

05.1

## Ударное нагружение слоистых композитов $ZrO_2/Ti$ и $ZrO_2/Al$ с нежесткими границами раздела

© Ю.Ф. Гоморова<sup>1</sup>, С.П. Буюкова<sup>1</sup>, А.Г. Бурлаченко<sup>1</sup>, А.С. Буюков<sup>1</sup>, А.Е. Кузнецова<sup>1</sup>,  
Ю.В. Донцов<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия

<sup>2</sup> Томский политехнический университет, Томск, Россия

E-mail: gomjf@ispms.ru

Поступило в Редакцию 9 января 2023 г.

В окончательной редакции 10 марта 2023 г.

Принято к публикации 10 марта 2023 г.

Представлены результаты исследований отклика на ударное воздействие керамометаллических композитов  $ZrO_2/Ti$  и  $ZrO_2/Al$  с нежестким закреплением слоев. Показано, что по мере диссипации энергии от слоя к слою идет увеличение дисперсности структуры металлических фольг и пластин керамики. Большей ударной вязкостью обладают керамометаллические композиты  $ZrO_2/Ti$ , а ударная вязкость слоистых композитов  $ZrO_2/Al$  практически не отличается от ударной вязкости монолитной керамики. Показано, что независимо от удаленности керамических пластин от точки удара их разрушение происходит с превращением тетрагональной модификации  $ZrO_2$  в моноклинную.

**Ключевые слова:** слоистые керамометаллические композиты, ударная вязкость.

DOI: 10.21883/PJTF.2023.09.55322.19501

Дисперсно-упрочненные композиты с металлической или керамической матрицей нашли широкое применение во многих областях техники. Их отклик на внешнее механическое воздействие хорошо изучен многими исследователями. В таких композитах непрерывной преимущественно является одна из фаз. В композитах с керамической матрицей и металлическими включениями керамическая матрица обеспечивает высокую прочность, влияние металлической фазы проявляется в увеличении вязкости разрушения композита в целом [1–4].

Меньше изучен отклик на механическое воздействие композитов с непрерывными металлической и керамической фазами, к которым относятся композиционные материалы со слоистой структурой. В зависимости от практического назначения слоистых композитов одна из фаз (керамическая или металлическая) в них может быть преобладающей. С точки зрения практического использования композиты со структурой из керамических и металлических слоев представляют интерес для электроники, двигателестроения, ракетостроения, авиастроения [5–9]. Мотивацией для разработки и исследования свойств слоистых металлокерамик является необходимость сочетания в материале жесткости, превосходящей таковую в металлах, и вязкости разрушения, большей, чем в случае однофазных керамик.

Настоящая работа посвящена изучению разрушения при ударном нагружении композитов, состоящих из чередующихся металлических и керамических слоев. В исследуемых композитах толщина керамических слоев существенно превосходила толщину металлических слоев. Кроме того, композиты не имели жесткой границы раздела между металлическими и керамическими слоя-

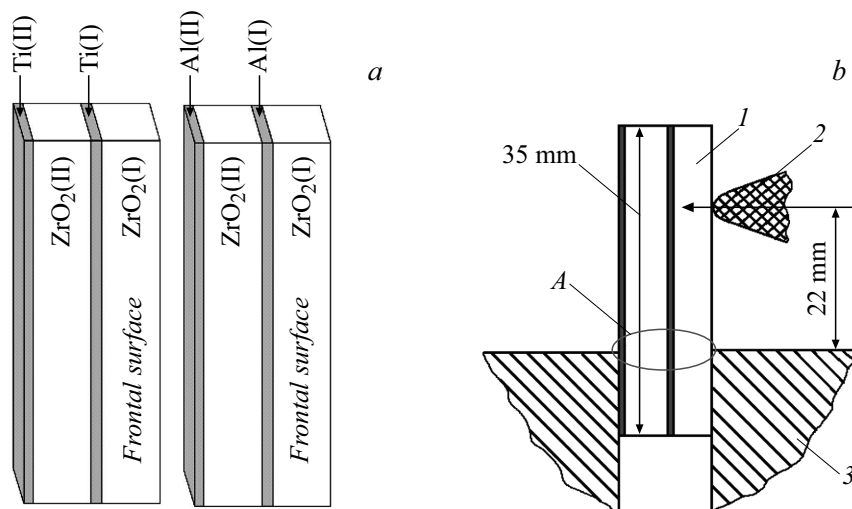
ми, соединение слоев осуществлялось посредством клея, что позволило после его удаления проанализировать изменения на поверхности слоев, вызванные ударным воздействием.

Структурная схема керамометаллических композитов, полученных в настоящей работе, представлена на рис. 1, а. Композиты состояли из чередующихся пластин керамики толщиной 2 мм и металлических фольг толщиной 100 мкм, соединенных между собой цианакрилатным клеем.

В полученных в работе композитах использовалась керамика на основе диоксида циркония  $ZrO_2$ , стабилизированного 3 mol.% оксидом иттрия  $Y_2O_3$ . Фазовый состав керамики был представлен тетрагональной модификацией  $ZrO_2$ . Керамические элементы слоистых композитов получены формованием порошка  $ZrO_2$ . Относительная плотность керамических слоев в композитах составила  $97.8 \pm 0.2\%$ . Кроме того, для исследований были изготовлены образцы керамики, геометрия которых повторяла геометрию керамических слоев композитов.

Полученные слоистые композиты различались металлическими слоями. В одних композитах использовалась фольга титана марки ВТ1-0, в других — фольга алюминия марки А999. Металлические фольги получены прокаткой до толщины 300 мкм с последующим отжигом в течение часа (для фольг Ti при 800°C, для фольг Al при 300°C). Утонение полученных фольг до 100 мкм достигалось посредством электролитической полировки.

Механические испытания проводились на маятниковом копре консольно-закрепленного образца на испытательной машине Gotech GT-7045 НМН при комнатной температуре. В эксперименте определялась ударная вяз-



**Рис. 1.** *a* — структурная схема слоистых керамометаллических композитов. *b* — схема испытания на ударный изгиб. 1 — образец, 2 — ударник маятникового копра, 3 — зажим. *A* — область структурных и фазовых исследований после испытаний.

кость  $a_n$  [ $J/cm^2$ ] через отношение энергии, затраченной на деформацию и разрушение образцов, к площади поперечного сечения образцов в месте удара. Схема испытаний представлена на рис. 1, *b*. Удар производился со стороны керамического слоя (*Frontal surface*). Энергия ударника составляла 15 J, скорость движения 3.46 м/с. После ударного нагружения композитов клеевое соединение подвергалось растворению. Высвобожденные слои композитов исследовались в зоне *A*, указанной на рис. 1, *b*.

Рентгеноструктурный анализ осуществлялся по дифракционным картинам, полученным на дифрактометре с фильтрованным  $CoK_{\alpha}$ -излучением. Размеры областей когерентного рассеяния (ОКР) фаз были определены по уравнению Шеррера [10], а величины микродисторсии ячеек — по формуле Вильсона–Стокса [11]. Количество моноклинной фазы оксида циркония рассчитывалось по методу Ритвельда [12]. Исследования структуры композитов были проведены посредством оптической микроскопии (Альтами МЕТ) и растровой электронной микроскопии (РЭМ) (Vega Tescan).

Фольга Ti до ударного нагружения композита состояла из полиэдрических равноосных зерен, размер которых составлял  $45 \pm 6 \mu m$ . Исходная структура фольги Al представлена равноосными зернами со средним размером  $71 \pm 12 \mu m$ .

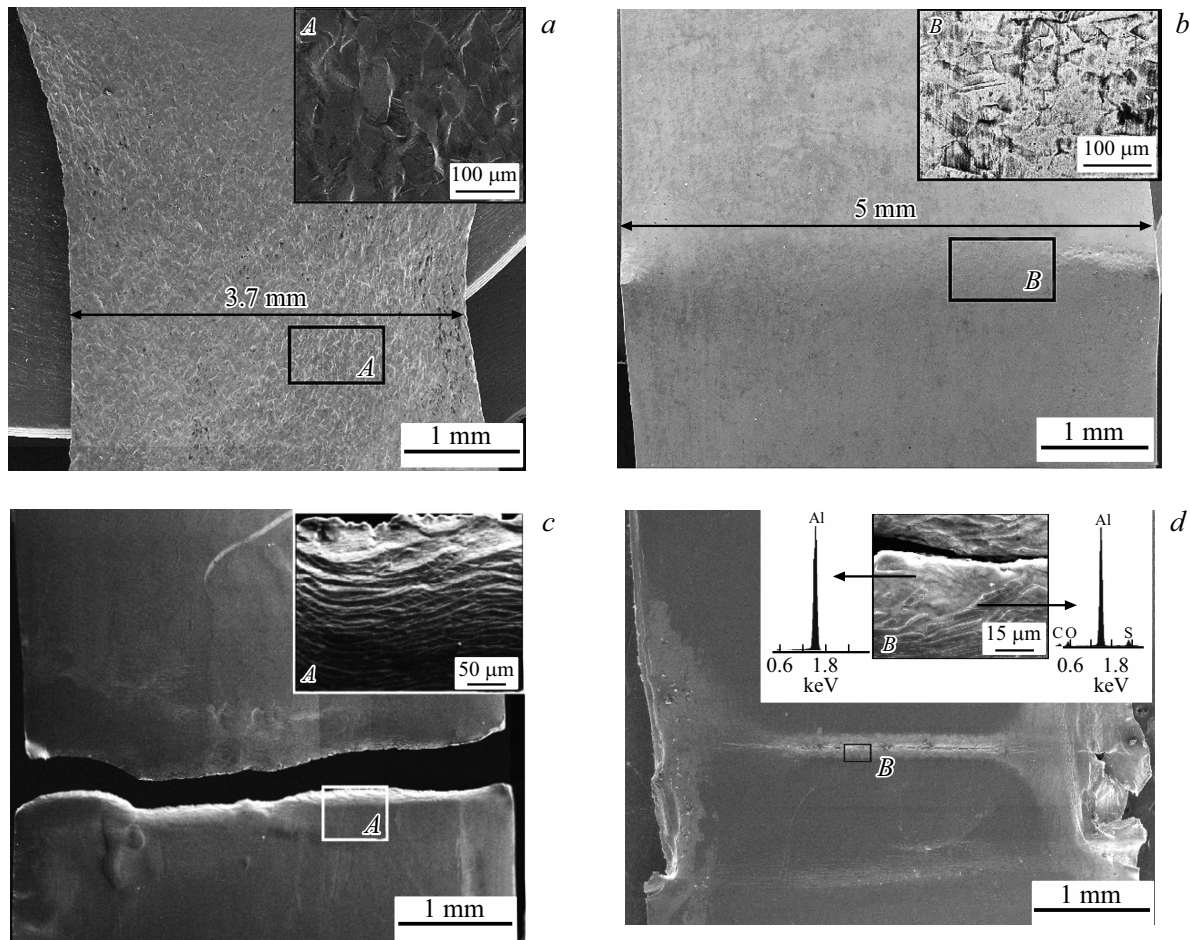
Результаты механических испытаний показали, что ударная вязкость слоистого композита  $ZrO_2/Ti$  превышала ударную вязкость керамики  $ZrO_2(Y_2O_3)$  и композита  $ZrO_2/Al$ . Ударная вязкость образцов композита  $ZrO_2/Ti$  в среднем составила  $a_n = 2.95 J/cm^2$ , среднее значение ударной вязкости образцов  $ZrO_2(Y_2O_3)$  равно  $1.10 J/cm^2$ . Присутствие слоев из фольги алюминия в слоистом композите  $ZrO_2/Al$  не оказало значительного влияния на величину  $a_n$ , для образцов композита она в среднем составила  $a_n = 1.12 J/cm^2$ . Столь существенная разница

в значениях ударной вязкости слоистых керамометаллических композитов  $ZrO_2/Ti$  и  $ZrO_2/Al$  обусловлена различием прочностных характеристик Ti и Al, предел прочности ( $\sigma_B$ ) титана марки BT1-0 составляет 375 МПа, тогда как  $\sigma_B$  алюминия марки А999 всего 59 МПа.

Ударное воздействие является наиболее опасным с позиций надежности и долговечности керамических изделий и элементов конструкций. В композитах  $ZrO_2/Ti$  и  $ZrO_2/Al$  керамические пластины при ударном воздействии подверглись разрушению независимо от удаленности от места приложения ударника.

В образцах слоистого композита  $ZrO_2/Ti$  титановые фольги претерпели значительную деформацию в области удара, но сохранили целостность. На рис. 2, *a, b* представлены РЭМ-изображения поверхностей титановых фольг Ti(I) и Ti(II). На фольге Ti(I), расположенной ближе к фронту удара, в месте изгиба образовалась шейка (рис. 2, *a*). Для обеих фольг скольжение в зернах преимущественно одиночное. На снимках фольги Ti(I) хорошо различима деформация зерен в образовавшейся шейке в направлении деформации растяжения (вставка к рис. 2, *a*). Деформационный рельеф фольги Ti(II) демонстрирует меньшую развитость, чем рельеф фольги Ti(I), что явилось результатом диссипации энергии удара при разрушении второго керамического слоя (вставка к рис. 2, *b*).

Рентгеноструктурный анализ титановых фольг показал, что средний размер ОКР фольги Ti(I) составил 49.1 нм, а фольги Ti(II) — 62.1 нм. В исходном состоянии размер ОКР первой и второй фольги составлял 85.7 нм. Разница в размерах ОКР в фольгах до и после ударного нагружения свидетельствует о диспергировании блоков вследствие пластической деформации и появлении новых субграниц в фольгах. При этом диспергирование в фольге Ti(I), расположенной ближе к фронту удара, было более интенсивным. Фольги Ti(I) и



**Рис. 2.** РЭМ-изображения деформационного рельефа поверхности фольг. *a, b* — композит  $ZrO_2/Ti$ : фольга  $Ti(I)$  (*a*) и фольга  $Ti(II)$  (*b*); *c, d* — композит  $ZrO_2/Al$ : фольга  $Al(I)$  (*c*) и фольга  $Al(II)$  (*d*).

$Ti(II)$  различались и величиной микроискажений элементарных ячеек: для фольги  $Ti(I)$   $\epsilon = 0.0012$ , для фольги  $Ti(II)$ , более удаленной от места удара,  $\epsilon = 0.00092$ .

В процессе ударного нагружения композита  $ZrO_2/Al$  произошло полное разрушение как керамических слоев, так и одного из металлических слоев. Фольга  $Al(I)$  претерпела полный разрыв, фольга  $Al(II)$  подверглась частичному разрушению. На рис. 2, *c* представлена структура фольги  $Al(I)$ . На основе снимка можно сделать вывод о квазивязком характере разрушения (вставка к рис. 2, *c*), обусловленном расслоением материала на ламели при движении магистральной трещины через зону локализованной деформации от ударника. Фольга  $Al(II)$  претерпела частичное разрушение. Из рис. 2, *d* видно, что магистральная трещина образовалась, но не привела к полному разрушению.

Наличие на поверхности алюминиевых фольг оксидной пленки  $Al_2O_3$  привело к множественному растрескиванию и отслоению ее в зоне деформации и разрушения фольги (вставка к рис. 2, *d*), так как материал вдоль берегов трещины находится в сильно неравновесном состоянии. Результаты элементного анализа указывают

на наличие кислорода, серы и углерода только в хрупкой пленке. Присутствие серы и углерода обусловлено их накоплением на поверхности фольги в процессе электролитической полировки.

Рентгеноструктурный анализ алюминиевых фольг показал уменьшение величины ОКР по сравнению с исходным значением. Так, для фольг  $Al$  в исходном состоянии ОКР составила 81.2 нм. После ударного нагружения средний размер ОКР в области разрушения для фольги  $Al(I)$  составил 43.2 нм, для фольги  $Al(II)$  в области образования трещины — 62.7 нм. Фольги  $Al(I)$  и  $Al(II)$  различались также величиной микроискажений элементарных ячеек. Величина микроискажения ячейки для фольги  $Al(I)$  составила  $\epsilon = 0.0021$ , для фольги  $Al(II)$   $\epsilon = 0.0011$ .

Проведен анализ фазового состава поверхности разрушения керамических слоев  $ZrO_2$  (I) и (II) в образцах обоих композитов. Отличительной особенностью керамики на основе тетрагонального диоксида циркония является трансформационное упрочнение в результате мартенситного превращения тетрагональной модификации  $t-ZrO_2$  в моноклинную модификацию  $m-ZrO_2$ .

Тетрагонально-моноклинное превращение  $ZrO_2$  происходит во фронтальной зоне трещины со значительным поглощением энергии, что обеспечивает более высокую вязкость разрушения циркониевой керамики по сравнению с таковой для других видов керамики. Приращение моноклинной модификации  $m-ZrO_2$  на поверхности разрушения свидетельствует о реализации в  $ZrO_2$  мартенситного превращения  $t \rightarrow m$ .

Согласно результатам рентгенофазового анализа, до ударного нагружения керамика содержала в своем составе только тетрагональную фазу  $ZrO_2$ . После испытаний содержание моноклинной фазы  $ZrO_2$  в слое (I) образцов композита  $ZrO_2/Ti$  составило  $\sim 37\%$ , что несколько больше, чем в слое (II) ( $\sim 34\%$ ). Это свидетельствует о поглощении энергии удара слоем титановой фольги. В композитах  $ZrO_2/Al$  не наблюдалось разницы между содержанием моноклинной фазы на поверхностях разрушения керамических слоев (I) и (II).

На основе полученных результатов можно сделать следующие выводы.

1. Ударные испытания показали, что из исследованных керамометаллических слоистых композитов наибольшей ударной вязкостью обладает композит  $ZrO_2/Ti$ , в котором значение  $a_n$  составило  $2.95 \text{ J/cm}^2$ . Ударная вязкость образцов композита  $ZrO_2/Al$  составила  $1.12 \text{ J/cm}^2$ , что сопоставимо со средним значением ударной вязкости образцов  $ZrO_2(Y_2O_3)$   $1.10 \text{ J/cm}^2$ .

2. При ударном нагружении композита  $ZrO_2/Ti$  фольги  $Ti$  сохранили свою целостность при значительной деформации всего образца. При испытаниях композита  $ZrO_2/Al$  первая фольга  $Al$ , располагавшаяся за фронтальным керамическим слоем, разрушилась полностью, а во второй фольге  $Al$ , которая была зафиксирована с тыльной стороны образца, зародилась трещина, но она не привела к полному разрушению фольги.

3. Рентгенофазовый анализ керамических пластин показал повышенное содержание моноклинной фазы в  $ZrO_2$  в керамических слоях (I) и (II), что свидетельствует о реализации в  $ZrO_2$  мартенситного превращения  $t \rightarrow m$ .

## Финансирование работы

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН (проект FWRW-2021-0009).

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] K. Konopka, M. Maj, K.J. Kurzydowski, *Mater. Character.*, **51**, 335 (2003). DOI: 10.1016/j.matchar.2004.02.002
- [2] P. Piotrkiewicz, J. Zyguntowicz, M. Wachowski, K. Cymerman, W. Kaszuwara, *Materials*, **15**, 1848 (2022). DOI: 10.3390/ma15051848

- [3] J.J. Song, Y.S. Zhang, H.Z. Fan, Y. Fang, L.T. Hu, *Mater. Des.*, **65**, 1205 (2015). DOI: 10.1016/j.matdes.2014.09.084
- [4] Y. Wang, M. Li, H. Wang, G. Shao, J. Zhu, W. Liu, H. Wang, B. Fan, H. Xu, H. Lu, R. Zhang, *Metals*, **11**, 2018 (2021). DOI: 10.3390/met11122018
- [5] J. Park, S. Cho, H. Kwon, *Sci. Rep.*, **8**, 17852 (2018). DOI: 10.1038/s41598-018-36270-x
- [6] X.Q. Cao, R. Vassen, F. Tietz, D. Stoeber, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **26**, 247 (2006). DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2004.11.007
- [7] Y. Xing, S. Baumann, S. Uhlenbruck, M. Rüttinger, A. Venskutonis, W.A. Meulenber, D. Stöver, *J. Eur. Ceram. Soc.*, **33**, 287 (2013). DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2012.08.025
- [8] S.Q. Guo, Y. Kagawa, T. Nishimura, H. Tanaka, *Ceram. Int.*, **34**, 1811 (2008). DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2007.08.009
- [9] M.M. Opeka, I.G. Talmy, J.A. Zaykoski, *J. Mater. Sci.*, **39**, 5887 (2004). DOI: 10.1023/B:JMSC.0000041686.21788.77
- [10] P. Scherrer, in *Kolloidchemie* (Springer, Berlin—Heidelberg, 1912), p. 387. DOI: 10.1007/978-3-662-33915-2\_7
- [11] A.R. Stokes, A.J.C. Wilson, *Proc. Phys. Soc.*, **56**, 174 (1944). DOI: 10.1088/0959-5309/56/3/303
- [12] C.J. Howard, R.J. Hill, *J. Mater. Sci.*, **26**, 127 (1991). DOI: 10.1007/BF00576042