

## Определение критического коэффициента интенсивности напряжений стекла в условиях упругого контакта методом динамического индентирования

А. П. Крень

Институт прикладной физики НАН Беларуси, Минск, Беларусь

*Проанализирована возможность определения трещиностойкости в условиях упругого контакта при динамическом внедрении индентора. Предложены методики оценки критического коэффициента интенсивности напряжений по параметрам образующихся трещин и непосредственно на основании кривой контактное усилие–глубина внедрения при динамическом вдавливании.*

**Ключевые слова:** стекло, трещиностойкость, индентирование, упругий контакт.

Контроль вязкости разрушения (трещиностойкости) хрупких материалов (стекло, керамика и др.) представляет собой актуальную и непростую задачу. Прежде всего это обусловлено тем, что стандартные методы контроля [1, 2] и методики измерений, предложенные в последнее время [3, 4], довольно сложно реализовать. Трудности возникают как при изготовлении образцов для проведения испытаний, так и при создании непосредственно трещины. Поэтому для контроля широко используется метод оценки трещиностойкости по результатам измерения размеров радиальных трещин, образующихся в материале при статическом индентировании [5]. В качестве основного инструмента используется твердомер Виккерса с алмазным четырехгранным наконечником, так называемый indentation fracture (IF) method [6, 7]. IF-метод применяется в отечественной и зарубежной практике, однако и он обладает рядом недостатков, основными из которых являются точность определения размеров трещин на оптически непрозрачных материалах [8] и громоздкость оборудования, что не позволяет проводить контроль непосредственно на объекте. В то же время стекло и керамика широко используются в различных отраслях промышленности: аэрокосмической, автомобилестроении, строительстве и др. Исходя из этого актуальным является разработка метода, который позволил бы быстро оценить вязкость разрушения с помощью простой и доступной аппаратуры.

Значительно большими возможностями по сравнению с IF-методом обладает динамическое индентирование, которое может быть реализовано с регистрацией всего процесса вдавливания индентора [9]. Применение этого метода, безусловно, обладает рядом преимуществ при оценке трещиностойкости хрупких материалов. Следует указать на различие в характере деформирования, которое может наблюдаться при внедрении инденторов с разными скоростью и радиусом закругления. Так, согласно [10] при внедрении в стекло плоского штампа или сферического индентора с большим радиусом кривизны характер разрушения преимущественно хрупкий, при вдавливании

пирамиды, конуса или сферического индентора с малым радиусом кривизны характер разрушения усложняется, поскольку значительная часть энергии затрачивается на пластическое деформирование. Критический радиус индентора [11] определяет границу, после которой контролирующим фактором поведения материала при вдавливании является твердость  $H$ . При увеличении радиуса индентора разрушение определяется трещиностойкостью материала, которая может характеризоваться критическим коэффициентом интенсивности напряжений (КИН)  $K_{Ic}$ . При этом гарантированным условием герцевского разрушения является повышение скорости нагружения. Данные положения свидетельствуют о том, что более оптимальным для оценки трещиностойкости представляется создание условия хрупкого разрушения (ударное вдавливание) во избежание влияния дополнительных факторов.

Для проверки выдвинутых предположений проведены эксперименты по динамическому вдавливанию индентора в силикатные стекла на специальной установке «Импульс», разработанной в Институте прикладной физики НАН Беларуси [9]. Установка (рис. 1) состоит из термостатированной камеры, в которой смонтирован механизм перемещения индентора и установлен столик для закрепления образца. Постоянная температура всех объектов камеры поддерживается с помощью термостата, который включает несколько термодатчиков, нагреватели, охладитель и вентиляторы. Механизм перемещения обеспечивает разгон и возврат индентора в исходное положение по окончании процесса соударения. Скорость индентора измеряется магнито-индукционным датчиком. Придание индентору импульса определенной величины осуществляется посредством системы электромагнитов, создающих ускоряющие или тормозящие его магнитные поля. Данные о скорости индентора поступают на блок считывания измерительной информации и обрабатываются с использованием ПЭВМ-2.

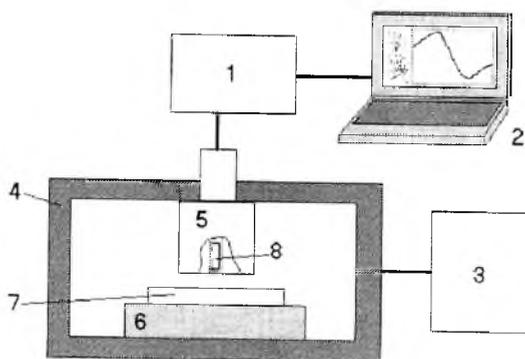


Рис. 1. Установка «Импульс» для испытаний образцов методом динамического индентирования: 1 – блок считывания измерительной информации; 2 – ПЭВМ; 3 – термостат; 4 – камера; 5 – механизм перемещения индентора; 6 – стол; 7 – образец; 8 – индентор.

Электрическая часть установки представляет собой систему аналого-цифрового преобразования аналогового сигнала индукционного преобразователя с выводом информации в цифровом виде в память персонального компьютера для ее последующей обработки посредством программного обеспечения. Индукционная катушка преобразователя является устройством, чув-

ствительным к скорости механического перемещения индентора, к концу которого прикреплен постоянный магнит. При движении магнита в катушке индуктивности наводится электродвижущая сила (ЭДС) индукции  $\varepsilon(t)$ , пропорциональная скорости движения индентора  $V(t)$ :

$$\varepsilon(t) = kV(t), \quad (1)$$

где  $k$  – калибровочный коэффициент.

При сбрасывании индентора с некоторой известной высоты  $L$  его скорость  $V_{\Pi}$  в момент соприкосновения с поверхностью испытуемого объекта исходя из закона сохранения энергии будет

$$V_{\Pi} = \sqrt{2gL}, \quad (2)$$

где  $g$  – ускорение свободного падения.

При этом если соответствующая данному значению предударной скорости величина выходного сигнала ЭДС, который снимается с катушки индуктивности, равна  $\varepsilon_0$ , то получим

$$k = \frac{\varepsilon_0}{\sqrt{2gL}}. \quad (3)$$

Дальнейший переход от ЭДС к скорости движения индентора исходя из (1) осуществляется по формуле

$$V(t) = \varepsilon(t) \frac{\sqrt{2gL}}{\varepsilon_0}. \quad (4)$$

Дифференцирование скорости индентора с последующим умножением на его массу  $m$  позволяет получить зависимость контактного усилия  $P$  от времени  $t$ , а интегрирование – перемещения  $\alpha$  от  $t$ . На основании временных зависимостей  $P(t)$  и  $\alpha(t)$ , исключив время  $t$  как параметр, можно получить диаграмму  $P(\alpha)$ , которая является важной зависимостью, необходимой для последующего анализа (рис. 2).

Как видно из рис. 2, кривые нагружения и разгрузки практически совпадают, время активного, на котором происходит внедрение индентора, и пассивного (этап разгрузки) этапов удара также практически равно, а коэффициент восстановления скоростей  $e$ , равный отношению скорости отскока  $V_0$  к предударной скорости  $V_{\Pi}$  ( $e = V_0/V_{\Pi}$ ), близок к единице, что свидетельствует об упругом характере взаимодействия.

Для проведения экспериментов использовались силикатные стекла различных производителей, состав и свойства которых приведены в табл. 1. Измерение плотности  $\rho$  осуществлялось с помощью гидростатического взвешивания, модуля упругости испытуемого материала  $E_M$  – ультразвуковым методом, твердости  $HV$  – твердомером Виккерса.

Состав и свойства испытуемых стекол

Процентный состав и измеренные характеристики	Обозначение стекла		
	W1	W2	W3
SiO <sub>2</sub>	77	69,0	78,0
Na <sub>2</sub> O	12	5,2	13,0
MgO		5,0	3,8
CaO	8	9,0	1,1
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		4,2	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		1,4	2,0
Li <sub>2</sub> O		4,0	
Другие компоненты	3	2,2	2,1
$\rho$ , кг/м <sup>3</sup>	2,488	2,488	2,481
$E_M$ , ГПа	85,550	87,170	84,790
$HV$ , ГПа	5,814	7,508	4,038

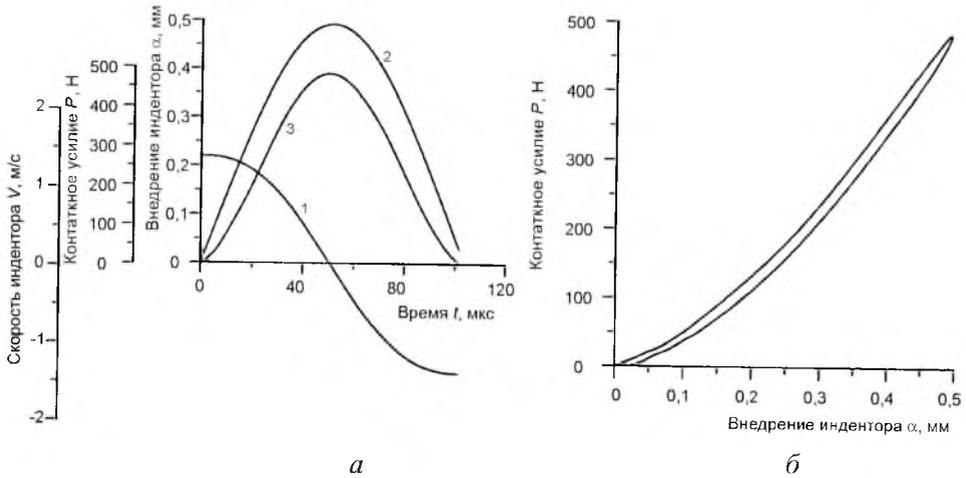


Рис. 2. Характерные зависимости  $V(t) - 1$ ,  $P(t) - 2$ ,  $\alpha(t) - 3$  (а) и  $P - \alpha$  (б), получаемые при индентировании стекла без образования видимых трещин.

При последующем анализе оценка вязкости разрушения по критическому коэффициенту интенсивности напряжения  $K_{1c}$  проводилась сначала в статическом режиме по IF-методу. Характерный размер трещины  $c$  и отпечатка  $a$  (рис. 3,а) измерялся непосредственно после снятия нагрузки с помощью оптического микроскопа с 40-кратным увеличением. Прикладываемая нагрузка составляла 49 Н. Вязкость разрушения рассчитывалась по формуле [12]

$$K_{1c} = 0,018 \sqrt{\frac{E_M}{HV}} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (5)$$

Т а б л и ц а 2

Параметры стекол, определенные при индентировании

Обозначение стекла	$K_{1c}$ , МПа $\sqrt{м}$	$E^*$ , ГПа	$B$	$A_1$ , мс/м	$A_2$ , МПа/с	$V_{п.в.}$ , м/с
W1	$0,807 \pm 0,03^*$	94,0	$69 \pm 4$	41,5	6,7	1,18
W2	$0,738 \pm 0,03^*$	95,8	$67 \pm 3$	49,3	5,5	1,12
W3	$0,862 \pm 0,04^*$	93,2	$71 \pm 4$	24,2	7,5	1,30

**Примечание.**  $V_{п.в.}$  – величина предупредной скорости, при которой происходит образование фрагментов выкрашивания. Звездочкой обозначены данные по статическому вдавливанию.

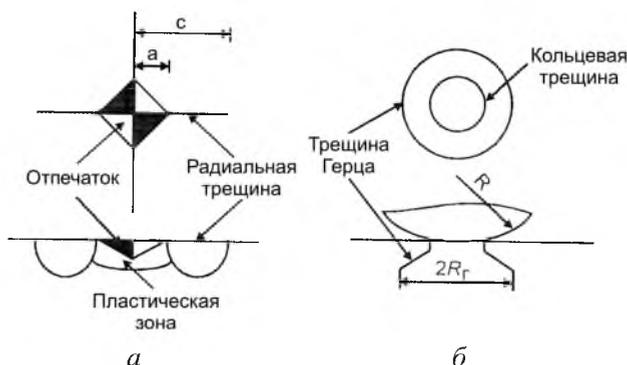


Рис. 3. Схемы трещин, получаемые при вдавливании пирамиды Виккерса (а) и при динамическом упругом вдавливании сферического индентора (б).

Полученные значения  $K_{1c}$  приведены в табл. 2.

Эксперименты показывают, что динамическое контактное разрушение осуществлялось по упругому механизму с образованием трещины (рис. 3,б) в виде усеченного конуса (конуса Герца). Критическая сила, вызвавшая такое разрушение, определялась по уравнению, полученному в [13]:

$$P_F = \frac{2\gamma E_M RC}{E^*}, \tag{6}$$

где  $\gamma$  – эффективная поверхностная энергия;  $R$  – радиус индентора;  $C$  – безразмерная постоянная, зависящая от коэффициента Пуассона материала и соотношения модулей упругости материала и индентора. Для контакта индентора из карбида вольфрама и стекла, что имеет место в нашем случае, получим  $C = 4179$  [13],  $E^*$  – приведенный модуль упругости (табл. 2):

$\frac{1}{E^*} = \frac{(1-\mu_M^2)}{E_M} + \frac{(1-\mu_H^2)}{E_H}$ , где  $E_M$ ,  $E_H$  и  $\mu_M$ ,  $\mu_H$  – модули упругости и коэффициенты Пуассона материала (стекла) и индентора соответственно.

С учетом того, что критический коэффициент интенсивности напряжения [13]

$$K_{1c} = \sqrt{2\gamma E_M}, \tag{7}$$

получим

$$P_F = \frac{K_{1c}^2 RC}{E^*}. \quad (8)$$

Формула (8) позволяет оценить  $K_{1c}$  при известном значении силы  $P_F$ , которая рассчитывается как сила, действующая на материал в момент перехода от кольцевой трещины к конусу Герца. Однако, как показывает практика, точно установить такой момент практически невозможно, поэтому для оценки коэффициента интенсивности напряжений используется выражение, связывающее  $P_F$  с радиусом основания конуса Герца  $R_\Gamma$ . При приложении усилия  $P \geq P_F$  величина радиуса  $R_\Gamma$  (рис. 3,б) также будет зависеть от вязкости разрушения [14]:

$$R_\Gamma = \left( \frac{P}{K_{1c} B} \right)^{2/3}, \quad (9)$$

где  $B$  – константа, зависящая от свойств материала и индентора.

Для практического использования формулы (9) были проведены эксперименты по индентированию стекол толщиной 4 мм индентором массой  $m = 9,8$  г, радиусом  $R = 3$  мм в диапазоне предударных скоростей  $V_\Pi = 0,3 \dots 2$  м/с. Индентор был выполнен из карбида вольфрама, модуль упругости которого составляет 630 ГПа. Коэффициенты  $\mu_m, \mu_n$  принимались равными 0,3. Стекла притирались к столику через консистентную смазку во избежание вибраций. В ходе экспериментов записывалась вся кривая вдавливания и измерялся  $R_\Gamma$ . Если за истинное значение трещиностойкости принять величину, вычисленную по формуле (5) в ходе статических измерений, и провести расчет  $B$  на основании формулы (9), то для исследуемых материалов  $B$  изменяется в небольшом диапазоне (табл. 2). В отличие от  $P_F$  значение  $R_\Gamma$  может быть точно измерено с помощью микроскопа, и при известном значении коэффициента  $B$  трещиностойкость может быть определена достаточно просто. Для применения указанного метода непосредственно на объекте контроля можно предложить еще более простые выражения.

Контактная сила и предударная скорость при упругом ударе связаны между собой следующим выражением [15]:

$$V_\Pi = \frac{P^{5/6}}{k^{1/3}} \left( \frac{4}{5m} \right)^{1/2}, \quad (10)$$

где  $m$  – масса индентора;  $k = \frac{4}{3} E^* \sqrt{R}$ .

Если в (10) принять  $P = P_F$ , то  $V_\Pi = V_F$ , т.е.  $V_\Pi$  равна некоторой критической скорости при индентировании, выше которой будет происходить упругое разрушение в виде конуса Герца.

Решая (9) и (10) относительно  $R_\Gamma$  и  $K_{1c}$  при условии  $V_\Pi \geq V_F$ , получаем

$$R_\Gamma = \frac{k^{4/15} [(5/4)m]^{2/5} V_\Pi^{4/5}}{(K_{1c} B)^{2/3}}; \quad (11)$$

$$K_{1c} = \frac{k^{2/5} [(5/4)mV_{\Pi}^2]^{3/5}}{BR_{\Gamma}^{3/2}}. \quad (12)$$

Из уравнения (11) видно, что радиус основания конуса Герца практически линейно зависит от предударной скорости. При этом если построить зависимости  $R_{\Gamma} = f(V_{\Pi}^{4/5})$ , то их углы наклона будут определяться трещиностойкостью (рис. 4).

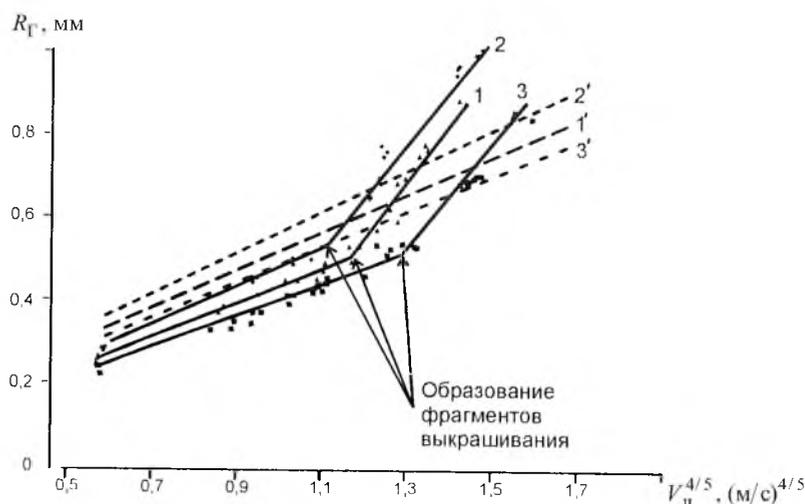


Рис. 4. Экспериментальные (1, 2, 3) и расчетные (1', 2', 3') зависимости радиуса основания конуса Герца от изменения предударной скорости для стекол W1, W2, W3 соответственно.

Из рис. 4 следует, что на начальном участке зависимость  $R_{\Gamma} = f(V_{\Pi}^{4/5})$  линейна и только по достижении некоторой скорости  $V_{\Pi.в}$  происходит ее резкий рост. Как показывают эксперименты, в этот момент происходит образование фрагментов выкрашивания. Радиус трещины при этом определяется по крайним точкам, в которых целостность материала была нарушена. Как видно, выкрашивание для материалов происходит при различной скорости, что, очевидно, также может использоваться для оценки вязкости разрушения. Некоторое превышение теоретическими данными экспериментальных на начальном участке можно объяснить неточностью расчетов, в которых принимались справочные значения  $E_{\Pi}$  и  $\mu_{\Pi}$ .

Формула (12) и предложенный метод позволяют достаточно просто определить вязкость разрушения. Для этого необходимо знать параметры индентора, высоту сбрасывания, однозначно связанную с предударной скоростью, и значение  $R_{\Gamma}$ . Ограничением метода является то, что он может использоваться только для оптически прозрачных материалов.

Поэтому дальнейшие исследования были направлены на установление регистрируемого в процессе вдавливания параметра динамического индентирования, связанного с трещиностойкостью материала. Такие попытки уже предпринимались для случая статического вдавливания. Так, в [16, 17] предложен метод оценки трещиностойкости, основанный на определении энерге-

тических потерь, происходящих в материале при растрескивании. Метод предполагает определение точки на диаграмме статического вдавливания, в которой происходит зарождение трещины, и разности энергий, которые необходимо приложить для дальнейшего вдавливания индентора в материал с трещиной и без трещины. С помощью этого подхода можно оценить  $K_{Ic}$  без привлечения дополнительных средств измерения. Однако при этом требуются высокая точность определения точки растрескивания и дальнейшая калибровка для приведения полученных значений к таковым, измеряемым в ходе стандартных испытаний.

В [18] показано, что хотя потери энергии, расходуемые на образование трещины Герца при динамическом нагружении невелики, все же они могут быть оценены. В [15], как и в [16, 17], отмечалось существование характерных точек на кривой вдавливания, связанных с трещиностойкостью. Однако их точное определение в представленной реализации метода динамического индентирования затруднительно из-за необходимости цифровой фильтрации сигнала и удаления его шумовой компоненты. В то же время заметим, что образование трещины изменяет напряженно-деформированное состояние в зоне контакта и соответственно влияет на процесс отлета индентора. Рассмотрим более внимательно кривую разгрузки материала (рис. 5) при различных скоростях деформирования и возникновении трещин разных размеров с образованием и без образования фрагментов выкрашивания.

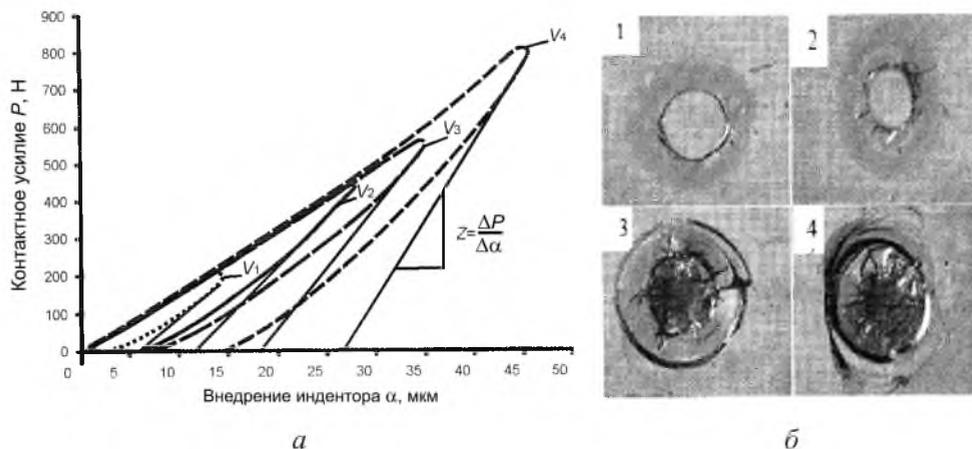


Рис. 5. Форма кривой  $P(\alpha) - \alpha$  и характер разрушения при увеличении предударной скорости ( $V_4 > V_3 > V_2 > V_1$ ) – б.

Как видно из рис. 5, образование трещин приводит к изменению формы кривой разгрузки и снижению коэффициента восстановления скорости (рис. 6). При этом в случае возникновения фрагментов выкрашивания изменение формы кривой  $P(\alpha)$  тем существеннее, чем интенсивнее снижение коэффициента  $e$ , т.е. они связаны с размерами трещин и характером растрескивания.

Количественно описать изменение формы кривой можно с помощью параметра  $Z$ , представляющего собой угол наклона кривой разгрузки при ее

аппроксимации по линейному закону. Этот параметр фактически характеризует потерю упругих свойств материала при его частичном разрушении. Эксперимент показывает, что при аппроксимации кривой разгрузки на начальном и конечном участках с учетом различного количества точек имеем разное значение  $Z$ . Поэтому расчет  $Z$  проводится по следующему алгоритму: выбирается верхний участок кривой, составляющий 15% общего количества точек, и далее по методу наименьших квадратов вычисляется данный параметр.

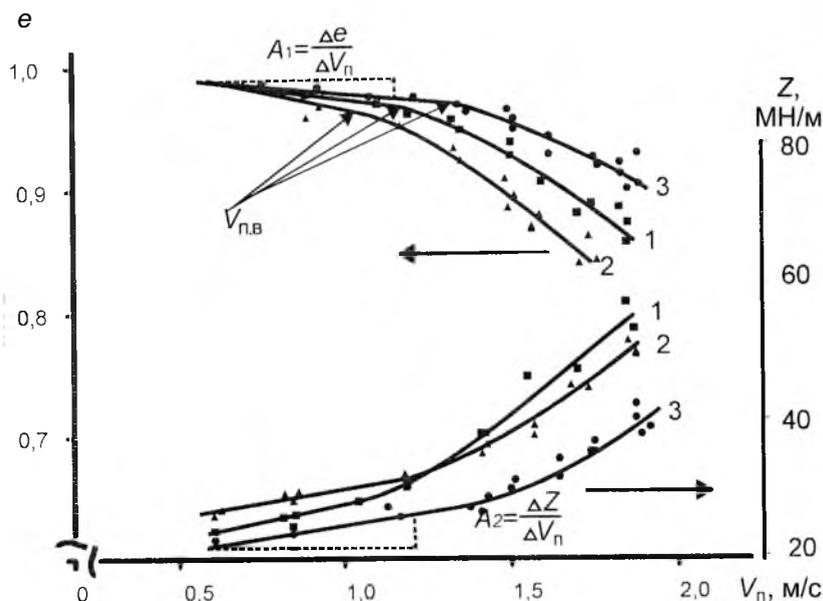


Рис. 6. Изменение  $e$  и  $Z$  в зависимости от величины  $V_{п}$ : 1, 2, 3 – экспериментальные зависимости для стекол W1, W2, W3 соответственно.

На рис. 6 показаны зависимости  $e$  и  $Z$  от  $V_{п}$ , где, как и на рис. 4, можно наблюдать два участка: до и после образования фрагментов разрушения. На первом участке изменение  $Z$  и  $e$  происходит менее интенсивно, однако существует довольно устойчивая связь между углом наклона  $A_1$  и  $A_2$  зависимостей  $e = f(V_{п})$  и  $Z = f(V_{п})$  и  $K_{1c}$ , а также между трещиностойкостью и скоростью  $V_{п.к}$ , при которой происходит резкое изменение приведенных на рис. 4 зависимостей. В табл. 2 представлены результаты экспериментов. Их анализ свидетельствует о наличии функциональной зависимости между приведенными параметрами, которая должна быть уточнена проведением экспериментов с привлечением большего количества материалов. В данном случае уже не требуется применения дополнительного оборудования, и метод может быть использован в инженерной и лабораторной практике для сравнительного анализа вязкости разрушения различных хрупких материалов.

Таким образом, экспериментально подтверждена возможность определения вязкости разрушения по данным динамического индентирования. Предложены методики оценки  $K_{1c}$  по параметрам образующихся трещин и непосредственно по данным, получаемым при динамическом вдавливании индентора.

## Резюме

Проаналізовано можливість визначення тріщиностійкості в умовах пружного контакту при динамічному проникненні індентора. Запропоновано методики оцінки критичного коефіцієнта інтенсивності напружень за параметром тріщин, що з'являються, і безпосередньо на основі кривої контактне зусилля–глибина проникнення при динамічному втискуванні.

1. *ГОСТ 25.506-85*. Расчеты и испытания на прочность. Методы механических испытаний металлов. Определение характеристик трещиностойкости (вязкости разрушения) при статическом нагружении. – Введ. 01.01.85.
2. *ASTM C1421-99*. Standard Test Methods for Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Ambient Temperature // Annual Book of ASTM Standards. – Philadelphia: American Society for Testing Materials, 1999.
3. *Mencik J.* Strength and fracture of glass and ceramics // Glass Science and Technology. – Amsterdam: Elsevier, 1992. – Vol. 12. – P. 172.
4. *CEN/TC 14425-5:2004*. Advanced Technical Ceramics. Test Methods for Determination of Fracture Toughness of Monolithics Ceramics. Pt. 5: Single-Edge V-Notched Beam (SEVNB) Method. – Brussels: CEN, 2004.
5. *Jelagin D. and Larsson P.* On indentation and initiation of fracture in glass // Int. J. Solids Struct. – 2008. – **45**, No. 10. – P. 2993 – 3008.
6. *Zhang H. and Fang Z.* Characterization of quasi-plastic deformation of WC–Co composite using Hertzian indentation technique // Int. J. Refractory Metals and Hard Materials. – 2008. – **26**, No. 2. – P. 106 – 114.
7. *Wang Y. and Darvell B. W.* Failure mode of dental restorative materials under Hertzian indentation // Dental Mater. – 2007. – **23**, No. 10. – P. 1236 – 1244.
8. *Гогоци Г. А.* Сопротивление керамики разрушению: базовая диаграмма и R-линия // Пробл. прочности. – 2006. – № 3. – С. 60 – 74.
9. *Рудницький В. А.* Испытания эластомерных материалов методами индентирования / Под ред. П. П. Прохоренко. – Минск: Белорус. наука, 2007. – 227 с.
10. *Lawn B. R., Marshall D. B., and Wiederhorn S. M.* Strength degradation of glass impacted with sharp particles: 1. Annealed surfaces // J. Amer. Ceram. Soc. – 1979. – **60**, No. 9-10. – P. 66 – 70.
11. *Chai H.* Crack propagation in glass coatings under expanding spherical contact // J. Mech. Phys. Solids. – 2006. – **54**, No. 3. – P. 447 – 466.
12. *Bourhis E. L.* Indentation of glass as a function of temperature // J. Non-Crystalline Solids. – 2000. – No. 272. – P. 34 – 38.
13. *Roberts S., Lawrence C., and Bisrat Y.* Determination of surface residual stresses in brittle materials by Hertzian indentation: Theory and experiment // J. Amer. Ceram. Soc. – 1999. – **82**, No. 9-10. – P. 1809 – 1816.

14. *Roesler F.* Brittle fracture near equilibrium // Proc. Phys. Soc. – 1956. – **69B**, Pt. 1, No. 442. – P. 981 – 992.
15. *Черепанов Г. П.* Механика хрупкого разрушения. – М.: Наука, 1974. – 640 с.
16. *Li X. and Diao D.* Fracture mechanisms of thin amorphous carbon films in nanoindentation // Acta Mater. – 1997. – **45**, No. 11. – P. 4453 – 4461.
17. *Chen J. and Bull S. J.* Assessment of the toughness of thin coatings using nanoindentation under displacement control // Thin Solid Films. – 2006. – **494**, No. 1-2. – P. 1 – 7.
18. *Kirchner H. P.* The effect of localized damage on energy losses during impact // Mater. Sci. Eng. – 1978. – No. 33. – P. 101 – 106.

Поступила 05. 05. 2008