

PACS: 61.46.+w, 62.40.+i, 81.20.Lb, 81.70.Dw

И.К. Носолев, В.В. Токий, Г.К. Волкова, И.А. Даниленко,  
Т.Е. Константинова, В.А. Фомченко

## ВЛИЯНИЕ ОБЖАТИЯ ГИДРОСТАТИЧЕСКИМ ДАВЛЕНИЕМ НАНОПОРОШКОВ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ НА НЕУПРУГИЕ СВОЙСТВА КЕРАМИКИ

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины  
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина

*Исследовано влияние обработки гидростатическим давлением нанокристаллического порошка диоксида циркония на неупругие свойства керамики, полученной из этого порошка. Определены физические параметры состояния керамики: критическое сдвиговое напряжение  $\sigma_0$ , деформационное упрочнение  $M_D$  при нагрузке и параметр  $M_d$ , характеризующий поведение материала при разгрузке. Результаты эксперимента анализируются в рамках феноменологической модели двухсвязной петли гистерезиса, предложенной авторами ранее.*

### Введение

Неупругость как свойство реального твердого тела, вследствие которого напряжение и деформация связаны неоднозначно, проявляется в виде двух тесно связанных эффектов: внутреннего рассеяния энергии и дефекта модуля упругости [1]. Исследование амплитудно-зависимой неупругости может быть источником информации о типах механизмов неупругих явлений в наносистемах, что достигается путем параллельного изучения внутреннего трения и дефекта модуля упругости [2,3]. Настоящая работа посвящена исследованию и анализу влияния гидростатического давления на особенности акустического поглощения в оксидной керамике, полученной из нанокристаллического порошка на основе  $ZrO_2$ , в которой вклад дислокационных процессов в микропластичность незначителен. Гидростатическое давление, как было показано ранее, вызывает мартенситное превращение в порошковой системе. Фазовые превращения мартенситного типа в диоксиде циркония [4] создают иерархию дефектной структуры от кластеров и доменов до пластин и их ансамблей.

### Эксперимент

Для измерений внутреннего трения и модуля упругости использовали резонансный метод составного пьезоэлектрического вибратора [2,3]. Декре-

мент колебаний  $\delta$  и амплитуду относительной циклической деформации образца  $\varepsilon$  рассчитывали согласно [5]. Точность измерений  $\delta \sim 6\%$ ,  $\Delta M/M \sim 2 \cdot 10^{-3}\%$ . Измерения проводили при температурах вблизи комнатной. Точность задания и поддержания фиксированных значений температуры была не хуже  $0.1^\circ\text{C}$ .

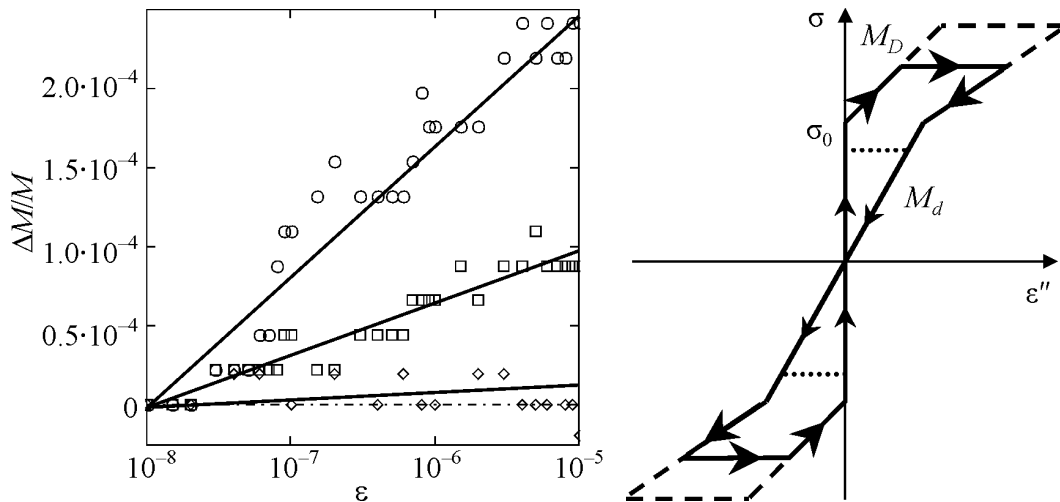
Исследовали керамические образцы двух видов. Первые были приготовлены по схеме [6], где в качестве исходного сырья использовали нанокристаллический порошок  $\text{ZrO}_2$ , полученный методом совместного осаждения и стабилизированный 3 mol.%  $\text{Y}_2\text{O}_3$ . После прокаливания при  $700^\circ\text{C}$  из полученного нанокристаллического порошка проведено формообразование контрольной (без использования гидростатического обжата порошков) заготовки в виде прямоугольного параллелепипеда  $4 \times 4 \times 35 \text{ mm}$ , которую затем спекали при температуре  $1350^\circ\text{C}$  в течение 2 h. Согласно рентгеновскому фазовому анализу в этом случае керамические образцы после спекания имели полностью тетрагональную решетку.

При изготовлении образцов второго вида, в отличие от описанной выше схемы, исходный порошок после прокаливания перед формообразованием подвергали обжатию гидростатическим давлением. Дальнейшее формообразование и спекание проводили при тех же условиях, что и в образцах первого вида.

Монокристалл  $\text{ZrO}_2$  был получен в ИПМ НАН Украины (г. Киев). Решетка образца имеет тетрагональную структуру со степенью тетрагональности  $c/a = 1.016$ .

### Результаты измерений и их анализ

В керамике, полученной из нанопорошков на основе диоксида циркония, в отличие от монокристалла, обнаружена амплитудная зависимость дефекта модуля упругости в области амплитудно-независимого внутреннего трения. При этом характер экспериментальных зависимостей (рис. 1) в керамических образцах позволяет констатировать наличие по крайней мере двух механизмов, контролирующих неупругое поведение исследуемых объектов. Первый действует при относительно низких амплитудах деформации, второй – при относительно высоких, включаясь при некоторой критической амплитуде деформации  $\sigma_0$ , разделяющей диапазон исследуемых деформаций на области амплитудно-независимого и амплитудно-зависимого дефектов модуля упругости. Применение гидростатического давления, как видно из рис. 1, приводит к смещению  $\sigma_0$  в область более низких амплитуд. При этом разгрузочная характеристика керамики  $M_d$  (рис. 2) в области действия первого механизма внутреннего трения не чувствительна к изменению амплитуды деформации, как и в монокристалле диоксида циркония. В области действия второго механизма в керамических образцах, в отличие от монокристалла, появляется амплитудно-зависимый дефект модуля упругости  $\Delta M/M(\varepsilon)$ . Его поведение (см. рис. 1) существенно зависит от воздействия



**Рис. 1.** Амплитудные зависимости дефекта модуля упругости в монокристалле ( $\diamond$ ) и керамическом  $ZrO_2$ , подвергнутом воздействию гидростатического давления  $P = 0.1$  МПа ( $\circ$ ) и  $P = 300$  МПа ( $\square$ )

**Рис. 2.** Двойная трехпараметрическая петля гистерезиса

гидростатического давления, что приводит к уменьшению почти в четыре раза величины деформационного упрочнения при нагрузке  $M_D$  в образце, приготовленном с применением гидростатического обжатия, по сравнению с образцом, выполненным без обжатия.

Описание явлений, которые рассматриваются в рамках феноменологической модели двухсвязной трехпараметрической петли гистерезиса, предложенной авторами ранее [7], позволило оценить параметры состояния керамики: критическое сдвиговое напряжение  $\sigma_0$ , деформационное упрочнение  $M_D$  при нагрузке и параметр  $M_d$ , характеризующий поведение материала при разгрузке (таблица). По форме петли гистерезиса, близкой к петле гистерезиса «флажкового» типа (рис. 2), можно сделать предположение о мартенситном характере фазовых превращений, индуцируемых циклическими колебаниями, как о возможном механизме микропластичности в изученном диапазоне температур и напряжений.

Таблица

Давление, МПа	$\sigma_0, 10^4$ Па	$M_d, 10^{14}$ Па	$M_D, 10^{14}$ Па
0.1	32.950	2.845	3.14
300	7.799	2.828	13.55

Исследования сопровождались рентгеноструктурным и рентгенофазовым анализами и измерениями плотности образцов.

### Выводы

1. В керамике на основе нанопорошков из диоксида циркония методом внутреннего трения обнаружена амплитудная зависимость дефекта модуля

упругости в области амплитудно-независимого внутреннего трения, которая не наблюдается в монокристалле тетрагонального диоксида циркония и не объясняется теорией Гранато–Люке.

2. Обнаружено влияние гидростатического давления на характер неупругих потерь в керамике из нанопорошков на основе диоксида циркония.

3. Исходя из анализа петли гистерезиса, имеющей форму флажкового типа, сделан вывод о том, что указанный эффект связан с мартенситными превращениями, индуцируемыми циклическими напряжениями.

4. Характер полученных экспериментальных зависимостей указывает на тенденцию приближения свойств керамики к свойствам монокристалла в результате воздействия гидростатического давления.

1. С.А. Головин, А. Пушкар, Д.М. Левин, Упругие и демпфирующие свойства конструкционных металлических материалов, Металлургия, Москва (1987).
2. V.V. Tokiy, I.K. Nosolev, V.Ya. Platkov, Functional Materials 7, № 1, 98 (2000).
3. V.Ya. Platkov, I.K. Nosolev, Chin. J. Met. Sci. Technol. 8, № 3, 173 (1992).
4. I.W. Chen, Y.H. Chiao, Acta metall. 31, 1627 (1983).
5. С.П. Нуканоров, Б.К. Кардашев, Упругость и дислокационная неупругость кристаллов, Наука, Москва (1985).
6. I.A. Danilenko, T.E. Konstantinova, N.P. Pilipenko, A.A. Dobrikov, 9<sup>th</sup> Cimtec-World Ceramics Congress «Ceramics: Getting into the 2000's», Part A, P. Vincencini (ed.), Techna Srl. (1999), p. 305–312.
7. В.В. Токий, И.К. Носолев, Н.Г. Тарасенко, ФТВД 13, № 4, 27 (2003).

I.K. Nosolev, V.V. Tokiy, G.V. Volkova, I.A. Danylenko, T.E. Konstantinova, V.A. Fomchenko

## INFLUENCE OF ZIRCONIA-BASED NANOPOWDER REDUCTION BY HYDROSTATIC PRESSURE ON INELASTIC PROPERTIES OF CERAMICS

Influence of hydrostatic pressure treatment of nanocrystalline zirconia powder on inelastic properties of ceramics prepared from the powder has been investigated. Physical parameters of the ceramics, such as the critical shearing stress  $\sigma_0$ , deformation hardening  $M_D$  under load, and parameter  $M_d$  characterizing the behavior of material under unloading have been determined. The experimental results are analysed within a phenomenological model of doubly connected hysteresis loop proposed by the authors recently.

**Fig. 1.** Amplitude dependences of the modulus of elasticity defect in single-crystalline ( $\diamond$ ) and ceramic  $ZrO_2$  influenced by hydrostatic pressure  $P = 0.1$  MPa ( $\circ$ ) and  $P = 300$  MPa ( $\square$ )

**Fig. 2.** Double three-parameter hysteresis loop