

УДК 531/534; 53.05
PACS 62.20.-x, 81.70.Bt

Динамическое индентирование керамики из оксида алюминия

Е. А. Ляпунова^{a,b,c}, В. В. Чудинов^a, С. В. Уваров^a, Д. В. Зайцев^b,
П. Е. Панфилов^b, О. Б. Наймарк^a

^a Институт механики сплошных сред УрО РАН
614013, Пермь, ул. Акад. Королева, 1
email: lyapunova@icmm.ru

^b Институт естественных наук и математики, Уральский федеральный университет
620038, Екатеринбург, пр. Ленина, 51

^c Пермский государственный национальный исследовательский университет
614990, Пермь, ул. Букирева 1

Работа посвящена исследованию закономерностей механического поведения оксидной керамики при индентировании алмазным конусом в интервале времен нагружения от ~ 80 микросекунд до ~100 секунд для определения скоростной чувствительности материала. Для статического индентирования использовалась нагружающая машина Testometric. Динамическое индентирование проводилось на оригинальной экспериментальной установке, в которой образец, прикрепленный на торце нагружающего алюминиевого стержня, внедрялся в неподвижный индентор. Продольное перемещение стержня реализовывалось за счет упругой волной сжатия, инициируемой ударником в виде шарика или тонкого стержня, разгоняемого пневматической пушкой. Данные тензометрии использовались для восстановления перемещения торца нагружающего стержня; нагрузка, действующая на индентор со стороны образца, регистрировалась пьезоэлектрическим датчиком. Оптическая микроскопия отпечатков индентора позволила проследить зависимость глубины его внедрения от величины максимальной действующей силы. Сопоставление полученных кривых динамического и статического индентирования выявило совпадение механического отклика материала на начальном этапе внедрения индентора и заметное отклонение на последующих этапах.

Ключевые слова: динамическое индентирование; оксид алюминия; микротвердость

Поступила в редакцию 13.10.2016; принята к опубликованию 29.11.2016

Dynamic indentation of alumina ceramics

Е. А. Lyapunova^{a,b,c}, V. V. Chudinov^a, S. V. Uvarov^a, D. V. Zaitsev^b,
P. E. Panfilov^b, O. B. Naimark^a

^a Institute of continuous media mechanics,
614013, Ac. Korolev str., Perm
email: lyapunova@icmm.ru

^b Ural Federal University
620038 Lenina ave, 51, Yekaterinburg

^c Perm State University
614990 Bukirev str., Perm

The paper is devoted to investigation of oxide ceramic mechanical behavior during penetration of diamond conical indenter at different time duration of the process: from ~80 microsecond to ~ 100

second in order to determine material sensitivity to the loading rate. Static indentation was produced with Testometric loading machine. Dynamic indentation was produced with the original experimental setup where the sample glued at the end surface of the loading aluminum rod was pushed into non-movable indenter. Loading rod end surface displacement was realized by the propagation of elastic wave initiated by the striker accelerated by pneumatic gun. Tensometry was used to determine the loading rod displacement which is equivalent to the indenter penetration distance in the material. The loading force acting on the sample from the indenter was registered by piezoelectric force sensor. Optical microscopy of the indents allowed us to obtain the relationship between the indentation depth and maximum loading force. Comparison of experimental results obtained on static and dynamic indentation had revealed that at the beginning of the process the mechanical response of material is the same at different loading velocities; at the following stages of loading there is significant deviation of mechanical response of material subjected to dynamic indentation.

Keywords: dynamic indentation; alumina; microhardness

Received 13.10.2016; accepted 29.11.2016

doi: 10.17072/1994-3598-2016-3-58-64

1. Введение

Экспериментальные исследования механического отклика керамик при динамическом индентировании выявили зависимость твердости, прочности, вязкости разрушения от скорости нагружения, а также влияние стесненности материала при нагружении на закономерности его деформирования и разрушения [1–5]. Данные обстоятельства осложняют моделирование поведения керамик при динамических нагрузках. Неспособность существующих подходов описать механическое поведение керамик стимулировало развитие новых моделей, нуждающихся в экспериментальной апробации. Среди методов, применяющихся в настоящее время для экспериментального исследования закономерностей деформирования и разрушения хрупких материалов, динамическое индентирование имеет ряд преимуществ, в частности, оно позволяет добиваться большей воспроизводимости результатов по сравнению с динамическим ударом и является не такой дорогостоящей, как эксперимент на пробивание преграды. Эксперименты по динамическому индентированию могут дать новую информацию о закономерностях деформации и разрушения хрупких материалов при временах процесса порядка сотни микросекунд.

В настоящей статье описывается реализованная экспериментальная схема по динамическому индентированию и представлены результаты тестирования в данной постановке образцов из оксида алюминия.

2. Материал

В работе исследовались образцы, изготовленные из оксида алюминия, полученного методом плазменного напыления (ООО «Интех», г. Екатеринбург). Подготовка образцов заключалась в их механической полировке для контроля плоскопа-

раллельности боковых поверхностей. Механические свойства подготовленных образцов тестировали на испытательной машине Shimadzu AGX-50kN в режиме одноосного сжатия при скорости перемещения захватов 100 мкм/мин (рис. 1). Разрушающее напряжение для исследуемой керамики составило 710 ± 50 МПа, модуль упругости $6 \pm 0,1$ ГПа. Микротвердость образцов, измеренная по стандартной методике на микротвердомере ПМТ-3 с использованием наконечника Виккерса, составляет $4 \pm 1,2$ ГПа при использованной нагрузке 200 г и $3,4 \pm 0,3$ ГПа при нагрузке 100 г.

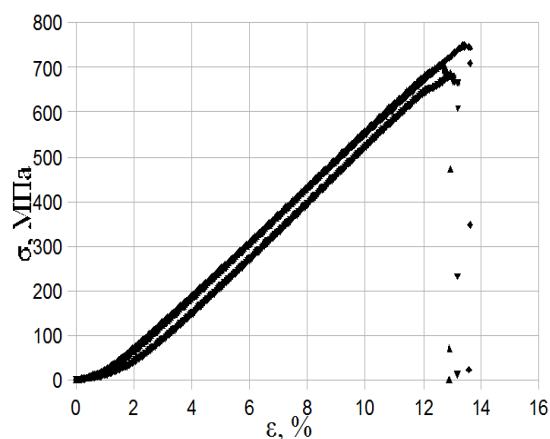


Рис. 1. Кривые нагружения образцов из оксида алюминия, одноосное сжатие

Исследования механических свойств материала на испытательной машине Shimadzu AGX-50kN, а также измерения микротвердости проводились в Институте естественных наук и математики, Уральском федеральном университете, г. Екатеринбург. Эксперименты по статическому и динамическому индентированию и оптическая микроскопия отпечатков индентов проведены в Институте механики сплошных сред УрО РАН г. Перми.

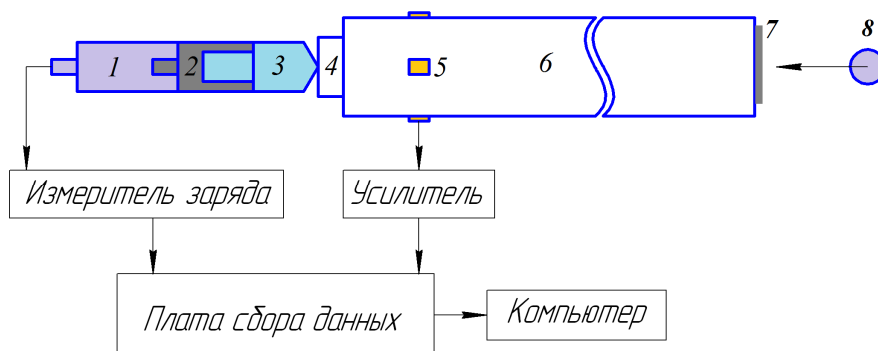


Рис. 2. Принципиальная схема установки: 1 – датчик силы, 2 – переходник, 3 – индентор, 4 – образец, 5 – тензодатчики, 6 – нагружающий стержень, 7 – шейпер из картона, 8 – стальной шарик или тонкий стержень, инициирующий упругую волну в стержне.

3. Методика эксперимента

В экспериментах по статическому и динамическому индентированию использовался стандартный индентор для твердомера с наконечником в виде алмазного конуса с углом при основании $120 \pm 12^\circ$ и радиусом сферического закругления при вершине $0,200 \pm 0,005$ мм [6, 7]. В статических экспериментах индентор закреплялся через переходник на станине нагружающей машины Testometric и внедрялся в образец, располагавшийся на неподвижном основании.

Динамическое индентирование керамических образцов проводилось на базе модифицированной установки [8, 9], принципиальная схема которой представлена на рис. 2. В экспериментах по динамическому индентированию образец, закрепленный на торцевой поверхности алюминиевого стержня диаметром 25 мм и длиной 3 м, внедрялся в неподвижный индентор.

Перемещение торца нагружаемого стержня с закрепленным на нем образцом реализовывалось за счет упругой волны сжатия, возбуждаемой в нагружающем стержне ударом стального шарика диаметром 7 мм и массой 1,5 г или алюминиевого стержня диаметром 10 мм, длиной 70 мм и массой 15,7 г, помещаемых в поддон из пенополистирола.

Использование ударников такой геометрии и массы, а также варьирование давления сжатого воздуха, нагнетаемого в буферный объем и разряжаемого затем в ствол пневматической пушки, позволили реализовать различные по длительности и амплитуде нагружающие импульсы.

Для регистрации продольной волны деформации применялось четыре тензодатчика, соединенных последовательно по образующей стержня (обозначены цифрой 5 на рис. 2). Эти данные использовались для определения продольного смещения торца стержня, обусловленного распространением упругой волны [11, 12]. Типичное максимальное смещение стержня в проведенных экспериментах составило ~ 100 - 150 мкм при временах

эксперимента ~ 80 - 370 мкс. Образец, представляющий собой таблетку диаметром 15 мм и толщиной 5 мм, крепился на торцевую поверхность стержня с помощью клея (цианоакрилат).

Для регистрации усилия, действующего на индентор со стороны образца, использовался пьезоэлектрический датчик силы 9217A (Kistler) в комплекте с измерителем заряда Kistler. Ввиду конструктивных особенностей индентора и датчика силы для их стыковки был изготовлен стальной переходник (обозначен цифрой 2 на рис. 2 и цифрой 4 на рис. 3), имеющий с одной стороны глухое отверстие диаметром 6 мм, в которое плотно вставлялся хвостовик индентора, а с другой стороны имеющий резьбу М3х1 для вкручивания его в датчик силы (обозначен цифрой 1 на рис. 2 и цифрой 5 на рис. 3).

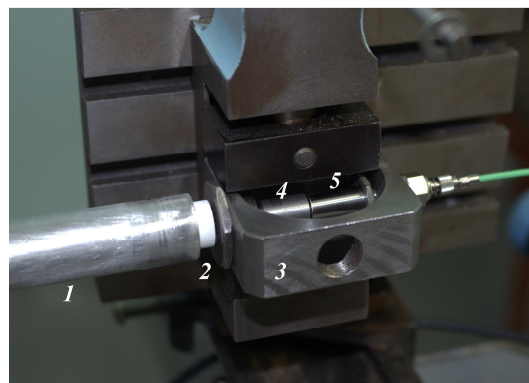


Рис. 3. Взаимное расположение образца, держателя индентора и датчика силы: 1 – торец нагружающего стержня с приклеенным к нему образцом 2; 3 – держатель индентора и датчика силы 5; 4 – переходник между индентором и датчиком силы

Для закрепления индентора и датчика силы на установке использовали стальной держатель 3 рамочного типа с соосно проточенными отверстиями с резьбой, в одно из которых, со стороны индентора, вкручивалась защитная гайка, служащая ограничителем максимальной глубины внедрения об-

разца в индентор. Держатель закреплялся в тисках массивной станины, располагающейся на общей станине установки, изготовленной из стального швеллера с толщиной стенки 6 мм.

Продольное перемещение свободного торца стержня с прикрепленным к нему образцом, обусловленное распространением по стержню упругой волны сжатия, может быть вычислено по формуле

$$d = \int_0^t c_0 (\varepsilon_i + \varepsilon_r) dt, \quad (1)$$

где c_0 – скорость упругой волны в алюминии, взятая равной 5080 м/с [10], ε_i и ε_r – падающий и отраженный импульсы деформации в алюминиевом стержне, регистрируемые тензодатчиками [11]. В соответствии с примененной схемой эксперимента перемещение свободного торца стержня d будет эквивалентно глубине внедрения индентора в образец.

Для проверки корректности определения перемещения торца стержня были проведены дополнительные эксперименты с использованием индукционного датчика перемещения в качестве независимого метода измерения, показавшие, что значения перемещения торца стержня, измеренные индукционным датчиком и вычисленные по данным тензометрии, коррелируют между собой.

Типичные сигналы с тензодатчиков, располагающихся на нагружающем стержне, и датчика силы, регистрируемые в эксперименте по динамическому индентированию, представлены на рис. 4, а. Упругая волна сжатия, инициируемая ударником, распространяется к свободному торцу стержня с прикрепленным к нему образцом и регистрируется тензодатчиками в виде пика в отрицательной области значений. Отражаясь от свободного торца стержня, упругая волна сжатия преобразуется в волну растяжения, приводя к нарастающему смещению стержня и внедрению прикрепленного к нему образца в неподвижный индентор. Упругая волна растяжения регистрируется тензодатчиками в виде пика в положительной области

значений. Нагрузка, действующая на индентор со стороны образца, регистрируется датчиком силы (рис. 4, а).

Перемещение торца стержня, обусловленное волновыми процессами и вычисленное по формуле (1), показано на рис. 4, б. Полученные экспериментальные данные позволяют восстановить кривую динамического индентирования в переменных «сила, действующая на образец – перемещение индентора».

Следы внедрения индентора в образец исследовались на цифровом оптическом микроскопе Нугох и интерференционном микроскопе NewView 5010 для определения диаметра и глубины отпечатка.

4. Результаты и обсуждение

Кривые индентирования, полученные для статического и динамического нагружения, представлены на рис. 5. Эксперименты по статическому индентированию продемонстрировали отсутствие чувствительности механического отклика материала к скорости деформации (рис. 5, а). Разброс кривых статического индентирования обусловлен, по-видимому, структурными особенностями керамики.

В экспериментах по динамическому индентированию использование ударников различной геометрии и массы, а также варьирование скоростей их соударения с нагружающим стержнем позволило получить различные времена процесса нагружения образцов и таким образом качественно оценить влияние скорости деформации на механический отклик керамики. Так, для экспериментов с использованием стального шарика (кривые 3 и 4 на рис. 5, б) времена процесса составили 80 и 100 мкс, тогда как использование тонкого алюминиевого стержня в качестве ударника привело к формированию более длительного импульса и меньшей скорости деформации: времена процесса для кривых динамического индентирования 1 и 2 составляли 370 и 340 мкс. На рис. 5, б приведены

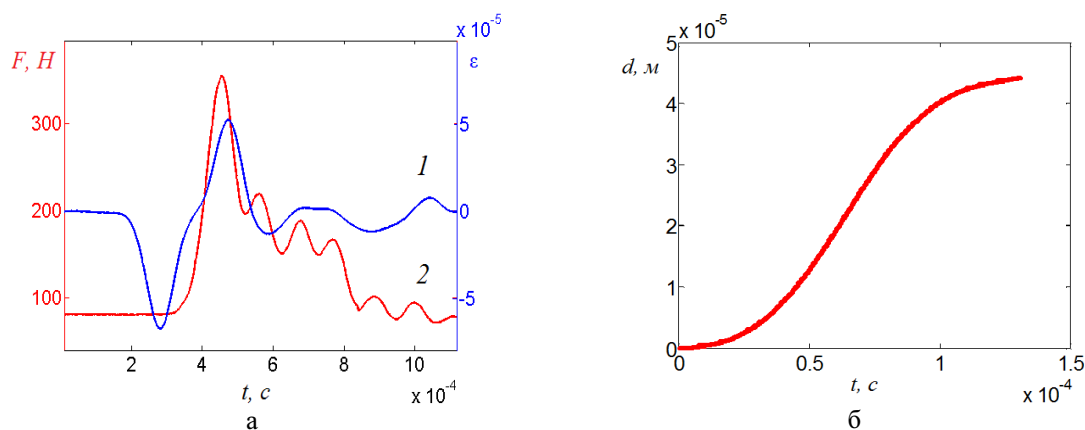


Рис. 4. а) Сигналы с тензодатчика (1) и датчика силы (2), инициированные ударником в виде тонкого алюминиевого стержня, разогнанного до 8 м/с; б) перемещение торца стержня в процессе нагружения

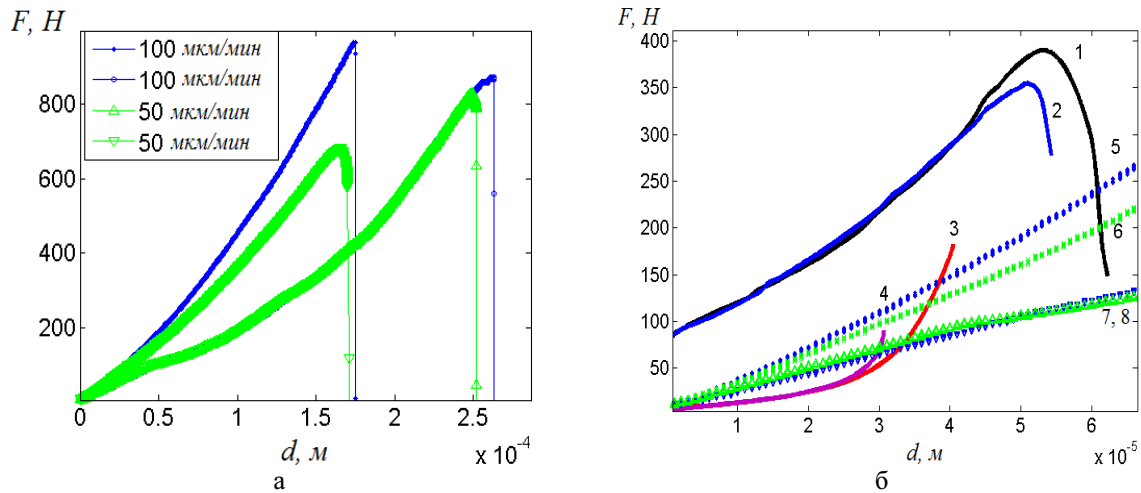


Рис. 5. а) Деформационные кривые для образцов, подвергнутых статическому индентированию для двух скоростей деформирования; б) кривые динамического индентирования, соответствующие различным условиям иницирования нагружающего импульса: 1 и 2 – алюминиевым стержнем массой 15 г, разогнанным до 9 и 8 м/с, 3 и 4 – стальным шариком массой 1.5 г, разогнанным до 62 и 89 м/с, 5, 7 и 6, 8 – начальные участки кривых статического индентирования при скорости нагружения 100 и 50 мкм/мин соответственно

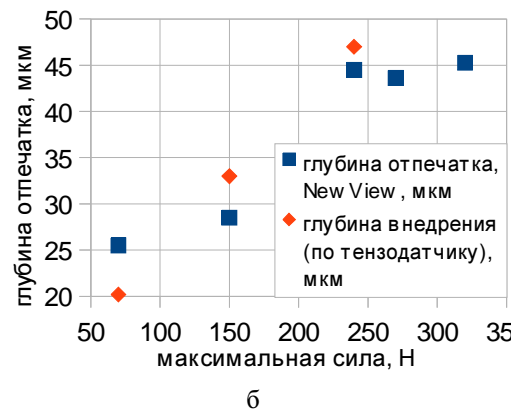
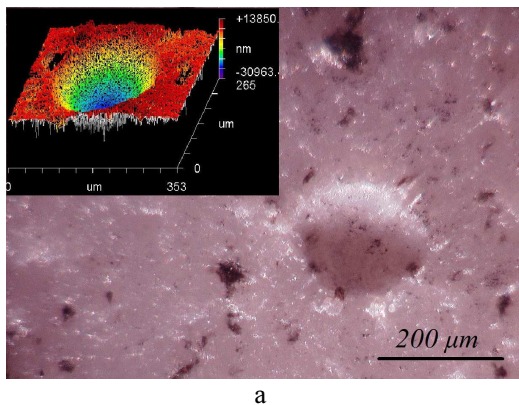


Рис. 6. а) Оптическая фотография и 3D изображение отпечатка от индентора, соответствующие скорости шарика 57 м/с; б) зависимость глубины отпечатка от максимальной действующей в процессе индентирования силы

также фрагменты кривых статического индентирования для аналогичного интервала глубин внедрения индентора в материал: кривые 5 и 6, полученные при скорости нагружения 100 и 50 мкм/мин, соответствуют времени процесса 1...1,5 мин. Видно, что при статическом индентировании кривые деформирования имеют линейный характер, в то время как кривые динамического индентирования, линейные на начальном этапе, существенно отклоняются от линейного закона в дальнейшем, т.е. материал демонстрирует чувствительность к скорости деформации.

При динамическом индентировании материала в диапазоне максимальных действующих нагрузок от 70 до 350 Н образования трещин вблизи отпечатка не происходило (рис. 6, а). Зависимости глубины отпечатка, измеренного с помощью интерференционного микроскопа NewView 5010, а также

по данным тензометрии от максимальной действующей силы представлены на рис. 6, б.

5. Выводы

Реализована экспериментальная схема по динамическому индентированию образцов из оксида алюминия, полученного плазменным напылением, в которой распространение упругой волны в длинном алюминиевом стержне обеспечивает внедрение образца в неподвижный индентор. Перемещение торца стержня с закрепленным на нем образцом вычислялось по данным тензометрии; пьезоэлектрический датчик силы использовался для регистрации нагрузки, действующей на индентор со стороны образца. Использование ударников различной геометрии и массы (стальной шарик, тонкий алюминиевый стержень) и варьирование скорости соударения позволили получить различные

по длительности и амплитуде импульсы нагружения. Количественная оценка скорости деформации материала в процессе внедрения в него алмазного конуса требует учета объема материала, вовлеченного в процесс деформирования на каждом из этапов процесса, и является предметом дальнейших исследований.

По полученным экспериментальным данным были восстановлены кривые динамического индентирования в переменных «сила, действующая на образец – перемещение индентора». Сопоставление полученных кривых динамического индентирования с результатами экспериментов по статическому индентированию аналогичных образцов выявило совпадение механического отклика материала на начальном этапе внедрения индентора и заметное отклонение на последующих этапах. Таким образом, на качественном уровне показана чувствительность отклика оксидной керамики к скорости деформации в процессе индентирования.

Авторы благодарны Российскому научному фонду за финансовую поддержку (ЕАЛ, ДВЗ, ПЕП – грант № 15-19-10007, ВВЧ, СВУ, ОБН – грант № 14-19-01173).

Список литературы

1. Subhash G., Maiti S., Geubelle P. H., Ghosh D. Recent advances in dynamic indentation fracture, impact damage and fragmentation of ceramics // *Journal of American Ceramic Society*. 2008. Vol. 91. P. 2777–2791.
2. Ghosh D., Subhash G., Bourne G. R. Inelastic deformation under indentation and scratch loads in ZrB₂-SiC composite // *Journal of European ceramic society*. 2009. N. 9. P. 3053–4061.
3. Ghosh D., Subhash G., Sudatshan T. S., Radhakrishnan R., Gao X.-L. Dynamic indentation response of fine-grained boron carbide // *Journal of American Ceramic Society*. 2007. Vol. 90. N. 6. P. 1850–1857.
4. LaSalvia J. C., McCauley J. W. Inelastic deformation mechanisms and damage in structural ceramics subjected to high velocity impact // *International Journal of Applied Ceramic Technology*. 2010. Vol. 7. N. 5. P. 595–605.
5. Klecka M. A., Subhash G. Rate-dependent indentation of structural ceramics // *Journal of American Society*. 2010. Vol. 93. N. 8. P. 2377–2383.
6. ГОСТ 8.044-80. М.: изд-во стандартов, 1981. 11 с.
7. ГОСТ 9377-81. М.: изд-во стандартов, 1987. 11 с.
8. Плехов О. А., Чудинов В. В., Леонтьев В. А., Наймарк О. Б. Экспериментальное исследование закономерностей диссипации энергии при динамическом деформировании нанокристаллического титана // Письма в Журнал технической физики. 2009. Т. 35. № 2. С. 82–89.
9. Чудинов В. В., Плехов О. А. Исследование влияния условий проведения динамического эксперимента на величину диссипированной энергии в субмикроструктурном титане // Вестник Пермского государственного технического университета. Механика. 2011. № 2. С. 132–144.
10. Кикоин И. К. (ред.) Таблицы физических величин. Справочник. М.: Атомиздат, 1976. 1008 с.
11. Зукас Дж. А., Николас Т., Свифт Х. Ф., Грециук Л. Б., Курран Д. Р. Динамика удара. М.: Мир, 1985.
12. Bragov A. M., Demenko P. V., Lomunov A. K., Sergeichev I. V., Kruszka L. Investigation of behaviour of materials of different physical nature using the Kolsky method and its modifications / In: Nowacki W. K., Klepaczko J. R. (Eds). *New experimental methods in material dynamics and impact, trends in mechanics of materials* // Warsaw, 2001. P. 337–348.

References

1. Subhash G., Maiti S., Geubelle P. H., Ghosh D. Recent advances in dynamic indentation fracture, impact damage and fragmentation of ceramics. *Journal of American Ceramic Society*, 2008, vol. 91, pp. 2777–2791.
2. Ghosh D., Subhash G., Bourne G. R. Inelastic deformation under indentation and scratch loads in ZrB₂-SiC composite. *Journal of European ceramic society*, 2009, vol. 9, pp. 3053–4061.
3. Ghosh D., Subhash G., Sudatshan T. S., Radhakrishnan R., Gao X.-L. Dynamic indentation response of fine-grained boron carbide. *Journal of American Ceramic Society*, 2007, vol. 90, no. 6, pp. 1850–1857.
4. LaSalvia J. C., McCauley J. W. Inelastic deformation mechanisms and damage in structural ceramics subjected to high velocity impact. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 2010, vol. 7, no. 5, pp. 595–605.
5. Klecka M. A., Subhash G. Rate-dependent indentation of structural ceramics. *Journal of American Society*, 2010, vol. 93, no. 8, pp. 2377–2383.
6. State Standard 8.044-80. Moscow: Izdatel'stvo standartov. 1981. 11 p. (In Russian).
7. State Standard 9377-81. Moscow: Izdatel'stvo standartov. 1987. 11 p. (In Russian).
8. Plekhov O. A., Chudinov V. V., Leont'ev V. A., Naimark O. B. Experimental investigations of the laws of energy dissipation during dynamic deformation of nanocrystalline. *Technical Physics Letters*, 2009, vol. 35, no. 2, pp. 82–89.
9. Chudinov V. V., Plekhov O. A. Influence of conditions of dynamic experiment for value of dissipated

- energy in submicrocrystalline titanium. *PNRPU Mechanics Bulletin*, 2011, no. 2, pp. 132–144 (In Russian).
10. Kikoin K. *Tablitsy fizicheskikh velichin* (Tables of physical constants). Moscow: Atomizdat, 1976, 1008 p. (In Russian).
11. Zukas J. A., Nikolas T., Swift H. F., Greszczuk L. B., Curran D. R. *Impact dynamics*. New-York: Wiley, 1982, 452 p.
12. Bragov A. M., Demenko P. V., Lomunov A. K., Sergeichev I. V., Kruszka L. Investigation of behaviour of materials of different physical nature using the Kolsky method and its modifications. In: Nowacki W. K., Klepaczko J. R. (Eds.) *New experimental methods in material dynamics and impact, trends in mechanics of materials*. Warsaw, 2001, pp. 337–348.

Просьба ссылаться на эту статью в русскоязычных источниках следующим образом:

Ляпунова Е. А., Чудинов В. В., Уваров С. В., Зайцев Д. В., Панфилов П. Е., Наймарк О. Б. Динамическое индентирование керамики из оксида алюминия // Вестник Пермского университета. Физика. 2016. № 3 (34). С. 58–64. doi: 10.17072/1994-3598-2016-3-58-64

Please cite this article in English as:

Lyapunova E. A., Chudinov V. V., Uvarov S. V., Zaitsev D. V., Panfilov P.E., Naimark O. B. Dynamic Indentation of Alumina Ceramics // Bulletin of Perm University. Physics, 2016, no. 3 (34), pp. 58–64. doi: 10.17072/1994-3598-2016-3-58-64