

05

Неупругое поведение при сжатии керамики с иерархической поровой структурой

© М.В. Григорьев^{1,2}, Н.Л. Савченко¹, С.П. Буякова^{1,2,3},
С.Н. Кульков^{1,2,3}

¹ Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

² Национальный исследовательский Томский политехнический университет

³ Национальный исследовательский Томский государственный университет

E-mail: grv@ispms.ru

Поступило в Редакцию 28 декабря 2016 г.

Изучено поведение при сжатии керамики Al_2O_3 с объемом порового пространства от 35 до 60% с иерархической поровой структурой трех видов: крупной пористости размером 80–100 μm , мелкой пористости размером 14–15 μm и промежуточной межблочной пористости, включающей протяженные (110–120 μm) поровые микроканалы, образованные в результате зонального обособления при спекании. Показано, что полученная иерархическая поровая структура обуславливает формирование иерархической деформационной структуры в объеме керамики и приводит к понижению масштаба процессов разрушения от макроскопического в случае унимодальной керамики до микромасштабного разрушения, сравнимого с размерами сформировавшихся при спекании блоков.

DOI: 10.21883/PJTF.2017.15.44874.16652

Деформационное поведение пористых хрупких сред, в частности керамик, геоматериалов и др., в настоящее время детально изучено в основном для систем с унимодальной пористостью и относительно узким распределением пор по размерам [1–6].

В то же время показано, что существуют пороговые значения объема порового пространства для таких материалов, при которых существенно изменяется как характер деформирования, так и последующее разрушение. Например, в [4] показано, что возможно проявление механизма

микромеханической неустойчивости сформированных при спекании стержневых или ячеистых структур. При этом исследование эволюции повреждений в объеме подобных хрупких материалов представляет значительный интерес с точки зрения возникновения иерархии структур деформации и последующего разрушения. Кроме того, показано [3–6], что на характер деформации влияет и средний размер пор.

При создании пористых керамических материалов наиболее перспективным направлением считается синтез керамик с иерархической поровой структурой с пространственными, взаимопроникающими структурами, имеющими различную конфигурацию (ячейки, каналы, оболочки и др. [1]), поскольку подобные элементы структуры могут обеспечить особый характер деформирования иерархически организованных структур по сравнению с традиционными хрупкими материалами [1]. Тем не менее подобных исследований явно недостаточно ввиду сложности получения таких систем.

Как правило, при спекании керамик формируется система пор с размерами, соизмеримыми с размерами зерна, либо при введении порообразователей пор с большими размерами. Эти методы включают в себя методы химического порообразования, методы выгорающих добавок, методы вспенивания и др. [1].

С другой стороны, известен эффект „зонального обособления“ вследствие активной усадки образцов при спекании [7], когда происходит разделение спекаемого образца на области (блоки), значительно превышающие средний размер частиц спекаемого материала. Характерно, что при этом возможно формирование двух видов поровой структуры: обусловленной межчастичной пористостью и пористостью между блоками. Как правило, такие структуры формируются случайно, однако эффекта зонального обособления при спекании можно добиться введением относительно крупных частиц порообразователя, которые будут удалены на начальной стадии спекания.

Цель настоящей работы — изучение структуры, прочностных свойств и особенностей поведения при деформации и разрушении алюмооксидной керамики со сформированной иерархической поровой структурой.

Образцы были получены методом шликерного литья порошка Al_2O_3 , в который вводили сферические частицы сверхвысокомолекулярного полиэтилена высокой плотности (СВМПЭ) со средним размером частиц $100 \mu m$, в количестве 15, 20, 25 wt.% с последующим удалением связки

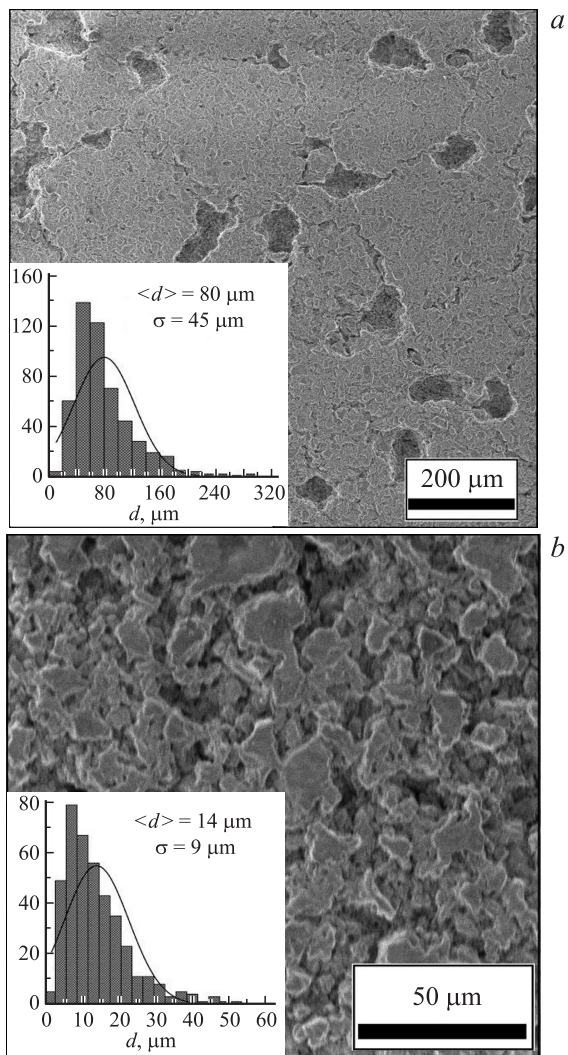


Рис. 1. Типичные изображения: *a* — „крупной“ и „межгрупповой“ пористости, *b* — „мелкой“ пористости. На вставках — типичные распределения по размерам: „крупных“ (*a*) и „мелких“ (*b*) пор.

и спекания на воздухе при температурах 1400, 1500, 1600°С с изотермической выдержкой в течение часа. Цилиндрические образцы (с диаметром 10 mm и высотой 7 mm) подвергались механическим испытаниям на сжатие на универсальной испытательной машине Devotrans при скорости нагружения $2 \cdot 10^4 \text{ s}^{-1}$.

Структура образцов после спекания изучалась методами оптической и растровой электронной микроскопии. Размер пор в керамике и расстояние между ними после спекания и после испытаний на сжатие измерялись на шлифе образца посредством сканирующего электронного микроскопа. Несколько микроснимков и не менее 400 пор были измерены для каждого образца. Полученное таким образом двумерное распределение пор по размерам было преобразовано в трехмерное распределение с использованием основного стереометрического уравнения Салтыкова [8].

После спекания образцы имели пористость 35–60%. Межзеренная мелкая пористость возникала в объеме образца в результате диффузионных и рекристаллизационных процессов при спекании и определялась температурой спекания. Частицы СВМПЭ играли роль порообразователя, способствуя появлению в спеченных образцах керамики крупной пористости. Подбором технологических параметров (температура, количество частиц порообразователя) изменялось соотношение крупной и мелкой пористости, что позволило получить эффект „зонального обособления“ при усадке образцов. Средний размер крупных пор составлял порядка 80–100 μm (рис. 1, *a*), а мелкие поры имели средний размер 10–15 μm (рис. 1, *b*). Межгрупповая пористость, возникшая в результате эффекта „зонального обособления“ в объеме спеченной керамики, присутствовала в виде протяженных поровых каналов, соединяющих между собой крупные поры и формирующих тем самым блочную структуру (рис. 1, *a*). Средний размер блоков спеченного материала определялся расстоянием между крупными порами, и составил 110–120 μm .

Вид диаграмм напряжение–деформация и характер разрушения образцов керамики с полученной иерархической пористостью зависели от уровня пористости. Образцы с пористостью до 40% показывают кривые напряжение–деформация, характеризующиеся упругим поведением вплоть до разрушения (рис. 2, *a*, кривая 1). Для образцов с пористостью 40–50% характерно появление области накопления микроповреждений после единичной макротрещины (рис. 2, *a*, кривая 2,

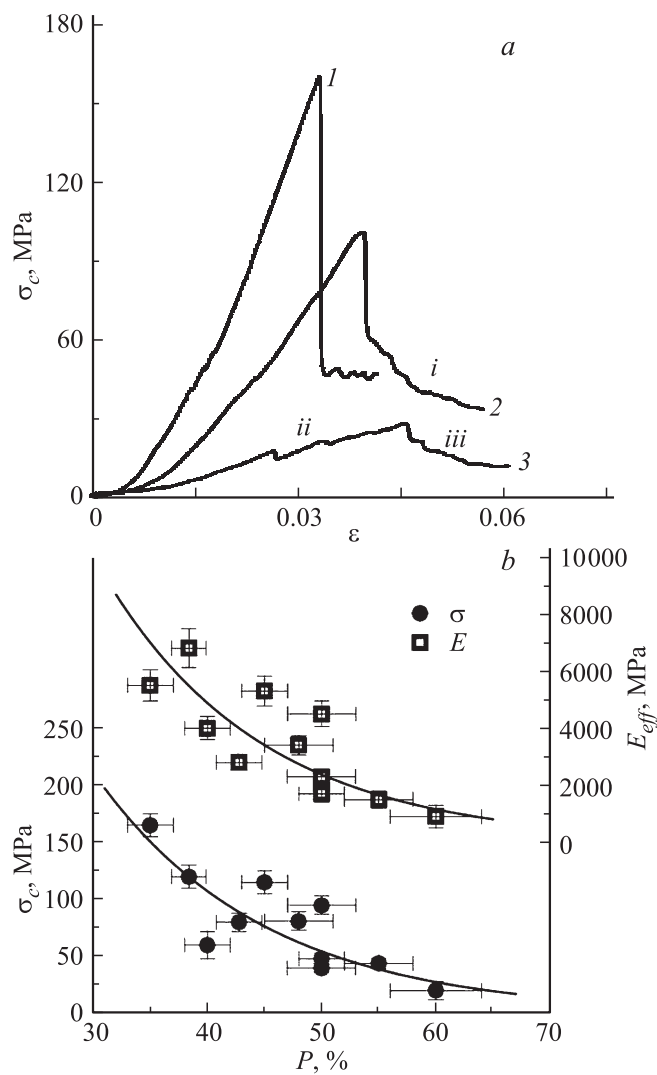


Рис. 2. *a* — диаграммы напряжение–деформация, полученные после испытаний на сжатие керамики с разным объемом порового пространства: 1 — 35%, 2 — 48, 3 — 58%. *b* — зависимость значений предела прочности при сжатии (σ_c) и эффективного модуля упругости (E_{eff}) от объема порового пространства.

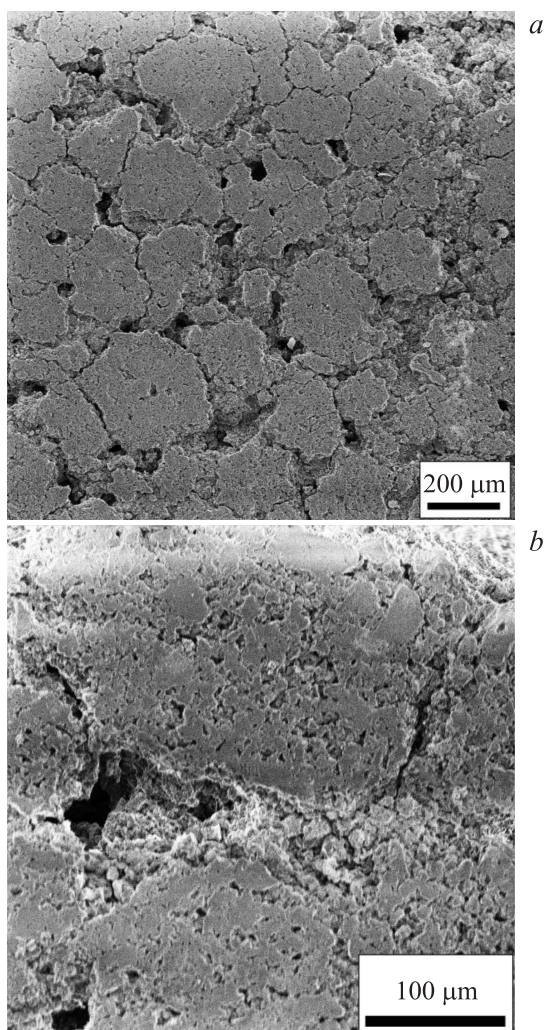


Рис. 3. Структура керамики с пористостью 60% после испытаний на сжатие.

участок *i*). В образцах с пористостью более 50% уже на активной стадии нагружения формируются микроповреждения (рис. 2, *a*, кривая 3, участок *ii*), а после достижения предела прочности (максимума нагрузки) происходит плавное падение напряжения на заключительном участке кривой напряжение–деформация (рис. 2, *a*, кривая 3, участок *ii*).

Значения предела прочности при сжатии и эффективного модуля упругости керамики уменьшаются по экспоненциальному закону с увеличением объема пористости в образцах (рис. 2, *b*). При фиксированных значениях объема порового пространства исследуемая керамика с иерархической поровой структурой имеет заметно более высокие значения предела прочности при сжатии по сравнению с керамикой такого же состава, но с унимодальной пористостью: при пористости 60% $\sigma_c \sim 20$ МПа в настоящем исследовании и ~ 8 МПа у полученной в [5] соответственно.

Изучение микроструктуры образцов после испытаний на сжатие показало, что сформированные при спекании блоки отделены друг от друга мезотрещинами и несплошностями (рис. 3, *a*), образовавшимися на границах смежных блоков, вследствие локализации деформации в процессе нагружения. Сформированная при спекании блочная структура разрушается по границам блоков за счет разрушения хрупких перемычек, соединяющих блоки между собой, как следствие, формируя при разрушении фрагменты, по размерам сравнимые со средним размером зерен (10–20 μm , рис. 3, *b*), что приводит к уширению зон разрушения между блоками до 40 – 50 μm (рис. 3, *b*). Такой механизм разрушения понижает масштаб разрушения, повышая способность абсолютно хрупкой керамики эффективнее сопротивляться приложенной нагрузке, что подтверждают повышенные значения предела прочности.

Таким образом, полученная иерархическая поровая структура керамики оказывает существенное влияние на характер повреждения материала при сжатии, обуславливая переход от хрупкого разрушения к квазипластичному, вследствие формирования многочисленных очагов разрушения, а формирование иерархической деформационной структуры в объеме керамики приводит к эффекту понижения масштаба процессов разрушения от макроскопического в случае унимодальной керамики до мезомасштабного разрушения, сравнимого с размерами, сформировавшихся при спекании блоков. Более детальному исследованию механизмов формирования подобных деформационных структур необходимо посвятить отдельное исследование.

Список литературы

- [1] *Ohji T., Fukushima M.* // *Int. Mater.Rev.* 2012. V. 57. P. 115–131.
- [2] *Grigoriev M.V., Gomze L.A., Kulkov S.N.* // *Epitoanyag.* 2014. Iss. 2. P. 48–51.
- [3] *Буякова С.П., Вэй Хан, Дунмы Ли, Хайон Чжэнь, Саблина Т.Ю., Мельников А.Г., Кульков С.Н.* // *Письма в ЖТФ.* 1999. Т. 25. В. 17. С. 44–48.
- [4] *Кульков С.Н., Масловский В.И., Буякова С.П., Никитин Д.С.* // *ЖТФ.* 2002. Т. 72. В. 3. С. 38–42.
- [5] *Савченко Н.Л., Саблина Т.Ю., Севостьянова И.Н., Буякова С.П., Кульков С.Н.* // *Изв. вузов. Физика.* 2015. № 11. С. 56–60.
- [6] *Meille S., Lombardi M., Chevalier J., Montanaro L.* // *J. Eur. Ceram. Soc.* 2012. V. 32. P. 3959–3967.
- [7] *Бальшин М.Ю., Кипарисов С.С.* *Основы порошковой металлургии.* М.: Металлургия, 1978. 184 с.
- [8] *Салтыков С.А.* *Стереометрическая металлография.* М.: Металлургия, 1976. 270 с.