

05.1

Формирование текстуры на поверхности трения в трансформационно-упрочненной керамике

© П.В. Королев, Н.Л. Савченко, С.Н. Кульков

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск
E-mail: kulkov@ms.tsc.ru

Поступило в Редакцию 24 июня 2003 г.

Проведено рентгеновское изучение поверхности керамики Y-TZP после сухого скольжения по стали в широком диапазоне скоростей скольжения (0.2–11.1 м/с). Проанализирована структура поверхности Y-TZP и показано, что текстурное состояние поверхности трения подобно текстурному состоянию, наблюдавшемуся ранее на поверхности аналогичных материалов после грубого шлифования. Выявлены основные тенденции изменения отношения $I_{(002)}/I_{(200)}$ тетрагональной фазы ZrO_2 в зависимости от скорости скольжения и размера зерна керамики. Обсуждаются механизмы переориентации решетки, действующие при разных скоростях скольжения.

Высокопрочная Y-TZP керамика является перспективным материалом для триботехнического использования. К настоящему времени опубликовано много статей, где исследуются ее трибологические свойства и механизмы изнашивания [1–6]. Реализация того или иного механизма изнашивания тесно взаимосвязана с процессами деформации поверхностных слоев материала в условиях трения. В связи с этим изучение механизмов деформации поверхности при трении является актуальной задачей. В особенности это важно для Y-TZP материалов, склонных к структурным изменениям под воздействием приложенных напряжений.

Известно, что индуцированное напряжениями мартенситное превращение из метастабильной тетрагональной (Т) в стабильную моноклинную (М) фазу, с одной стороны, и двойникование, с другой, являются двумя конкурирующими механизмами деформации Y-TZP материалов [7,8]. При этом при комнатной температуре более вероятно индуцированное напряжениями Т–М-превращение, а при повышении

температуры, когда термодинамический стимул превращения снижается, начинает действовать другой механизм упрочнения, основанный на переориентации когерентных механических двойников в поле приложенных напряжений, названный в литературе ферроупругостью [8]. К настоящему времени роль Т–М превращения в процессах износа Y-TZP керамики в общих чертах определена [1–3]. В то же время данных о действии механизма ферроупругости в условиях трения Y-TZP керамики в литературе практически нет. Возможно, это связано с тем, что основные результаты получены после низкоскоростного трения, когда скорости скольжения лежат в диапазоне 0.01–1 m/s, а контактные температуры относительно малы. Проявления эффекта ферроупругости следует ожидать в условиях высоких температур в зоне трибоконтакта, например в условиях высоких скоростей скольжения или при высокотемпературном трении.

Обычно переориентация кристаллической решетки по механизму ферроупругости сопровождается возникновением текстуры, которая выявляется рентгенографическим методом [8,9]. Проявляется это в изменении относительной интенсивности рентгеновских линий в дублетах (002)–(200), (202)–(220), (113)–(311), (004)–(400) и других Т-фазы [8,9]. К сожалению, ферроупругость Т-фазы диоксида циркония не может считаться единственной причиной возникновения такой текстуры. Так, например, в [10] эффект появления текстуры шлифования в Се-TZP материалах был объяснен переориентацией кристаллической решетки за счет обратимого мартенситного превращения, которое происходило вследствие нагрева поверхности. В соответствии с [11] разделить эти два названных механизма деформации возможно посредством одновременного наблюдения за поведением содержания моноклинной фазы на поверхности трения и в частицах изнашивания, которые, как правило, находятся в том структурном состоянии, которое имела поверхность трения в момент разрушения.

Целью настоящей работы являлось рентгеноструктурное исследование поверхности трения и частиц износа Y-TZP после испытаний на трение в широком диапазоне скоростей.

В качестве материалов для исследования была выбрана керамика состава 97 mol.% ZrO_2 + 3 mol.% Y_2O_3 , приготовленная спеканием в вакууме при температуре 1600°C с разным временем выдержки, для получения материалов с отличающимися размерами зерен, а соответственно и разным вкладом трансформационного механизма упрочнения

в свойства керамики [7]. В исходном состоянии все керамические образцы состояли из тетрагональной и кубической фаз. Испытания керамики на трение проводились на машине трения УМТ-1 с использованием схемы „диск–палец“ при ступенчатом повышении скорости в условиях трения без смазки. Контртелом служил вращающийся в вертикальной плоскости диск, изготовленный из литой быстрорежущей стали, твердость которого составляла HRC 60. Рентгеновское исследование частиц износа, поверхностей трения керамики в исходном состоянии и после трения осуществлялось на рентгеновском дифрактометре ДРОН-УМ1 с Cu-K_α излучением. Съемка велась по точкам в интервале углов 2θ : 26–38°. Ускоряющее напряжение составляло 40 kV, ток трубки 22 μA . С помощью специальной компьютерной программы (Repex, ИФПМ СО РАН) анализировались относительные интенсивности (I) рентгеновских линий (002) и (200) тетрагональной модификации и для каждого режима трения определялось отношение $I_{(002)}/I_{(200)}$. Содержание моноклинной фазы на поверхности трения определялось по соотношению интегральных интенсивностей линий типа {111} тетрагональной и моноклинной модификаций в соответствии с [12].

Проведенные исследования показали, что при всех режимах на поверхности трения керамики формируется текстура. После трения величина отношения $I_{(002)}/I_{(200)}$ растет таким образом, что всегда превышает значение, характерное для случайной ориентации кристаллической решетки (т.е. в исходном состоянии на полированной поверхности), равное приблизительно 0.5 (рис. 1). При этом после скорости 0.2 m/s величина отношения $I_{(002)}/I_{(200)}$ максимальная и достигает значения порядка 2.2. Затем при скорости 0.9 m/s $I_{(002)}/I_{(200)}$ значительно понижается, однако не достигает исходного значения. Наконец, с дальнейшим ростом скорости наблюдается плавный рост $I_{(002)}/I_{(200)}$ до величины около 1.4 (рис. 1). Такое поведение демонстрировали все исследуемые материалы независимо от их размера зерна. Кроме этого, установлено, что отношение $I_{(002)}/I_{(200)}$ повышается при увеличении размера зерна керамики (рис. 2). Необходимо отметить, что соотношение интенсивностей линий в дублетах (002)–(200) тетрагональной фазы после трения свидетельствует о том, что кристаллическая решетка в большинстве зерен оказывается ориентированной по отношению к направлению трения так, что ось c перпендикулярна поверхности трения. Съемка рентгенограмм без вращения образца в условиях дифракции пучка вдоль и поперек направления скольжения не выявила отличий в

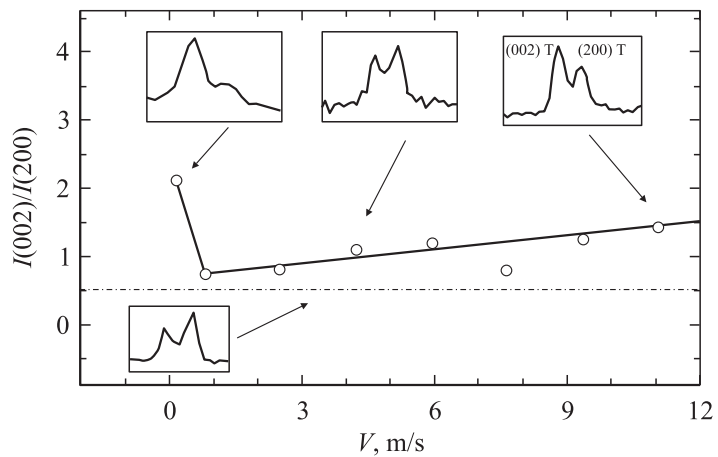


Рис. 1. Типичная зависимость величины отношения $I_{(002)}/I_{(200)}$ от скорости скольжения и характерный вид рентгенограмм поверхности Y-TZP. Пунктирной линией показано значение отношения $I_{(002)}/I_{(200)}$, характерное для исходного состояния (полированная поверхность). Представлены данные для керамики с размером зерна $1.7 \mu\text{m}$.

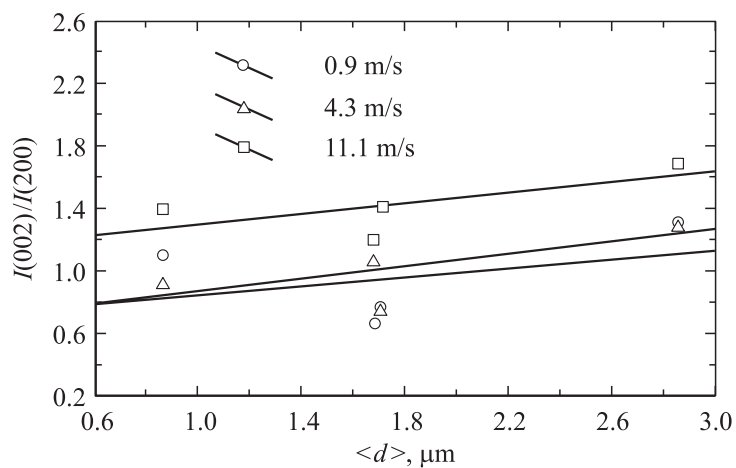


Рис. 2. Зависимость величины отношения $I_{(002)}/I_{(200)}$ от размера зерна керамики при разной скорости скольжения.

Количество М-фазы на поверхности трения и в частицах изнашивания при разных скоростях скольжения. Представлены данные для керамики с размером зерна $1.7\ \mu\text{m}$

	V, m/s							
	0.2	0.9	2.6	4.3	6	7.7	9.4	11.1
Поверхность трения, vol.%	10	< 5	0	0	0	0	0	0
Частицы износа, vol.%	23	15	< 5	0	0	0	0	0

интенсивности линий в дублетах. Это свидетельствует о том, что оси a и b тетрагональной ячейки ориентированы в плоскости поверхности трения произвольно.

Количество моноклинной фазы в частицах износа, так же как и на поверхности трения, резко уменьшается с повышением скорости скольжения (см. таблицу). Уже при скоростях выше $3\ \text{m/s}$ следов мартенситного превращения (моноклинной фазы) нет не только на поверхности трения, но и в частицах износа. В тех случаях, когда моноклинная фаза после трения присутствует, ее содержание в частицах износа всегда выше, чем на поверхности трения (см. таблицу).

При самой малой скорости в зоне трибоконтакта температуры малы, и поэтому вероятно переориентация решетки через мартенситную фазу. По всей видимости, именно этот процесс имеет место при скорости $0.2\ \text{m/s}$, что косвенно подтверждается данными рентгеноструктурного анализа поверхности Y-TZP, где наблюдаются линии М-фазы и наиболее сильная инверсия пиков (002)–(200) Т-фазы (рис. 1, таблица). При этом преобладает необратимое ориентированное Т–М-превращение под действием контактных напряжений. Как следует из данных, представленных в таблице, при скорости $0.9\ \text{m/s}$ появляется значительная доля обратимости мартенситного превращения, что обусловило уменьшение содержания М-фазы в частицах износа и почти полное ее отсутствие на поверхности трения. Переориентация в этом случае может осуществляться по схеме: Т–М (под действием контактных напряжений) и М–Т (под действием нагрева). Наши оценки температур вспышки, выполненные в соответствии с [13], показали, что в интервале $2.6\text{--}11.1\ \text{m/s}$ с ростом скорости контактные температуры сначала достигают температурной области стабильности тетрагональной фазы ($> 1000^\circ\text{C}$), а

затем растут в пределах двухфазной тетрагонально-кубической области фазовой диаграммы системы $ZrO_2-Y_2O_3$ (1500–2000°C). Поэтому переориентация решетки через мартенситную фазу в этом скоростном диапазоне становится невозможной, а следовательно, наблюдаемая нами текстура может формироваться по механизму ферроупругости. Кроме того, хорошо известно, что сила сопротивления для ферроупругого переключения доменов в ферроупругих материалах (аналог коэрцитивной силы для ферромагнитных материалов) обычно уменьшается с ростом температуры, если температура испытания ниже критической (аналога температуры Кюри), которая в нашем случае составляет около 2100°C и соответствует температуре перехода в однофазную кубическую область [9]. Следовательно, наблюдаемый рост величины отношения $I_{(002)}/I_{(200)}$ при увеличении скорости испытания (а значит, и при повышении температур в зоне трибоконтакта) в интервале 2.6–11.1 м/с (рис. 1) может быть обусловлен увеличением числа переориентированных ферроупругих доменов за счет снижения „коэрцитивной“ силы. Похожие зависимости отношения $I_{(002)}/I_{(200)}$ от температуры испытаний были получены после „горячего“ шлифования Y-TZP в работе [9].

Повышение отношения $I_{(002)}/I_{(200)}$ при увеличении размера зерна керамики, наблюдаемое при разных скоростях испытания (рис. 2), также вполне объяснимо на основе описанных выше механизмов формирования текстуры. По-видимому, здесь можно вести речь о прямой аналогии с известным эффектом Холла–Петча для деформации поликристаллических материалов, согласно которому размер зерна материала определяет подвижность дислокаций. При этом чем больше размер зерна, тем выше подвижность дислокаций в материале. Очевидно, что и в нашем случае размер зерна определяет подвижность мартенситных и двойниковых границ. Пластическая деформация как по мартенситному механизму (т.е. за счет движения мартенситных пластин), так и по механизму переориентации двойников легче осуществляется в крупнозернистой керамике (рис. 2). При этом в случае мартенситного превращения на усиление текстуры поверхности с повышением размера зерна влияет также и увеличение термодинамического стимула T–M-превращения [7].

Таким образом, показано, что во всем исследуемом диапазоне скоростей скольжения имеет место переориентация кристаллической решетки фаз в поверхностных слоях керамики. За появление наблю-

даемой текстуры ответственно как мартенситное превращение, так и ферроупругое переключение доменов тетрагональной фазы. При этом, если при высоких скоростях и/или контактных температурах можно полностью исключить мартенситный механизм и говорить об одной ферроупругости, то при малых скоростях и/или контактных температурах доминирует мартенситный механизм, однако полностью исключить действия ферроупругой переориентации решетки в этих условиях нельзя.

Список литературы

- [1] Fischer T.E., Anderson M.P., Jahanmir S. // J. Am. Ceram. Soc. 1989. V. 72. N 2. P. 252–257.
- [2] He Y.J., Winnubst A.J.A., Burggraaf A.J., Verweij H., van der Varst P.G., With B. // J. Amer. Ceram. Soc. 1996. V. 79. № 12. P. 3090–3096.
- [3] Lee S.W., Hsu S.H., Shen M.C. // J. Amer. Ceram. Soc. 1993. V. 76. N 8. P. 1937–1947.
- [4] Li Bo, Sun Yan, Wang Tianmin, Yasushi Sasaki, Kuniyoshi Ishii. // J. Mater. Sci. Lett. 1997. V. 16. P. 1333–1335.
- [5] Sun Yan, Li Bo, De-quan Yang, Wang Tianmin, Yasushi Sasaki, Kuniyoshi Ishii // Wear. 1998. V. 215. P. 232–236.
- [6] Савченко Н.Л., Королев П.В., Мельников А.Г., Тарасов С.Ю., Кульков С.Н. // Трение и износ. 2001. Т. 22. № 3. С. 322–331.
- [7] Nettleship L., Stevens R. // Int. J. High Technology Ceramics. 1987. N 3. P. 1–32.
- [8] Virkar A.V., Matsumoto R.L.K. // Advances in Ceramics. V. 24. P. 653–663. Science and Technology of Zirconia III / Ed. by S. Somiya, N. Yamamoto, H. Yanagida. American Ceramic Society. Westerville, OH, 1988.
- [9] Mehta K., Jue J.F., Virkar A.V. // J. Am. Ceram. Soc. 1990. V. 73. P. 1777–1779.
- [10] Swain M.V., Hannik R.H.J. // J. Am. Ceram. Soc. 1989. V. 72. P. 1358–1364.
- [11] Annamalai V.E., Sornakumar T., Gokularathnam C.V., Krishnamurthy R. // J. Am. Ceram. Soc. 1992. V. 75. P. 2559–2564.
- [12] Garvie R.C., Nicholson P.S. // J. Am. Ceram. Soc. 1972. V. 55. P. 303–305.
- [13] Lim S.C., Ashby M.F. // Acta Metallurgica. 1987. V. 35. P. 1–24.