Физика и химия обработки материалов
2013, №2, с.41-47

УДК 621.762.4.04.016.2

Характер разрушения поверхности керамики B_4C при локальном нагружении

© 2013 **О.Л.Хасанов, В.К.Струц, З.Г.Бикбаева, В.В.Полисадова, Э.С.Двилис, А.А.Качаев, А.О.Хасанов, Ю.А.Бирюков***

Национальный исследовательский Томский политехнический университет
E-mail: khasanov@tpu.ru; vkstruts@tpu.ru; bikbaeva@tpu.ru; zulfa@tpu.ru; polis@tpu.ru; dvilis@tpu.ru; kachaev@tpu.ru; aokhasanov@tpu.ru
** Национальный исследовательский Томский государственный университет*
Поступила в редакцию 16 апреля 2012 г.

Экспериментально изучен характер разрушения поверхностного слоя образцов керамики B_4C, полученных спеканием порошков фракции 3-5 мкм и 10 масс.% порошка субмикронной фракции, при определении твердости и трещиностойкости методом индентирования алмазной пирамидой Виккерса в интервале нагрузок 4,91-294,3 Н.

Ключевые слова: керамика, твердость, микротвердость, сколы, трещины, разрушение.

The fracture behavior of the surface layer of B_4C ceramic samples produced by sintering the mixture of 3-5 μm fraction powder and 10 wt.% submicron fraction of the same powder has been studied experimentally with the use of hardness and crack growth resistance measurements by means of Vickers diamond pyramid indentation in the load range of 4,91-294,3 N.

Keywords: ceramic, hardness, microhardness, spall, cracks, fracture.

Введение

Интерес к сверхтвердым керамическим материалам связан с широкими возможностями их использования в разнообразных областях техники [1]. Микровдавливание высокотвердых материалов алмазным наконечником сопровождается хрупким разрушением отдельных микрообъемов (появлением зон хрупкого разрушения в виде трещин, сколов, отслоений) вокруг отпечатка [1-3]. Размеры таких зон повреждаемости определяются прочностными и пластическими свойствами материала, а также нагрузкой на индентор *P*. В связи с этим при исследовании процесса микровдавливания нельзя ограничиваться лишь изучением зависимости размеров отпечатка от величины нагрузки на индентор, необходимо также рассматривать развитие процесса хрупкого разрушения вблизи отпечатка.

При определении твердости и трещиностойкости методом индентирования на поверхности образцов керамических материалов остается отпечаток, форма которого соответствует форме индентора. Под действием индентора в поверхностных слоях материала возникает сложнонапряженное состояние с нормальными сжимающими и тангенциальными (относительно поверхности) напряжениями [1].

Процесс хрупкого разрушения при микровдавливании можно условно разделить на две стадии. На первой стадии происходит зарождение и рост трещин в районе отпечатка. Протяженность этой стадии определяется величиной нагрузки *P* и зависит от пластичности и прочности исследуемого материала (чем более хрупким и менее прочным является материал, тем меньше нагрузка, при которой завершается эта стадия). На второй стадии процесс хрупкого разрушения в районе отпечатка сопровождается

смыканием магистральных трещин и локальным отслоением участков поверхности вокруг отпечатка, в результате чего образуется скол [1].

Картины локального разрушения в виде трещин и сколов наблюдались на поверхности монокристаллов корунда [4] и в керамике TiB_2 [5]. Появление сколов при индентировании корунда наблюдали при нагрузках P=1,92 Н, а в керамике TiB_2 — более 98 Н.

Данная работа посвящена исследованию процессов разрушения поверхности керамики карбида бора при локальном нагружении. Образцы для исследования были полученные методом спекания в плазме искрового разряда (SPS — Spark Plasma Sintering).

Методика эксперимента

Керамика изготавливалась из промышленного порошка карбида бора марки М-5-П (ГОСТ 3647-80) со средним размером частиц 3-5 мкм с добавлением 10 масс.% субмикронного порошка карбида бора той же марки со средним размером частиц 0,43 мкм. Введение нано- и субмикронных добавок к промышленному порошку является одним из перспективных способов улучшения физико-механических свойств конструкционных и керамических материалов [6]. Субмикронный порошок был получен диспергированием стандартного порошка на пневматическом циркуляционном аппарате по технологии [7]. Смешивание порошков до получения гомогенной смеси проводилось в магнитной мешалке марки МТ-2.

Образцы керамики из порошка B_4C_{mix} спекались в плазме искрового разряда на установке SPS 515S (SPS Syntex Inc) в Наноцентре ТПУ при различных значениях температуры спекания $T_{сп}$ и давления подпрессовки $P_{пр}$. Длительность спекания во всех случаях составляла 10 мин.

Измерения микротвердости и твердости образцов проводили на микротвердомере ПМТ-3М при нагрузках до 4,9 Н, микротвердомере Micromet при нагрузках от 9,8 до 11,77 Н и твердомере ТП-7Р-1 при нагрузках 49-294,3 Н. Индентирование проводилось при комнатной температуре на воздухе при обычной влажности. Нанесение отпечатка, выдержка и снятие нагрузки осуществлялось по стандартной процедуре в течении 30-40 с.

Микроструктуру и топографию поверхности сколов образцов керамики после индентирования изучали с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ) JEOL SEM-7500FA, а также методами атомно-силовой микроскопии (АСМ) на приборе NT-MDT Nanoeducator (Россия). Профили сколов измеряли на интерферометре Линника МИИ-4. Характер и величина отслоения (вспучивания) или откола (углубления) поверхности определялись по смещению интерференционных полос на поверхности вблизи точки укола относительно их положения в недеформированной области керамического образца.

Результаты

Характер и равномерность распределения субмикронной добавки в объеме спекаемого порошка B_4C_{mix} определяли по РЭМ-микрофотографиям. Как видно из рис.1, субмикронный порошок распределен в объеме смеси достаточно равномерно.

Условия изготовления керамики методом SPS из смешанного порошка B_4C_{mix} и свойства полученных образцов приведены в Таблице.

Влияние технологических режимов спекания на структуру керамики иллюстрируют РЭМ-микрофотографии области сколов на рис.2. На основании полученных данных можно утверждать, что процесс спекания с образованием слабых межзеренных границ начинается при температуре 1850°С. С увеличением температуры спекания доля консолидированных зерен возрастает, межзеренная пористость керамики уменьшается, а при температуре $T_{сп}$=2050°С наблюдается практически полная консолидация зерен с образованием внутризеренных остаточных пор субмикронных размеров.

На всех образцах, изготовленных при температурах спекания в интервале 1900-2050°С, наблюдается сложный характер разрушения поверхности после индентирования при нагрузках ≥11,77 Н. На рис.3 показаны области разрушения поверхности керамики B_4C_{mix}, изготовленной в режиме $T_{сп}$=1950°С/ $P_{пр}$=90 МПа, после индентирования при нагрузках 49 и 98,1 Н. Как видно, разрушение поверхности

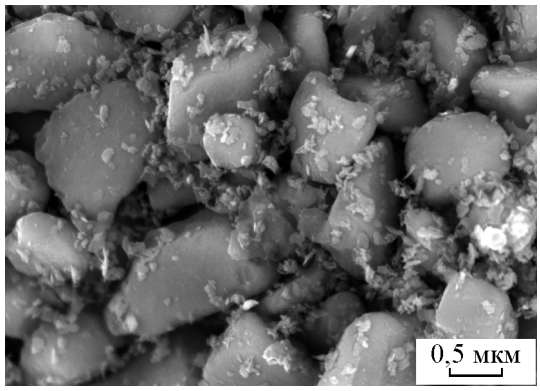


Рис.1. РЭМ-микрофотография порошка B_4C_{mix} с добавками субмикроскопического порошка.

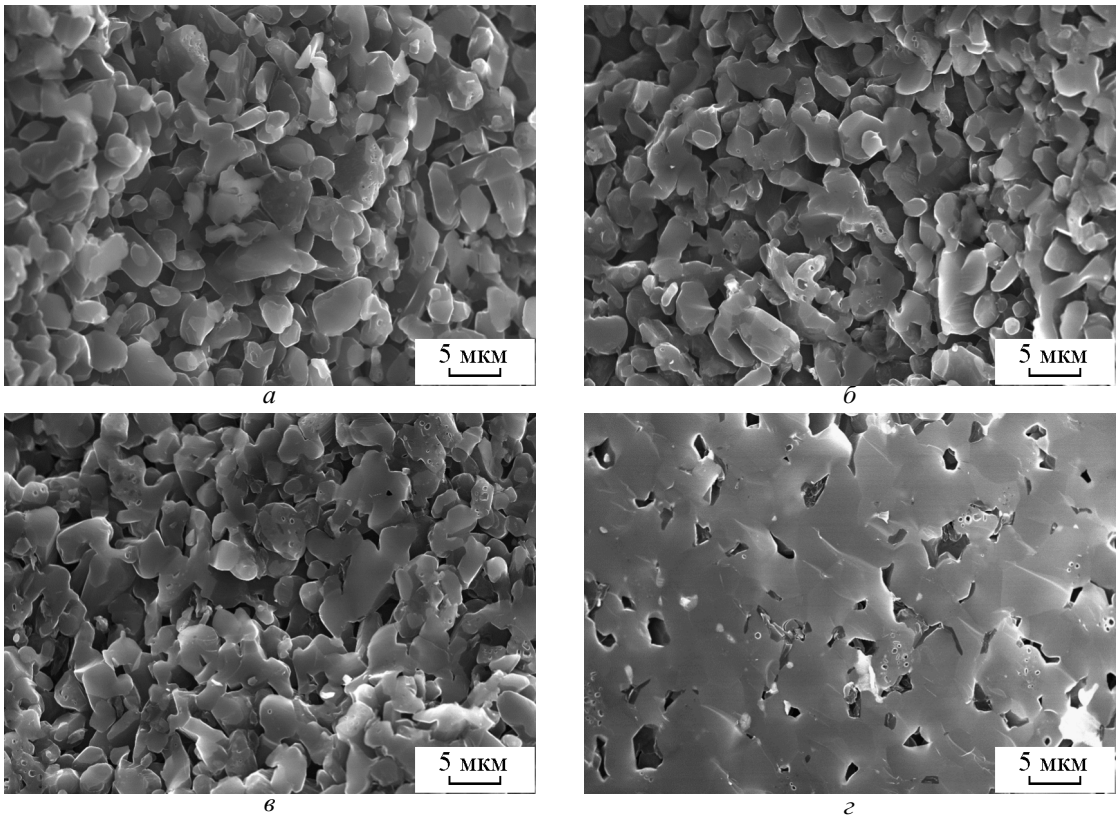


Рис.2. РЭМ-изображения микроструктуры образцов керамики, спеченных при температурах 1900 (*а*), 1850 (*б*), 1950 (*в*) и 2050°С (*г*) при максимальном давлении прессования.

происходит с образованием разных по размерам, но одинаковых по конфигурации сколов типа "лепестка". Области разрушения (сколы) образуются между радиальными трещинами, исходящими из углов отпечатка.

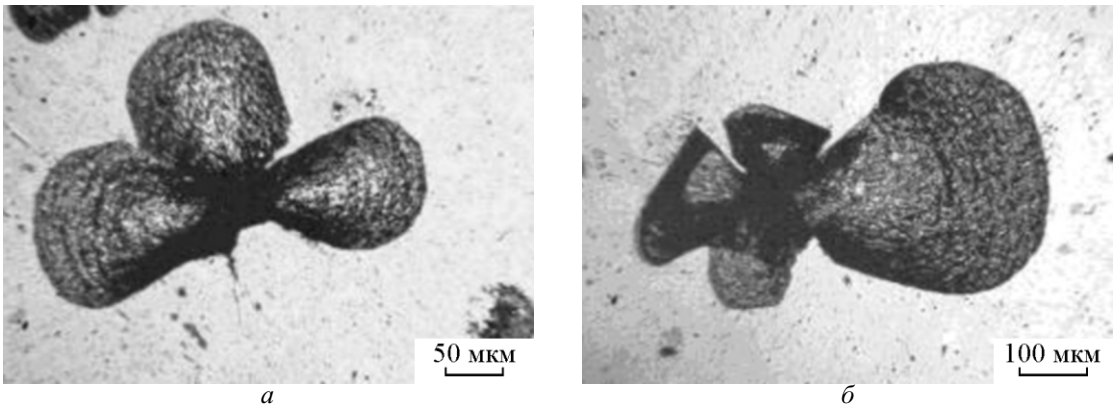
Типичной картиной разрушения поверхности керамики, изготовленной по SPS-технологии при давлении подпрессовки $P_{пр}$=90 и 60 МПа, является отслоение. На образце, полученном при давлении подпрессовки $P_{пр}$=90 МПа, после индентирования при нагрузке 98,1 Н у граней отпечатка наблюдаются области откола, а также ограниченные контуром области материала, не отделившегося от поверхности (рис.4*а*). Однако для керамики, спеченной при температуре $T_{сп}$=1850°С и $P_{пр}$=30 МПа, разрушение поверхности при индентировании даже при P=294,3 Н не происходило, и дефекты типа "лепестков" и отслоений не наблюдались (рис.4*б*), что, по-видимому, связано с его высокой (14%) пористостью (Таблица).

Образование "лепестков" на поверхности керамики наблюдалось примерно через 20 с после снятия нагрузки. В работе [5] изменения топографии поверхности в области идентирования наблюдались после гораздо более длительных периодов времени.

Таблица

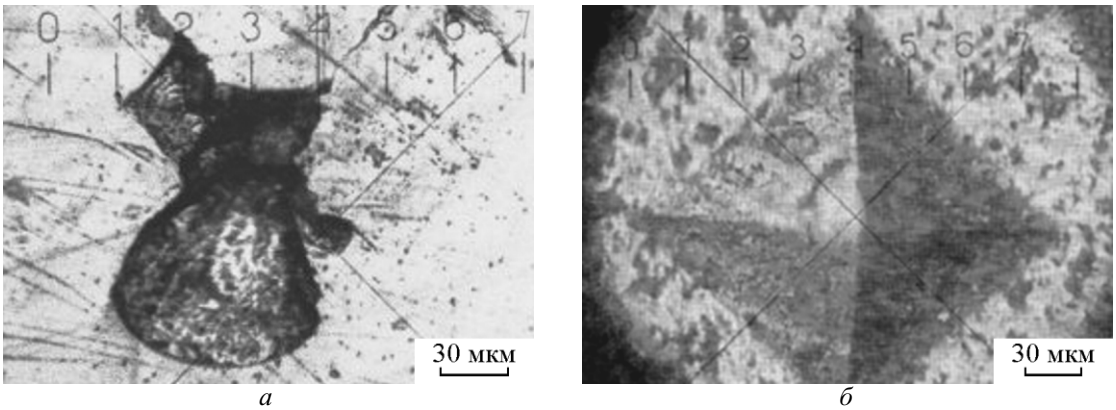
Условия SPS-спекания порошков B_4C_{mix} и свойства полученных образцов керамики

Температура спекания $T_{сп}$, °С	Давление прессования $P_{пр}$, МПа	Микротвердость образцов H_V, ГПа	Плотность образцов $\rho_{абс}$, г/см^3	Относительная плотность керамики $\rho_{отн}$, %
1850	30	22,5	2,17	86,0
	60	23,7	2,24	88,7
	90	24,8	2,38	94,8
1950	30	32,5	2,45	97,1
	60	35,6	2,49	98,5
	90	42,2	2,48	98,3
2050	30	38,1	2,45	97,2
	60	41,4	2,46	97,6
	90	47,9	2,47	98,0



а *б*

Рис.3. Характер локального разрушения (скола) поверхности керамики B_4C_{mix}, изготовленной при $T_{сп}$=1950°С/$P_{пр}$=90 МПа. Нагрузка индентирования *P*=49 Н (*а*) и 98,1 Н (*б*). Оптическая микроскопия.



а *б*

Рис.4. Характер локального разрушения поверхности образцов керамики B_4C_{mix}, изготовленных при $T_{сп}$=1950°С/$P_{пр}$=90 МПа (*а*) и $T_{сп}$=1850°С/$P_{пр}$=30 МПа (*б*). Микрофотографии получены на интерферометре.

Морфологические особенности разрушения поверхности керамики при образовании сколов исследовались методами РЭМ и АСМ (рис.5). Из рис.5*а* видно, что области сколов сосредоточены между радиальными трещинами, идущими от углов отпечатка, при этом поверхность разрушения сравнительно гладкая, а толщина отколовшегося слоя неодинакова. Непосредственно под индентором, в точке укола, видны фрагменты разрушения — зерна, их агломераты и другие структурные элементы (рис.5*б*). АСМ-изображение плоскости скола (рис.5*в*) позволяет оценить его глубину и характер.

На рис.6 представлены микрофотография и интерференционная картина поверхности разрушения образца B_4C, изготовленного в режиме спекания $T_{сп}$=1950°С/$P_{пр}$=90 МПа, при индентировании с нагрузкой *P*=196 Н. Как видно, на поверхности наблюдаются как отслоения (интерференционные полосы на “лепестке” смещены вправо относительно полос на неразрушенной поверхности керамики, рис.6*б*), так и сколы (интерференционные полосы на сколе расположены левее полос на неразрушенной поверхности керамики, рис.6*г*).

Глубину отслоения измеряли по искривлению интерференционных полос в деформированной области, которое зависит от разности высот недеформированной и деформированной областей. Результаты измерения глубины в местах откола образцов, показанных на рис.3*а*, *б*, представлены на рис.7*а*, *б* соответственно (начало координат по оси абсцисс на графиках на рис.7 совпадает с краем “лепестка”). Как видно, при увеличении нагрузки на индентор в два раза, максимальная глубина откола увеличивается в ~2,2 раза, что указывает на приблизительно линейную зависимость максимальной глубины откола от нагрузки на индентор.

Обсуждение результатов

Из полученных результатов следует, что разрушение керамики при индентировании начинается с образования области сдвиговых напряжений. При

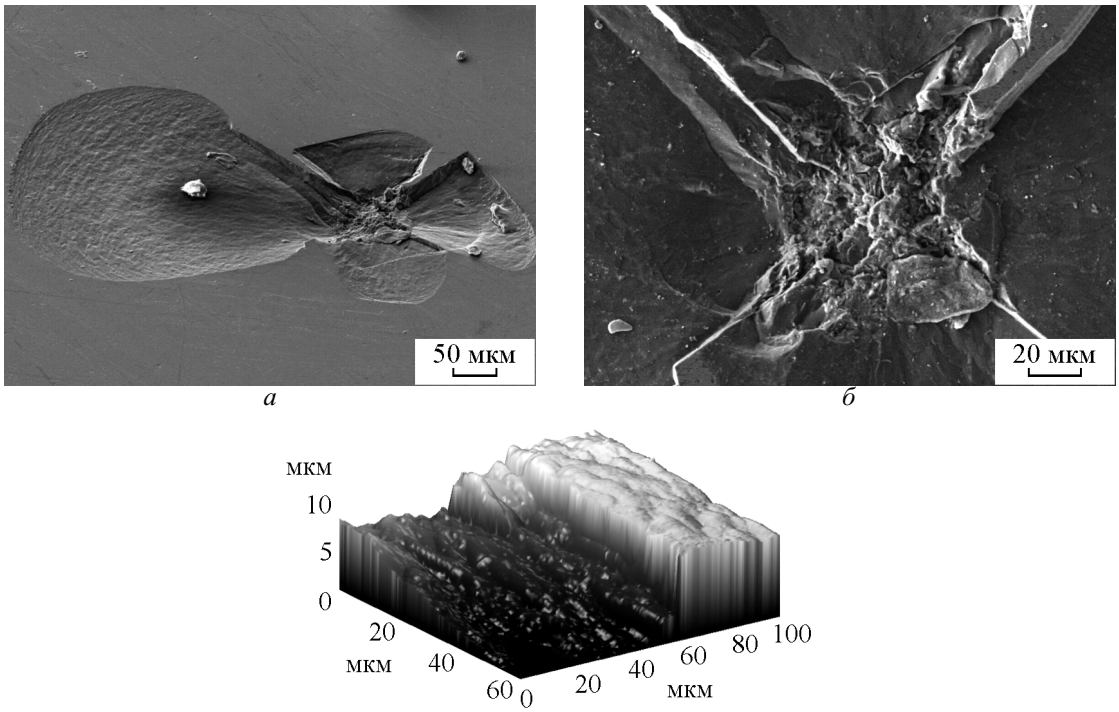


Рис.5. РЭМ-изображение поверхности разрушения керамики B_4C (*а*) и области под местом укола индентора (*б*); *в* — АСМ-изображение поверхности разрушения.

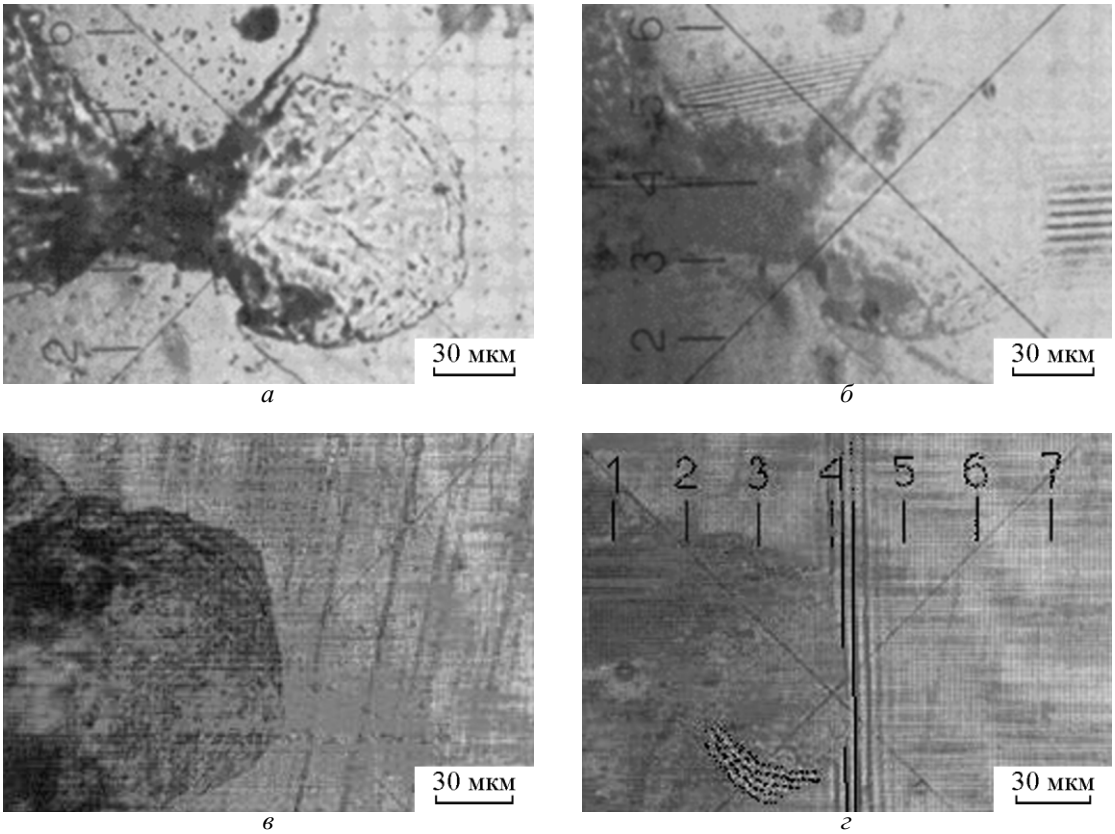


Рис.6. Изображение поверхности (*а*, *в*) и интерференционные картины на поверхности керамики B_4C (*б*, *г*).

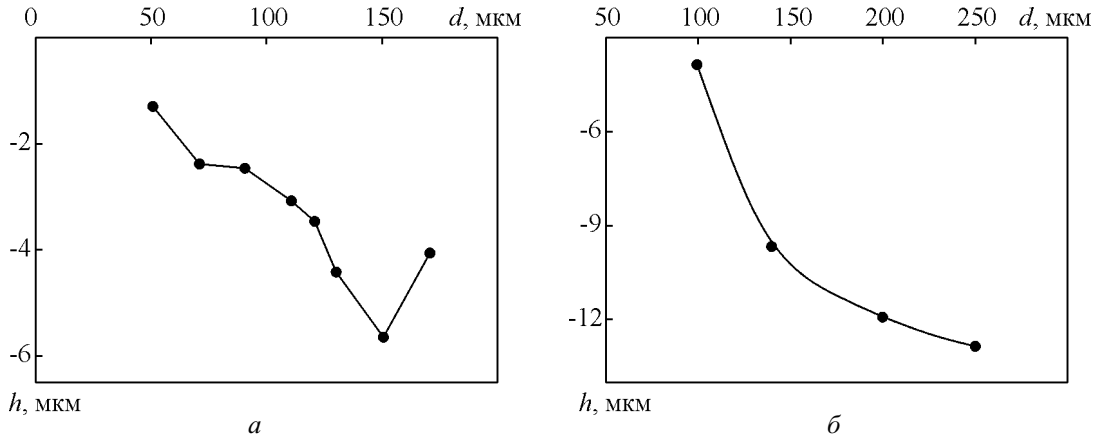


Рис.7. Профиль поверхности образца керамики B_4C_{mix}, изготовленной при $T_{сп}$=1950°С, $P_{пр}$=90 МПа, в местах откола при нагрузке на индентор *P*=49 (*а*) и 98,1 Н (*б*).

снятии сжимающей нагрузки эта область трансформируется в область растягивающих напряжений, которые при достижении некоторой критической величины, называемой откольной прочностью материала, приводят к разрушениям типа отрыва. Откольная прочность зависит от многих факторов, важнейшими из которых являются напряженно-деформированное состояние среды и ее физические свойства, определяемые задаваемой технологическим режимом изготовления исходной микроструктурой материала. Образование контуров сколов является результатом сложного взаимодействия возникающих при индентировании близкорасположенных вертикальных (радиальных) и поверхностных (ориентированных наклонно к оси индентора) трещин [8].

Было установлено, что образование областей разрушения легче происходит в плотной керамике с высокой относительной плотностью. При этом на полированной поверхности образца карбида бора с относительной плотностью 86% даже при индентировании пирамидой Виккерса при нагрузке *P*=294 Н обнаруживается только отпечаток пирамиды и нет никаких следов разрушения в виде “лепестков” (рис.4*б*).

В работе [9] утверждается, что “поле напряжений перед распространяющейся трещиной может вызвать разрушение по новым поверхностям, которые, развиваясь, встречают надвигающийся фронт трещины вдоль приблизительно параболических линий”, и это объясняет параболический характер линий отколов.

Появление сколов у отпечатков через некоторое время после снятия нагрузки можно связать с кинетическим характером процесса откольного разрушения, когда растягивающие напряжения действуют лишь в период развития и накопления микроповреждения в материале керамики. В работе [4] изменения топографии в области идентирования монокристаллов корунда наблюдались лишь после достаточно продолжительного периода времени.

Наблюдаемые особенности разрушения образцов керамики B_4C можно связать с различной скоростью торможения трещин остаточными порами, количество и размеры которых определяются разными технологическими режимами SPS-процесса.

Выводы

Методами РЭМ, АСМ и эллипсометрии показано, что разрушение поверхности керамики B_4C при статическом сосредоточенном нагружении в процессе индентирования пирамидкой Виккерса носит сложный характер. В образцах карбида бора, изготовленных из смеси различных фракций (3-5 и 0,43 мкм) порошка B_4C обнаружен эффект замедленного откольного разрушения поверхности вблизи отпечатка индентора.

Характер областей разрушения зависит от плотности керамики, определяемой технологическими режимами ее изготовления методом спекания в плазме искрового разряда. Отколы появляются в образцах с относительной плотностью выше 86%.

Установленный кинетический характер откольного разрушения позволяет рассматривать его как процесс развития и накопления микроповреждений, протекающий во времени.

Работа поддержана Минобрнауки РФ по ГК № 14.518.11.7017 и Госзаданию “Наука”.

Литература

1. Бердиков В.Ф., Богомолов Н.И., Бабанин А.В., Катрич М.Д. Основные закономерности упругопластического деформирования и хрупкого разрушение высокотвердых хрупких материалов при микровдавливании и царапании пирамидальными алмазными наконечниками. В сб.: Новое в области испытаний на микротвердость. М.: Наука, 1974, с.119-124.
2. Григорьев О.Н., Галанов Б.А., Котенко В.А. и др. Контактная прочность и трещиностойкость хрупких материалов. Металлофизика и новейшие технологии, 2005, т.27, №8, с.1095-1112.
3. Самсонов Г.В., Ткаченко Ю.Г., Бердиков В.Ф., Бовкун Г.А. Микротвердость, микрохрупкость и хрупкая микропрочность карбидов переходных металлов. В сб.: Карбиды и сплавы на их основе. Киев: Наукова думка, 1976, с.98-104.
4. Носов Ю.Г., Деркаченко Л.И. Последствие при испытании корунда на микротвердость. ЖТФ, 2003, т.72, вып.10, с.139-144.
5. Akio Yonezu, Baoxing Xu, Xi Chen. Indentation induced lateral crack in ceramics with surface hardening. Mater.Sci.Eng.A, 2009, v.507, iss.1-2, p.226-235.
6. Лякишев Н.П, Калин Б.А., Солонин М.И. Перспективное направление получения и обработки материалов. Бюллетень МОМ, 2000, №1, с.42-47.
7. Белов Н.Н., Бирюков Ю.А., Росляк А.Т., Югов.Н.Т., Афанасьева С.А. Механизмы измельчения частиц при получении субмикронных порошков тугоплавких соединений в пневмоциркулярном аппарате. Докл.РАН, 2004, т.397, с.337-341.
8. Новиков С.А. Разрушение материалов при воздействии интенсивных ударных нагрузок. Соросовский образовательный журнал,1999, №6, с.116-121.
9. Стокс Р.Дж. Микроскопические аспекты разрушения керамики. В сб.: Разрушение. М.: Мир, 1976, т.7, ч.1, с.129-219.