

УДК 669

## ОЦЕНКА ПРОЧНОСТИ НОВОГО НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ, ЧАСТИЧНО СТАБИЛИЗИРОВАННОГО ОКСИДОМ ИТТРИЯ.

© Г.В. Москвитин, А.Ф. Мельшанов, М.С. Пугачев

*Институт машиноведения РАН, Россия, Москва*

*Аннотация.* Исследованы механические свойства нового нанокристаллического материала на основе  $ZrO_2$ , частично стабилизированного  $Y_2O_3$ .

*Ключевые слова:* направленная кристаллизация, прочность кристаллов.

Новые материалы применяемые в машиностроении должны обладать совокупностью таких свойств, как высокая механическая прочность и трещиностойкость, химическая инертность и работоспособность в условиях высоких температур и отсутствия смазки. Одним из таких материалов является нанокристаллический материал нового поколения на основе диоксида циркония, частично стабилизированного оксидом иттрия (кристаллы ЧСЦ). Исследуемый материал при оптимальных технологических режимах изготовления обладает очень высокими механическими характеристиками и может найти применение в составе различных технических объектов: авиакосмическая техника (детали обшивки космических кораблей и возвращаемых модулей, элементы конструкций космических кораблей в условиях открытого космоса, высоконагруженные и термически напряженные узлы и детали оборудования приборов космической техники), камеры сгорания в ответственных ДВС 4-5 поколений, лопатки турбин авиационных двигателей, элементы роторов высокооборотных машин, режущие элементы биологического и медицинского оборудования (скальпели, оборудование для подготовки микросрезов биообъектов для изучения под микроскопом, микрохирургические инструменты, в том числе глазной и нейрохирургии).

Получение кристаллов ЧСЦ стало возможным благодаря применению нового метода направленной кристаллизации расплава в холодном контейнере при использовании прямого высокочастотного нагрева. При выращивании из расплава они кристаллизуются в виде кубических монокристаллов, которые при остывании претерпевают полиморфный переход в тетрагональную фазу, сопровождающийся образованием доменов размерами десятков нанометров.

Целью работы является определение механических свойств нового материала на основе монокристаллов диоксида циркония, стабилизированных оксидом иттрия.

Известны работы [1-5] по монокристаллическому материалу  $ZrO_2$ , но они выполнены при исследованиях на единичных кристаллах, изготовленных в лабораторных условиях. Материал изготовлен в условиях мелкосерийного производства на промышленных установках "Кристалл" в НЦЛМТ ИОФАН [6]. Предварительные результаты по прочности материала ЧСЦ были опубликованы [7], но необходимо более детально и в большем объеме исследовать механические свойства ЧСЦ в зависимости от различных технологических параметров при его производстве.

Для выполнения поставленной цели были определены основные механические характеристики кристаллов ЧСЦ. При этом исследовали прочностные свойства материала в зависимости от направления ориентации вырезки образца по отношению к его кристаллографическим осям и концентрации стабилизирующей добавки  $Y_2O_3$ .

Учитывая особенности исследуемого материала, его анизотропию, хрупкость, высокую твердость, ограниченные размеры исходных кристаллов, трудоемкость и высокую стоимость работ по вырезке и изготовлению образцов, были разработаны форма и размеры образцов для испытаний на изгиб и сжатие. Была выбрана форма параллелепипеда с размерами 25x5x5 (мм) для испытаний на изгиб и 7,5x5x5 (мм) для испытаний на сжатие. Испытания проводились на универсальной испытательной установке фирмы «Инстрон» модель 1115. Для испытаний по определению динамических модулей упругости, которые необходимы для оценки ориентации вырезки образца по отношению к кристаллографическим осям, были использованы: импульсный генератор напряжения Г-5-63, цифровой двухлучевой осциллограф DG-20, набор пьезодатчиков, персональный компьютер.

Динамические модули в продольном направлении  $E_l$  и поперечных направлениях  $E_a$ ,  $E_b$  определяли известным ультразвуковым импульсным методом. Статический модуль  $E_{ст}$  определяли ультразвуковым резонансным методом.

Для испытаний на сосредоточенный изгиб было разработано установочное устройство, позволяющее симметрично установить образец и датчик прогиба по отношению к нагружающему упору. Опыты на изгиб проводили с записью диаграммы нагрузка-прогиб по стандартной методике за исключением определения статического модуля упругости.

Обычно, при стандартной методике испытаний на изгиб для определения модуля упругости  $E_{ст}$  образец должен быть достаточно длинным  $l$ , стандарты рекомендуют  $l/h = 40$ , где  $h$  – высота образца. Для выбранного образца это отношение равно 4. Поэтому было необходимо учитывать влияние перерезывающей силы, и модуль определяли по формуле:

$$E_{ст} = 0,25 \frac{P_m l^3}{bh^3 f} \left[ 1 + 2,4(1 + \mu) \left( \frac{h}{l} \right)^2 \right],$$

где  $\mu$  – коэффициент Пуассона, который определяли в опытах по измерению модулей упругости ультразвуковым методом,  $P_m$  – нагрузка,  $b$  – ширина образца,  $f$  – прогиб.

При испытаниях на одноосное сжатие в связи с малой длиной образца 7,5мм не возможно использовать датчик продольной деформации  $\varepsilon_2$ , поэтому была разработана методика, позволяющая определить предел прочности  $\sigma_с$  и предельную поперечную деформацию  $\varepsilon_1$ . Поперечную деформацию  $\varepsilon_1$  определяли с помощью навесного датчика фирмы «Инстрон», а коэффициент Пуассона  $\mu$  – по формуле, используя известное соотношение между динамическим и статическим модулями  $E_d$  и  $E_{ст}$ :

$$\frac{E_d}{E_{ст}} = \frac{(1 - \mu)}{(1 + \mu)(1 - 2\mu)} = \frac{E_d \varepsilon_2}{\sigma_с} = \frac{E_d \varepsilon_2}{\mu \sigma_с}$$

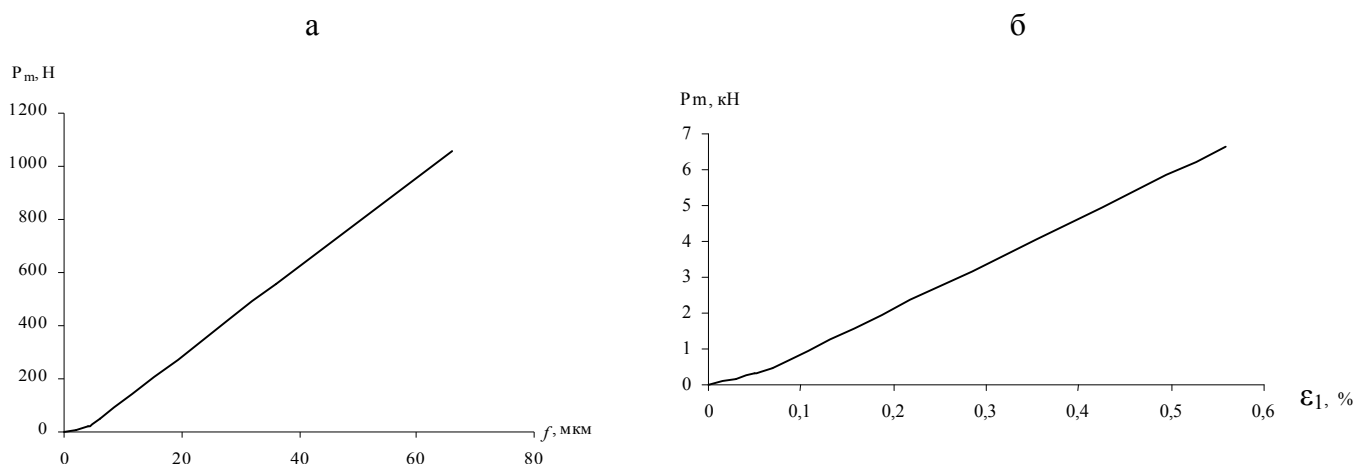
коэффициент Пуассона равен

$$\mu = A \left[ \left( 1 + \frac{k}{A} \right)^{0,5} - 1 \right], \text{ где } k = \frac{\sigma_с}{E_d \varepsilon_1}, A = \frac{(k + 1)}{2(2k - 1)}.$$

Далее определяли  $\varepsilon_2 = \frac{\varepsilon_1}{\mu}$ ,  $E_{ст} = \frac{\sigma_с}{\varepsilon_2}$  и предельную работу разрушения  $A_0 = \frac{\sigma_с^2}{2E_{ст}}$ .

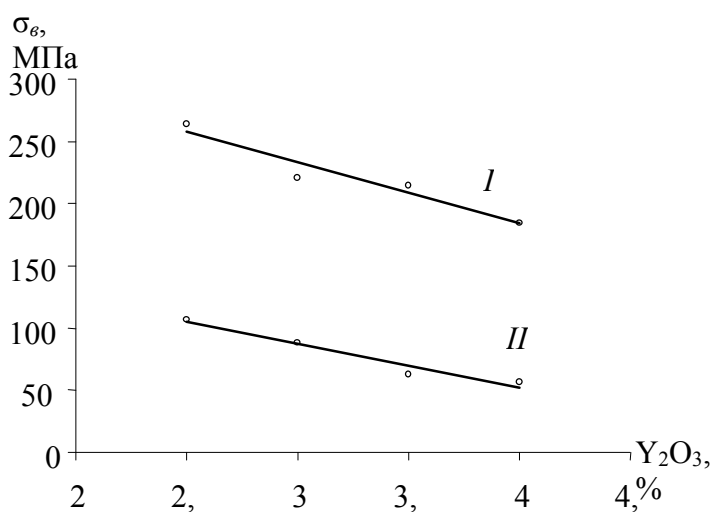
Были проведены исследования по определению влияния процентного содержания стабилизирующего оксида иттрия, анизотропии кристаллов ЧСЦ, скорости выращивания кристаллов ЧСЦ, режимов термообработки в различных средах и введения дополнительных примесей на механические свойства материала.

Следует отметить, что все образцы при испытаниях деформировались линейно-упруго вплоть до разрушения, которое было хрупким, а в испытаниях на сжатие разрушение образца носило взрывной характер с выделением пламени. Типичные диаграммы деформирования показаны на рисунке 1 (а - изгиб, б - сжатие).



**Рис.1.** Типичные диаграммы деформирования образцов из кристаллов ЧСЦ. а – трехточечный изгиб, б – сжатие.

Для определения прочности кристаллов на основе ZrO<sub>2</sub> в зависимости от содержания стабилизирующего оксида иттрия были испытаны образцы с концентрацией стабилизирующего оксида от 2,5 мол. % Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> до 35 мол. % Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Анализ результатов показывает, что практическое применение материала с концентрацией оксида иттрия более 4% нецелесообразно из-за не высоких механических свойств. Дальнейшие исследования проводили на образцах кристаллов с концентрацией стабилизирующего оксида в диапазоне 2,5-4 мол%, что соответствует максимальным значениям механических характеристик. Для более точной оценки влияния концентрации добавки на прочность была испытана на изгиб и сжатие партия образцов. Результаты испытаний приведены рис.2.



**Рис.2.** Зависимость прочности от концентрации стабилизирующего оксида: I - сжатие, II – изгиб.

Следует отметить значительное в 1,9 и 1,4 раза почти линейное падение прочности с ростом концентрации стабилизирующей.

Зависимость прочности исследуемого образца, вырезанного из кристаллического материала ЧСЦ от ориентации по отношению к кристаллографическим осям решетки кристалла очевидна по определению, так как материал анизотропен. Однако необходимо было оценить влияние ориентации на разброс значений прочности при испытаниях образцов. Разброс значений прочности зависит от ряда факторов: от количества и размеров внутренних дефектов, концентрации стабилизирующего оксида, качества изготовления образца, соблюдения технологии испытаний.

Оценка влияния ориентации была проведена с помощью анализа модулей упругости образца в направлении длины  $l$ , и в поперечных направлениях  $a$  и  $b$ . Для этого из исследуемой партии образцов определяли наибольшее значение модуля  $E_{cm}$ . Далее

рассчитывали соотношение  $k_1 = \frac{E_{ct}}{E_l}$ ,  $k_2 = \frac{E_{ct}}{E_b}$ ,  $k_3 = \frac{E_{ct}}{E_a}$  и определяли среднее

значение  $k_{cp} = \frac{(k_1 + k_2 + k_3)}{3}$  для каждого образца. По этим данным строили зависимость

$\sigma_s - k_{cp}$ . На Рис.3 (а - г) показаны зависимости прочности от ориентации вырезки для образцов с концентрацией 2,5; 3; 3,5 и 4 мол. %  $Y_2O_3$  соответственно.

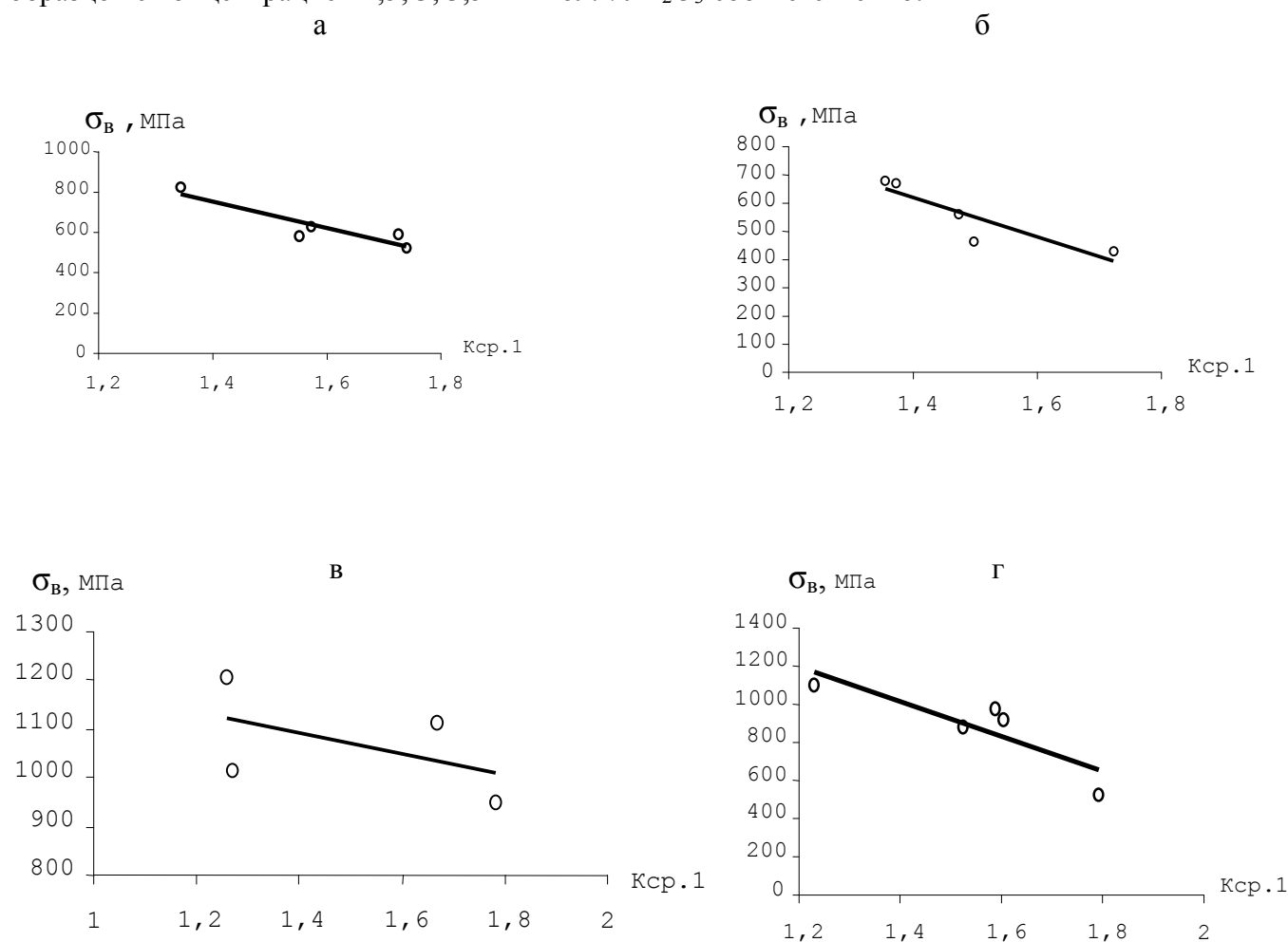


Рис.3. Зависимость прочности от ориентации вырезки для образцов с различной концентрацией  $Y_2O_3$ . а - 2,5 %, б - 3 %, в - 3,5 % и г - 4%.

Судя по картине распределения прочности на рисунке можно сделать вывод, что разброс значений для образцов с одинаковым содержанием  $Y_2O_3$  в значительной степени определяется ориентацией вырезки образца из кристалла.

По результатам испытаний образцов, вырезанных из кристаллов «оптимального» состава  $ZrO_2$ -2,8 мол. %  $Y_2O_3$ , полученных при скорости выращивания 10-15 мм/час при совпадающей ориентации вектора силового воздействия с осями кристаллической решетки  $\langle 100 \rangle$  были достигнуты высокие значения по динамическому модулю упругости 400-500 ГПа, по статическому модулю упругости 380-400 ГПа, по прочности на изгиб 1500-1600 МПа, по прочности на сжатие 3000-4000 МПа. Для сравнения укажем параметры высокопрочной стали ЭИ643:  $\sigma_s = 2000$  МПа,  $E_{cm} = 200$  ГПа.

На основе проведенных исследований изучены механические свойства нового нанокристаллического материала на основе  $ZrO_2$ , частично стабилизированного  $Y_2O_3$ . Исследуемый материал при оптимальных технологических режимах изготовления обладает уникальным сочетанием механических свойств высокой твердостью, прочностью и вязкостью разрушения порядка  $15 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{0,5}$ .

Работа выполнена при финансовой поддержке Международного Гранта МНТЦ (Проект № 2242).

### Литература

1. Баринов С.М., Шевченко В.Я. Прочность технической керамики. М.: Наука. 1997. с.158.
2. Эванс А.Г., Лэнгдон Т.Г. Конструкционная керамика. М.: Металлургия, 1980. с. 256.
3. Dominguez-Rodriguez A., Martinez-Fernandez J., Castaing J. Deformation mechanisms for high-temperature creep of high stabilized zirconia single crystals. //Acta Materialia. 1996. V. 44. N 3. P. 991-999.
4. Jimenez-Pique F., Singh M., Martinez-Fernandez J. Microstructure and mechanical properties of superplastic yttria-partially-stabilized zirconia (Y-PSZ) ceram. //Journal of the European Ceramic Society. 2000. V. 20. N 2. P. 147-151.
5. Barinov S.M., Ivanov N.V., Shevchenko V.Y. British Ceram. //Trans. 2000. V. 99. N 1. P. 39-42.
6. Кузминов Ю.С., Ломонова Е.Е., Осико В.В. Тугоплавкие материалы из холодного тигля. М.: Наука. 2004. 369 с.
7. Фролов К.В. Осико В.В., Алисин В.В., Вишнякова М.А., Игнатьева З.В., Ломонова Е.Е. Павлов В.Г., Мельшанов А.Ф., Пугачев М.С. Исследование механических и трибологических свойств нанокристаллического материала нового поколения на основе диоксида циркония. //Проблемы машиностроения и надежности машин. 2006. №4. С. 3-8.

Поступила: 30.09.2010.