

Н.А.Малинина

**ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ
НИТРИДКРЕМНИЕВОЙ КЕРАМИКИ ПРИ СЛОЖНОМ НАГРУЖЕНИИ**

The thermal-cycled creep of porous nitride silicon ceramics with complex loading has been investigated. The influence of thermal processing and the type of tense conditions on the contour of porous nitride silicon ceramics have been studied.

В настоящее время широкое практическое применение находят неоксидные конструкционные керамические материалы [1]. Между тем в литературе слабо освещены их механические свойства при сложных термомеханических режимах воздействия. Отсутствуют экспериментальные данные о влиянии вида напряженного состояния на прочность рассматриваемых материалов, не исследованы закономерности их механического поведения при нестационарных термомеханических режимах нагружения. Данная работа снимает ряд вопросов по обозначенной проблеме.

**Ползучесть пористой нитридкремниевой керамики
при сложных режимах термоциклирования**

Известно [2], что в пористой нитридкремниевой керамике наблюдается интенсивное размножение дислокаций при термоциклическом воздействии. Учитывая, что нитридкремниевая керамика имеет гексагональную кристаллическую решетку с существенной анизотропией упругих свойств и теплового расширения, можно ожидать, что в переменном температурном поле будут инициироваться значительные тепловые микронапряжения, способные вызвать такие эффекты, как ускоренная термоциклическая ползучесть и пониженная термоциклическая долговечность. На основе структурно-аналитической мезомеханики были выполнены аналитические расчеты, которые дали подтверждающий прогноз указанных эффектов [3]. Поставленные опыты убедительно подтвердили результаты теоретического прогноза.

Керамические образцы в виде тонкостенных трубок нагружали постоянным крутящим моментом и подвергали периодическим нагревам в интервалах температур 300÷773 К или 323÷573 К, т. е. испытания проводились в условиях чистого сдвига. Применяли два типа термоциклов — пилообразный и трапецеидальный. Для первого из них скорости нагрева и охлаждения до заданной температуры подбирали одинаковыми и равными $1,4 \text{ K s}^{-1}$. Аналогичные скорости изменения температуры использовали и для трапецеидального цикла с выдержкой верхней и нижней температуры ≈ 14 мин. Заметной разницы в поведении материалов для этих двух режимов испытания обнаружено не было. Поэтому ниже приводятся экспериментальные данные, относящиеся к пилообразному термоциклическому режиму. Основные результаты опытов при термоциклировании от 300 до 773 К приведены на рис.1-3.

На рис.1 показан участок ОА затухающей термоциклической ползучести при сдвиговом напряжении 8,6 МПа. В момент времени, обозначенный точкой А, напряжение было увеличено до 12,9 МПа. Это вызвало резкое ускорение ползучести в образце, и в итоге его полное разрушение наблюдалось при деформации примерно 1,38 % (момент разрушения здесь и далее отмечен крестиком, а составляющая упругой деформации не изображена).

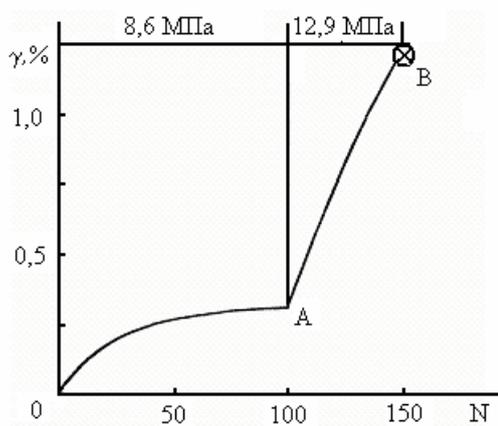


Рис.1. Термоциклическая ползучесть нитридкремниевой керамики Si_3N_4 при пилообразном режиме изменения температуры от 300 до 773 К. Сдвиговое напряжение на участке OA — 8,6 МПа, на участке AB — 12,9 МПа

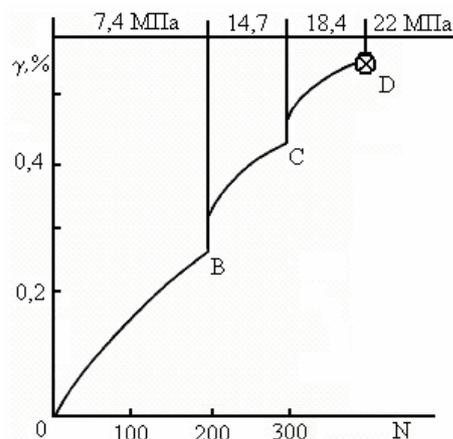


Рис.2. Термоциклическая ползучесть нитридкремниевой керамики Si_3N_4 при ступенчатом изменении сдвигового напряжения: OB — 7,4 МПа, BC — 14,7 МПа, CD — 18,4 МПа

Во втором опыте (рис.2) на первом участке OB сдвиговое напряжение было меньше и равнялось 7,4 МПа, а количество термоциклов до момента догрузки напряжением 14,7 МПа было увеличено вдвое. Далее производили повышение напряжения через 100 термоциклов. Обнаружено, что при каждом увеличении напряжения инициировалось значительное ускорение деформации и соответствующие переходные режимы, однако и количество термоциклов до разрушения при этом существенно увеличивалось. Многочисленные повторные испытания подтвердили явление увеличения долговечности керамики, когда на первом участке кривой термоциклической ползучести от 200 до 500 термоциклов действовало небольшое сдвиговое напряжение (5-7,4 МПа). Последующее периодическое увеличение внешнего напряжения вплоть до разрушения всегда значительно превышало уровень постоянно действующего напряжения на базе 800-900 термоциклов практически вдвое.

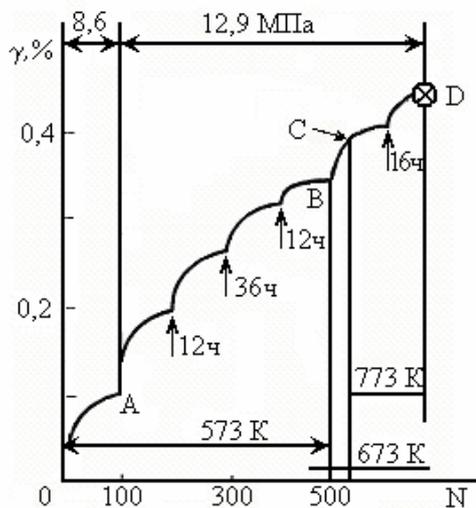


Рис.3. Термоциклическая ползучесть нитридкремниевой керамики Si_3N_4 при наличии изотермических выдержек материала при постоянной температуре 300 К. Сдвиговое напряжение на участке OA — 8,6 МПа, на участке AD — 12,9 МПа. Стрелками с цифрами указаны периоды изотермической выдержки материала

Еще один эффект, обнаруженный экспериментально, изображен на рис.3. В этом опыте после очередного этапа охлаждения изменение температуры прекращали на некоторое время, а затем вновь производили термоциклирование в прежнем режиме. Каждый такой фрагмент с изотермической выдержкой образца под нагрузкой порождал этап ярко выраженной переходной ползучести. В момент времени B (рис.3) верхняя температура была увеличена до 673 К, а в момент времени C — до 773 К. В первом случае появился ярко выраженный участок переходной ползучести, во втором — нет. Вскоре (точка D) наступило полное разрушение образца. Кривые

эволюции температурных микронапряжений для модельного объекта, отражающего свойства керамики на основе Si_3N_4 , были рассчитаны для режима изменения температуры, соответствующего опытам на термоциклическую ползучесть. Анализируя диаграммы термоциклической ползучести и рассчитанные кривые эволюции микронапряжений, можно прийти к выводу, что формирование свойств термоциклической ползучести контролируется кинетикой генерации и релаксации температурных неориентированных микронапряжений.

Таким образом, нитридкремниевая керамика в области температур, где она считается хрупкой, действительно способна демонстрировать весьма значительную термоциклическую ползучесть. В целом неизотермические свойства этой керамики аналогичны свойствам таких поликристаллов, как цинк и кадмий.

Особенности разрушения нитридкремниевой керамики при пропорциональных траекториях нагружения в пространстве напряжений

Контур прочности является аналогом понятия поверхности нагружения и представляет собой плоскую замкнутую линию, соединяющую геометрические точки, характеризующие предельные значения компонент напряжений, соответствующих моменту разрушения образца, в координатном поле $\sigma_{33} - \sqrt{3}\sigma_{31}$ плоского напряженного состояния (рис.4).

В качестве объекта исследования использовались тонкостенные трубчатые образцы из пористой нитридкремниевой керамики Si_3N_4 . Они изготавливались методом термошликерного литья, последующей сушки и реакционного спекания при температуре 1823 К в среде газообразного азота.

При создании методики испытаний особое внимание уделялось строгому контролю соосности образца и осевой силы на всех этапах эксперимента. В опытах, содержащих комбинацию осевого сжатия и кручения, для передачи равномерного сжимающего усилия на рабочую часть через торцевые грани образца использовались тщательно подобранные полимерные прокладки. Специально спроектированная экспериментальная оснастка позволяла контролировать соблюдение соосности в процессе всего эксперимента.

Опыты проводились по восьми программам нагружения. Траектория нагружения задавалась в виде прямой линии в координатном поле $\sigma_{33} - \sqrt{3}\sigma_{31}$ и оценивалась коэффициентом $K = \sqrt{3}\sigma_{31}/\sigma_{33}$. Каждый опыт повторялся на шести образцах, а в некоторых режимах для оценки наиболее характерных особенностей контура прочности использовалось десять образцов.

Экспериментальные данные получены для двух постоянных температур: при комнатной температуре $T = 293$ К (контур 2 и 3 на рис.4) и при повышенной температуре $T = 1173$ К (контур 1).

С целью исследования влияния режима предварительной терморелаксационной обработки для опытов, проводимых при комнатной температуре, были подготовлены две пар-

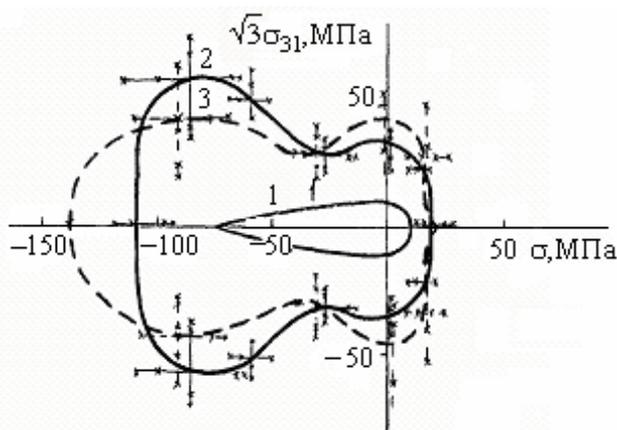


Рис.4. Контур прочности нитридкремниевой керамики в координатах «нормальное напряжение σ_{33} — касательное напряжение $\sqrt{3}\sigma_{31}$ » для температуры испытания 1173 К (1) и 293 К (2). Контур (3) относится к керамике, испытанной при 293 К после ее предварительного отжига в течение 15 мин при 1173 К

тии образцов. Одна партия — без термообработки (контур 2). Другая партия образцов подвергалась предварительному кратковременному отжигу в свободном состоянии в течение 15 мин при температуре 1173 К (контур 3).

Наиболее интересные результаты относятся к данным, характеризующим контур прочности при комнатной температуре. На рис.4 можно видеть характерные вогнутости контура прочности, полученные при нагружении по лучевым траекториям при комбинации осевого сжатия и кручения. Экспериментальные данные по наличию вогнутости контура прочности проверялись на дополнительной партии образцов, и разброс данных по точке, характеризующей максимальную вогнутость, оказался самым малым по сравнению с данными по другим траекториям нагружения.

Контур прочности при повышенной температуре 1173 К имеет сильно вытянутую форму в сторону сжимающих напряжений (контур 1).

Вывод

Полученные экспериментальные результаты позволяют с уверенностью говорить о том, что вид напряженного состояния играет существенную и нетривиальную роль в разрушении нитридкремниевой керамики. Это целесообразно учитывать при построении критерия разрушения рассматриваемого материала.

-
1. Гнесин Г.Г. Бескислородные керамические материалы. Киев, 1987. 152 с.
 2. Трефилов В.И., Мильман Ю.В., Фирстов С.А. Физические основы прочности тугоплавких металлов. Киев: Наукова думка, 1975. 315 с.
 3. Малинин В.Г., Малинина Н.А. // Вопросы материаловедения. 2002. №1(29). С.123-143.