

05.1

Роль пористости в эволюции фазового состава и формировании текстуры на поверхности трения керамики из частично стабилизированного диоксида циркония

© Г.Я. Акимов, Г.А. Маринин, Э.В. Чайка

Донецкий физико-технический институт НАН Украины
E-mail: akimov@host.dipt.donetsk.ua

Поступило в Редакцию 25 июля 2005 г.

Изучена эволюция фазового состава и формирование текстуры при трении о сталь керамических образцов диоксида циркония, стабилизированного 3 mol.% Y_2O_3 . Один образец имел пористость $P = 0.33\%$, а второй — 3.3%. Показано, что образец с большей пористостью истирается значительно меньше. Установлено, что это сопровождается необратимыми фазовыми превращениями кубической фазы в тетрагональную и тетрагональной в моноклинную. Высказано предположение, что такие необратимые превращения в пористом материале способствуют созданию на поверхности трения сжимающих напряжений, которые и обеспечивают наблюдаемый эффект.

PACS: 81.05.Rm, 81.40.Pq

Известно, что структура поликристаллической керамики $ZrO_2 + 3 \text{ mol.}\% Y_2O_3$ включает в себя тетрагональную (T), кубическую (F) и моноклинную (M) фазы, а также рентгеноаморфные границы зерна и межзеренные поры, уменьшающие плотность и влияющие на физико-механические свойства керамики [1–4]. Ранее [3] было показано, что фазовый состав и физико-механические свойства керамики из нанопорошка частично стабилизированного диоксида циркония (ЧСДЦ) изменяются в зависимости от способа прессования, условий спекания и эксплуатации. Рентгенофазовый анализ (РФА) и исследование низкочастотного внутреннего трения [3,4] позволили сделать вывод, что неупругие свойства керамики зависят от фазового состава поверхности, наличия моноклинной фазы, двойниковых и доменных границ. Эти особенности

ЧСДЦ-керамики должны проявляться и при трении керамики о сталь. Изучение трибологических свойств и механизмов износа керамики при работе в паре с металлами обусловлено тем, что ЧСДЦ-керамика в последние годы все шире используется для производства деталей конструкционного и инструментального назначения, работающих при скольжении и качении. Этому вопросу посвящено много работ [5–7], в которых приведены трибологические и рентгенографические исследования поверхности трения, механизмов износа и формирования текстуры на поверхности трения. Целью настоящей работы является исследование роли пористости в эволюции фазового состава и особенностей износа при сухом трении керамики $ZrO_2 + 3 \text{ mol.}\% Y_2O_3$ о сталь.

Образцы получали из порошка TZ-3Y фирмы Tosoh (Япония) с удельной поверхностью $16 \text{ m}^2/\text{g}$ (образец № 1) и из порошка, изготовленного в отделе технической керамики ДонФТИ НАН Украины с удельной поверхностью $59 \text{ m}^2/\text{g}$ (образец № 2). Образцы для исследований имели диаметр 8 mm и изготавливались по технологии, описанной в работе [2]. Давление холодного изостатического прессования порошков 0.3 GPa. Спекание образцов проводилось при температуре 1773 K в течение 2 h в воздушной среде. Перед исследованием образцы полировались. Размер зерна определялся с помощью растровой электронной микроскопии и был равен $0.5\text{--}0.8 \mu\text{m}$.

Исследование износа проводили в условиях сухого трения керамики по стали со скоростью скольжения 2.5 m/s по окружности диаметром 100 mm. По данным работы [5] при этой скорости на трущейся поверхности керамики на основе диоксида циркония о сталь не возникает *M*-фаза. В качестве контртела использовали шлифованный диск из стали 40XH ГОСТ 4543-71, закаленной до твердости 55 HRC. Давление прижима равнялось 1.4 MPa. Измерение износа образца проводилось через каждые 30 min. Плотность ρ_{ex} керамики определялась гидростатическим взвешиванием образцов так же, как в работе [3]. Твердость HV_{10} и трещиностойкость $K_{IC}(RT)$ образцов измерялись методом микроиндентирования.

Рентгенография керамики проводилась на установке ДРОН-3М в CoK_{α} -излучении с компьютерной обработкой полученных результатов. Исследовались рефлексы от плоскостей (111) *M*, *T* и *F*-фаз и рефлексы дуплетов (002)–(200) и (004)–(400) для определения текстуры $I_{(002)}/I_{(200)}$ и содержания *M*, *T* и *F*-фаз. РФА проводился по методикам, описанным в [3,8]. Сравнивались фазовый состав и текстура

Таблица 1. Физико-механические свойства и износ образцов

№ образца	P^* , %	ρ_{ex} , g/cm ³	HV_{10} , GPa	$K_{IC}(RT)$, МПа · м ^{1/2}	Средняя скорость износа за 60 min, μm/s
1	0.33	6.08	12.3	3.94	$2.16 \cdot 10^{-1}$
2	3.30	5.80	10.3	5.35	$0.33 \cdot 10^{-1}$

* Пористость $P = (1 - \rho_{ex}/\rho_t) \cdot 100\%$; теоретическая плотность $\rho_t = 6.1 \text{ g/cm}^3$, при содержании M -фазы 0%.

Таблица 2. Данные РФА, параметры решетки и текстура образцов до испытания

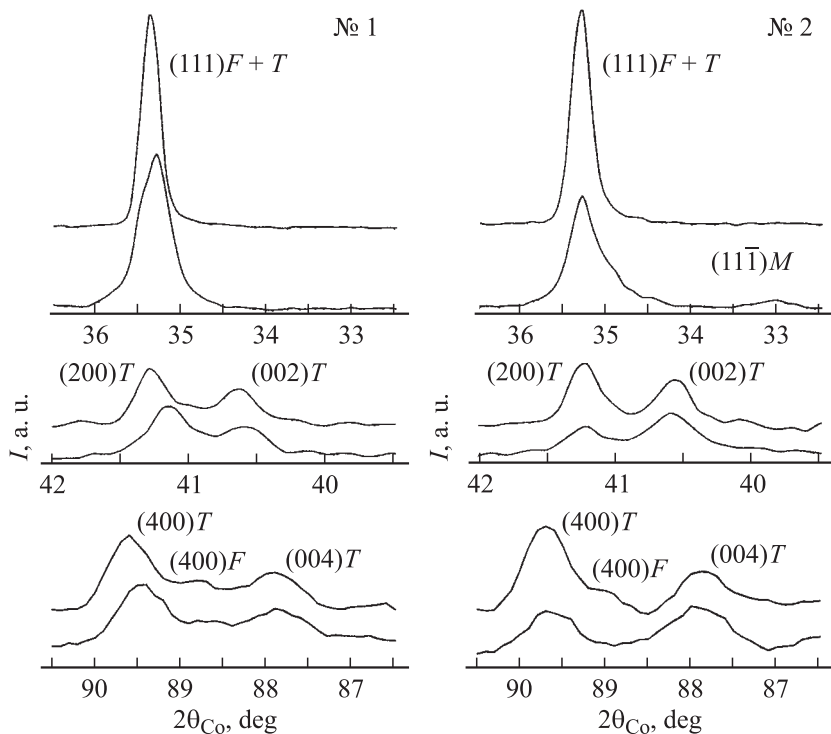
№ образца	Фазовый состав			Параметры решетки T -фазы			Параметр решетки F -фазы	Текстура I_{002}/I_{200}
	M , vol. %	T , vol. %	F , vol. %	a , nm	c , nm	c/a	a , nm	
1	0	79	21	0.507	0.516	1.017	0.514	0.6
2	0	85	15	0.508	0.516	1.016	0.512	0.74

Таблица 3. Данные РФА, параметры решетки, текстура и износ образцов через 90–180 min трения

№ образца	Средняя скорость износа, μm/s	Фазовый состав			Параметры решетки T -фазы			Параметр решетки F -фазы	Текстура I_{002}/I_{200}
		M , vol. %	T , vol. %	F , vol. %	a , nm	c , nm	c/a	a , nm	
1	$4.2 \cdot 10^{-1}$	0	81	19	0.509	0.516	1.013	0.514	0.6
2	$3 \cdot 10^{-1}$	8	92	0	0.508	0.516	1.016	–	1.5

поверхности трения образцов в исходном состоянии и после испытания на износ в течение трех часов. Результаты исследования показаны на рисунке и в табл. 1, 2 и 3.

Данные физико-механических свойств и фазового состава исходных образцов приведены в табл. 1 и 2, а фазовый состав и износ керамики



Рентгенограммы керамических образцов: до трения — верхние кривые; после трения 180 min — нижние кривые.

через 90–180 min трения приведены в табл. 3. Видно (табл. 1), что средняя скорость износа второго образца в семь раз меньше средней скорости изнашивания первого образца в начальный период. При этом пористость второго образца в 10 раз больше первого. После 90 min скорость изнашивания стабилизируется на уровне $\approx 4.2 \cdot 10^{-1} \mu\text{m/s}$ в первом образце и $3 \cdot 10^{-1} \mu\text{m/s}$ во втором (табл. 3).

Износ в первом образце в результате трения скольжения большой, но он сопровождается всего лишь незначительным уменьшением содержания F -фазы и ростом содержания T -фазы. Характерным является также смещение межплоскостных расстояний в сторону больших

значений (см. рисунок) и уменьшение c/a -степени тетрагональности T -фазы (табл. 2, 3). Это можно объяснить, по-видимому, изменением концентрации стабилизирующей примеси в циркониевой керамике [8,9]. Трение скольжения керамики о сталь сопровождается разогревом поверхности. В первом образце практически отсутствует M -фаза и текстура ($I_{002}/I_{200} = 0.6$). В то же время во втором образце, где износ меньше, кубическая фаза в результате трения полностью переходит в тетрагональную, а часть тетрагональной в моноклинную, формируется текстура ($I_{002}/I_{200} = 1.5$) (табл. 3, см. рисунок, образец № 2).

Уменьшение содержания кубической F -фазы во втором образце, как и после горячего изостатического прессования [3], сопровождается формированием текстуры. При этом количество T -фазы увеличивается до 92%, а M -фазы до 8%. Как отмечалось в [3] переход $F \rightarrow T'$ сопровождается ростом содержания T -фазы. В этом случае T -фаза имеет модификации с различными тетрагональностями, по-разному реагирующими на внутренние и внешние напряжения. T' -модификация двойникуется [10,11], а T_i трансформируется в M -фазу. В первом случае формируется текстура на поверхности трения, во втором происходит трансформационное упрочнение при $T_i \rightarrow M$ переходе.

Различия в эволюции фазового состава в первом и втором образцах значительные. Если предположить, что $F \rightarrow T'$ и $T_i \rightarrow M$ переходы осуществляются и в первом образце, то по данным фазового анализа можно сделать вывод, что эти переходы обратимые и несущественно меняются его фазовый состав. Характерной особенностью первого образца является также высокая плотность ($\rho = 6.08 \text{ g/cm}^3$), т. е. в нем практически отсутствуют поры. В то же время плотность второго образца равна 5.8 g/cm^3 , и это, по-видимому, приводит к необратимости $F \rightarrow T'$ и $T_i \rightarrow M$ превращений и вследствие этого к образованию текстуры и моноклинной фазы, т. е. к трансформационному упрочнению вследствие образования моноклинной фазы и переориентации тетрагональных ферроупругих доменов в поле напряжений.

Как видно из приведенных результатов, пористость оказывает существенное влияние на процессы, происходящие на поверхности трения поликристаллической ЧСДЦ-керамики. На поверхности трения плотного образца не обнаружено существенных изменений фазового состава и переориентации кристаллической решетки. При этом износ при трении такой керамики существенно выше.

В более пористом образце при трении фазовый состав меняется. Кубическая фаза переходит в тетрагональная в моноклинную. При этом на поверхности керамики формируется текстура $I_{(002)}/I_{(200)} \approx 1.5$. Существенно увеличивается содержание тетрагональной фазы и наблюдается также образование моноклинной фазы.

По-видимому, обратимость мартенситных превращений кубической, а главное тетрагональной фаз обуславливается высокой плотностью поликристалла, так как $T \rightarrow M$ -превращение идет с увеличением объема до 8%. Когда же керамика пористая, эти превращения становятся необратимыми, так как есть пространство, которое частично компенсирует увеличение объема. При этом на поверхности формируются сжимающие напряжения, сопровождающиеся двойникованием и переориентацией кристаллической решетки, что в конечном счете стабилизирует износ пористой керамики на более низком уровне.

Список литературы

- [1] *Yoshimura M.* // J. Am. Ceram. Soc. Bull. 1988. V. 67. N 12. P. 1950–1955.
- [2] *Акимов Г.Я., Тимченко В.М., Васильев А.Д., Чайка Э.В., Самелюк А.В.* // Огнеупоры и техническая керамика. 1999. № 10. С. 22–25.
- [3] *Акимов Г.Я., Маринин Г.А., Каменева В.Ю.* // ФТТ. 2004. Т. 46. В. 2. С. 250–252.
- [4] *Маринин Г.А., Акимов Г.Я., Варюхин В.Н., Потанская О.Н.* // ФТТ. 2002. Т. 44. В. 7. С. 1266–1268.
- [5] *Королев П.В., Савченко Н.Л., Кульков С.Н.* // Письма в ЖТФ. 2004. Т. 30. В. 1. С. 28–34.
- [6] *Basu B., Vleugels J., Van Der Biest O.* // J. Eur. Ceram. Soc. 2004. V. 24. P. 2031–2039.
- [7] *Niizeki S.* // Motion and Control. 2000. N 8. P. 17–25.
- [8] *Кабанова М.И., Дубок В.А.* // Порошковая металлургия. 1992. № 5. P. 85–89.
- [9] *Никольский В.Ю., Филатов С.К., Журавина Т.А., Франк-Каменецкий В.А.* // Изв. АН СССР. Неорганические материалы. 1972. Т. VIII. № 8. С. 1500–1502.
- [10] *Jue J.F., Virkar A.V.* // J. Am. Ceram. Soc. 1990. V. 73 (12). P. 3650–3657.
- [11] *Устинов А.И., Олиховская Л.А., Ниенс Ж.-К., Бернар Ф.* // Успехи физ. мет. 2002. Т. 2. С. 51–84.