

05;06

Локализация деформации при диаметральном сжатии керамики $ZrO_2 (Y_2O_3)$

© И.Н. Севостьянова¹, Т.Ю. Саблина¹, В.В. Горбатенко¹, С.Н. Кульков^{1,2}¹ Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия² Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия

E-mail: sevir@ispms.tsc.ru

Поступило в Редакцию 5 марта 2019 г.

В окончательной редакции 5 марта 2019 г.

Принято к публикации 13 июня 2019 г.

Методом цифровой корреляции изображения изучено деформационное поведение керамики $ZrO_2-Y_2O_3$ в условиях диаметрального сжатия. Получены пространственно-временные картины локализации деформации вдоль оси деформируемого образца $\epsilon_{xx}(x)$ и поперек оси деформируемого образца $\epsilon_{yy}(y)$. Установлено, что накопление деформаций ϵ_{xx} и ϵ_{yy} при испытаниях керамических образцов $ZrO_2 (Y_2O_3)$ на диаметральное сжатие неоднородно по образцу. При этом происходит изменение микроструктурных параметров, таких как размер областей когерентного рассеяния тетрагональной фазы и микронапряжений, реализуется тетрагонально-моноклинное превращение, и эта локализация коррелирует с зафиксированной неоднородностью возникающих в объеме материала микронапряжений.

Ключевые слова: метод корреляции цифровых изображений, диаметральное сжатие, диоксид циркония, макроскопическая локализация деформации, рентгенофазовый анализ.

DOI: 10.21883/PJTF.2019.18.48237.17766

В настоящее время применение метода двухэкспозиционной спекл-фотографии для исследования локализации пластического течения позволило провести классификацию эволюционирующих по мере роста общей деформации при активном нагружении картин макроскопической локализации деформации в металлах [1–3]. Фактический экспериментальный материал охватывает более десятка различных металлов и сплавов [1,4], но вопрос об универсальности такой классификации и установленных закономерностей макролокализации деформации пока остается открытым.

В [5] методом двухэкспозиционной спекл-фотографии регистрировались пространственно-временные распределения локальных компонент тензора дисторсии при активной деформации сжатием непластичного материала — нанокристаллической керамики на основе частично стабилизированного диоксида циркония $ZrO_2(Y)$. Получены картины локализации деформации, рассмотрены особенности макроскопической неоднородности деформации при упругом поведении материала. Показано, что в течение всего процесса сжатия деформация в образце распределена неоднородно, при этом, несмотря на то что в отличие от металлов керамика не способна к значительному пластическому деформированию, процесс макроскопической локализации деформации в керамике самопроизвольно приобретает пространственную и временную упорядоченность. Обнаруженная общность закономерностей поведения пластичных и хрупких материалов на стадии предразрушения кажется перспективной для оценки предельных состояний керамических материалов.

Необходимо отметить, что эти исследования проведены в условиях активной деформации сжатием, что не позволяет достаточно однозначно провести сравнение таких эффектов с имеющими место в металлических материалах, поскольку в основном исследования проведены при растяжении. Известно, что существует метод механических испытаний хрупких материалов при диаметральном сжатии (бразильский тест), когда в центре образца формируются напряжения растяжения [6,7]. Однако подобных экспериментов с распределением локальных компонент тензора дисторсии до сих пор не проведено.

Целью настоящей работы является исследование деформационного поведения керамики на основе диоксида циркония при испытаниях образцов на диаметральное сжатие методом цифровой корреляции изображения (DIC), который при сравнимом со спекл-фотографией уровне точности обладает значительно более высоким пространственно-временным разрешением [8].

Для получения экспериментальных образцов был использован порошок диоксида циркония, стабилизированный оксидом иттрия $ZrO_2-5.5 \text{ wt.} \% Y_2O_3$ марки ЦрОИ-5.5. Площадь удельной поверхности порошка была равна $8.050 \pm 0.085 \text{ m}^2/\text{g}$. Средний размер частиц порошка, включая агломераты, составлял $0.5 \mu\text{m}$.

Экспериментальные образцы изготавливались с помощью традиционных методов порошковой металлургии: прессование пластифицированного порошка в металлической пресс-форме диаметром 35 mm на гидравлическом прессе при давлении 50 МПа с последующим низкотемпературным отжигом прессовок для удаления

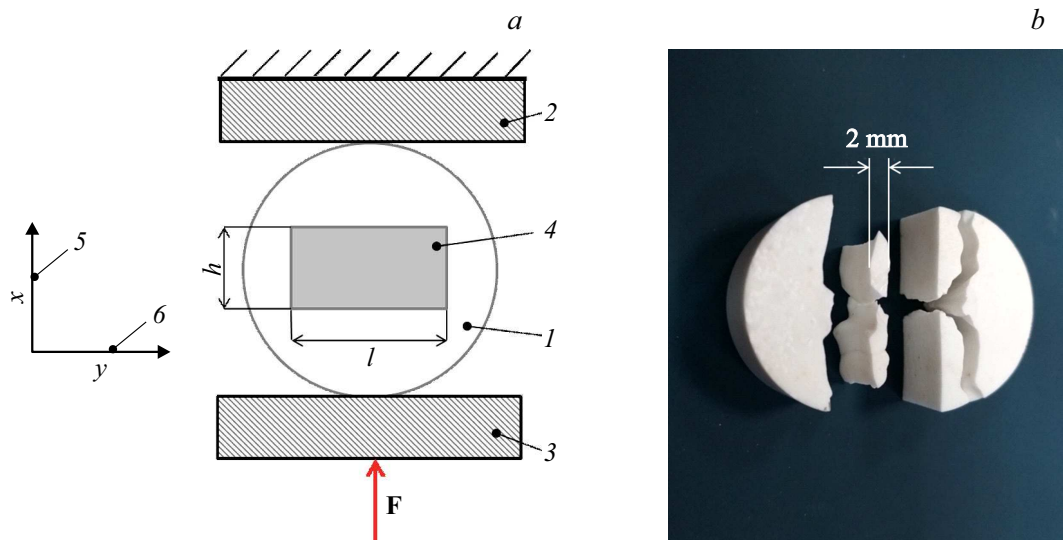


Рис. 1. *a* — схема нагружения образца: 1 — образец, 2 — неподвижная платформа испытательной машины, 3 — подвижная платформа, 4 — анализируемая область измерения полей локальных деформаций, 5 — продольная ось деформируемого образца (x), 6 — поперечная ось деформируемого образца (y); *b* — фрагменты экспериментального образца диоксида циркония после испытаний на диаметральной сжатии.

связки и спеканием образцов в воздушной печи при температуре 1600°C . Скорость нагрева и охлаждения составляла 240°C/h с выдержкой при максимальной температуре 1 h. Пористость образцов, рассчитанная из измеренной плотности, равна $4.0 \pm 0.5\%$. Средний размер пор составлял $4.1 \mu\text{m}$, а зерна — $1.1 \mu\text{m}$.

По данным рентгенофазового анализа, проведенного на рентгеновском дифрактометре, в спеченной керамике наблюдаются высокотемпературные тетрагональная и кубическая фазы диоксида циркония в соотношении 80 : 20, что хорошо согласуется с литературными данными [9]. Значения размеров областей когерентного рассеяния (D) и микроискажений кристаллической решетки ($\langle \epsilon \rangle$) рассчитывались по формуле Селякова–Шеррера [10] и пересчитывались в микронапряжения (напряжения II рода) с соответствующим модулем упругости [11].

Испытание образцов с размерами $\varnothing = 28.3 \text{ mm}$, $h = 11.4 \text{ mm}$ на диаметральной сжатии осуществлялось на испытательной машине Instron-1185 при скорости перемещения подвижной платформы 0.1 mm/min с автоматической записью диаграммы нагрузка–перемещение с учетом жесткости системы нагружения. Расчет напряжений проводился согласно [12,13].

Измерение полей смещений выполнялось методом цифровой корреляции изображений [8], однако в отличие от традиционного способа, когда систему реперных меток создают аэрозольной краской, в данном эксперименте в качестве реперов использовалась спекл-структура, сформированная при освещении поверхности когерентным светом полупроводникового лазера с длиной волны 635 nm и мощностью 15 mW . Для исключения „паразитных“ перемещений и поворотов образцы приклеивались

к неподвижному захвату испытательной машины циакриновым клеем. Методика расчета компонент тензора дисторсии по полученным векторам смещений подробно описана в [4].

Схема проведения эксперимента с указанием анализируемых областей показана на рис. 1. Для анализа кинетики процесса эволюции картин макролокализации деформации в процессе нагружения на исследуемой поверхности в центральной части образца выделялась область 4 размером $16 \times 7.5 \text{ mm}$.

При нагружении все образцы демонстрировали типичное для хрупких материалов поведение. При разрушении образцов наблюдалось формирование нескольких магистральных трещин, параллельных оси приложения нагрузки (рис. 1, *b*). Проведенный анализ диаграмм напряжение–перемещение показал, что образцы деформировались упруго вплоть до разрушения, а предел прочности составил $115 \pm 15 \text{ MPa}$.

На рис. 2 приведены пространственно-временные картины локализации деформации ϵ_{xx} и ϵ_{yy} — соответственно вдоль и поперек оси нагружения деформируемого образца. При анализе картин распределения локальных деформаций неоднородные поля деформаций наблюдаются после 100 с съемки, когда среднее напряжение превышает 20 MPa . Дальнейшее увеличение нагрузки приводит к формированию неравномерного распределения деформаций (как ϵ_{xx} , так и ϵ_{yy}). Из представленных на рис. 2 картин распределения локальных деформаций ϵ_{xx} и ϵ_{yy} при увеличении нагрузки на образец видно, что деформация диоксида циркония протекает макроскопически локализованно, причем объем материала, вовлеченного в подобную деформацию, монотонно увеличивается. С увеличением нагрузки общая деформация вдоль

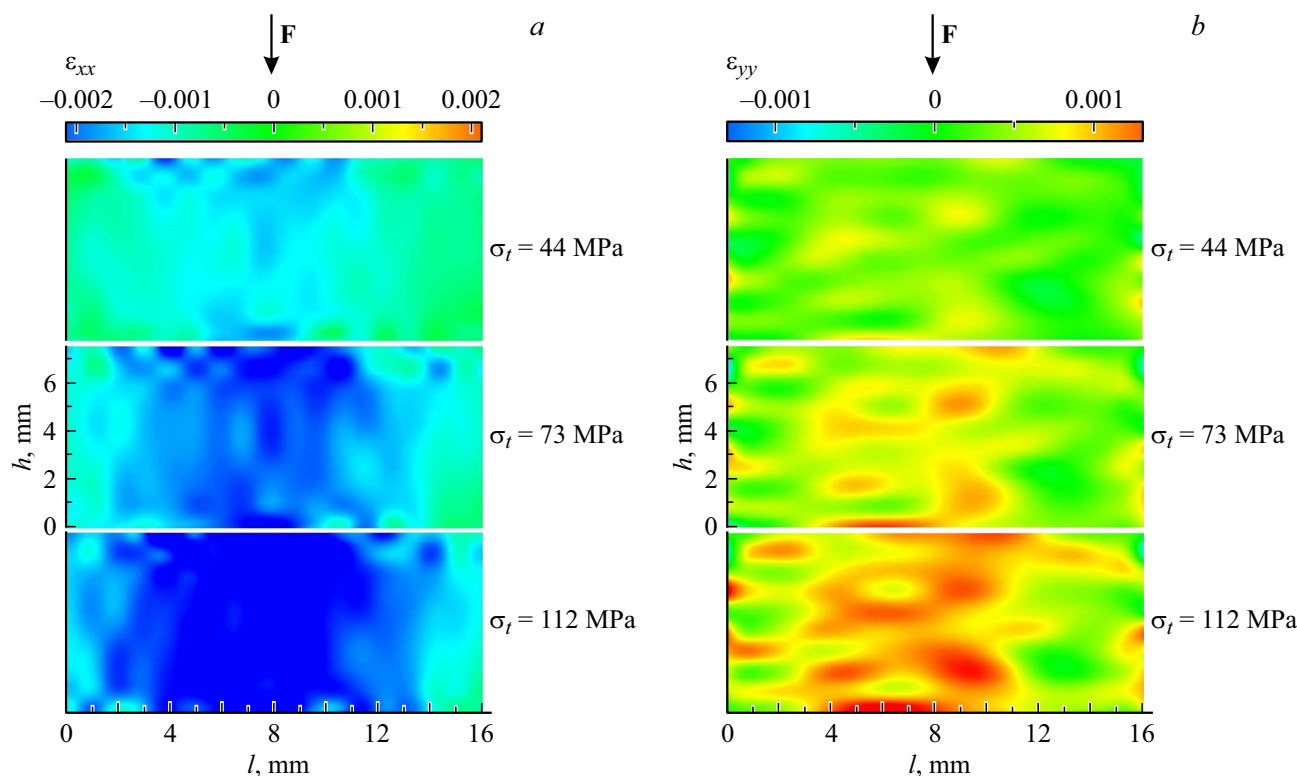


Рис. 2. Распределение деформации ε_{xx} (a) и ε_{yy} (b) в зоне анализа для различных уровней средних макронапряжений.

Содержание моноклинной фазы и микроструктурные параметры диоксида циркония

	C_m^* , %	D , nm		Микродисторсия решетки тетрагональной фазы и соответствующие напряжения II рода	
		Моноклинная фаза	Тетрагональная фаза	$\langle \varepsilon \rangle \cdot 10^3$	Микронапряжения, МПа
Исходное состояние	0	–	51	1.0	206 ± 30
На поверхности разрушения	17	30	45	1.4	287 ± 42

* C_m — количество моноклинной фазы диоксида циркония.

оси сжимающих напряжений составила около 0.3%, а вдоль оси растягивающих напряжений она меньше и равна 0.12%.

Проведенный рентгенофазовый анализ поверхностей разрушения разных фрагментов разрушенного образца (рис. 1, b) показал, что на них наблюдается образование моноклинной фазы, свидетельствующее о прохождении мартенситного превращения под действием приложенных напряжений. Размер областей когерентного рассеяния (D) и микроскажения кристаллической решетки ($\langle \varepsilon \rangle$), рассчитанные для тетрагональной и моноклинной фаз диоксида циркония с поверхностями разрушения, также отличаются по своим значениям от исходного состояния (см. таблицу). Наблюдается уменьшение D

тетрагональной фазы по сравнению с исходным состоянием после спекания, а микронапряжения (напряжения II рода) на всех фрагментах разрушенного образца значительно выше, чем в исходном состоянии. Характерно, что размеры элементов на картине разрушения порядка 2–2.5 мкм, что совпадает с размерами зон локализации деформации. При этом микронапряжения, определенные на разных поверхностях разрушения фрагментов, различаются и варьируются в интервале 245–329 МПа, по-видимому, в соответствии с возникающей неоднородностью деформации.

Таким образом, установлено, что накопление деформаций ε_{xx} и ε_{yy} при испытаниях керамических образцов ZrO_2 (Y_2O_3) на диаметрально сжатие неоднородно

по образцу. При этом происходит изменение микроструктурных параметров, таких как размер областей когерентного рассеяния тетрагональной фазы и микронапряжений, реализуется тетрагонально-моноклинное превращение, и эта локализация коррелирует с зафиксированной неоднородностью возникающих в объеме материала микронапряжений.

Благодарности

Авторы выражают благодарность сотрудникам ИФПМ СО РАН Л.М. Молчуновой и Л.Н. Рыжовой за помощь при подготовке образцов.

Финансирование работы

Работа выполнена в рамках Программы III.23 РАН на 2013–2020 гг. (проект III.23.1.2).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] Зуев Л.Б., Данилов В.И., Баранникова С.А. Физика макролокализации пластического течения. Новосибирск: Наука, 2008. 328 с.
- [2] Разумовский И.А. Интерференционно-оптические методы механики деформируемого твердого тела. М.: Изд-во МГТУ, 2007. 240 с.
- [3] Rastogi P.K. Digital speckle pattern interferometry and related techniques. John Wiley & Sons, 2001. 368 p.
- [4] Зуев Л.Б. Автоволновая пластичность. Локализация и коллективные моды. М.: Физматлит, 2018. 208 с.
- [5] Баранникова С.А., Буякова С.П., Зуев Л.Б., Кульков С.Н. // Письма в ЖТФ. 2007. Т. 33. В. 11. С. 57–64.
- [6] Sevostyanova I.N., Sablina T.Yu., Savchenko N.L., Kulkov S.N. Deformation behaviour of zirconia with a different pore structure // IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 2018. V. 447. P. 012022.
DOI: 10.1088/1757-899X/447/1/012022
- [7] Sheikh M.Z., Wang Z., Du B., Suo T., Li Y., Zhou F., Wang Y., Dar U.A., Gao G., Wang Y. // Ceram. Int. 2019. V. 45. N 6. P. 7931–7944. doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.01.106
- [8] Sutton M.A., Orteu J.J., Schreier H. Image correlation for shape, motion and deformation measurements. Basic concepts, theory and applications. Springer, 2009. 364 p.
- [9] Matsui K., Horikoshi H., Ohmichi N., Ohgai M., Yoshida H., Ikuhara Y. // J. Am. Ceram. Soc. 2003. V. 86. N 8. P. 1401–1408.
- [10] Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев А.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М.: Металлургия, 1982. 632 с.
- [11] Grant K.L., Rawlings R.D., Sweeney R.J. // Mater. Sci. Mater. Med. 2001. V. 12. N 6. P. 557–564.
- [12] Тимошенко С.П., Гудьер Дж. Теория упругости. М.: Наука, 1975. 757 с.
- [13] Garcia-Fernandez C.C., Gonzalez-Nicieza C., Alvarez-Fernandez M.I., Gutierrez-Moizant R.A. // Mech. Mining Sci. 2018. V. 103. N 3. P. 254–265.