

---

---

**НАДЕЖНОСТЬ, ПРОЧНОСТЬ,  
ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ МАШИН И КОНСТРУКЦИЙ**

---

---

УДК 539.3, 539.4

**АНАЛИЗ ВЛИЯНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ СПЕКАНИЯ НА СОПРОТИВЛЕНИЕ  
РАЗРУШЕНИЮ КЕРАМИКИ НА БАЗЕ ЭКСПЕРИМЕНТОВ  
НА СКАЛЫВАНИЕ КРОМКИ ОБРАЗЦА****© 2022 г. О. А. Батанова<sup>1,\*</sup>, Ю. Г. Матвиенко<sup>1</sup>, А. Ю. Марченков<sup>2</sup>,  
В. М. Матюнин<sup>2</sup>, Т. О. Оболкина<sup>3</sup>, С. В. Смирнов<sup>3</sup>**<sup>1</sup>*Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН, Москва, Россия*<sup>2</sup>*НИУ “Московский энергетический институт”, Москва, Россия*<sup>3</sup>*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва, Россия**\*e-mail olalgor@list.ru*

Поступила в редакцию 23.12.2021 г.

Принята к публикации 20.04.2022 г.

Приведены результаты комплексного расчетно-экспериментального исследования механических свойств керамики на основе диоксида циркония методом скалывания кромки образца. Эксперименты на скалывание кромки образца выполнены с помощью конического алмазного индентора с радиусом скругления сферического наконечника 200 мкм. Проведено исследование влияния температуры спекания на сопротивление разрушению керамики. При этом используется кривая сопротивления скалыванию кромки, которая дает интегральную характеристику сопротивления разрушению керамических материалов. Предложенный метод может быть применен для оценки и сравнения механических свойств материалов на этапе поисковых материаловедческих исследований.

*Ключевые слова:* скалывание кромки образца, конический алмазный индентор, керамика, численное моделирование

**DOI:** 10.31857/S0235711922040034

В настоящее время при определении сопротивления разрушению конструкционной, функциональной, биомедицинской керамики, стекол и других хрупких материалов применяется метод скалывания кромки образца с помощью инденторов. Такие исследования проводятся в США [1–3], Канаде [4, 5], Израиле [6], Франции [7], Украине [8–10], Бразилии, Китае, Германии и ряде других стран, в том числе в рамках международного сотрудничества [11–18]. Метод скалывания кромки образца коническими инденторами со сферическим наконечником не требует предварительного создания трещины. Это следует отнести к его преимуществам. При воздействии индентора на образец на его поверхности возникает первичная близкая к окружности трещина и две отходящие от нее вторичные трещины. Затем эти трещины развиваются вглубь образца, приводя к образованию скола. Тот факт, что в этом методе сочетаются различные механизмы разрушения хрупкого материала, также следует отнести к его преимуществам. Названные преимущества дают основание считать его перспективным для оценки механических свойств керамических материалов, в первую очередь на этапе поисковых материаловедческих исследований.

В работах [14–17] приведены результаты комплексных расчетно-экспериментальных исследований сопротивления разрушению хрупких материалов методом скалыва-

ния кромки образца коническими алмазными инденторами с радиусами скругления сферического наконечника 100 мкм, 200 мкм и 400 мкм. Работы проводились в рамках международного сотрудничества. Расчетные исследования выполнены в ИМАШ РАН. Расчетный анализ испытаний на скалывание кромок образцов керамики проводили на базе конечно-элементного моделирования с использованием программного комплекса ANSYS. Исследовалось контактное взаимодействие инденторов с испытываемыми образцами. Для этого решали статическую пространственную контактную задачу о внедрении в образец конических алмазных инденторов с различными радиусами скругления наконечника. Конечно-элементное моделирование, выполненное с использованием программного комплекса ANSYS, позволило выявить ряд закономерностей сопротивления разрушению керамики и оптимизировать эксперименты.

В настоящей статье приводятся результаты исследования сопротивления разрушению керамических материалов методом скалывания кромки образца коническим алмазным индентором с радиусом скругления наконечника 200 мкм. Эксперименты по скалыванию кромок образцов из керамики впервые осуществлены в России на основе собственных методик кафедры Технологии металлов НИУ «Московский энергетический институт». В экспериментах исследовались керамические материалы на основе диоксида циркония, разработанные в ИМЕТ РАН. Цель исследования – изучение влияния температуры спекания на сопротивление разрушению керамики.

**Материалы и методика эксперимента.** В экспериментах исследовалась керамика на основе диоксида циркония, стабилизированная 3 мол.% оксидом иттрия ( $Y_2O_3$ ) (3Y-TZP). Для повышения прочности и трещиностойкости вводили оксид алюминия  $Al_2O_3$  в количестве 2 мас.%. Известно, что введение малых количеств  $Al_2O_3$  способствует улучшению спекания [19]. Исходные порошки 3Y-TZP получали методом химического соосаждения водных растворов оксихлорида циркония, хлорида алюминия и иттрия в 25 мас.% раствор аммиака. Полученный после синтеза осадок сушили, затем измельчали в планетарной мельнице в среде этанола шарами из диоксида циркония. После помола проводили термообработку при  $650^\circ C$  и повторно диспергировали в планетарной мельнице. Полученные порошки характеризовались удельной поверхностью  $50 \text{ м}^2/\text{г}$ . Формование образцов в виде балок прямоугольной формы проводили методом одноосного прессования при давлении 100 МПа в стальных пресс-формах. Спрессованные образцы спекали в высокотемпературных печах с хромитлантановыми нагревателями в воздушной атмосфере при температурах 1450, 1500,  $1550^\circ C$  с выдержкой два часа со скоростью нагрева  $10^\circ C/\text{мин}$ .

Данные материалы благодаря высокой прочности и трещиностойкости находят применение в машиностроении: бронезащита, режущий инструмент. В медицине применяются для замены суставов, например, тазобедренных, благодаря износостойкости, прочности, химической и биологической инертности. В стоматологии из таких материалов делают зубные коронки. Эти материалы используются в качестве теплозащиты (огнеупоры) благодаря низкой теплопроводности и высокой температуре плавления. Они также находят применение в ядерной промышленности для защиты от излучения.

Эксперименты по скалыванию кромки образца выполнялись с использованием конического алмазного индентора с радиусом скругления сферического наконечника  $R = 200 \text{ мкм}$ . Образцы представляли собой прямоугольные балки размером  $3.5 \times 3.5 \times 40 \text{ мм}^3$ . Перед испытаниями две перпендикулярные друг другу грани образцов подвергали предварительной механической обработке. Каждая из балок отдельно запрессовывалась в композит EpoMet методом горячей запрессовки на аппарате Buehler SimpliMet 1000 в обойму диаметром 40 мм. Запрессовка производилась при температуре  $T = 150^\circ C$  в течение пяти минут. Одна грань на запрессованных образцах подвергалась шлифованию с водным охлаждением на станке Buehler EcoMet 250 с использова-

нием шлифовальных бумаг на основе карбида кремния с зернистостью от P180 до P4000. После подготовки первой грани на отрезном станке Buehler AbrasiMatic 300 разрезали обойму вблизи балки на две части, освобождая вторую ее грань, которую затем подготавливали аналогичным образом шлифованием на станке Buehler EcoMet 250.

Испытания проводили на универсальной испытательной машине Instron 5982, дополнительно оборудованной специализированной оснасткой для испытаний индентированием и микрометрическим столом для позиционирования образца относительно индентора. Образец жестко закрепляли на предметном столе с помощью струбцины. Вдавливание индентора проводили со скоростью 0.5 мм/мин на разном удалении от кромки образца. Номинальное расстояние от кромки образца до центра индентора задавалось по лимбу микрометрического стола, а фактическое расстояние контролировалось с помощью оптической системы с точностью  $\pm 2.5$  мкм. В процессе каждого испытания непрерывно регистрировали диаграмму вдавливания в координатах “усилие—перемещение индентора” до достижения срыва усилия, соответствующего скальванию кромки образца. Значение максимальной нагрузки при вдавливании принимали в качестве разрушающего усилия  $P_f$  при заданном расстоянии  $d$  от центра внедрения индентора в поверхность образца до его кромки. Значение параметра  $d$  варьировали в пределах базового расстояния испытаний  $50 \text{ мкм} \leq d \leq 300 \text{ мкм}$ . Такое базовое расстояние испытаний (нижняя и верхняя граница параметра  $d$ ) было установлено на основе конечно-элементного моделирования контактного взаимодействия индентора с образцом.

Определяющее верхнюю границу значение параметра  $d$ , при воздействии индентора с радиусом скругления наконечника  $R = 200$  мкм, было установлено на основе конечно-элементного анализа трансформации полей перемещений, деформаций и напряжений. Эти поля при возрастании параметров  $d$  и  $P_f$ , т.е. при удалении центра индентора от кромки образца, трансформируются от асимметрии к симметрии. В общем случае, чем ближе к кромке находится индентор, тем заметнее асимметрия. На основе расчетов для различных керамических материалов было установлено [14], что при достижении параметром  $d$  значения равного примерно 300 мкм поля перемещений, деформаций и напряжений становятся практически симметричными в направлении оси перпендикулярной кромке. Значение параметра  $d$  равное 300 мкм было принято за верхнюю границу базового расстояния испытаний. Зона, ограниченная верхней границей 300 мкм, была идентифицирована, как зона краевого эффекта. Зона краевого эффекта это узкая зона вблизи кромки образца. Внутри зоны краевого эффекта поля перемещений, деформаций и напряжений локализованы вблизи кромки образца и асимметричны в направлении оси, направленной перпендикулярно кромке образца. За пределами зоны краевого эффекта, перечисленные поля становятся практически симметричными в направлении данной оси и не локализованы вблизи кромки. Воздействие индентора в удалении от зоны краевого эффекта соответствует экспериментам классического индентирования.

Из экспериментов известно, что при значительном приближении центра индентора к кромке образца увеличивается разброс данных. В связи с этим целесообразно установить значение параметра  $d$  для нижней границы базового расстояния. При выборе минимальных значений параметра  $d$  авторы сосредоточили внимание на форме поверхности контакта индентора с образцом [16]. В общем случае эта поверхность представляет собой шаровой сегмент. Однако, при значительном приближении индентора к кромке образца форма поверхности контакта может изменяться от шарового сегмента до половины шарового сегмента при совмещении центра индентора с кромкой образца ( $d = 0$ ). При выборе минимального значения базового расстояния рекомендовано такое его значение, при котором поверхность контакта представляет собой шаро-

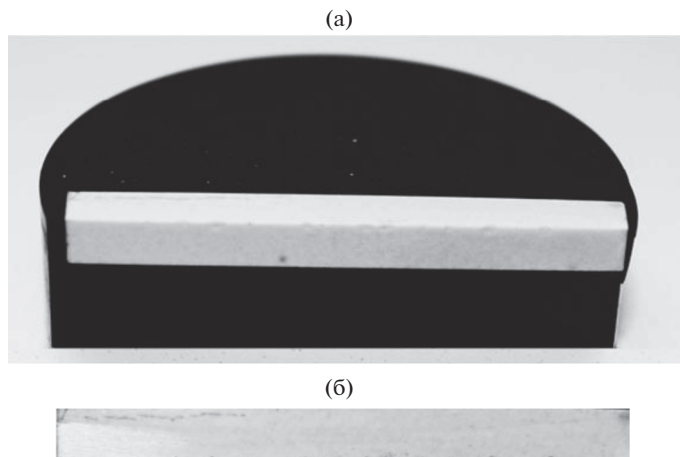


Рис. 1. Испытанный образец, запрессованный в компаунд – (а); сколы, вид сверху – (б).

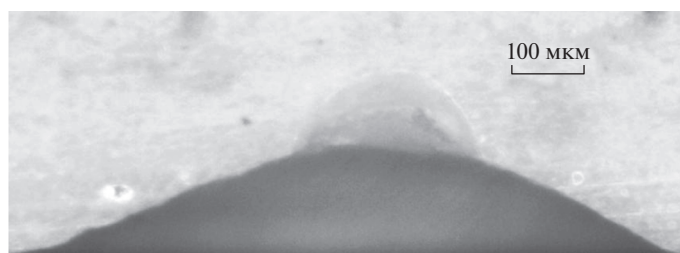


Рис. 2. Снимок скола, вид сверху.

вой сегмент и примыкает к кромке образца. Значения параметра  $d$ , при которых поверхность контакта является частью шарового сегмента, предложено считать находящимися ниже минимального значения базового расстояния. На основании экспериментальных и расчетных исследований предложено в целях унификации экспериментов установить для индентора с радиусом скругления  $R = 200$  мкм минимальное значение границы базового расстояния  $d$  равным примерно 50 мкм. На рис. 1 представлен испытанный образец, а на рис. 2 снимок скола.

**Результаты испытаний образцов керамики на основе диоксида циркония, полученных при различных температурах спекания.** Комплексные расчетно-экспериментальные исследования [16, 17] по скалыванию кромки образца, проведенные для керамики на основе нитрида кремния ( $(Y_2O_3, Al_2O_3)$ –SN), диоксида циркония (Y-TZP) и наноламинатной керамики ( $Ti_3AlC_2$ ), имели целью проанализировать влияние радиуса скругления сферического наконечника инденторов на сопротивление разрушению образцов, а также установление общих закономерностей процесса испытаний инденторами с разными радиусами скругления для различных материалов. Эти исследования, проведенные с учетом условий геометрического подобия, позволили установить оптимальные диапазоны расстояний от центра индентора до кромки образца для конических алмазных инденторов с радиусами скругления сферического наконечника  $R = 100$  мкм,  $R = 200$  мкм и  $R = 400$  мкм. А также позволили получить для каждого ис-

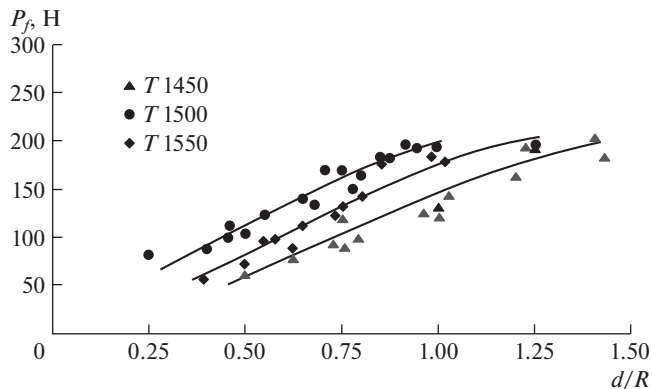


Рис. 3. Сопротивление скалыванию кромки образцов из керамики 3Y-TZP.

пытанного материала единую кривую сопротивления скалыванию кромки для конических алмазных инденторов с разными радиусами скругления в виде зависимости нормализованного разрушающего усилия  $P_f/K^2$  от нормализованного параметра  $d/R$ . При этом  $d$  – расстояние от центра внедрения индентора в поверхность образца до его кромки,  $R$  – радиус скругления индентора,  $K$  – коэффициент подобия, который определяется как отношение текущего радиуса скругления наконечника индентора к радиусу  $R = 200$  мкм. Для  $R = 100$  мкм  $K = 0.5$ , для  $R = 200$  мкм  $K = 1$ , для  $R = 400$  мкм  $K = 2$ . Зависимость  $P_f/K^2(d/R)$  названа сопротивлением скалыванию кромки [16].

Единая кривая сопротивления скалыванию кромки была предложена в качестве механической характеристики материалов. При испытаниях на скалывание кромки образца разрушение начинается с образования первичной поверхностной трещины близкой по форме к окружности, обусловленной достижением предельного напряженного состояния. Затем возникают две вторичные поверхностные трещины (трещины бифуркации). Образовавшиеся поверхностные трещины, распространяясь вглубь образца, приводят к образованию скола. Отражая все перечисленные процессы, кривая сопротивления скалыванию кромки дает интегральную характеристику сопротивления разрушению керамических материалов. Благодаря этому возможно применение этой кривой для оценки и сравнения механических свойств материалов на этапе их создания. Единая кривая дает возможность сравнения результатов экспериментов по определению сопротивления скалыванию кромки керамических материалов, полученных с применением инденторов с различными радиусами скругления наконечника, но при обязательном учете условий геометрического подобия.

Основываясь на проведенном ранее расчетно-экспериментальном исследовании, для проведения экспериментов по скалыванию кромки образцов, с указанными выше размерами грани приложения нагрузки, был выбран конический алмазный индентор с радиусом скругления сферического наконечника равным 200 мкм.

Зависимость  $P_f/K^2(d/R)$ , названная сопротивлением скалыванию кромки, применена в настоящей статье для сравнения свойств материалов на основе диоксида циркония 3Y-TZP, полученных при различных температурах спекания ( $T = 1450^\circ\text{C}$ ,  $T = 1500^\circ\text{C}$ ,  $T = 1550^\circ\text{C}$ ). Наибольшее сопротивление скалыванию кромки оказали образцы, полученные при температуре спекания  $T = 1500^\circ\text{C}$  (рис. 3).

**Выводы. 1.** При определении сопротивления разрушению керамических материалов методом скалывания кромки образца эффективно сочетание экспериментов с

численным моделированием контакта индентора с испытываемым образцом. 2. Проведенное на основе зависимости  $P_f/K^2(d/R)$  – сопротивление скалыванию кромки, сравнение свойств материалов 3Y-TZP, полученных при различных температурах спекания ( $T = 1450^\circ\text{C}$ ,  $T = 1500^\circ\text{C}$ ,  $T = 1550^\circ\text{C}$ ), позволило установить, что наибольшее сопротивление скалыванию кромки оказали образцы, полученные при температуре спекания  $T = 1500^\circ\text{C}$ . 3. Предложенный метод может применяться для оценки и сравнения механических свойств материалов на этапе поисковых материаловедческих исследований.

#### КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Quinn G.D., Giuseppetti A.A., Hoffman K.H. Chipping fracture resistance of dental CAD/CAM restorative materials: Part 1. Procedures and results // Dent. Mater. 2014. V. 30. e99.
2. Quinn G.D., Giuseppetti A.A., Hoffman K.H. Chipping fracture resistance of dental CAD/CAM restorative materials: Part 2. Phenomenological model and the effect of indenter type // Dent. Mater. 2014. V. 30. e112.
3. Argyrou R., Thompson G.A., Cho S.-H., Berzins D.W. Edge chipping resistance and flexural strength of polymer infiltrated ceramic network and resin nanoceramic restorative materials // J. Prosthet. Dent. 2016. V. 116. № 3. P. 397.
4. Mohajerani A., Spelt J.K. Edge chipping of borosilicate glass by blunt indentation // J. Mech. of Mat. 2010. V. 42. P. 1064.
5. Mohajerani A., Spelt J.K. Edge chipping of borosilicate glass by blunt indentation low velocity impact of spherical indenters // J. Mech. of Mat. 2011. V. 43. P. 671.
6. Chai H. On the mechanics of edge chipping from spherical indentation // Int. J. Frac. 2011. V. 169. P. 85.
7. Hervas I., Montagne A., Gorp A. Van, Bentoumi M., Thuault A., Iost A. Fracture toughness of glasses and hydroxyapatite: A comparative study of 7 methods by using Vickers indenter // Ceram. Int. 2016. V. 42. P. 12740.
8. Gogotsi G.A. Fracture resistance of ceramics: base diagram and R-line // J. Strength Mater. 2006. V. 38. P. 261.
9. Gogotsi G.A., Galenko V.I., Mudrik S.P., Ozersky B.I., Khvorostyany V.V., Khristevic T.A. Fracture resistance estimation of elastic ceramics in edge flaking: EF baseline // J. Eur. Ceram. Soc. 2010. V. 30. № 6. P. 1223.
10. Gogotsi G.A. Criteria of ceramics fracture (edge chipping and fracture toughness tests) // Ceram. Int. 2013. V. 39. № 3. P. 3293.
11. Tong H., Tanaka C.B., Kaizer M.R., Zhang Y. Characterization of three commercial Y-TZP ceramics produced for their High-Translucency, High-Strength and High-Surface Area // Ceram. Int. 2016. V. 42. P. 1077.
12. Tanaka C.B., Ballester R.Y., De Souza G.M., Zhang Y., Meira J.B.C. Influence of residual thermal stresses on the edge chipping resistance of PFM and veneered zirconia structures: Experimental and FEA study // Dent. Mater. 2019. V. 35. № 2. P. 344.
13. Chai H., Lawn B.R. Universal Relation for Edge Chipping From Sharp Contacts in Brittle Materials: A Simple Means of Toughness Evaluation // Acta Mater. 2007. V. 55. P. 2555.
14. Batanova O.A., Gogotsi G.A., Matvienko Yu.G. Numerical modeling edge chipping tests of ceramics // Eng. Frac. Mech. 2014. V. 132. P. 38.

15. Батанова О.А., Матвиенко Ю.Г. Закономерности образования трещин при скальвании кромки образца и индентировании хрупких материалов // Физическая мезомеханика. 2015. Т. 18. № 2. С. 22.
16. Batanova O.A., Gogotsi G.A., Matvienko Yu.G. Unified curve of the edge chipping resistance in connection with the rounding radius indenter // Eng. Frac. Mech. 2017. V. 178. P. 265.
17. Gogotsi G.A., Batanova O.A., Matvienko Yu.G. General regularities of edge chipping tests for ceramics in the case of conical indenters with different rounding tip // Mechanics of Materials. 2019. V. 132. P. 86.
18. Hampe R., Theelke B., Lümke N., Stawarczyk B. Impact of artificial aging by thermocycling on edge chipping resistance and Martens hardness of different dental CAD-CAM restorative materials // J. Prosthet. Dent. In press, Available online 27 February 2020.
19. Li Y., Wang M., Wu H., He F., Chen Y., Wu S. Cure behavior of colorful ZrO<sub>2</sub> suspensions during Digital light processing (DLP) based stereolithography process // Journal of the European Ceramic Society. 2019. V. 39. № 15. P. 4921.