

## Фазовый состав и низкочастотное внутреннее трение керамики $ZrO_2 + 4 \text{ mol.}\% Y_2O_3$

© Г.Я. Акимов, Г.А. Маринин

Донецкий физико-технический институт Национальной академии наук Украины,  
83114 Донецк, Украина

E-mail: akimov@host.dipt.donetsk.ua

(Поступила в Редакцию 2 ноября 2005 г.)

При частоте крутильных колебаний 24 Hz исследовано низкочастотное внутреннее трение поликристаллических образцов керамики  $ZrO_2 + 4 \text{ mol.}\% Y_2O_3$ , изготовленных с использованием холодного изостатического прессования порошка с последующим спеканием на воздухе, горячим изостатическим прессованием этого образца в атмосфере аргона, с последующей механической деформацией поверхности и дальнейшим обжигом на воздухе. Методом рентгенофазного анализа исследовано изменение фазового состава после механической деформации поверхности образца и последующего его обжига на воздухе. Внутреннее трение измерялось в интервале температур 280–380 K на образце после его обжига на воздухе. При температуре 315 K обнаружен пик внутреннего трения, который объясняется релаксацией напряжений на границах доменов  $T'$ -фазы.

PACS: 61.66-f, 62.40.+i

Ранее в работе [1] нами было показано, что в образце поликристаллического  $ZrO_2 + 4 \text{ mol.}\% Y_2O_3$ , изготовленного с использованием холодного изостатического прессования (ХИП) порошка, спекания на воздухе, горячего изостатического прессования (ГИП) образца в атмосфере аргона и механической деформации поверхности при температурах 293 K и 313 K, были зарегистрированы пики низкочастотного внутреннего трения (НВТ).

Настоящая работа посвящена изложению результатов исследования НВТ в интервале температур 273–373 K образца, который прошел такую же последовательность подготовки, но после механической деформации поверхности был обожжен в атмосфере воздуха при 1773 K, 1 h.

Для измерения НВТ использовался обратный крутильный маятник при частоте колебаний  $f = 24 \text{ Hz}$  и амплитудах деформации от  $10^{-5}$  до  $2.5 \cdot 10^{-6}$ , которым соответствуют сдвиговые напряжения  $\sigma = 0.8\text{--}0.2 \text{ MPa}$ . Свободные затухающие колебания регистрировались на фотопленке, что позволяло анализировать амплитудную зависимость НВТ. За меру НВТ принималась величина  $Q^{-1} = \Delta/\pi$ , где  $\Delta$  — логарифмический декремент затухания, который измерялся по изменению амплитуды от  $A_0$  до  $0.9A_0$  на всех участках осциллограммы затухания. Погрешность измерения  $Q^{-1}$  не превышала  $\pm 5\%$ , а частоты  $\pm 1\%$ . Измерения проводились многократно на одном образце при постоянной инерционной системе маятника. Нагрев и охлаждение образца проводились со скоростью 0.05–0.1 K/min. Температура измерялась медьконстантановыми дифференциальными термопарами. Механическая деформация поверхности образца происходила при вырезании алмазным диском образца размером  $1 \times 1 \times 70 \text{ mm}^3$  из более крупного блока. Толщина реза была около 0.5 mm. Образцы после вырезания не шлифовались. При вырезании алмазным

дискотом происходят истирания и вырывание частиц керамики и безусловно растрескивание поверхностного слоя образца. Возникающие микротрещины тормозятся благодаря механически активированному упругим полем кончика трещины мартенситному превращению тетрагональной фазы (Т) в моноклинную (М), происходящему с увеличением объема [2]. Определить толщину поврежденного слоя практически невозможно, но учитывая размеры поперечного сечения образца, вес поврежденного слоя может быть сравним с весом неповрежденного материала, а следовательно, НВТ образцов до обжига после выпиливания [1] и после обжига (настоящая работа) регистрирует процессы, происходящие в том числе в приповерхностных слоях образца. Это позволяет еще глубже изучить механизмы, контролирующие прочность трансформационно упрочняемой керамики на основе диоксида циркония. Образец после ГИП был черного цвета из-за дефицита кислорода, обжиг на воздухе ликвидировал этот дефицит и образец стал белым. Прочность и трещиностойкость черного и белого образцов, приготовленных с участием процедуры шлифовки поверхности, были 1400–720 MPa и 18.0–5.7 MPa·m<sup>1/2</sup> соответственно. Рентгенофазовый анализ образцов выполнялся по стандартной методике, описанной в [3].

На рис. 1 представлена температурная зависимость  $Q^{-1}$ , зарегистрированная при нагреве и охлаждении образца. Видно, что пик, обусловленный релаксацией на границах двойников в моноклинной фазе, наблюдавшийся в образце до его обжига на воздухе [1], при 293 K практически не регистрируется, в то же время пик НВТ при 315 K, который был равен  $5 \cdot 10^{-3}$  в образце до обжига, увеличился практически в четыре раза. На рис. 2 приведены дифрактограммы поверхности образца после ее деформации и после обжига, а в таблице — фазовый состав этих двух состояний поверхности.

Прежде всего следует отметить, что обжиг привел к уменьшению содержания М-фазы на 23%. Это значит 23% М-фазы в образце до отжига были метастабильны и возникли благодаря механической обработке поверхности, т.е. в процессе торможения возникающих приповерхностных трещин. Исчезновение после обжига „моноклинного“ пика НВТ, налюдавшегося при 293 К в образце до обжига с одновременным переходом метастабильной М-фазы в Т-фазу, подтверждает утверждение, высказанное в [1], о том, что пик НВТ при 293 К обусловлен релаксационными явлениями на границах двойников в М-фазе, так как  $T \rightarrow M$ -превращение сопро-

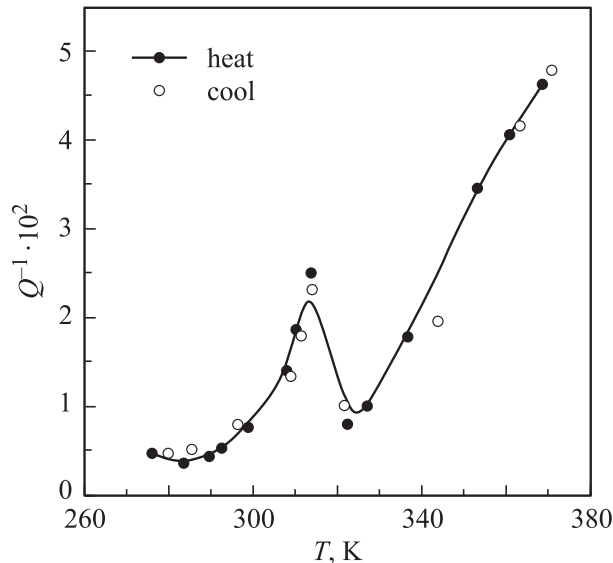


Рис. 1. Температурная зависимость НВТ керамического образца  $ZrO_2 + 4 \text{ mol.}\% Y_2O_3$  после обжига на воздухе.

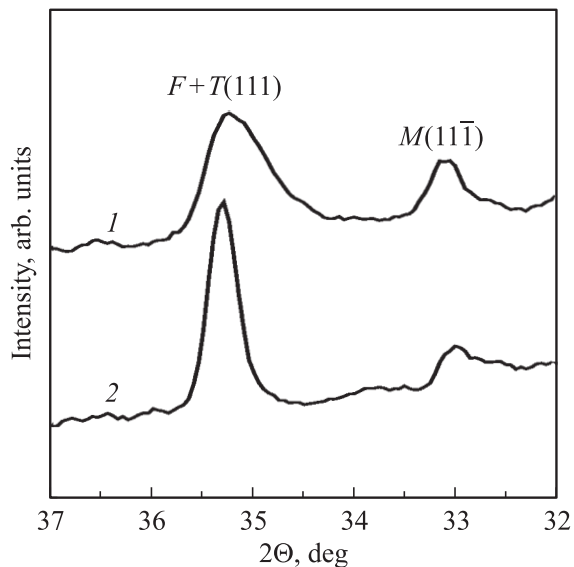


Рис. 2. Рентгенограммы керамики  $ZrO_2 + 4 \text{ mol.}\% Y_2O_3$ : 1 — поверхность образца после механической деформации, 2 — поверхность образца после его обжига на воздухе.

Фазовый состав поверхности образцов

Образцы	Фазовый состав, %			Фаза $T'$	$c/a$ *** для фазы $T'$
	М	$T + T'^*$	$F^{**}$		
До обжига	35	45	20	28	1.010
После обжига	12	73	15	32	1.004

\*  $T'$  — тетрагональная фаза, у которой  $c/a$  очень мало отличается от единицы. Эта фаза не переходит в М-фазу под действием внешнего механического напряжения.

\*\* F — кубическая сингония со структурой флюорита.

\*\*\*  $c/a$  измерялось так же, как в работе [4],  $c$  и  $a$  — параметры решетки.

вождается двойникованием [5]. Особенно интересным и важным результатом является увеличение  $T'$ -фазы на 4% в образце после обжига с одновременным уменьшением содержания F-фазы на 5%. Это важно поскольку считается, что  $F \rightarrow T'$ -превращение может происходить только при быстром охлаждении после длительного нагрева образца при температуре в районе 2373 К [6], а в нашем случае оно произошло при температуре на 1600 К ниже. Очевидно, ГИП в процессе которого происходила пластическая деформация зерен [4], создал условия для более равномерного перераспределения ионов иттрия, например, диффузионным путем при последующем обжиге, что привело к увеличению содержания  $T'$ -фазы с одновременным уменьшением ее степени тетрагональности  $c/a$  с 1.010 до 1.004. Известно, что количество иттрия в решетке диоксида циркония определяет фазу, в которой он находится [7]. Диффузия могла быть облегчена за счет появления дислокаций во время ГИП. О том, что дислокационная пластическая деформация в кубическом диоксиде циркония при повышенных температурах возможна, говорят результаты экспериментов, приведенные в [8]. Известно, что  $F \rightarrow T'$ -превращение сопровождается образованием доменной  $T'$ -структуры [6]. Видно, что степень тетрагональности в обожженном образце очень близка к 1, а это значит, что увеличение  $T'$ -доменов в кубической фазе может быть причиной наблюдаемого повышения пика НВТ при 315 К. Релаксирующим процессом могут быть упругие колебания границ этих доменов так как справа и слева от границы находится решетка со степенями тетрагональности, равными 1 (F-фаза) и 1.004 ( $T'$ -фаза).

Таким образом, впервые установлено, что предварительная пластическая деформация кубической F-фазы приводит к снижению температуры фазового перехода  $F \rightarrow T'$  на величину порядка 500 К, и показано, что границы  $T'$ -доменов, возникающие в результате такого перехода, могут быть причиной пика НВТ при 315 К.

## Список литературы

- [1] Г.А. Маринин, Г.Я. Якимов, В.Н. Варюхин, О.Н. Потапская. ФТТ **44**, 7, 1266 (2002).
- [2] F.F. Lange. J. Mater. Sci. **17**, 235 (1982).
- [3] R.C. Gervie, P.S. Nikolson. J. Amer. Ceram. Soc. **55**, 303 (1972).
- [4] Г.Я. Якимов, Г.А. Маринин, В.Ю. Каменева. ФТТ **46**, 2, 250 (2004).
- [5] M. Rühle, A.G. Evans. Progress in Mater. Sci. **33**, 85 (1989).
- [6] J.E. Jue, A.V. Virkar. J. Amer. Ceram. Soc. **73**, 3650 (1990).
- [7] В.Ю. Николький, С.К. Филатов, Т.А. Журавина, В.А. Франк-Каменецкий. Изв. СССР. Неорган. материалы **8**, 8, 1506 (1972).
- [8] M. Bauteld, U. Messersmidt, M. Bartsch, D. Baither. Rev. Eng. Mater. **97-98**, 431 (1994).