

ПРОИЗВОДСТВЕННЫЙ РАЗДЕЛ

УДК 539.4.014.12

Влияние скорости деформирования и предварительного нагружения на трещиностойкость керамики на основе ZrO_2

Г. Я. Акимов, В. М. Тимченко

Донецкий физико-технический институт НАН Украины, Донецк, Украина

Изучено изменение трещиностойкости K_{Ic} керамики состава $ZrO_2-Y_2O_3$ (плотность $\sim 98\%$) в зависимости от скорости движения траверсы испытательной машины (0,005...50 мм/мин) и предварительной выдержки под нагрузкой при $K_I < K_{Ic}$. Показано, что в интервале скоростей 0,05...5 мм/мин трещиностойкость практически не изменяется. При скорости нагружения 50 мм/мин величина K_{Ic} существенно (более чем в два раза) уменьшается, в то время как при скорости 0,005 мм/мин она незначительно повышается. Предварительное нагружение приводит к увеличению K_{Ic} в 1,5 раза. Изменение трещиностойкости связано со структурными превращениями.

Ключевые слова: керамика, трещиностойкость, мартенситное превращение, трансформационная зона.

Как известно [1–3], керамика на основе ZrO_2 обладает высокими значениями трещиностойкости K_{Ic} . Причина повышения K_{Ic} заключается в мартенситном, механически активированном фазовом превращении метастабильной тетрагональной фазы в стабильную моноклинную [4]. При таком напряжении возникает упругое поле вокруг концентратора напряжения, каковым является, например, дефект или кончик уже возникшей трещины.

В связи с этим весьма интересным представляется исследование влияния предварительного механического воздействия на трещиностойкость керамики.

В данной работе исследовалось влияние скорости нагружения и предварительного нагружения на трещиностойкость керамики ZrO_2-3 мол.% Y_2O_3 .

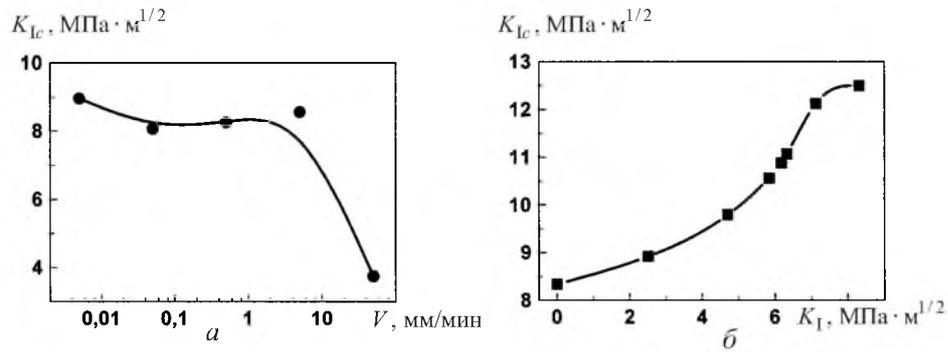
Исходными материалами служили образцы керамики в виде прямоугольного параллелепипеда размером $3 \times 4 \times 20$ мм (плотность $5,90$ г/см³). Образцы шлифовали алмазным кругом АСМ-28/20-Б 156-4. Трещиностойкость измеряли при испытании на трехточечный изгиб образцов с надрезом, который наносили алмазной пилой (толщина режущей кромки 0,4 мм). Механические испытания проводили на испытательной машине УМЭ-10ТМ. Расстояние между опорами (l) равно 14,5 мм. Трещиностойкость определяли по формуле [5]

$$K_{Ic} = \frac{3Fl\sqrt{d}}{2bw^2} Y(d/w); \quad (1)$$

$$Y(d/w) = 1,93 - 3,07(d/w) + 14,5(d/w)^2 - 25,11(d/w)^3 + 25,8(d/w)^4,$$

где K_{Ic} – трещиностойкость; F – нагрузка, соответствующая разрушению образца; b , w – ширина и высота образца; d – глубина надреза.

На рисунке, *a* представлена зависимость трещиностойкости K_{Ic} керамики от скорости движения траверсы испытательной машины. Видно, что в интервале скоростей 0,05...5 мм/мин уровень K_{Ic} практически не изменяется. С увеличением скорости до 50 мм/мин значение трещиностойкости резко (более чем в два раза) уменьшается. При снижении скорости нагружения до 0,005 мм/мин трещиностойкость несколько увеличивается.



Зависимость трещиностойкости K_{Ic} керамики ZrO_2 -3 мол.% Y_2O_3 от скорости движения траверсы испытательной машины (*a*) и выдержки в течение 6 ч под нагрузкой, соответствующей коэффициенту интенсивности напряжения K_I (*б*).

Кроме того, были проведены эксперименты по изучению влияния предварительного нагружения образцов керамики на трещиностойкость. С этой целью подготовленные к испытаниям образцы нагружали со скоростью движения траверсы испытательной машины 0,005 мм/мин до напряжений, меньших напряжения разрушения. После выдержки под нагрузкой в течение 6 ч образцы разгружали и испытывали при скорости 0,5 мм/мин, которая используется при стандартных механических испытаниях керамики.

На рисунке, *б* показана зависимость трещиностойкости K_{Ic} керамики от величины K_I ; нулевое значение K_I соответствует K_{Ic} контрольных образцов. Как видно, предварительная выдержка под нагрузкой приводит к повышению значения K_{Ic} , причем оно монотонно увеличивается по мере роста K_I вплоть до значения, соответствующего K_{Ic} контрольных образцов.

Чтобы объяснить результаты, необходимо прежде всего рассмотреть процесс трансформационного упрочнения и те факторы, которые влияют на изменение его эффективности. В [6] показано, что трещиностойкость в случае трансформационного упрочнения может быть выражена следующим уравнением:

$$K_{Ic} = K_{Ic}^m + \frac{\eta V_f \Delta V E h^{1/2}}{1 - \nu}, \quad (2)$$

где K_{Ic} – действительная трещиностойкость; K_{Ic}^m – трещиностойкость матрицы при полном отсутствии трансформационного упрочнения; η – константа; V_f – функция тетрагональной фазы, испытавшей фазовое превращение; ΔV – увеличение объема в результате превращения; E – модуль Юнга; h – полуширина зоны фазового превращения; ν – коэффициент Пуассона. При этом, как указано в [1], величина K_{Ic}^m составляет всего $1,1 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$, следовательно, трещиностойкость керамики на основе ZrO_2 практически полностью определяется трансформационным упрочнением. Как следует из уравнения (2), для повышения K_{Ic} необходимо увеличить V_f и (или) h .

Ланге [7] приводит другую зависимость для определения влияния трансформационного упрочнения на трещиностойкость керамики:

$$K_{Ic} = \left[K_0^2 + \frac{2REV_i(|\Delta G^c| - \Delta U_{sef})}{1 - \nu_c^2} \right]^{1/2}, \quad (3)$$

где K_0 – трещиностойкость материала при отсутствии трансформационного упрочнения; R – размер зоны превращения; E – модуль упругости; V_i – объемная доля тетрагональной фазы, испытавшей превращение; ΔG^c – изменение свободной химической энергии для реакции ZrO_2 (тетрагональная) \rightarrow ZrO_2 (моноклинная); ΔU_{se} – изменение упругой энергии, вызванной фазовым превращением; $(1 - f)$ – потеря упругой энергии, возникающей в результате продвижения трещины; ν_c – коэффициент Пуассона; множитель $(|\Delta G^c| - \Delta U_{sef})$ имеет смысл работы инициирования полем напряжения фазового превращения в единице объема.

Сравнение формул (2) и (3) показывает, что для конкретного материала изменение трещиностойкости может происходить при изменении размера зоны превращения и объемной фракции материала, испытавшего фазовое превращение. Работа инициирования фазового превращения определяется прежде всего температурой в месте концентрации напряжений или в вершине уже возникшей трещины, содержанием Y_2O_3 , размером зерна тетрагональной фазы. Все вышеперечисленные параметры влияют на ΔG^c .

Теперь рассмотрим, какие из параметров, определяющих величину вязкости разрушения, изменялись при проведении каждого эксперимента.

В [8] установлено, что разрушение материалов сопровождается повышением температуры в вершине растущей трещины. С ростом скорости деформации величина такого нагрева резко увеличивается. Особенно значительный разогрев в вершине трещины отмечается в материалах с низкой теплопроводностью. Теплопроводность керамики на основе ZrO_2 низкая, как это показано в [9] для керамических материалов. Кроме того, поскольку фазовое превращение тетрагональной фазы твердого раствора ZrO_2 в моноклинную является фазовым превращением 1-го рода, то соответствующая энтальпия превращения будет отлична от нуля. Учитывая, что фазовое

превращение происходит с высокой скоростью, энтальпия превращения будет израсходована на повышение температуры материала в зоне превращения.

В работе [9] показано, что повышение температуры в вершине трещины вследствие фазового превращения может достигать 270 К. Поэтому суммарный разогрев в вершине растущей трещины может составлять сотни градусов. В соответствии с уравнением (3) повышение температуры приводит к уменьшению $|\Delta G^c|$ и, как следствие, – к уменьшению K_{Ic} . Температура в вершине трещины может достичь величины, начиная с которой фазовое мартенситное превращение невозможно ни при каком напряжении. При снижении же скорости нагружения температура в вершине трещины за счет диссипации энергии несколько снижается, что приводит к повышению K_{Ic} . Подобным изменением температуры в вершине трещины, по-видимому, и обусловлены изменения механических свойств при различных скоростях нагружения.

Во время предварительного нагружения керамики возможно протекание следующих процессов. Вокруг концентраторов напряжения возникают упругие поля напряжений, пропорциональные действующим на концентраторы напряжениям и значениям коэффициентов концентрации. Под действием этих полей происходит фазовое превращение. Как указано в [6], размер зоны превращения может составлять 30 мкм, в то время как средний размер зерна – 0,3...0,8 мкм [1, 3, 6]. При этом размер зоны превращения будет большим, чем в случае аналогичной нагрузки на концентратор во время механических испытаний. Причина такого увеличения зоны превращения может заключаться в следующем. Для данного материала величина механического напряжения, инициирующего фазовое превращение, однозначно определяется температурой: повышение температуры требует увеличения напряжения. Учитывая, что фазовое превращение сопровождается повышением температуры подвергшихся превращению зерен и их ближайшего окружения, превращение каждого последующего слоя будет происходить в более неблагоприятных условиях, так как по мере удаления от концентратора напряжение падает, а температура зерен, находящихся в контакте с зернами, которые испытали превращение, повышается. А при длительной выдержке образца под нагрузкой, естественно, происходит снижение температуры разогретых областей до температуры окружающей среды, тогда как напряжение сохраняется. Поэтому предварительное механическое нагружение приводит к увеличению вокруг концентраторов напряжения полей сжимающих напряжений вследствие образования дополнительных слоев моноклинной фазы. При этом более толстый слой моноклинной фазы создается вокруг дефектов с более высоким напряжением. Следовательно, возникновение и первоначальный рост трещины из таких концентраторов при стандартных механических испытаниях потребует особого внимания. Кроме того, размер зоны превращения при отрыве трещины от концентратора напряжения может быть большим, чем при стандартных испытаниях, что, в соответствии с уравнениями (2) и (3), приводит к увеличению трещиностойкости.

Резюме

Вивчено зміну тріщиностійкості K_{Ic} кераміки складу $ZrO_2-Y_2O_3$ (щільність $\sim 98\%$) в залежності від швидкості руху траверси випробувальної машини (0,005...50 мм/хв) і попередньої витримки під навантаженням за умови $K_I < K_{Ic}$. Показано, що в інтервалі швидкостей 0,05...5 мм/хв тріщиностійкість практично не змінюється. При швидкості навантаження 50 мм/хв величина K_{Ic} суттєво (більш ніж у два рази) зменшується, в той час як при 0,005 мм/хв вона незначно збільшується. Попереднє навантаження призводить до збільшення K_{Ic} у 1,5 рази. Зміна тріщиностійкості зумовлена зміною розміру зони перетворення і ступеня перетворення у цій зоні.

1. *Gupta T. K., Lange F. F., and Bechtold J. H.* Effect of stress-induced phase transformation on the properties of polycrystalline zirconia containing metastable tetragonal phase // *J. Mater. Sci.* – 1978. – **13**. – P. 1464 – 1470.
2. *Ruhle M. and Evans A. G.* High toughness ceramics and ceramic composites // *Progress in Materials Science.* – 1989. – **33**. – P. 85 – 167.
3. *Yoshimura M. and Somia S.* Microstructural design of zirconia toughened ceramics // *Ceramics.* – 1986. – **21**, No. 2. – P. 126 – 134.
4. *Кристиан Дж.* Теория превращений металлов и сплавов. Ч. 1. Теория равновесия и общая теория. – М.: Мир, 1978. – 806 с.
5. *Зайцев Ю. В.* Механика разрушения для строителей: Учеб. пособие для строит. вузов. – М.: Высш. шк., 1991. – 288 с.
6. *Theunissen G. S. A. M., Bouma J. S., Winnubst A. J. A., and Burgraaf A. J.* Mechanical properties of ultra-fine grained zirconia ceramics // *J. Mater. Sci.* – 1992. – **27**. – P. 4429 – 4438.
7. *Lange F. F.* Transformation toughening Pt. 2. Contribution to fracture toughness // *Ibid.* – 1982. – **17**. – P. 235 – 239.
8. *Клявин О. В.* Физика пластичности кристаллов при гелиевых температурах. – М.: Наука, 1987. – 256 с.
9. *Андриевский Р. А., Спивак И. И.* Прочность тугоплавких соединений и материалов на их основе: Справочник. – Челябинск: Metallurgy, 1989. – 368 с.

Поступила 01. 07. 99