

ТЕЗИСЫ ДОКЛАДОВ

МЕЖДУНАРОДНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ

«Физическая мезомеханика.

Материалы с многоуровневой иерархически
организованной структурой и интеллектуальные
производственные технологии»

6–10 сентября 2021 г.

Томск, Россия

DOI: 10.17223/978-5-907442-03-0-2021-175

ТРАНСФОРМАЦИОННОЕ ПРЕВРАЩЕНИЕ В ПОРИСТОЙ КЕРАМИКЕ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ ПРИ ОСЕВОМ СЖАТИИ

Севостьянова И.Н., Саблина Т.Ю., Молчунова Л.М., Рыжова Л.Н., Кульков С.Н.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Механические свойства пористых хрупких керамик, как правило, являются определяющими при их практическом применении. При этом общепризнано, механическое поведение таких материалов обусловлено сильно различающимися характеристиками по объему и размеру пор [1]. Известно, что керамика на основе диоксида циркония обладает уникальным трансформационным механизмом, когда тетрагональная фаза превращается в полях внутренних напряжений в моноклинную, обуславливая сочетание высоких значений прочности и вязкости разрушения [2]. Исследование фазового превращения под нагрузкой в диоксиде циркония проводят в основном на плотных образцах. При этом работ, направленных на исследование влияния объема порового пространства на фазовый состав пористых керамик на основе диоксида циркония, недостаточно. Причем неясно, как пористость влияет на трансформационное тетрагонально-моноклинное превращение под нагрузкой, хотя известно, что наличие пористости препятствует подобному превращению [3,4]. Для получения керамик на основе диоксида циркония сочетающих высокую пористость и достаточно крупный размер зерна тетрагональной фазы целесообразно использовать методы высокотемпературного спекания с добавлением порообразующих добавок.

Целью настоящей работы являлось исследование фазового состава, структуры, и особенностей поведения при деформации пористых материалов на основе диоксида циркония со сформированной развитой поровой структурой способной испытывать мартенситное превращение под нагрузкой.

Для получения пористых образцов использовали смеси исходного порошка ZrO_2 -5.5вес.% Y_2O_3 и органического порообразователя (крахмал) со средним размером частиц 30 мкм в количестве 10, 25, 40, 50 и 60 об.%. После смешивания порошков с порообразователем проводили их прессование в виде цилиндрических образцов диаметром 9 мм и высотой 12 мм на гидравлическом прессе в стальной пресс-форме. Спекание образцов на воздухе проводили в воздушной печи при температуре 1500 °С с изотермической выдержкой 5 часов.

Фазовый состав керамических образцов определяли по дифрактограммам, полученным на рентгеновском дифрактометре с фильтрованным CuK_α излучением в интервале углов 2θ 20 – 80°. Структуру образцов изучали на растровом электронном микроскопе VEGA Tescan 3 SBH. Размер зерна (d) определяли по РЭМ изображениям термически травленных полированных поверхностей образцов с использованием программы ImageJ. Механические испытания образцов на осевое сжатие проводили на универсальной испытательной машине Инстрон-1185 при скорости нагружения 0.1 mm/min с автоматической записью кривой в координатах «нагрузка – перемещение».

Исследование поровой структуры спеченной керамики показало, что поры, образованные выгоранием порообразователя, имеют форму близкую к сферической и равномерно распределены в структуре керамики. Средний размер пор незначительно увеличивался с количеством введенного в керамику порообразователя с 27,4 до 30,7 мкм. При этом среднее расстояние между порами уменьшалось с 88 ± 2 до 13 ± 2 мкм.

Пористость образцов без порообразователя составила 4%. С увеличением количества введенного порообразователя пористость образцов линейно увеличивалась с 7 %, для образцов с 10% введенного порообразователя, до 40% для образцов с 60 об.% порообразователя. При исследовании среднего размера зерна диоксида циркония ($\langle d_{\text{зерна}} \rangle$) в образцах с разной пористостью было обнаружено, что $\langle d_{\text{зерна}} \rangle$ незначительно увеличивается с 0,75 мкм в керамике с пористостью 4% до 0,89 мкм в керамике с пористостью 40%. Причем увеличение среднего размера зерна обусловлено повышенным содержанием более крупных

зерен по границам пор.

Предел прочности при сжатии уменьшался с увеличением пористости с 2570 до 210 МПа по экспоненциальной зависимости с высоким коэффициентом корреляции. Эффективный модуль упругости, рассчитанный по прямолинейному участку кривых нагружения, снижался с увеличением пористости от 100 ГПа, в образцах с низкой пористостью (без порообразователя) до 15 ГПа, в образцах с пористостью 40 % (60% порообразователя).

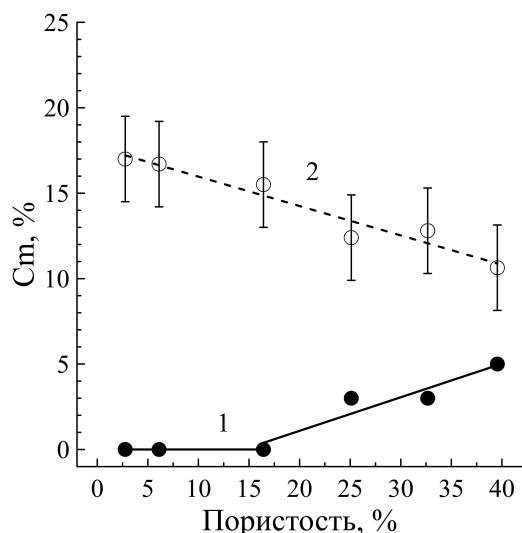


Рис. 1. Изменение количества моноклинной фазы (Cm) в образцах ZrO_2 -5.5вес.% Y_2O_3 в зависимости от пористости: спеченном состоянии (кривая 1); на изломе после испытаний на осевое сжатие (кривая 2)

На основании рентгенофазового анализа установлено, что после спекания керамика в диапазоне пористости 4 – 17 % находилась в двухфазном кубическом + тетрагональном (c + t) состоянии. Причем количество кубической фазы во всех образцах составляло 18 – 20 %, что хорошо согласуется с [5], и не зависело от пористости. С увеличением пористости выше 25% наблюдалось появление моноклинной фазы, количество которой изменялось с ростом пористости с 3 до 5 %, рис. 1, кривая 1.

После испытаний на сжатие в образцах керамики на поверхности разрушения регистрировали либо появление, либо увеличение содержания моноклинной фазы (рис. 1, кривая 2) вследствие мартенситного превращения из тетрагональной фазы в моноклинную под действием нагрузки. При

этом видно, что доля превращённой тетрагональной фазы в моноклинную при фиксированном среднем размере зерна уменьшается с ростом пористости.

Таким образом, увеличение объёма пор в диоксиде циркония приводит к образованию свободных поверхностей, что сопровождается уменьшением локальных напряжений на границах типа «пора-зерно» и обуславливает увеличение критического размера зерен тетрагональной фазы, при достижении которого происходит самопроизвольное превращение из тетрагональной фазы в моноклинную при охлаждении от температуры спекания. Происходящее трансформационное превращение из тетрагональной в моноклинную фазу в полученной пористой керамике под нагрузкой, должно способствовать повышению вязкости разрушения материала, а также надежности и живучести (долговечности) в условиях, например, мало- и много-циклового усталости.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, тема номер FWRW-2021-0005.

1. Meille S., Lombardi M., Chevalier J., Montanaro L. Mechanical properties of porous ceramics in compression: On the transition between elastic, brittle, and cellular behavior // European Ceramic Society. 2012. Vol. 32. P. 3959–3967.
2. Evans A. G. and Cannon R. M. Toughening of brittle solids by martensitic transformations // Acta metall. 1986. Vol. 34, No. 5, P. 761-800.
3. Gain A.K., Song H.Y., Lee B.T. Microstructure and mechanical properties of porous yttria stabilized zirconia ceramic using poly methyl methacrylate powder // Scripta Materialia. 2006. Vol. 504 P. 2081-2085
4. Alao A.-R. A., Yin L. Assessment of elasticity, plasticity and resistance to machining-induced damage of porous pre-sintered zirconia using nanoindentation techniques // Materials Science & Technology. 2016. Vol. 32 P. 402–410.
5. Eichler J., Rödel J., Eisele U, et al. Effect of grain size on mechanical properties of submicrometer 3Y-TZP: fracture strength and hydrothermal degradation // J. Am Ceram Soc. 2007. Vol. 90. P. 2830–2836.