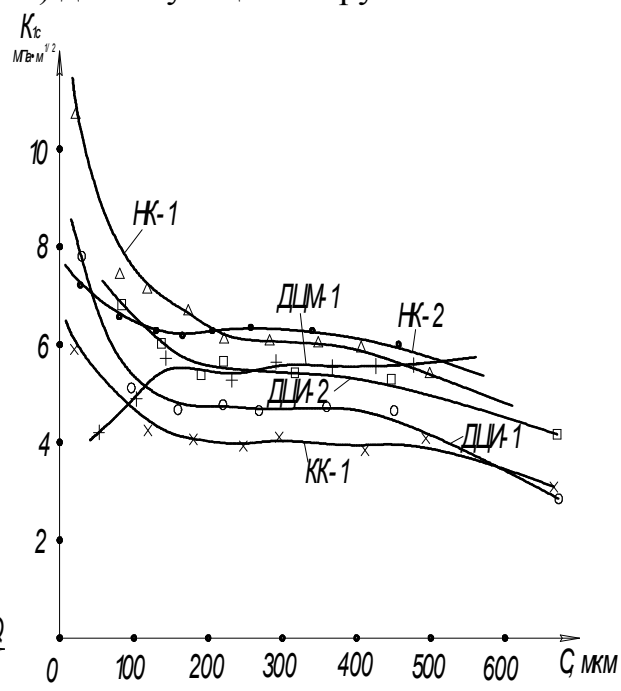


Рис. 2. Зависимость значений  $K_{1c}$  от длины радиальной трещины индентирования

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 индентирования. Как и в случае с твердостью материалов, на этой диаграмме наглядно прослеживается область (от нуля приблизительно, до 100 мкм), в которой значения  $K_{1c}$  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

равнению 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, 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 определяющим их разрушение. 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 медленного «подростания» (21) длины трещины, где, вероятно, уравниваются действия механизмов деформирования и разрушения при-indentировании способностью 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 подростания длины трещины, вероятно, следует предположить наиболее близкое соответствие полученных значений твердости и трещиностойкости истинным величинам исследуемых материалов.

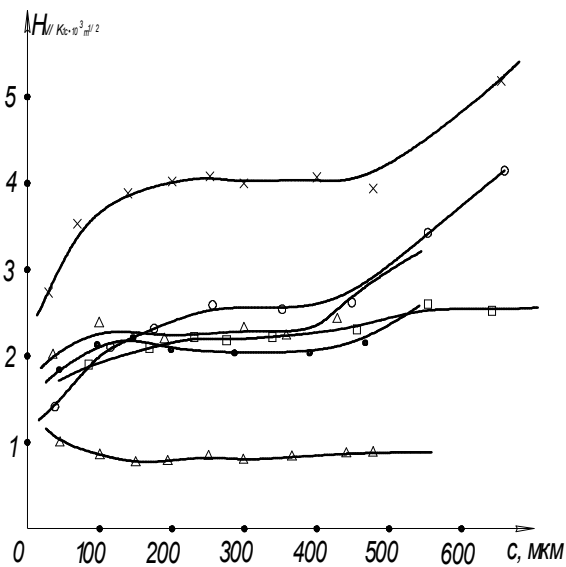
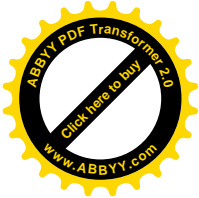
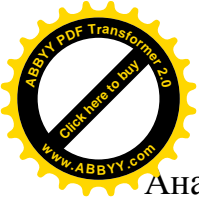


Рис. 3 Изменение кривых, характеризующих повреждаемость поверхности керамических материалов при-indentировании



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, предела 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.) при достаточно высокой плотности, модуле упругости и твердости, но с относительно низкой деформативностью и трещиностойкостью  $K_{1c} = 3,6 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$  имеет довольно невысокий предел прочности ( $\sigma^B = 357 \text{ МПа}$ ). Нитрид кремния (НК-1) с размером зерен почти в два раза меньшим, чем у КК-1, при практически равных значениях плотности, но с заметно более высокой деформативностью и более высоким значение  $K_{1c}$ , 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 и трещиностойкости, но с почти троекратным превосходством в значениях твердости, (ДЦМ-1) существенно сказывается на повреждаемости такого типа материалов.

Усредненные данные экспериментальных исследований

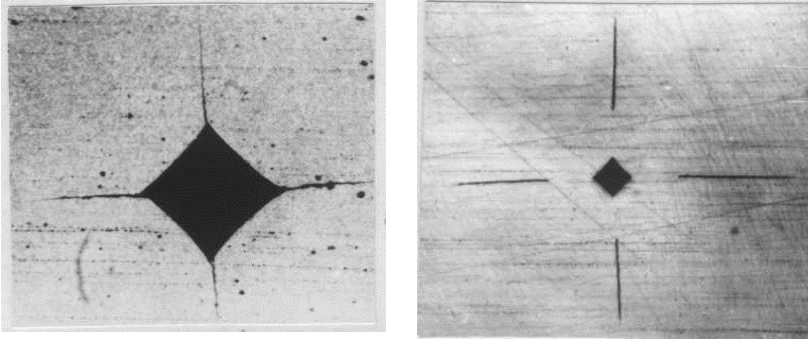
Таблица 2

Наименование материала	Нагрузка Р, Н	Длина полу-диагонали отпечатка А, мкм	Длина трещины, мкм $l^*$	Твердость Н, ГПа	$K_{1c}$ МПа $\cdot \text{м}^{1/2}$	$\frac{H_v \cdot 10^3}{K_{1c} \text{м}^{1/2}}$
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
ДЦМ- 1	400	216,3	144,6	4,0	5,5	0,71

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

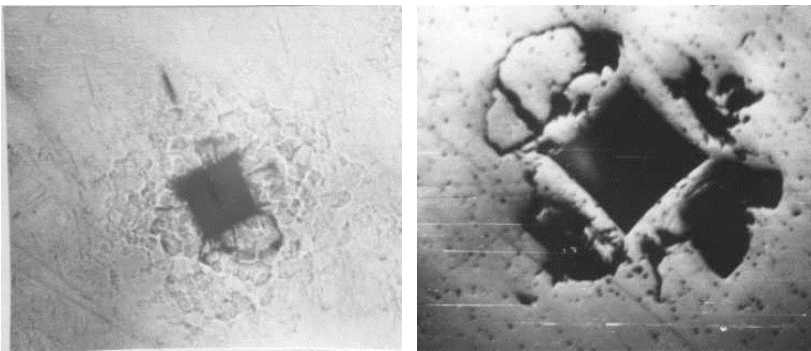
Отмечая выше обсуждавшиеся физико-механические характеристики, нельзя не остановиться на особенностях процессов деформирования и разрушения, происходящих при идентифицировании изучавшейся керамики. На

Рис. 4 приведены некоторые характерные виды деформирования и разрушения

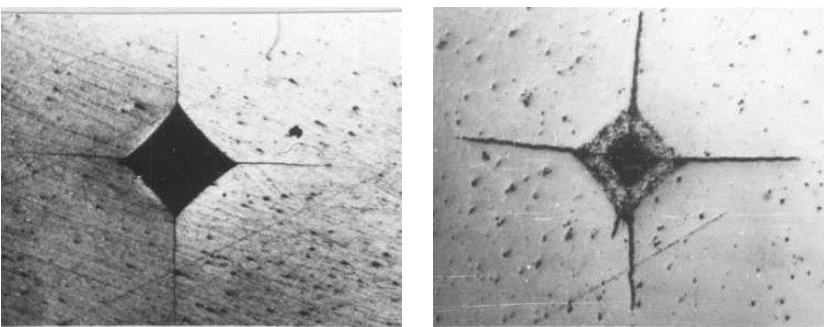


оксидной (а, б, в, г) и нитридкремниевой ( д, е) керамики. В значительной мере отличительные особенности реакции материала на

а) б)  
частичностабилизированный окисью иттрия диоксид циркония



в) г)  
частичностабилизированный окисью магния диоксид циркония

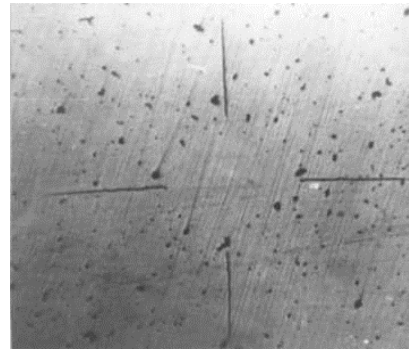
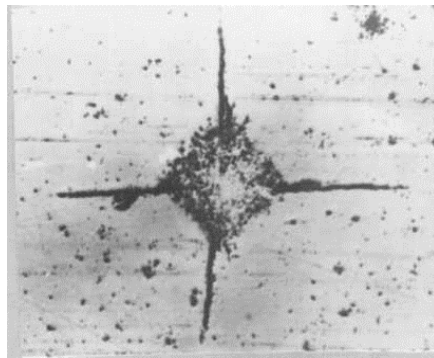
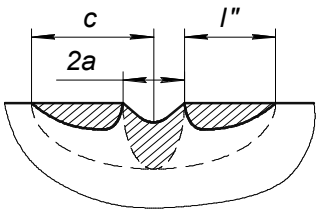


д) е)  
Нитрид кремния

Рис. 4. Характерные виды отпечатков индентора и трещин в керамике: а, в, д – сразу после индентирования; б, г, е – после повторного полирования.

внедрение индентора становятся заметны после повторного полирования его поверхности. Так, для керамики НК-2, содержащей мелкодисперсную

стеклофазу, под индентором образуется достаточно глубинная (в десятки раз превышающая глубину самого отпечатка) зона микроразрушений (рис. 4, е). В



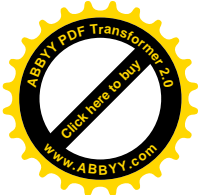
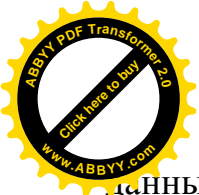
то время как для диоксидциркониевой керамики, при нагрузках до 600 Н, видимых изменений под индентором в материале не наблюдается (рис. 4, б). Однако, и это неоднократно отмечалось в литературе (22, 23, 24), под действием нагрузок в зоне отпечатка и прилегающей к нему области для такого рода материалов ДЦМ-1 характерны процессы межфазовых превращений, оказывающие заметное влияние на механизмы деформирования и разрушения, а в конечном счете, и на определяемые значения твердости и трещиностойкости (рис. 4, д, е).

Говоря об особенностях деформирования следует отметить, что существуют материалы, как, например, TS-grade (диоксид циркония частично стабилизированный оксидом магния), для которых 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 субмикроскопических зерен в зоне индентирования, 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 индентором, 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, здесь 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.





данным альтернативных методов, в частности, метода «выращивания» острой трещины в балочке при чистом изгибе (25).

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

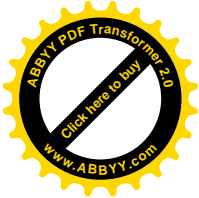
3. Учитывая полученные экспериментальные данные можем, вероятно, предполагать, что определенные на втором участке диаграммы повреждаемости керамики, величины твердости и трещиностойкости поверхности находятся наиболее близко к истинным их значениям для данных материалов.

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

Приведені результати випробувань на твердість і тріщиностійкість поверхні матеріалів оксидної і без кисневої кераміки при індентуванні пірамідою Віккерса. Встановлено для матеріалів наявності на кривих зміни цих характеристик ділянок, де величина твердості і тріщиностійкості практично не змінюється. пропонується для характеристик руйнівності поверхні крихких матеріалів використовувати криву руйнування, що показує як змінюється величина відношення індентування. Відмічено також тісний взаємозв'язок указаних характеристик з іншими фізико-механічними властивостями матеріалів, що досліджувались.

## Литература

1. Новиков Н.В., Дуб С.Н., Мальцев В.И. Микротвердость и трещиностойкость моно кристаллов кубического нитрида бора// Сверхтвердые материалы.-1983.-№5.-С. 16-20 .
2. Барашков Г.А., Бердников В.Ф., Нешпор В.С. Микромеханические характеристики керамики  $Al_2O_3-TiN$ , полученной в камере высокого давления// Порошк. металлургия.-1987.-№3.-С. 88-91.
3. Колесников Ю. В., Морозов Е.М. Механика контактного разрушения. –М.: Наука. Гл. ред. физ.-мат. лит.-1989.-224С.
4. Мильман Ю.В. Зависимость твердости от нагрузки на индентор и твердость при фиксированной диагонали отпечатка// Пробл. прочности. – 1990.-№6.-С. 52-56.
5. Игнатович С.Р., Закиев И.М., Борисов Д.И., Закиев В.И. Оценка повреждаемости слоя материалов при циклическом нагружении методами



индентирования и наносклерометрии // Проблем.прочности. – 2006. - №4. – С.132 – 139.

6. Evans A.G. and Cannon Toughing of brittle solids by martensitic transformations. / *Asta metall.* 1986. v. 34- № 5. p. 761 – 800.

7. Melles W.H. The exact calculation of stress intensity factors in transformation toughened ceramics by means of integral equation / *Int. J. Fract.* 1989, v. 41 – № 1. – P. 1 – 22.

8. 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.*

9. 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.

10. Laugier M.T. Toughness Determination in Ceramics Using Sharp and Blunt Indentation Techniques// *Ceram. Internat.* 1989.-№15.-P.323-325.

11. Roger L.K. Muramatsu Evaluation of Fracture toughness determination methods as applied to ceria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal// *J.Amer.Ceram. Soc.*, 1987.-v.70-№12.-P. 366-368.

12. Fischer H. and Marx R. Fracture toughness of dental ceramics^ comparison of bending and indentation method // *Dental Mater.* – 2002. - №1 – P. 112-119.

13. 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.

14. 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.

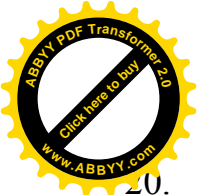
15. Гогоци Г.А., Галенко В.И., Мудрик С.П. и др. Разрушение стекла при краевом скалывании // *Пробл. прочности.* – 2007. №6. – С.103-112.

16. 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.

17. Гогоци Г.А., Башта А.В. Исследование керамики при внедрении алмазной пирамиды Виккерса.- *пробл. прочности.- 1990.-№9.- 49-54С.*

18. Ниихара А. Сборник трудов 21-й Конференции по результатам фундаментальных исследований в области керамики// *Фуку да.- 1983. – С. 59-66.*

19. Bull By S. J., Page T.F. and Yobbe E.H. An explanation of the indentation size effect in ceramics// *Philosophical Magazine Letters.* 1989.-v.59.-№6.-P.281-288.



20. Хори, Сабуро и др.. Влияние отжига на результаты измерения вязкости керамики  $Al_2O_3$  с добавкой  $ZrO_2$ , проводящихся вдавливанием по Виккерсу. – Еге кекай си// J.Cer.Soc. Jap. 1984. v.92- №5.-P. 296-297.
21. 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.
22. Hannick R.H.J. and Swain M.V. A mode of deformation in partially stabilised zirconia / I. Mater. Sci. 1981. v. 16. - № 5. – P. 1428 – 1431.
23. Marshall O.B. and Swain M.V. Crack resistance curves in magnesia – partially stabilized zirconia / I. Amer. Cer. Soc. 1988. v. 71. - № 6. – P. 399 – 407.
24. Гогоци Г.А. Сопротивление керамики разрушению: базовая диаграмма и R-линия // Пробл. прочности. – 2006. №3. С. 60-74.
25. 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.

### Подписи под рисунками

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

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

Рис. 3. Изменение кривых, характеризующих повреждаемость поверхности керамических материалов при индентировании.

Рис. 4. Характерные виды отпечатков индентора и трещин в керамике:

а, в, д – сразу после индентирования;

б, г, е – после повторного полирования.

Рис. 5. Схема и виды деформирования и разрушения:

а – схематизированное изображение отпечатка и образующихся трещин Палмквиста;

вид зоны разрушения после повторного полирования поверхности индентирования;

б – материал на основе  $Si_3N_4$ ;

в – материал на основе  $ZrO_2$ .

Рис. 6. Схематизированное изображение кривой повреждаемости керамики при индентировании.