

Д. х. н. В. С. Бакунов¹, д. т. н. Е. С. Лукин² (✉), к. т. н. Э. П. Сысоев³

¹ ФГБОУ ВПО «Объединенный институт высоких температур РАН», Москва, Россия

² ФГБОУ ВПО «Российский химико-технологический университет имени Д. И. Менделеева», Москва, Россия

³ ФГБОУ ВПО «Владимирский государственный университет имени А. Г. и Н. Г. Столетовых», г. Владимир, Россия

УДК 666.3.017:620.173.251

ДЛИТЕЛЬНАЯ ПРОЧНОСТЬ ПЛОТНОЙ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ ОКСИДНОЙ КЕРАМИКИ ДО 1600 °С

Приведены экспериментальные данные по определению длительной прочности (время и деформация до разрушения) плотноспеченной оксидной керамики при четырехточечном изгибе в интервале 1400–1550 °С (несколько выше температуры хрупко-пластического перехода) и при нагрузках до 60 МПа (близких к пределу прочности). Показано, что элементарным механизмом деформации во всем диапазоне пластического поведения образцов является диффузионно-вязкое течение с его разновидностями — диффузионным перемещением дислокаций и границ кристаллов. Полученные данные согласуются с предположением о том, что для перехода от хрупкого разрушения керамики к пластическому в ней необходимо возникновение некоторой критической концентрации вакансий. Независимо от размера кристаллов керамики и условий испытаний произведение скорости установившейся ползучести и времени до разрушения постоянно, причем константой является деформация до разрушения.

Ключевые слова: плотноспеченная керамика, периклаз, алюмомагнезиевая шпинель, корунд, длительная прочность, ползучесть, время до разрушения, деформация перед разрушением.

ВВЕДЕНИЕ

Под длительной прочностью обычно понимают время τ_r , которое выдерживает материал до разрушения под действием постоянной механической нагрузки при испытаниях на ползучесть [1]. Важной характеристикой процесса является также деформация перед разрушением ϵ_r , с точки зрения некоторых авторов, деформация является сигналом, свидетельствующим о предстоящем разрушении. Предполагается, что процессы, ответственные за деформацию и разрушение материалов при ползучести, взаимосвязаны. В противном случае невозможно было бы объяснить образование зародышевых трещин и их распространение при напряжениях, много меньших теоретической прочности материалов. Экспериментально установлено, что τ_r металлов и сплавов обратно пропорционально их скорости установившейся ползучести $\dot{\epsilon}_y$, т. е. $\tau_r \dot{\epsilon}_y = \text{const}$ [1].

Предложено большое количество эмпирических и теоретических уравнений длительной прочности металлов, связывающих основной критерий — время до разрушения

с величиной приложенного напряжения σ и с температурой T [1]. Однако они описывают результаты измерений только в ограниченных областях изменения переменных; в широких интервалах обычно получают зависимости с перегибами. На практике для аппроксимации экспериментальных данных наиболее часто используют степенные функции напряжения и экспоненциальные — температуры: $\tau_r = A\sigma^m$ и $\tau_r = B \cdot \exp(bT)$, где A , m , B , b — эмпирические коэффициенты. Кроме указанных, предлагаются так называемые параметрические зависимости: $\tau_r = f(\sigma, T)$. При $\sigma = \text{const}$ они превращаются в температурные, а при $T = \text{const}$ — в силовые. Однако их применимость также ограничена.

Поликристаллическая керамика при воздействии механической нагрузки в области до 1200–1300 °С ведет себя как хрупкий материал и разрушается после небольшой упругой деформации. При более высоких температурах испытаний перед разрушением керамика показывает некоторую, хотя и небольшую по величине по сравнению с металлами и сплавами, пластическую деформацию (деформацию течения). Как известно, упругая деформация связана с небольшими смещениями атомов (ионов) со своих стационарных мест, а пластическая — с их перемещением. Такая реакция керамики на внешнее механическое воздействие об-



Е. С. Лукин

E-mail: lukin.1938@mail.ru

условлена специфическими особенностями химической связи ионно-ковалентного типа в соответствующих соединениях. Большая величина и направленность связей между анионами и катионами обуславливают малую подвижность элементов кристаллической решетки. Затем из двух и более видов ионов, различающихся по химической природе, по радиусам, а также по величине и знаку зарядов, образуются элементарные ячейки значительных размеров, состоящие из двух и более подрешеток, что также тормозит перемещение ионов по решетке. Кроме того, сложна и микроструктура керамики — это (кроме специальных случаев) поликристаллические твердые тела, состоящие из нескольких фаз, включая стеклофазу и поры. Такое строение усиливает инертность, устойчивость к внешним воздействиям, присущую твердому состоянию, в случае керамики вплоть до предплавления температур [2].

По существующим представлениям температура хрупко-пластического перехода в значительной мере определяется кристаллохимическими особенностями материалов, а также их структурой. Обычно этот переход трактуют как фазовое превращение [3], которое сопровождается значительным изменением концентрации вакансий. При этом предполагается, что для макроскопической пластичности хрупких материалов необходимо обеспечить термодинамические условия формирования в них некоторой критической плотности точечных дефектов.

Как известно, пластическая деформация твердых тел обусловлена двумя процессами: скольжением по кристаллографическим плоскостям (сдвиг, поворот) и пластическим или вязким (в том числе диффузионно-вязким) течением. В поликристаллических керамических материалах вследствие сложности строения элементарных ячеек процессы скольжения заторможены и пластическая деформация обычно осуществляется благодаря диффузии точечных дефектов [4]. Наблюдаемое перемещение

дислокаций, границ и т. п. также осуществляется по вакансионно. В случае присутствия непрерывно распределенной аморфной стеклофазы (или жидкой фазы) в сложных по составу огнеупорах наблюдается вязкое течение [5].

В публикациях [4, 5] приведены результаты систематических исследований ползучести поликристаллической керамики на основе оксидов металлов. Показано, что выше 1600 °С при небольших нагрузках основным механизмом деформации является диффузия атомов (ионов) по вакантным узлам кристаллической решетки (или междоузлиям) с его разновидностями — по вакансионным перемещением дислокаций и границ кристаллов. Отмечены также основные особенности поведения образцов: наблюдается практически только стационарная ползучесть (т. е. с постоянной скоростью); с ростом напряжения скорость процесса увеличивается по степенному закону, причем показатель степени n имеет величину около 1 или несколько выше (это соответствует вязкому течению); при повышении температуры скорость ползучести растет по экспоненте, причем энергия активации процесса близка к энергии активации самодиффузии. Исключения из приведенных закономерностей имели место лишь при изменениях структуры материалов в ходе проведения испытаний.

Цель работы — экспериментальное изучение особенностей деформации и разрушения поликристаллической оксидной керамики при действии постоянной механической нагрузки несколько выше той области температур, в которой наблюдается хрупко-пластический переход. Испытывали материалы на основе периклаза, алюмомагнезиальной шпинели и корунда, которые довольно часто используют в узлах агрегатов техники высоких температур. Каждый вид керамики был представлен двумя модификациями, различающимися преобладающими размерами кристаллов: периклаз — 12 и 25 мкм, шпинель — 10 и 25 мкм, корунд — 12 и 35 мкм (по данным оптической микроско-

Некоторые характеристики опытных образцов

Индекс массы	Вид керамики	Преобладающий размер кристаллов, мкм	Кажущаяся плотность, г/см ³	Истинная пористость, %	Предел прочности при изгибе, МПа, при температуре, °С				
					20	1400	1450	1500	1550
П-12	MgO	12	3,47	3,0	120	65	52	45	40
П-25	MgO	25	3,50	2,2	105	60	73	62	55
ШП-10	MgAl ₂ O ₄	10	3,49	2,5	150	35	22	18	15
ШП-25	MgAl ₂ O ₄	25	3,50	2,2	120	30	20	15	13
К-15	Al ₂ O ₃	15	3,90	2,5	150	70	56	52	50
К-35	Al ₂ O ₃	35	3,90	2,5	125	60	54	51	42

пии). Характеристики образцов приведены в таблице. Выбор указанных объектов позволяет установить общие закономерности процесса деформации при разрушении, а также оценить влияние кристаллографических особенностей керамики на его протекание (периклаз и шпинель кристаллизуются в кубической решетке, корунд — в гексагональной). Несмотря на существенную разницу в температурах плавления (периклаз 3100 К, шпинель 2400 К, корунд 2320 К), по скорости ползучести они различаются не столь существенно. При этом наимень-

шие значения отмечены для корунда, затем следуют периклаз и шпинель [5].

Эксперименты проводили при четырехточечном изгибе в воздушной среде при 1400, 1450, 1500 и 1550 °С; прилагаемое напряжение составляло до 60 МПа. При этом нагрузку подбирали таким образом, чтобы время до разрушения не превышало 100 ч. Всего было разрушено более 500 образцов — по 5 параллельных для каждой температуры и нагрузки.

КРИВЫЕ ДЕФОРМАЦИИ

При испытаниях были получены кривые деформации до разрушения, которые включали в общем случае все три стадии ползучести — неустановившуюся, установившуюся и ускоренную. На рис. 1 показаны типичные результаты измерений деформации ε образцов во времени τ ; в качестве примера выбрана периклазовая керамика с преобладающим размером кристаллов 25 мкм (П-25, см. таблицу). Видно, что практически всегда разрушение наступает на установившемся этапе ползучести.

Особенностью поведения, общей для всех изученных материалов, является индивидуальный характер процессов деформирования каждого конкретного образца. Вне зависимости от температуры и нагрузки при испытаниях все они показывают наличие стационарной ползучести, однако неустановившийся и ускоренный периоды могут отсутствовать. При этом последнюю стадию наблюдали лишь в единичных случаях, в то время как первую значительно чаще — до 50 % определений. Такой характер деформации, на наш взгляд, определяется тем обстоятельством, что керамические материалы изготавливают путем высокотемпературного обжига порошковых заготовок. При этом в них возникает высокая концентрация термически активированных дефектов кристаллической решетки, которые могут частично закаливаться в ходе охлаждения в сложных температурных условиях печного пространства. Поэтому в начальный период испытаний к деформации течения добавляется деформация, связанная с аннигиляцией закаленных неравновесных дефектов. Последняя фиксируется в виде неустановившейся ползучести лишь при температурах, близких к температуре хрупкопластического (вязкого) перехода. При повышении температуры испытаний аннигиляция неравновесных дефектов происходит до процедуры испытаний в процессе нагревания без нагрузки.

В опытах на металлах [6] при диффузионной ползучести также наблюдали неустановив-

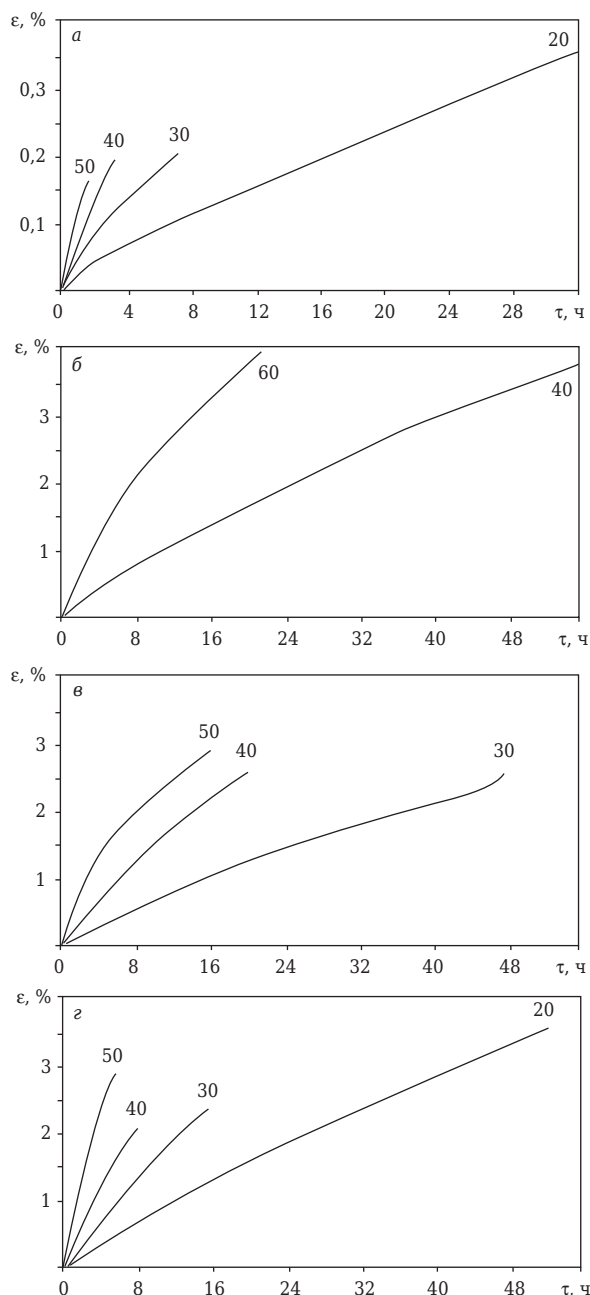


Рис. 1. Кривые ползучести образцов периклаза П-25 (см. таблицу) соответственно при 1400, 1450, 1500, 1550 °С (а–г); цифры на кривых — нагрузка, МПа

шийся этап. Исследователи связывают это явление с присутствием в образцах разного рода неравновесных дефектов, которые вносят свой вклад в общую деформацию при их «отжиге» в процессе испытаний.

С рассматриваемых позиций понятен ход зависимостей рис. 1. При 1400 °С получены типичные кривые, на которых видны два участка — нестационарная ползучесть и ползучесть с постоянной скоростью. С увеличением нагрузки растет скорость деформации и снижается время второго этапа, уменьшаются время до разрушения образца и его деформация. Во всех случаях разрушение наступает на участке ползучести с постоянной скоростью. Однако при 1450 и 1500 °С картина несколько иная. При относительно малых нагрузках (30–40 МПа) наблюдается практически стационарная ползучесть, в то время как при повышении нагрузки появляется также и неустойчивая; время до разрушения образца снижается, а деформация несколько увеличивается. Образец, испытанный при 1500 °С и 30 МПа, показал ускоренную ползучесть перед разрушением. При 1550 °С вновь получены типичные кривые с двумя участками ползучести. Однако величина деформации до разрушения с ростом нагрузки вначале уменьшается, а затем увеличивается. Аналогичные данные получены и для других видов керамики.

Таким образом, в изученном интервале изменений условий испытаний образцы плотноспеченной поликристаллической керамики показывают заметные различия в протекании процессов деформации и разрушения. Это отличается от поведения таких материалов при более высоких температурах (>1600 °С) и небольших нагрузках (<3 МПа), в области которых проводили кратковременные испытания на ползучесть [5]. В последнем случае фиксировали, за исключением отдельных особых случаев, лишь линейные зависимости деформации от времени, т. е. стационарную ползучесть. Это определяется в первую очередь высоким уровнем температур испытаний, при нагревании до которых имевшиеся в исходных образцах неравновесные дефекты аннигилируют диффузионным путем. О малой роли диффузионных процессов в сравнительно низкотемпературной области свидетельствуют результаты опытов по «термическому старению» керамики [7]. Так, выдержка при 1300 °С в течение 2–3 тыс. ч не приводит к заметному росту кристаллов, который осуществляется диффузионным путем. Интервал 1300–1600 °С является переходным, в котором по мере роста температуры скорость диффузии резко возрастает.

Исходя из изложенного, деформация до разрушения ε_p при ползучести поликристаллической керамики в общем случае может быть представлена как $\varepsilon_p = \varepsilon_n + \varepsilon_y$, где ε_n — деформация неустойчивого периода; ε_y — установившегося. Деформация ускоренного периода, как правило, $\varepsilon_{уск} = 0$; весьма редкие исключения обнаруживали при высоких температурах и при нагрузках, близких к пределу прочности материала. Величина ε_y накапливается по механизму диффузионно-вязкого течения, т. е. $\varepsilon_y = \dot{\varepsilon}_y \tau_y$, где $\dot{\varepsilon}_y$ — скорость; τ_y — длительность процесса. Деформация неустойчивого периода обычно невелика, и ее роль снижается с повышением температуры. Отсюда следует, что деформация до разрушения при высоких температурах прямо пропорциональна времени до разрушения, причем коэффициент пропорциональности есть скорость установившейся ползучести, т. е. в этом случае $\varepsilon_p = \dot{\varepsilon}_y \tau_p$.

МИКРОСКОПИЧЕСКАЯ КАРТИНА РАЗРУШЕНИЯ

Общая картина строения продольного сечения образца изученных видов керамики, а именно его участка, находящегося в условиях чистого изгиба, в схематическом виде показана на рис. 2. Зона сжатия *А* практически не содержит пор; в ней существует область *а*, в которой наблюдаются иногда сколы поверхности. Нейтральная зона *Б* почти свободна от пор и разного рода полостей; фактически ее структура после испытаний остается неизменной. В зоне растяжения *В* имеется большое количество пор, полостей и трещин (область *б*). Трещины, поры и пустоты не обнаруживаются непосредственно после нагружения, т. е. на первой стадии ползучести; их появление замечено лишь после некоторой критической деформации. Существенная пористость в растянутой зоне образуется на этапе установившейся стадии, поскольку почти во всех случаях разрушение образцов происходило без какого-либо заметного повышения скорости ползучести. В про-

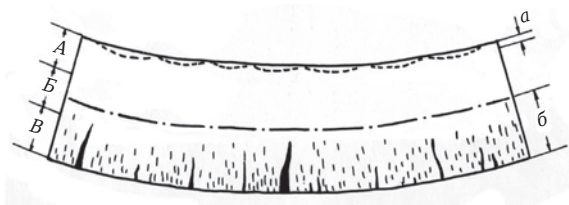


Рис. 2. Общая картина макростроения керамических образцов после испытания: *А* — зона сжатия; *Б* — нейтральная зона; *В* — зона растяжения (*а* — область сколов, *б* — область распространения пористости)

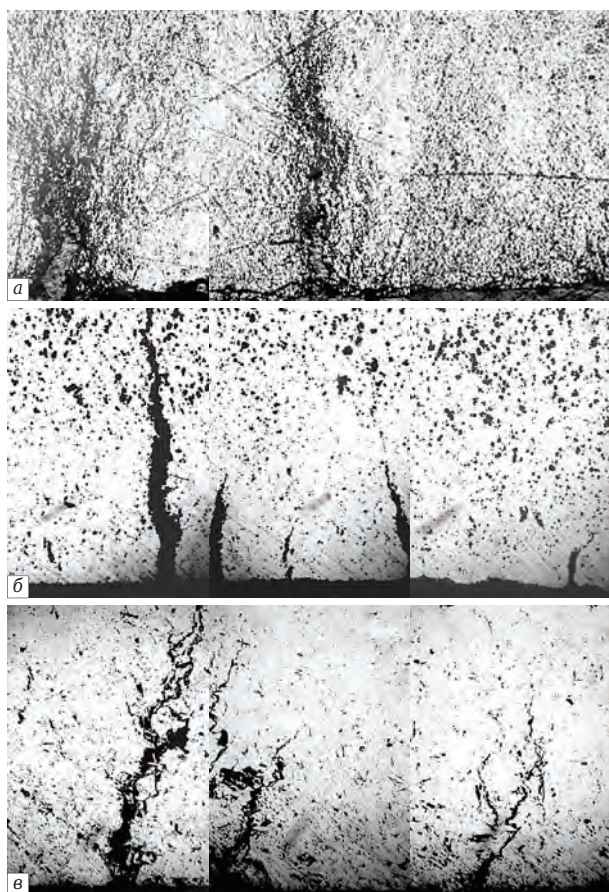


Рис. 3. Типичный вид трещин и пор в зоне растяжения образцов периклаза (а), шпинели (б) и корунда (в), $\times 40$

цессе пластической деформации поры объединяются, что ведет в дальнейшем к появлению микротрещин. По всей длине растянутой зоны существуют, как правило, несколько уходящих в глубь образца трещин, возникновение которых происходит в тех зонах поверхности образца, где имеется большая вероятность нахождения ее микродефектов. В зависимости от пластических свойств керамики пористость образцов различается; наибольшая пористость (в области трещины) наблюдается в образцах, у которых также отмечена существенная деформация течения.

Независимо от размера кристаллов для каждого из изученных видов керамики отмечен практически одинаковый характер образования пористости и микротрещин. Вид трещин в изученных материалах показан на рис. 3. В периклазе при испытаниях происходит образование последовательно пор и трещин. Максимальная длина трещин достигает половины высоты образца (см. рис. 3, в), при этом разрушение наступает, вероятно, вследствие уменьшения его живого сечения. В корунде и шпинели образования видимых пор не наблюдалось (рис. 4, 5). Эти материалы обладают меньшими деформационными показателями, и ход разрушения в них отличается от хода разрушения периклазовых образцов: развитие трещин происходит за счет слияния микрополостей без существенного образования пористости. Общим для всех трех материалов является то, что образование, объединение и распространение микротрещин происходит по наиболее слабым местам, т. е. между кристаллами по их границам; при этом происходит разрыхление приграничной зоны. Во всех исследуемых видах керамики не было отмечено существенного изменения размеров и формы кристаллов по сравнению с исходными по всему сечению образца, т. е. по всем трем зонам — сжатой, нейтральной и растянутой.

Таким образом, при принятых условиях испытаний ход процессов образования и развития трещин зависит от кристаллохимических особенностей материалов. В простой кубической решетке периклаза преобладает ионная составляющая химической связи и диффузионная подвижность атомов довольно высокая; разрушение происходит вследствие коагуляции значительного количества вакансий на границах кристаллов в растянутой зоне при заметной необратимой деформации. Вакансии образуются по всему объему растянутой зоны, но их концентрация повышена вблизи границ кристаллов. В сложной гексагональной решетке корунда преобладает ковалентная составляющая химической связи, поэтому диффузионная подвижность атомов значительно ниже, чем в решетке периклаза (несмотря на заметно меньшую температуру плавления); соответственно, заметно меньше и величина его деформации течения. Скорее всего, разрушение происходит вследствие возникновения вакансий в областях растянутой зоны, приуроченных к границам кристаллов, и коагуляции их на границах. В решетке шпинели, занимающей по сложности промежуточное положение, но ближе к решетке корунда, механизм разрушения при ползучести, судя по данным петрографических исследований, ближе к механизму разрушения корунда.

Установить зависимость продолжительности начального периода и величины измеряемой при этом деформации от напряжения и температуры испытаний в настоящей работе в явном виде не удалось; здесь сказывается влияние различий в поведении отдельных образцов. Однако на основании анализа довольно обширного массива экспериментальных данных были

ПОЛЗУЧЕСТЬ

Установить зависимость продолжительности начального периода и величины измеряемой при этом деформации от напряжения и температуры испытаний в настоящей работе в явном виде не удалось; здесь сказывается влияние различий в поведении отдельных образцов. Однако на основании анализа довольно обширного массива экспериментальных данных были

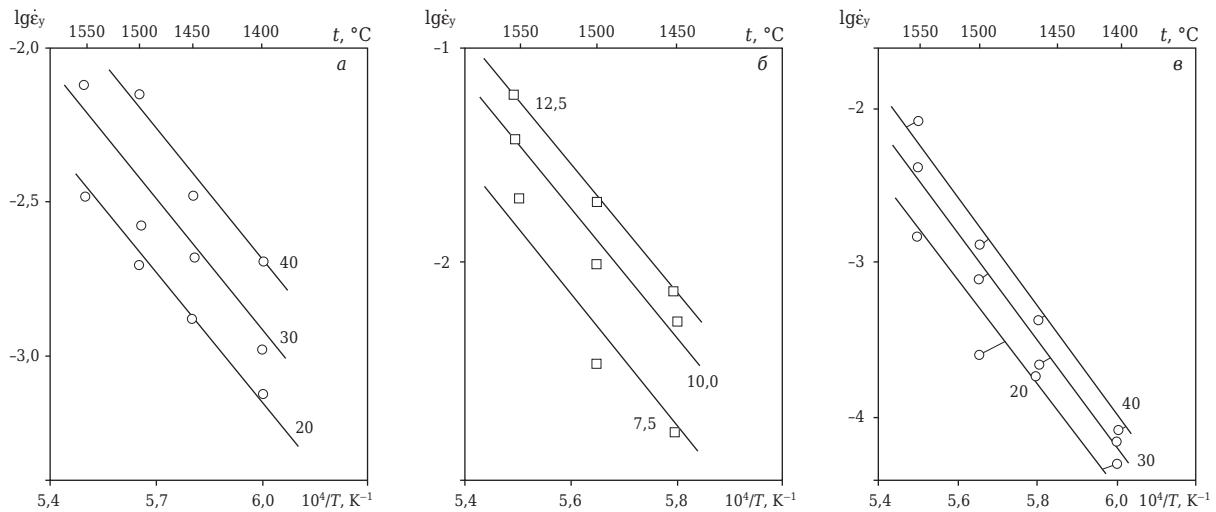


Рис. 4. Температурная зависимость скорости установившейся ползучести $\dot{\epsilon}_y$ образцов (см. таблицу): а — П-25; б — Ш-25; в — К-35; цифры на кривых — нагрузка, МПа

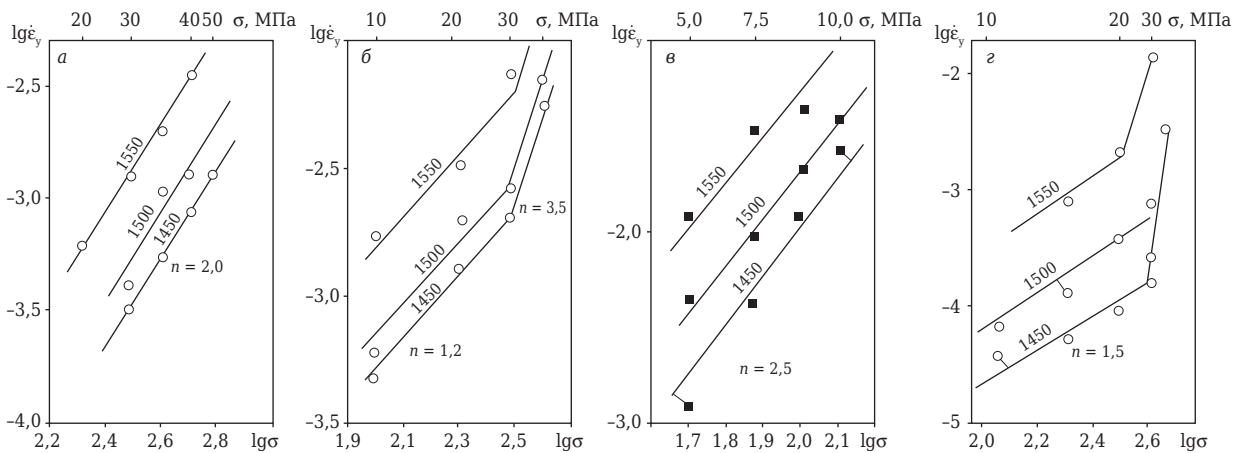


Рис. 5. Зависимость $\dot{\epsilon}_y$ образцов (см. таблицу) от нагрузки σ : а — П-25; б — П-12; в — Ш-25; г — К-35; цифры на кривых — температура, °С

выявлены общие закономерности в изменении поведения керамики при смене температуры или нагрузки. При испытаниях всех изученных материалов неустойчивый период наблюдается при нижней температурной границе (1400 °С), а также с повышением температуры при нагрузках, близких к пределу прочности. Его продолжительность уменьшается при повышении температуры и снижении внешнего усилия. Менее всего он выражен для периклаза, более — для корунда. При этом у образцов периклаза деформация неустойчивого периода мала, в то время как у образцов корунда весьма заметна; у образцов шпинели в большинстве случаев занимает промежуточное положение.

Более определенные закономерности были получены при изучении изменения $\dot{\epsilon}_y$ в зависимости от условий испытаний (температура,

нагрузка) для каждого из видов керамики. Нижеприведенные экспериментальные данные представлены в виде кусочно-линейной аппроксимации в логарифмических и полулогарифмических координатах, что, на наш взгляд, упрощает их анализ. Практически все эти зависимости в исследованном довольно узком интервале изменения переменных (T , σ) в натуральных переменных являются криволинейными и с перегибами.

Температурная зависимость $\dot{\epsilon}_y$ изученных материалов показана на рис. 4. Видно, что в полулогарифмических координатах все графики практически линейны, т. е. функция является экспоненциальной, как и при высоких температурах [5]. Энергия активации процесса, вычисленная по наклону прямых, составляет около 400, 600 и 600 кДж/моль соответственно для периклаза, шпинели и корунда. Эти величины

практически совпадают с ранее найденными для высоких температур и коррелируют с энергией активации самодиффузии в соответствующих соединениях. Таким образом, результаты проведенных в настоящей работе исследований подтверждают ранее высказанное заключение [5] о диффузионном характере деформации поликристаллических керамических материалов во всем температурном интервале их пластического поведения.

Данные по зависимости $\dot{\epsilon}_y$ от нагрузки σ (см. рис. 5) подтверждают этот вывод: графики для всех изученных материалов представляют собой степенные функции с величиной показателя степени, равной 1 или несколько больше (до 2,5). В качестве примера на рис. 5 показаны результаты измерений $\dot{\epsilon}_y$ образцов периклаза, различающихся по преобладающему размеру кристаллов. Видно, что при изменении структуры общий характер зависимостей (степенных) сохраняется, однако при этом снижается абсолютная величина $\dot{\epsilon}_y$ с увеличением размера кристаллов (как следует из диффузионной модели). Имеющиеся отклонения от теоретического варианта чисто вакансионной ползучести вполне объяснимы. Наличие неустановившегося участка ползучести может быть связано с присутствием неравновесных дефектов. Перегибы прямолинейных логарифмических степенных зависимостей $\dot{\epsilon}_y$ от σ в случае нагрузок, предшествующих разрушающим, скорее всего, обусловлены началом действия других вакансионных механизмов, таких как переползание дислокаций, вакансионное скольжение границ.

Таким образом, проведенные исследования подтвердили тот факт, что ползучесть поликристаллической керамики на основе оксидов металлов осуществляется по диффузионным механизмам во всем температурном интервале ее пластического поведения. Это согласуется с такой точкой зрения о причине хрупко-пластического перехода, по которой для проявления макроскопической пластичности хрупкого тела необходимо формирование в нем некоторой критической плотности точечных дефектов. В рассматриваемом случае образование дефектов обусловлено термической активацией, в соответствии с которой концентрация дефектов экспоненциально растет с повышением температуры, т. е. вначале медленно, а затем весьма быстро. Заметим, что для уверенного описания механизмов деформации в переходной области необходимы детальные микроскопические исследования, вероятнее всего, с использованием оригинальных специальных методик.

ВРЕМЯ И ДЕФОРМАЦИЯ ДО РАЗРУШЕНИЯ

Все изученные материалы показывают снижение времени до разрушения τ_p с увеличением нагрузки σ в области преобладания вязкого течения; на рис. 6 показаны в качестве примера результаты для образцов периклаза. Экспериментальные данные удовлетворительно описываются степенной функцией вида $\tau_p = A\sigma^m$, где $m = -3,0$, $A = \text{const}$, причем величина A определяется главным образом температурой испытания. Величина показателя m не зависит от размера кристаллов, но изменяется для различных видов керамики (корунд, шпинель, периклаз). При этом достаточно достоверные результаты, с небольшим разбросом, получены для корунда выше 1450°C , для шпинели — выше 1400°C , для периклаза — во всем изученном диапазоне. С температурой T τ_p снижается по экспоненте $\tau_p = B \cdot \exp(-Q/RT)$, где $B = \text{const}$; R — газовая постоянная (рис. 7). Из общей зависимости выпадают данные, полученные при 1400°C для шпинели и при 1400 и 1450°C для корунда, т. е. вне области преобладания вязкого течения. Энергия активации, вычисленная по тангенсу угла наклона прямых, составляет 450 , 650 и 550 кДж/моль соответственно для образцов периклаза, шпинели и корунда. Она близка к величине энергии активации скорости установившейся ползучести (см. выше).

Изменение поведения образцов при напряжениях, близких к пределу прочности, и при температурах несколько выше области хрупко-пластического перехода вполне объяснимо, поскольку здесь могут включаться механизмы хрупкого разрушения, закономерности которых отличны от закономерностей механизмов пластического (вязкого) разрушения. Судя по изложенным результатам, можно полагать, что для корундовой керамики хрупко-пластический переход ближе к температуре 1450°C , для шпинельной — к 1400°C , а для периклазовой — несколько ниже 1400°C .

На рис. 8 показаны зависимости τ_p от $\dot{\epsilon}_y$ для изученных видов керамики. Обращает на себя внимание основная особенность графиков: экспериментальные точки в используемых координатах укладываются на две прямые линии, различающиеся углом наклона. При этом основная масса данных представляет собой практически линейную функцию $\lg \tau_p$ от $\lg \dot{\epsilon}_y$ независимо от условий испытаний и размера кристаллов образца: тангенс угла наклона прямых k близок по величине к значению $k = -1$. Из этого следует весьма важный вывод: произведение $\tau_p \cdot \dot{\epsilon}_y$ конкретного вида поликристаллической оксидной керамики есть величина

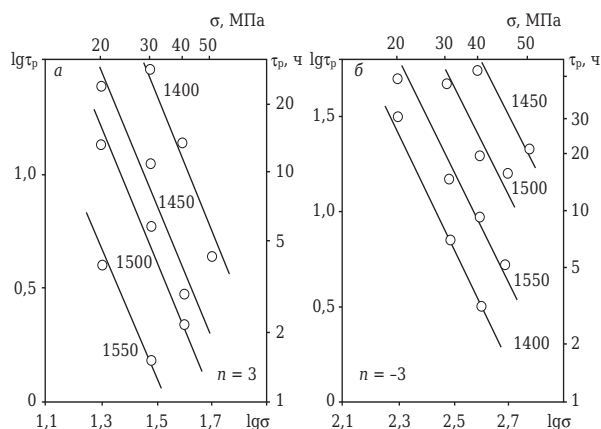


Рис. 6. Зависимость τ_p образцов от нагрузки σ : а — П-12; б — П-25; цифры на кривых — температура, °С

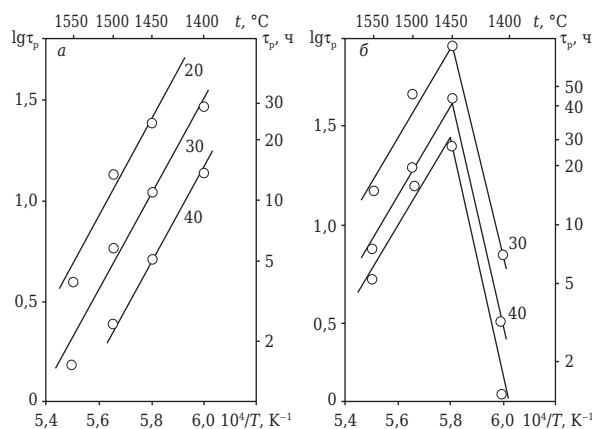


Рис. 7. Зависимость τ_p от температуры T : а — П-12; б — П-25; цифры на кривых — нагрузка, МПа

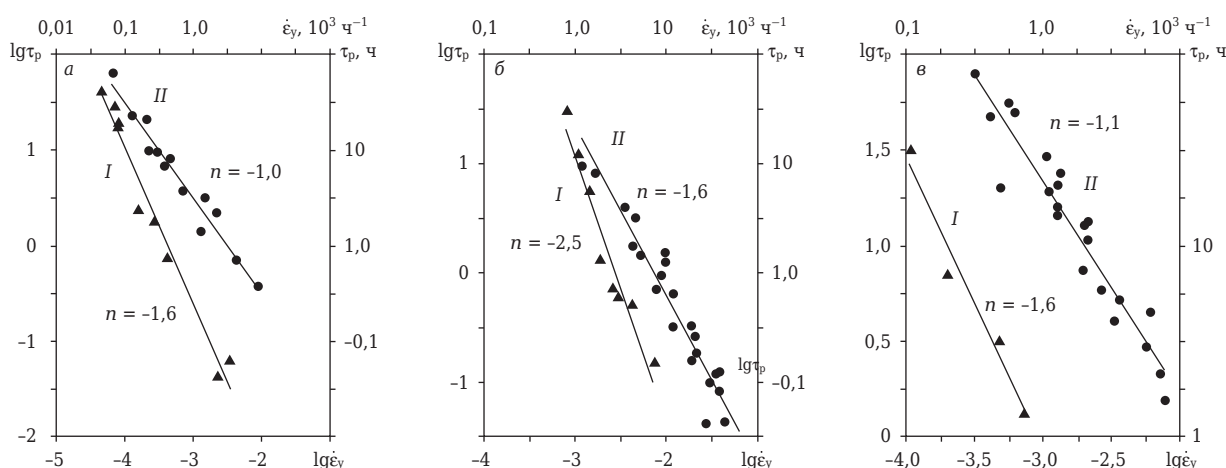


Рис. 8. Зависимость τ_p от $\dot{\epsilon}_y$ образцов корунда (а), шпинели (б) и периклаза (в); I — зависимость при 1400 °С (для образцов б и в) и при 1400–1450 °С (для образцов а); II — основная зависимость

постоянная независимо от условий испытаний (нагрузка, температура) и от размера кристаллов образцов, т. е. аналогично тому, что было установлено для металлов и сплавов [1].

Результаты для шпинели и периклаза при 1400 °С и корунда при 1400–1450 °С относятся к особым группам — экспериментальные точки укладываются на другие прямые линии. Как указано выше, отклонение данных от общей зависимости связано с наличием в образцах неравновесных дефектов, которые являются концентраторами напряжения. Аннигиляция таких дефектов в керамике происходит лишь при температурах выше области хрупко-пластического перехода. Исходя из полученных данных можно полагать, что начало этого перехода наблюдается при 1400–1450 °С для корунда и при 1400 °С для шпинели; скорее всего, температура 1400 °С для периклаза лежит несколько выше.

Зависимость деформации до разрушения ϵ_p изученных материалов от $\dot{\epsilon}_y$ в логарифми-

ческих координатах показана на рис. 9. Как видно, ϵ_p мало зависит от $\dot{\epsilon}_y$; при этом наблюдается большой разброс результатов и полученные данные практически не поддаются интерпретации. На наш взгляд, при увеличении объема выборки испытываемых образцов картина вряд ли будет яснее, поскольку поведение материалов вблизи хрупко-пластического перехода зависит от ряда мало контролируемых факторов, определяемых предысторией образцов. В то же время анализ хода кривых ползучести приводит к выводу о том, что деформацию до разрушения в области преобладания вязкого течения можно представить как произведение $\dot{\epsilon}_y \cdot \tau_p$. Так как это произведение есть величина постоянная и не зависит от условий испытаний (температура, нагрузка) и размера кристаллов образцов, можно полагать, что для каждого вида керамики существует свой ресурс пластичности. Он определяется кристаллохимическими особенностями материалов.

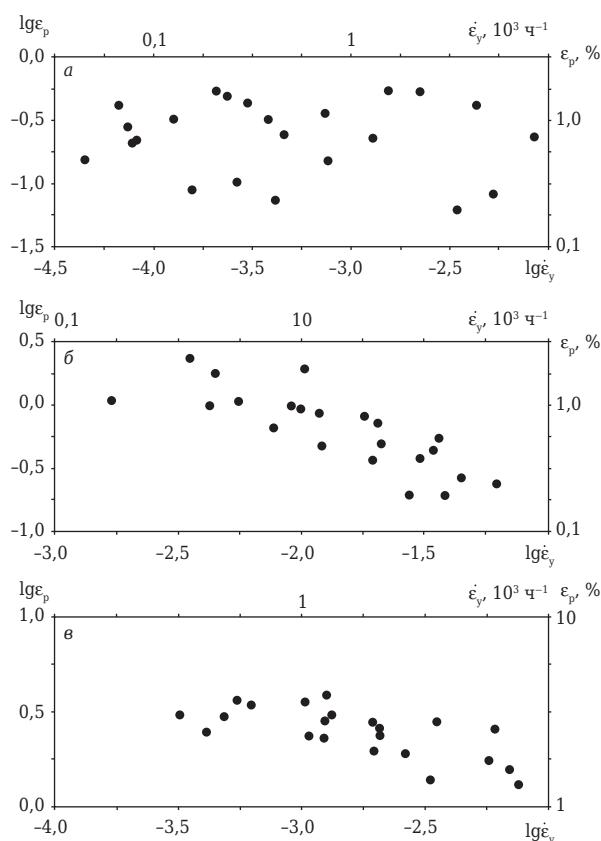


Рис. 9. Зависимость деформации до разрушения ϵ_p от $\dot{\epsilon}_y$ керамики корундовой (а), шпинельной (б), периклазовой (в)

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследовано поведение поликристаллической оксидной керамики под постоянной механической нагрузкой (т. е. в условиях ползучести) в области температур, несколько выше температур хрупко-пластического перехода; при этом

Библиографический список

1. **Гарофало, Ф.** Законы ползучести и длительной прочности металлов / Ф. Гарофало. — М. : Металлургия, 1968. — 304 с.
2. **Чеботин, В. Н.** Физическая химия твердого тела / В. Н. Чеботин. — М. : Химия, 1982. — 320 с.
3. **Красулин, Ю. Л.** Структура и разрушение материалов из порошков тугоплавких соединений / Ю. Л. Красулин, С. М. Гарипов, В. С. Иванов. — Л. : Наука, 1985. — 148 с.
4. **Бакунов, В. С.** Высокотемпературная ползучесть огнеупорной керамики. Особенности процесса / В. С. Бакунов // Огнеупоры. — 1994. — № 12. — С. 4–7.

к образцам керамики прикладывали нагрузки, близкие к пределу прочности материалов при температуре испытаний.

Установлено, что разрушение образцов в подавляющем большинстве случаев происходит на стадии установившейся ползучести; ускоренная ползучесть наблюдалась в единичных случаях и при нагрузках, весьма близких к пределу прочности. При низких температурах вблизи хрупко-пластического перехода наблюдалась неустановившаяся ползучесть, связанная, по-видимому, с процессами аннигиляции неравновесных дефектов. Очевидно, хрупко-пластический переход в поликристаллической керамике размыт по температуре не ниже, чем на 100–150 °С; по приложенному напряжению его положение зависит от температуры испытаний и размера кристаллов образцов.

Ползучесть и разрушение поликристаллической керамики выше области температур, соответствующих хрупко-пластическому переходу, проходят по механизму диффузионно-вязкого течения. Для всех изученных материалов в этой области произведение $\tau_p \cdot \dot{\epsilon}_y$ есть величина постоянная независимо от условий испытаний (температура, нагрузка) и от структуры материалов. Полученные данные показывают, что ϵ_p в этой области есть величина постоянная и также не зависит от условий испытаний и размера кристаллов.

Характеристики разрушения керамики вдали от области ее хрупко-пластического поведения ориентировочно можно оценить по результатам сравнительно кратковременных опытов на ползучесть; при этом исключаются весьма продолжительные и дорогостоящие испытания на длительную прочность.

5. **Бакунов, В. С.** Оксидная керамика. Спекание и ползучесть / В. С. Бакунов, А. В. Беляков, Е. С. Лукин, У. Ш. Шаяхметов. — М. : РХТУ им. Д. И. Менделеева, 2007. — 584 с.
6. **Пинес, Б. Я.** Диффузия и механические свойства твердых тел / Б. Я. Пинес // УФН. — 1962. — Т. 76, № 3. — С. 519–556.
7. **Андрианов, Н. Т.** Термическое старение керамики / Н. Т. Андрианов, Е. С. Лукин. — М. : Металлургия, 1979. — 100 с. ■

Получено 22.12.14
© В. С. Бакунов, Е. С. Лукин,
Э. П. Сысоев, 2015 г.