

PACS: 81.20.Ev, 81.20.Lb, 81.70.Dw, 81.40.Np

В.И. Барбашов<sup>1</sup>, Э.В. Чайка<sup>1</sup>, Ю.А. Комыса<sup>1</sup>, Ю.Б. Ткаченко<sup>2</sup>

## УСТРОЙСТВО ДЛЯ ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНОЙ ЗАПИСИ КИНЕТИЧЕСКИХ КРИВЫХ ПРИ ИНДЕНТИРОВАНИИ

<sup>1</sup>Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины  
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина

<sup>2</sup>Донбасская государственная академия строительства и архитектуры  
ул. Державина, 4, г. Макеевка, 86123, Украина

Статья поступила в редакцию 8 июля 2003 года

*Рассмотрены особенности методики изучения физико-механических свойств керамики на основе частично стабилизированного диоксида циркония методом индентирования. Показана необходимость точного измерения истинного перемещения индентора относительно образца. Описано устройство для дифференциальной записи кривых при индентировании.*

Изучение процесса вдавливания является одним из наиболее информативных методов исследования физико-механических свойств твердых тел. При воздействии сосредоточенной нагрузкой в материалах возникает сложноподвиженное состояние, релаксирующее, как правило, путем упругой и пластической деформации, посредством образования и распространения трещин. В материалах, имеющих относительно низкое давление полиморфного перехода, прочностные свойства фазы высокого давления влияют на параметры процесса индентирования, измеряемые при атмосферном давлении [1,2]. Несмотря на достаточно многочисленные исследования процессов деформирования и разрушения при индентировании, к настоящему времени осталось большое число вопросов, относящихся в первую очередь к идентификации механизмов пластической деформации керамических материалов.

Особая ценность метода индентирования при изучении физико-механических свойств керамических материалов обусловлена прежде всего возможностью решения проблемы воспроизводимости свойств от образца к образцу, т.е. их зависимости от технологических факторов: размера и дисперсии кристаллитов, метода активации порошка, режимов прессования и спекания и т.д. В этом отношении метод индентирования позволяет выполнить большой объем измерений на ограниченном (а в отдельных случаях и на одном) количестве образцов.

Метод кинетической твердости, разработанный в 70-е гг. В.П. Алехиным и С.П. Булычевым [3], дает возможность существенно увеличивать объем получаемой информации при воздействии на исследуемый материал сосредоточенной нагрузкой. В частности, использование данного метода позволяет измерять активационные параметры процесса пластической деформации, степень упругого восстановления отпечатка, модуль Юнга и другие величины, определяющие характер протекания процессов пластической деформации и разрушения.

В последние годы заметно активизировались исследования в области кинетической твердости, чему во многом способствовало применение данной методики в наномасштабе (см., напр., [4]). При всех достоинствах, проявляющихся при изучении нанокристаллических объектов, метод наноиндентирования малоприменим при исследовании физико-механических свойств реальных керамических образцов, в том числе и тех, которые установлены с использованием нанотехнологии. Для микроскопических образцов метод наноиндентирования не позволяет получить достоверную информацию о прочностных и пластических свойствах объекта макромасштаба. Несомненно, корреляция свойств материала и параметров измерений существует, но более оправданным в таких опытах представляется измерение кинетической твердости, когда размер отпечатка много больше размера зерна образца.

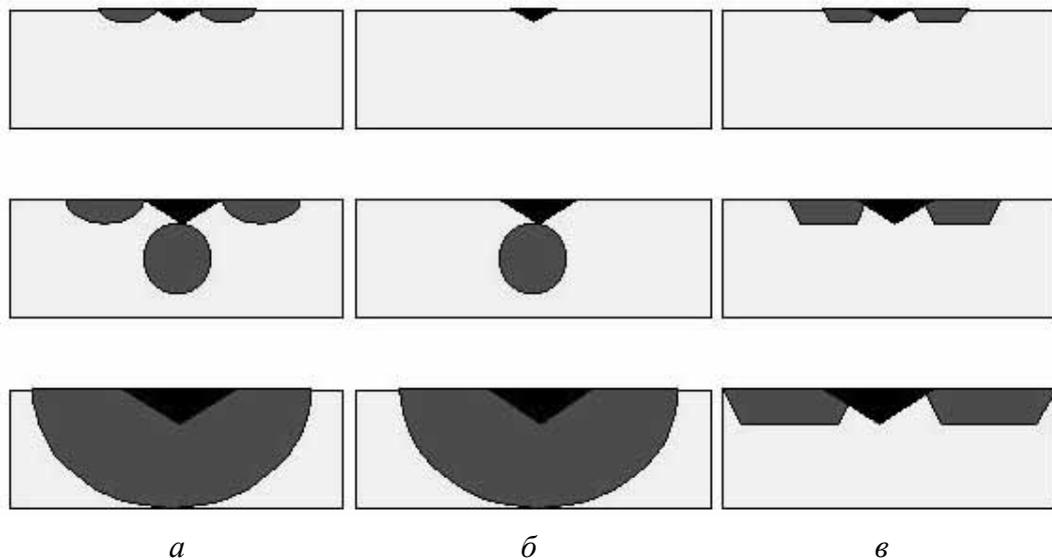
Особую ценность метод кинетической твердости приобретает при изучении физико-механических свойств керамики на основе частично стабилизированного диоксида циркония.

В ранее выполненных исследованиях процесса внедрения алмазной пирамиды Виккерса в керамику на основе диоксида циркония был выявлен целый ряд особенностей методического характера [5,6]. Отметим некоторые из них.

Во-первых, внедрение индентора в керамику из частично стабилизированного диоксида циркония с содержанием тетрагональной фазы в количестве 70–100% сопровождается формированием отпечатка, аналогичного тому, который получается при деформировании пластических тел. Вокруг отпечатка образуются трещины Палмквиста, залегающие на глубине, не превышающей глубину внедрения индентора, и латеральные трещины, расположенные параллельно поверхности образца (рис. 1).

Во-вторых, вследствие высокой трещиностойкости керамики из частично стабилизированного диоксида циркония образование микротрещин вблизи углов отпечатка индентора происходит при экстремально высоком значении усилия, прикладываемого к индентору:  $F \geq 40 \text{ N}$ .

В-третьих, высокие значения нагрузки, прикладываемой к индентору, определяют повышенные требования к скорости набора данного значения нагрузки, т.е. определяются кинетикой деформирования. Таким образом, рекомендуемое время стандартных испытаний ( $t = 10\text{--}30 \text{ s}$ ) означает  $dF/dt \geq 10 \text{ N/s}$  и  $dh/dt \geq 1 \text{ mm/min}$ , что не позволяет адекватно сопоставлять измеренные значения с данными, полученными для других материалов.



**Рис. 1.** Изменение структуры укола пирамидой Виккерса образцов пластичных (*а*), хрупких (*б*) и изготовленных из  $ZrO_2$  (*в*) с ростом нагрузки на индентор

Наконец, в-четвертых, сочетание экстремальных условий механических испытаний (больших значений прикладываемой к индентору нагрузки и малой деформации при его внедрении) предъявляет повышенные требования к конструкции установки.

Анализ конструкционных особенностей установок для механических испытаний путем вдавливания жесткого индентора в образец с непрерывной записью глубины внедрения  $h$  в зависимости от величины прикладываемого усилия  $F$  показал, что, как правило, тензодатчик, фиксирующий величину усилия, располагается между опорами (захватами) испытательной машины. Датчики перемещения в этих устройствах (тензодатчики электросопротивления или тензодатчики емкостного, индуктивного тока) обычно фиксируют величину взаимного перемещения опор испытательной машины  $\varepsilon$ . В этом случае можно сформулировать описанное выше условие в виде соотношения

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \varepsilon_1,$$

где  $\varepsilon_0$  – деформация образца (в нашем случае  $\varepsilon_0 = h$ );  $\varepsilon_1$  – деформация упругого элемента тензодатчика, с помощью которого измеряется усилие.

При деформировании высокопрочных керамических материалов со значениями коэффициента трещиностойкости  $K_{1C} > 4 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$  (в первую очередь это относится к частично стабилизированному диоксиду циркония) при стандартной схеме нагружения выполняется условие

$$\varepsilon_0 \leq \varepsilon_1,$$

т.е. получаемые экспериментальные кривые  $F(h)$  не отличаются достоверностью. Более того, величина погрешности будет возрастать с расширением диапазона исследуемых нагрузок.

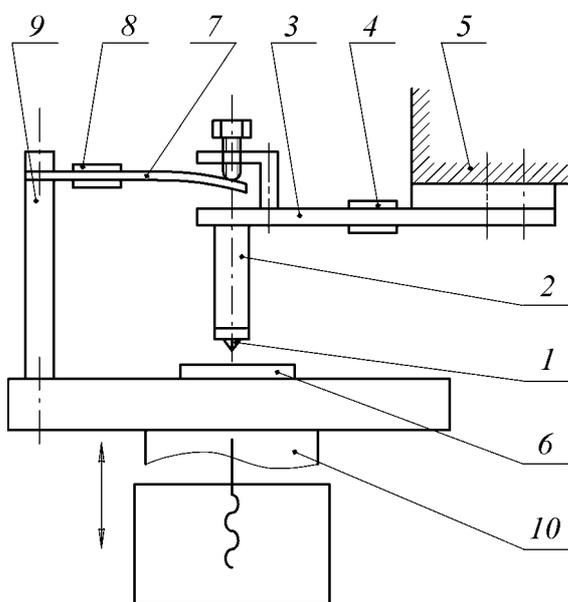
Отметим, что в пластичных материалах или хрупкой керамике подобных противоречий не возникает, поскольку либо  $\epsilon_0 \gg \epsilon_1$  (пластичный материал), либо максимальная величина прикладываемого усилия к индентору настолько мала (хрупкий материал), что не вносит существенной погрешности в измерение  $F(h)$ .

В настоящей работе предложено устройство для записи кинетических характеристик процесса внедрения жесткого индентора в твердые материалы любого типа. Данное устройство позволяет устранить указанные выше противоречия путем использования дифференциальной записи перемещения индентора, которая регистрирует истинное перемещение индентора относительно образца.

На рис. 2 представлена схема нагружения образца с непрерывной записью процесса внедрения алмазного индентора.

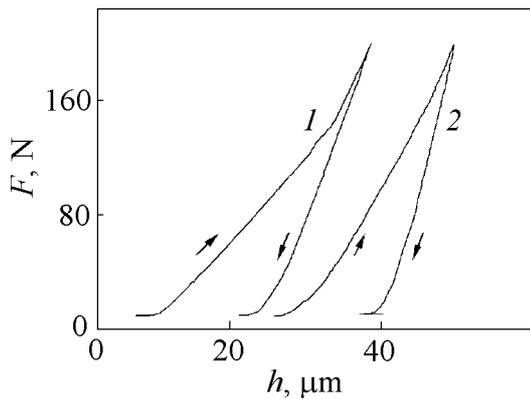
Алмазная пирамида Вickers *1* жестко крепится к держателю *2*. Последний посредством стальной пластины *3*, к которой приклеены тензодатчики *4*, закрепляется на неподвижной траверзе *5* испытательной машины. С помощью тензодатчиков фиксируется величина усилия, прикладываемая к алмазному индентору.

Глубина внедрения алмазного индентора *1* в исследуемый образец *6* измеряется с помощью упругого элемента *7*, представляющего собой тонкую стальную пластину с наклеенными на него тензодатчиками *8*. Данный упругий элемент с помощью держателя *9* крепится к подвижной траверзе *10* испытательной машины.



**Рис. 2.** Схема устройства для дифференциальной записи кинетических кривых при индентировании

Указанная конструкция позволяет исключить фиксацию упругой деформации стальной пластины при измерении глубины внедрения индентора, поскольку датчик деформации измеряет только относительное перемещение нижней траверзы испытательной машины в системе алмазный индентор–исследуемый образец. Сравнительные испытания традиционной схемы записи кинетических характеристик и предлагаемой в настоящей работе показали, что уже при усилиях на инденторе, превышающих 20 N, наблюдаются заметные отличия характеристик  $F(h)$ . Что же касается интервала нагрузок 200–500 N,



**Рис. 3.** Кинетическая кривая деформирования ( $c = 100\%$ ) при скоростях деформации, mm/min: 1 – 0.05, 2 – 0.5

разработанного устройства при исследовании процесса внедрения жесткого индентора в керамику частично стабилизированного диоксида циркония, содержащую 100% тетрагональной фазы.

### Выводы

Рассмотрение особенностей методики исследования физико-механических свойств керамики на основе частично стабилизированного диоксида циркония методом индентирования показало необходимость совершенствования данной методики. С этой целью было разработано устройство для дифференциальной записи кривых при индентировании, которое позволяет проводить измерения истинного перемещения индентора относительно образца.

1. В.И. Барбашов, Ю.Б. Ткаченко, ФТВД **5**, № 2, 24 (1995).
2. В.И. Барбашов, В.В. Токий, Ю.Б. Ткаченко, ФТВД **5**, № 4, 53 (1995).
3. В.П. Алехин, С.П. Булычев, ФХОМ № 3, 178 (1978).
4. И.Ю. Головин, В.И. Иволгин, Конденсированные среды и межфазные границы **3**, № 2, 122 (2001).
5. В.И. Барбашов, Н.Н. Белоусов, ФТВД **11**, № 2, 86 (2001).
6. В.И. Барбашов, Г.А. Гогоци, Г.Я. Акимов, В.М. Тимченко, Э.В. Чайка, Огнеупоры и техническая керамика № 4, 5 (2002).

*V.I. Barbashov, E.V. Chaika, Yu.A. Komysa, Yu.B. Tkachenko*

### A DEVICE FOR DIFFERENTIAL RECORDING OF KINETIC CURVES DURING THE INDENTATION

Peculiarities of studying physico-mechanical properties of ceramic materials based on partially stabilized zirconia by using the indentation method have been considered. It is

shown that true travel of the indenter relative to the sample need be measured accurately. A device for differential recording of curves during the indentation has been described.

**Fig. 1.** Changes in configuration of piercing samples by Vickers pyramid with the increase of indenter load (*a* – plastic samples, *б* – brittle and *в* – made of ZrO<sub>2</sub>)

**Fig. 2.** Scheme of device for differential recording of kinetic curves during the indentation

**Fig. 3.** Kinetic deformation curve (*c* = 100%) for deformation rates, mm/min: 1 – 0.05, 2 – 0.5