

Разрушение керамики различными коническими инденторами: скалывание кромки образца

Г. А. Гогоци

Институт проблем прочности им. Г. С. Писаренко НАН Украины, Киев, Украина
gogotsi@ipp.kiev.ua

Впервые механические испытания по определению сопротивления керамики разрушению при скалывании прямоугольных кромок образцов выполнены с помощью конических алмазных инденторов с радиусом закругления разрушающей вершины 11...800 мкм. В экспериментах использовали упругую нитридкремниевую керамику Si_3N_4 и неупругую диоксидциркониевую керамику TS, для которой характерен фазовый переход при разрушении, в качестве сравнительного материала использовали стекло. Показано, что сопротивление разрушению этих материалов возрастает в одинаковой мере при применении вышеуказанных инденторов. Шрамы сколов, образующиеся на кромках образцов керамики Si_3N_4 , фактически не отличаются от формирующихся при испытаниях стекол (могут быть псевдоконической, ногтеобразной и произвольной формы). При увеличении радиуса закругления разрушающей вершины индентора возросло количество сколов псевдоконической формы, чего не наблюдается при испытаниях керамики TS. Выяснено, что сравнительные оценки сопротивления керамики разрушению, выполненные с помощью метода скалывания кромки образца различными разрушающими инструментами, являются необоснованными.

Ключевые слова: скалывание кромки образца, индентирование, разрушение, керамика, вязкость (сопротивление) скалывания, трещиностойкость, шрам скола, механические испытания.

Введение. Интерес к оценкам сопротивления хрупких материалов разрушению возник уже в далекой древности, когда из обладающих лучшим сопротивлением скалыванию вулканических стекол (обсидианов) начали изготавливать инструменты и оружие [1]. В настоящее время при определении сопротивления керамики и стекол разрушению сравнительно широко используются механические испытания, предусматривающие скалывание прямоугольной кромки образцов с помощью индентора Роквелла [2, 3]. Этот метод обеспечивает малый расход материалов и простой в реализации. Наиболее известны две его версии, которые условно можно именовать “академическая” [2] и “упрощенная” [4]. Для проведения испытаний согласно первой из них требуется дорогостоящая специализированная испытательная установка, обеспечивающая прицельное внедрение разрушающего индентора в задаваемую точку на прямоугольной кромке испытуемого образца. Эта точка выбирается с помощью перемещающегося микроскопа, что обеспечивает измерение расстояния d , которое логично называть расстоянием скалывания (рис. 1). При применении второй версии достаточно обычной испытательной машины, снабженной несложным приспособлением для горизонтального микроперемещения испытуемого образца. В этом случае точка внедрения индентора в кромку образца выбирается визуально с помощью лупы. Расстояние от края разрушаемой кромки образца до крайней точки образовавшегося шрама скола на его поверхности логично называть расстоянием разрушения (l^* , рис. 1), которое определяют с помощью микроскопа после завершения эксперимента. Эта

* С помощью фотоснимков шрамов сколов, образовавшихся на образце в направлении индентирования, возможно определение величин d по значениям l , что является важной особенностью такого метода испытаний [1] при получении данных, необходимых для аналитических исследований в этом направлении, например, [5].

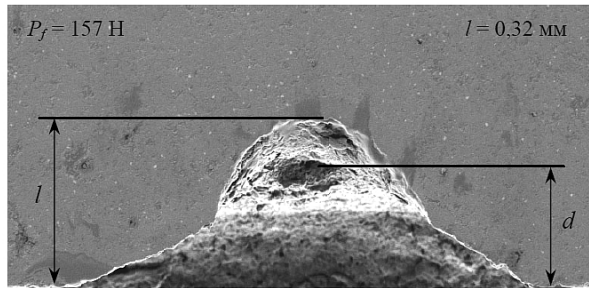


Рис. 1. Стереоскопический снимок шрама скола на кромке образца нитридикремниевой керамики, полученного с помощью индентора Роквелла ($P_f = 157$ Н, $l = 0,32$ мм).

версия обладает преимуществом выполнения таких работ в обычной механической лаборатории.

Авторами метода испытаний [2] в качестве критерия сопротивления хрупких материалов разрушению при таких условиях их силового нагружения предложено отношение разрушающей нагрузки на индентор P_f к расстоянию скальвания d , который именуется вязкость скальвания E_t . В отличие от этого, ранее [4] при таких испытаниях в качестве критерия разрушения предлагалось применение величины

сопротивления разрушению, определяемой как $F_R = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{P_{f_i}}{l_i}$, где P_f – разрушающая

нагрузка; l_i – расстояние разрушения; n – количество экспериментальных точек. Заметим, что этот критерий без ссылки на публикацию [4] был включен в стандарт CEN [6], при этом расстояние разрушения l было заменено расстоянием скальвания d .

Рассматриваемый метод механических испытаний сравнительно новый, но благодаря простоте использования и небольшому расходу материала, он привлекает широкое внимание. Однако при этих испытаниях также предлагается использовать такие отличающиеся друг от друга разрушающие инструменты, как алмазный скребок [7]**, различные шары [8] и другие, без обоснования их пригодности. В подобных случаях в зоне контакта разрушающего инструмента и испытуемого материала наблюдается различное распределение разрушающих напряжений и деформаций, а также может иметь место значительно отличающаяся по величине концентрация действующих напряжений. Следовательно, экспериментальные данные, полученные при использовании различных разрушающих инструментов, могут быть непригодными для достоверных сравнительных оценок сопротивления керамики разрушению. Однако этот факт обычно не учитывают.

Первой попыткой определения влияния вида скальвающего инструмента на величину сопротивления разрушению такого хрупкого материала, как стекло, при обсуждаемом механическом нагружении явилось исследование [3]. В этом исследовании в качестве разрушающих инструментов использовали не только стандартный алмазный конический индентор Роквелла (радиус разрушающей вершины равен 200 мкм), но и уникальные конические алмазные инденторы с таким же углом конуса, но с отличающимися радиусами закругления разрушающих вершин ($R = 11\text{--}800$ мкм), что обеспечивает различное удельное давление в зоне контакта индентора и разрушаемого материала. Настоящее исследование может рассматриваться как его продолжение, при выполнении которого изучалось сопротивление разрушению керамики при таких же режимах локального механического нагружения.

** Основанием для такого использования алмазного скребка является его сравнительно низкая стоимость.

Методика испытаний и исследуемая керамика. Для настоящего исследования была выбрана изучавшаяся ранее [9] керамика, экспериментальные точки которой располагаются в различных зонах классификационной диаграммы для стекол и керамики по особенностям их сопротивления разрушению [10]. Были использованы образцы плотной упругой нитридикремниевой керамики, изготовленной в Японии и предназначенной для двигателестроения, а также неупругой диоксидциркониевой керамики TS, частично стабилизированной оксидом магния (типа керамической стали [11]), изготовленной в Австралии и используемой в различных областях техники. Керамика TS характеризуется тетрагонально-моноклинным фазовым переходом с локальным увеличением ее объема, за счет чего поглощается упругая энергия, накопленная в ней к моменту начала разрушения.

Образцами, как всегда при таких экспериментах, служили полированные до зеркального блеска прямоугольные балки с поперечным сечением 3×4 мм, радиус закругления кромок которых не превышал 12 мкм.

Методика испытаний описана в [3]. На универсальной испытательной машине устанавливался автономный испытательный блок Ceram Test (Gobog LTD, Украина), а образцы приклеивались к фотографическим стеклам, крепившимся на двухкоординатном микрометрическом столике этого блока. Кромки образцов разрушались коническими алмазными инденторами с радиусами закругления разрушающей вершины 11, 100, 200, 400 и 800 мкм и с таким же углом конуса, как у стандартного индентора Роквелла. Эти инденторы были изготовлены и паспортизованы фирмой Gilmore Diamond Tools, Inc. (USA), мировым лидером в производстве высокоточных алмазных инструментов. Из-за невозможности изготовления алмазных индентров с большими радиусами закругления вершин в качестве разрушающего инструмента был также использован стальной шарик из шарикоподшипника с радиусом 2000 мкм.

Как и ранее [3], испытания проводили в два этапа. На первом скалывали кромки образцов, точки внедрения инденторов в их поверхность выбирали визуально с помощью лупы. На втором этапе с использованием микроскопа BX51M Olympus (программа QuickPhoto Micro 2.3) фотографировали и анализировали шрамы сколов, образовавшиеся на кромках образцов при их разрушении. Полученные экспериментальные результаты (как и в [3]) использовали при определении величин вязкости скалывания E_t .

Результаты и их обсуждение. Сопротивление изучавшейся керамики разрушению (как и в [3]) определяли вышеуказанными алмазными инденторами, затем оценили особенности ее сопротивления разрушению с помощью стального шарика радиусом 2000 мкм (рис. 2). Сравнительные исследования выполняли на образцах обычного стекла [3], с использованием такого же стального шарика определяли его сопротивление разрушению.

При анализе результатов проведенных экспериментов рассмотрены более детально данные, полученные при скалывании кромок образцов нитридикремниевой керамики Si_3N_4 , а также фотографии характерных шрамов сколов, сформировавшихся при ее испытаниях. Заметим, что только шрамы сколов, сформировавшиеся на кромках испытуемых образцов в направлении, перпендикулярном направлению перемещения разрушающего индентора (боковая поверхность образца), значительно отличаются по форме (рис. 1 и 3). Сколы такой формы формировались при разрушении кромок образцов всеми коническими инденторами, применявшимися в экспериментах. При этом количество шрамов скола псевдоконической формы возросло с увеличением радиуса закругления вершины разрушающего индентора (рис. 4). При использовании индентора с радиусом закругления разрушающей вершины 100 мкм и при сравнительно небольших усилиях его нагружения процесс скалывания кромки образца был менее интенсивным, и благодаря этому были случаи, когда образовавшийся скол не отрывался от кромки образца (рис. 5). При сравнении рассматриваемых

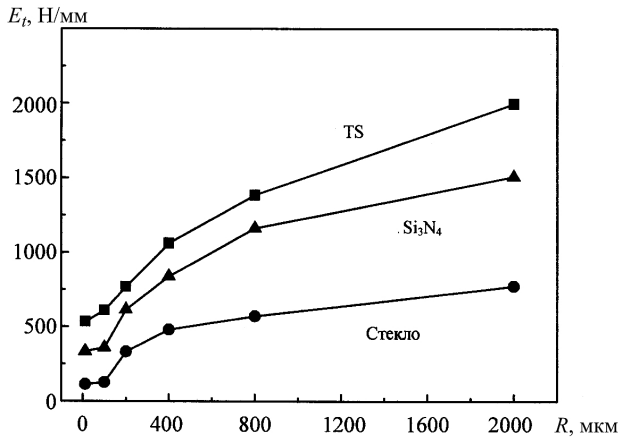


Рис. 2. Зависимость значений вязкости скалывания исследованных хрупких материалов от радиуса закругления разрушающего инструмента: диоксидциркониевая керамика (■), нитридкремниевая керамика (▲) и стекло (●).

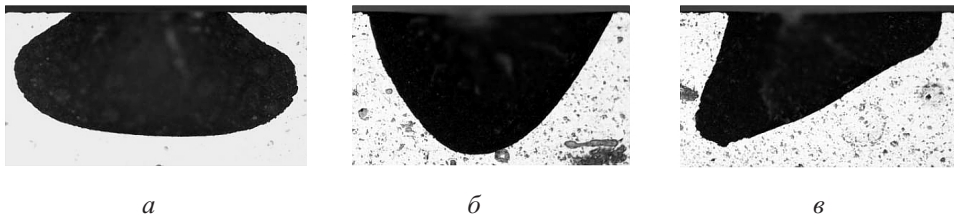


Рис. 3. Шрамы сколов на боковых поверхностях образцов нитридкремниевой керамики, сформировавшиеся при их скалывании индентором с радиусом закругления разрушающей вершины 100 мкм: а – псевдоконическая форма; б – ногтеобразная; в – произвольная.

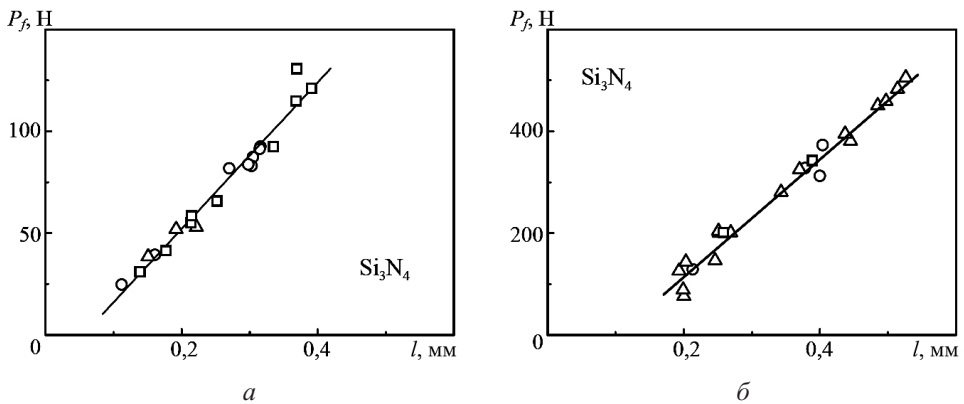


Рис. 4. Зависимость разрушающей нагрузки на индентор P_f от расстояния разрушения l при скалывании кромок образцов нитридкремниевой керамики инденторами с радиусами закругления разрушающих вершин 100 мкм (а) и 800 мкм (б): Δ – псевдоконическая форма; \square – ногтеобразная; \circ – произвольная.

шрамов сколов со шрамами сколов, сформировавшихся на кромках образцов стекол [3], обнаруживается их некоторое сходство. Значительно отличающимися оказались только некоторые шрамы сколов на боковых поверхностях образцов, сформировав-

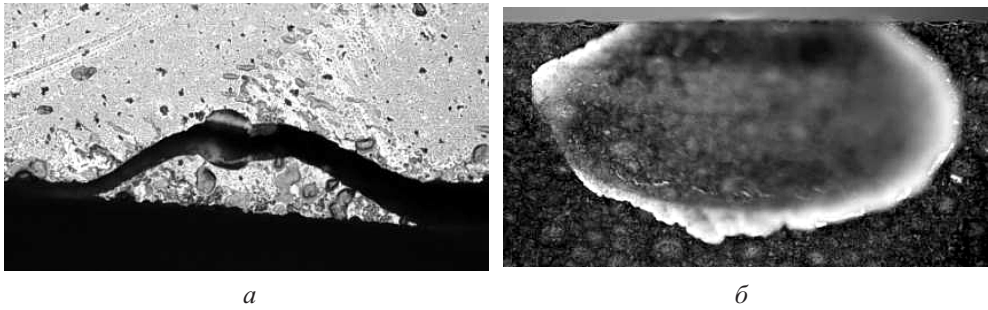


Рис. 5. Скол, не отделившийся от кромки образца нитридкремниевой керамики ($R = 100$ мкм, $P_f = 35$ Н, $l = 0,157$ мм): *a* – вид в направлении индентирования; *б* – вид сбоку.

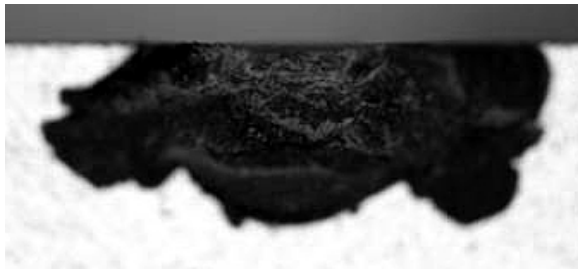


Рис. 6. Скол на образце нитридкремниевой керамики, образовавшийся при его скалывании шариком радиусом 2000 мкм ($P_f = 433$ Н, $l = 0,465$ мм).

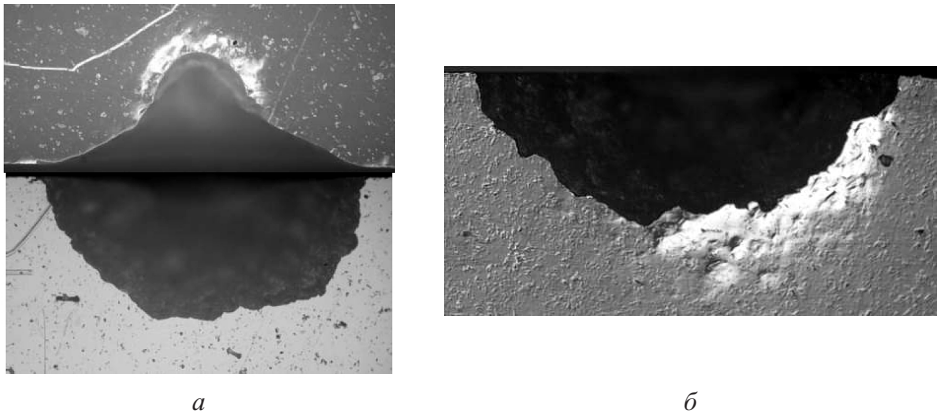


Рис. 7. Шрамы скола на кромке образца диоксидциркониевой керамики TS, сформировавшиеся при нагрузке 270 Н ($l = 0,44$ мм) на шарик радиусом 2000 мкм (*a*) и при нагрузке 469 Н ($l = 0,443$ мм) на индентор с радиусом закругления разрушающей вершины 800 мкм (*б*).

шиеся при использовании в экспериментах стального шарика радиусом 2000 мкм (рис. 6). В первом приближении можно предположить, что этот эффект обусловлен существенным различием между модулями упругости материалов шариков и индентора. Точное объяснение такого эффекта требует дополнительных исследований.

Значительно различаются сколы, сформировавшиеся на боковой поверхности образцов диоксидциркониевой керамики (рис. 7, *a*). Они в определенной степени близки к ранее рассмотренным шрамам сколов ногтеобразной формы. Однако в зонах внедрения инденторов на поверхностях образцов керамики видны следы фазового перехода. Различие в формах рассматриваемых шрамов сколов не было обнаружено при скалывании кромок образцов этой керамики с помощью всех инденторов, исполь-

зованных в экспериментах. При сравнительно больших нагрузках на разрушающий индентор следы фазового перехода также наблюдались для шрамов сколов, сформированных на боковых поверхностях образцов (рис. 7,б). Возможно, именно благодаря фазовому переходу в процессе разрушения кромок образцов керамики регистрировалось большее сопротивление разрушению, чем наблюдавшееся, например, у нитридкремниевой керамики (рис. 1). Как видно из рис. 1, все полученные зависимости вязкость скалывания E_f – радиус закругления вершины разрушающего индентора R принципиально не отличаются одна от другой. Однако в случае использования конического индентора с радиусом закругления разрушающей вершины 11 мкм эта зависимость для керамики Si_3N_4 представляется подобной таковой для стекла.

Заключение. Впервые изучено поведение керамических материалов при скалывании кромок образцов коническими инденторами с различным радиусом закругления разрушающей вершины и установлена значительная неоднозначность оценок сопротивления разрушению в этих случаях. Это свидетельствует о необоснованности использования различных разрушающих инструментов при сравнительных оценках трещиностойкости керамики, особенно предназначенной для ответственных медицинских и технических применений. Поэтому, вероятно, необходимо широкое обсуждение результатов исследований в рассматриваемом научном направлении, для чего желательно провести международное совещание по проблеме практического применения метода механических испытаний, которым предусматривается скалывание кромок образцов хрупких материалов. Целесообразно также обсудить проблему разработки нового стандарта на испытание керамики (например, стандарта ISO). Это обусловлено тем, что единственный известный стандарт (утвержден CEN [6]) подготовлен неудовлетворительно и, вероятно, поэтому почти нет опубликованной информации о его применении в исследованиях, связанных с оценкой механического поведения керамических материалов.

Автор благодарит В. И. Галенко за техническую помощь в проведении исследования.

Резюме

Вперше механічні випробування по визначенню опору кераміки руйнуванню при сколюванні прямокутних кромок зразків виконано за допомогою конічних алмазних інденторів із радіусом закруглення руйнівної вершини 11...800 мкм. В експериментах використовували пружну нітридкремнієву кераміку Si_3N_4 та непружну діоксидцирконієву кераміку TS, для якої характерним є фазовий перехід при руйнуванні, як порівняльний матеріал служило скло. Показано, що опір руйнуванню цих матеріалів збільшується однаково при використанні вищевказаних інденторів. Шрами відколів, що виникають на кромках зразків кераміки Si_3N_4 , фактично не відрізняються від тих, що формуються при випробуваннях скла (форма може бути псевдоконічною, нігтеподібною і довільною). При збільшенні радіуса закруглення руйнівної вершини виросла кількість сколів псевдоконічної форми. При випробуваннях кераміки TS цього не відмічається. Показано, що порівняльні оцінки опору кераміки руйнуванню, виконані за допомогою методу сколювання кромки зразка з використанням різних руйнівних інструментів, є неправомірними.

1. *Almond E. and McCormick N.* Constant geometry edge flaking of brittle materials // *Nature*. – 1986. – **321**. – P. 53–55.
2. *McCormick N. and Almond E.* Edge flaking of brittle materials // *J. Hard Mater.* – 1990. – **1**. – P. 25–51.

3. Гогоци Г. А., Галенко В. И. Сопротивление стекол скалыванию при использовании различных конических инденторов и барьер сопротивления началу разрушения // Пробл. прочности. – 2016. – № 3. – С. 35–42.
4. Гогоци Г. А. Сопротивление керамики разрушению: базовая диаграмма и R-линия // Там же. – 2006. – № 3. – С. 60–74.
5. *Batanova O. A., Gogotsi G. A., and Matvienko Yu. G.* Numerical modeling edge chipping tests of ceramics // Eng. Fract. Mech. – 2014. – **132**. – P. 38–47.
6. *CEN/TS 843-9.* Advanced Technical Ceramics – Mechanical Properties of Monolithic Ceramics at Room Temperature – Part 9: Method of Test for Edge-Chip Resistance. – Brussels: CEN, 2010.
7. *Quinn G. D., Giuseppetti A. A., and Hoffman K. H.* Chipping fracture resistance of dental CAD/CAM restorative materials: Part I – Procedures and results // Dental Mater. – 2014. – **30**. – P. 99–111.
8. *Mohajerani A. and Spelt J. K.* Edge chipping of borosilicate glass by blunt indentation // Mech. Mater. – 2010. – **42**. – P. 1064–1080.
9. *Gogotsi G. A.* Edge chipping resistance of ceramics: Problems of test method // J. Adv. Ceram. – 2013. – **2**. – P. 370–377.
10. *Gogotsi G. A.* Classification of ceramics and glass (edge chipping and fracture toughness) // Ceram. Int. – 2014. – **40**. – P. 5591–5596.
11. *Garvie R. C., Hannink R. H. J., and Pascoe R. T.* Ceramic steel? // Nature. – 1975. – **258**. – P. 703–704.

Поступила 01. 07. 2016