

3.10.9 — emisja akustyczna
3.1.9. — badania doświadczalne

G.G. Antonowicz

J. Ranachowski, F. Rejmund

**OCENA WYTRZYMAŁOŚCI MECHANICZNEJ
I ODPORNOŚCI TERMICZNEJ CERAMIKI
Z WYKORZYSTANIEM METODY EMISJI
AKUSTYCZNEJ**

11/1996

P. 269

W A R S Z A W A 1 9 9 6

<http://rcin.org.pl>

Praca wpłynęła do Redakcji dnia 4 lipca 1996 r.



56561

Na prawach rękopisu

Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN
Nakład 100 egz. Ark. wyd. 0,75 Ark. druk. 1,0
Oddano do drukarni w lipcu 1996 r.

Wydawnictwo Spółdzielcze sp. z o.o.
Warszawa, ul. Jasna 1

Gogoci Georgij Antonowicz
Instytut Problemów Wytrzymałości
Ukraińska Akademia Nauk

Jerzy Ranachowski, Feliks Rejmund
Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN

OCENA WYTRZYMAŁOŚCI MECHANICZNEJ
I ODPORNOŚCI TERMICZNEJ CERAMIKI
Z WYKORZYSTANIEM METODY EMISJI
AKUSTYCZNEJ

Praca dotyczy pomiaru emisji akustycznej /EA/ ceramiki cyrkonowej i glinowej w procesie zginania. Wykazano zależność parametrów EA od obciążenia i budowy strukturalnej. W badaniach termicznych wykazano zależność EA od wielkości szoków termicznych wywołujących mikro-pękanie. W badaniach cyklicznych stwierdzono podobieństwo zależności obciążenie - suma zliczeń EA w zakresie wzrostu i malenia odkształcenia. Stwierdzono duży wzrost tempa zliczeń EA związany z przemianami fazowymi w modyfikowanej ceramice cyrkonowej występujący zwłaszcza w obszarach zbliżonych do wierzchołka karbu. Praca wykazała przydatność metody EA w badaniu własności mechanicznych omawianych ceramik i zachodzących w nich przemian fazowych

Гогоци Георгий Антонович
 Институт проблем прочности АН Украины
 J.Ranachowski, F.Rejmund
 IPPT PAN, Warszawa

ИЗУЧЕНИЕ ПРОЧНОСТИ, ТРЕЩИНОСТОЙКОСТИ И ТЕРМОСТОЙКОСТИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ

Исследована акустическая эмиссия (АЭ) керамики на основе диоксида циркония и оксида алюминия при изгибе. Показано, что в зависимости от структурных особенностей керамики АЭ проявляется в таких условиях на разных уровнях нагружения; продемонстрировано, что по данным АЭ можно фиксировать перепад температур для закалявшихся образцов, вызывающий в них микроразрушения, установлено подобие зависимостей "нагрузка-суммарный счет АЭ" для возрастающей и ниспадающей ветвей диаграмм деформирования; определено существенное превышение интенсивности АЭ при трансформационных переходах диоксидциркониевой керамики с оксидом церия у устья надреза образца по сравнению с происходящими на его поверхности и т.д. В целом продемонстрирована эффективность и целесообразность использования метода АЭ при изучении механического поведения современной керамики.

Введение.

Исследование механического поведения керамики, что является основным направлением нашей деятельности, предусматривает не только определение зависимости ее физико-механических характеристик, но и изучение процессов, происходящих в ней при силовом и тепловом нагружении. Последнее обуславливает наш интерес к акустической эмиссии (АЭ), сопровождающей деформирование и разрушение такого типа материалов. Не преследуя цель решения теоретических проблем АЭ и, принимая во внимание успехи, достигнутые другими исследователями [1,2 и др.] в этой области, направляем свои

усилия на использование возможностей метода АЭ при поисковых работах в области механики материалов. При этом метод АЭ используется нами для различных целей. Например, в испытаниях на термостойкость полых цилиндрических образцов с его помощью обеспечивается фиксирование места расположения термических трещин и изучение динамики их развития [3]; при испытаниях на термостойкость образцов в виде балочек регистрируется процесс формирования в них трещин в период закалки [4], при изучении K_{I-V} -диаграмм на пластинчатых образцах в условиях их двойного кручения [5] определяется скорость развития трещин и т.п. Однако наиболее эффективным рассматриваемый метод оказался в работах по изучению поведения керамики в условиях изгиба образцов при исследованиях ее прочности, трещиностойкости и термостойкости. Именно этим работам и посвящен настоящий доклад.

Материалы и методы.

Основными материалами (табл.1) являлась современная керамика на основе диоксида циркония, стабилизированная оксидами иттрия, магния и церия, а также огнеупорная керамика на основе оксида алюминия с добавкой нестабилизированного диоксида циркония. Образцы испытывались на созданной нами установке типа "Керамтест" [6], обеспечивающей при четырехточечном изгибе на базе 20/40 мм и при трехточечном изгибе на базе 20 мм регистрацию усилий и прогибов образцов, а также скорости счета и суммарного счета АЭ. Измерения АЭ проводили при уровне усиления в электронном тракте прибора АФ-11 равном 82-90 дБ и созданным у нас прибором с уровнем усиления 95-100 дБ. При этом использовался широкополосный пьезоэлектрический датчик, связанный с малощумящим усилителем на 50 дБ и рассчитанный на прием акустических сигналов в диапазоне 0,01-2 МГц, и регистрирующая система, работающая в интервале 0,1-1 МГц. Для улучшения акустического контакта между датчиком и образцом в месте их соприкосновения наносили слой вакуумной смазки, а датчик к образцу крепили металлическим зажимом.

Исследования проводились на образцах в виде прямоугольных балочек: гладких и прошедших водяную закалку после нагрева, как

Характеристики основных материалов

| Керамика | Плотность, $\Gamma/\text{см}^3$ | Предел прочности σ , МПа | Критич. коэф. интенсивнос. напряжений K_{1c} , МПа $\text{м}^{1/2}$ | Мера хрупкости χ | Модуль упругости, ГПа |
|-----------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------|---------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|-----------------------|-----------------------|
| $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2$ (оксид алюминия с 4% ZrO_2) | 3,46 | 25 | 1,2 | 0,53 | 156 |
| γ -TZP (тетрагональная поликристаллическая с 3 мол.% Y_2O_3) | 6,02 | 1021 | 9,5 | 1,0 | 205 |
| Mg-PSZ (частично стабилизированная с 9 мол.% MgO) | 5,71 | 641 | 9,7 | 0,44 | 216 |
| Se-TZP-I (тетрагональная поликристаллическая с 9 мол.% Ce_2O_3) | 5,18 | 451 | 9,2 | 0,34 | 175 |

это предусмотрено методикой испытаний на термостойкость при термоударном тепловом нагружении, на которых определялись прочность, деформативность, упругость и мера хрупкости. Применяли также образцы с надрезом и острой трещиной, которые служили для определений критических коэффициентов интенсивности напряжений и R-кривых,

Результаты экспериментов и их обсуждение.

При испытаниях различной керамики было замечено (табл. 2), что у нее АД может появляться на разных уровнях нагрузки причем особенно существенна она у гетерогенных материалов. И практически во всех случаях имеет место после того, когда на зависимости "нагрузка-прогиб" образца (по этим зависимостям рассчитывается зависимость "напряжения σ - деформация ϵ ", т.е. строятся диаграммы деформирования) наблюдается нелинейность.

Как свидетельствуют наши исследования [7] в такой неупругой керамике как $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2$ (также и в бетоне [8]), с

Результаты исследований акустической эмиссии
при изгибе некоторых материалов

| Материал | Мера хруп- кости χ | Плот- ность, $\Gamma/\text{см}^3$ | Предел прочности σ , МПа | σ_A^+/σ^* | Макс. скор. счета АЭ $10^3 N$, имп/с | Суммарный счет АЭ ⁺⁺ $10^3 N$, имп |
|-------------------------------------------------------|----------------------------------|-----------------------------------------|------------------------------------------|-----------------------|------------------------------------------------|---------------------------------------------------------|
| Стекло | 1,0 | 2,52 | 83 | 1 | 0,1 | 1,5 |
| Керамика на основе: | | | | | | |
| карбида титана | 1,0 | 4,48 | 262 | 1 | 1,0 | 80 |
| оксида скандия | 1,0 | 3,75 | 103 | 0,94 | 0,1 | 2 |
| оксида алюминия | 1,0 | 3,83 | 156 | 0,92 | 0,6 | 35 |
| оксида иттрия | 1,0 | 4,79 | 55 | 0,71 | 2,0 | 30 |
| оксида алюминия с 7% монокрис- таллов Al_2O_3 | 0,71 | 3,45 | 63 | 0,12 | 120 | 880 |
| оксида иттрия с добавкой алю- мината иттрия | 0,42 | 4,50 | 23 | 0,18 | 180 | 450 |
| карбида титана с волокнами гра- фита | 0,37 | 3,67 | 62 | 0,07 | 200 | 3000 |

⁺ σ_A - напряжение, соответствующее появлению непрерывных сигналов акустической эмиссии

⁺⁺ Суммарный счет АЭ к моменту начала разрушения образца

повышением действующих растягивающих напряжений увеличивается количество и размер микротрещин, что вызывает интенсификацию регистрируемой АЭ при нагрузках, близких к разрушающим (рис.1), происходит лавинный рост этих трещин, регистрируемый не только по активизации АЭ, но и по появлению ползучести. На базе этих микротрещин при достижении предельного состояния формируется макротрещина, обуславливающая разрушение образца.

При циклическом нагружении образцов из керамики Mg-PSZ, как и следовало ожидать, регистрировали значительные остаточные деформации (рис.2а), что характерно для относительно хрупких керамических материалов. При этом суммарный счет АЭ равномерно увеличивался с возрастанием нагрузки, причем наблюдали известный эффект Кайзера (рис.2б), с которым связано [9] то, что с увеличением числа циклов нагружения наблюдается ниспадающая

зависимость суммарного счета АЭ от их количества.

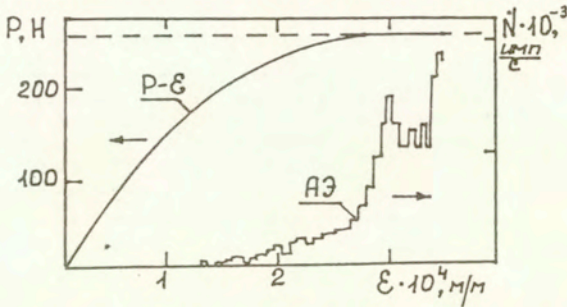


Рис.1. Изменение деформаций ϵ и скорости счета АЭ N от постоянной изгибающей нагрузки P у керамики $Al_2O_3+ZrO_2$.

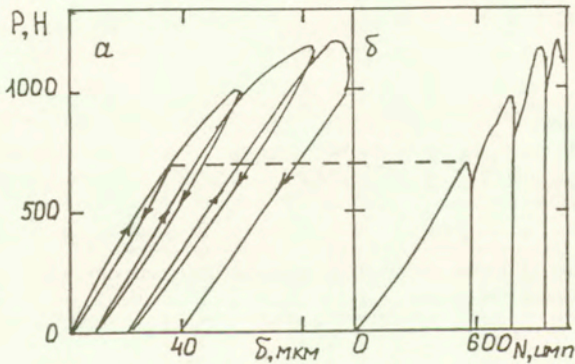


Рис.2. Диаграммы "нагрузка P -прогиб δ " (а) и "нагрузка P -суммарный счет АЭ N " (б) для керамики $Mg-PSZ$.

Изменяется интенсивность АЭ в образцах при их изгибе также тогда, когда к ним предварительно прикладывается термическая нагрузка (закалка образцов, нагретых до разных температур) как это показано на рис.3. В этом случае в начале в керамике развиваются микротрещины, а затем на базе их формируются макротрещины, вызывающие уменьшение прочности образцов при последующем изгибе (зависимость " $\sigma^*-\Delta T$ " на рис.4). В результате таких исследований было установлено, что характеристикой термостойкости, кроме обычно используемой величины критического перепада температур, ΔT_K , соответствующего падению прочности на зависимости " $\sigma^*-\Delta T$ " (рис.4) и связанного с появлением на

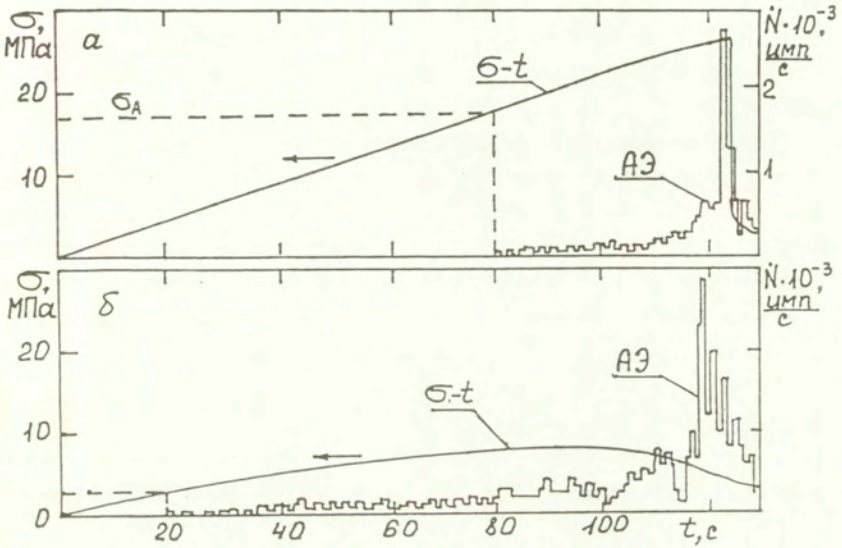


Рис. 3. Зависимости "напряжение σ -время изгиба t " и "напряжение σ -скорость сдвига \dot{N} " для керамики $Al_2O_3+ZrO_2$, образцы из которой закалены в воде при перепаде температур $\Delta T=250$ °C (а) и $\Delta T=900$ °C (б).

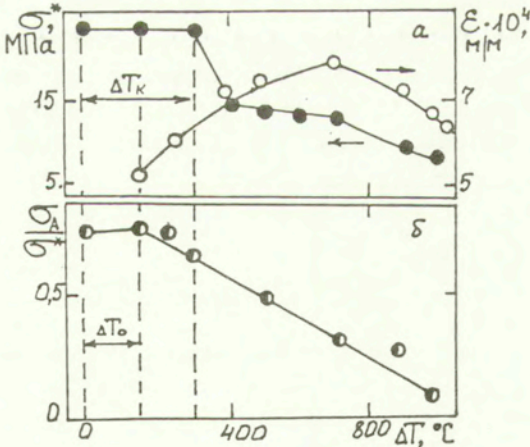


Рис. 4. Зависимости "предел прочности σ^* - перепад температур ΔT ", "предельная относительная деформация ϵ - перепад температур ΔT " (а) и " $\sigma_A/\sigma^* - \Delta T$ " (б) для керамики $Al_2O_3+ZrO_2$.

поверхности образца термических макротрещин, может иметь место также перепад ΔT_0 , обуславливающий значимое для механического поведения керамики развитие в ней микротрещин. Последний фиксируется и по изменению деформативности (зависимости " ϵ - ΔT " на рис.4).

При испытаниях на трещиностойкость надрезанных образцов, в которых в условиях жесткого нагружения предварительно нами формировались острые трещины, было обнаружено, что значения суммарного счета АЭ и приращения трещины при их изгибе связаны прямопропорциональной зависимостью, а поэтому текущее значение приращения длины трещины $\Delta l_{тр}$ можно вычислять по формуле [10]:

$$\Delta l_{тр} = \frac{l_H - l_K}{N_K} N_T,$$

где l_K и l_H - соответственно начальное и конечное значение длины трещины, N_K - значение суммарного счета АЭ, соответствующее длине трещины l_K , N_T - текущее значение суммарного счета АЭ.

Получая таким образом приращение трещины и рассчитывая обычным способом [11] значения критических коэффициентов интенсивности напряжений, получали R-кривые, совпадающие с теми, которые определяются, если приращение трещины измеряется оптически (с помощью микроскопа). И это устойчиво наблюдалось, независимо от того горизонтальной или возрастающей была R-кривая (рис.5). Следует обратить внимание на то, при определении R-кривых, когда циклическая нагрузка к образцу прикладывается на ниспадающем участке кривой "нагрузка-прогиб" зависимость "нагрузка-суммарный счет АЭ" (рис.6) оказывается подобна таковой, которая имеет место, когда циклически нагружается гладкий образец, у которого кривая "нагрузка-прогиб" - возрастающая (см.рис.2). При таких измерениях также было замечено, что если материал линейно-упругий с $\chi=1$ (обычно однородный и мелкозернистый), то у него линейная зависимость суммарного счета АЭ от величины приращения трещины. Если материал неупругий, т.е. $\chi < 1$ (гетерогенный, крупнозернистый), то эта зависимость нелинейна (рис.7).

Несколько неожиданными оказались результаты исследования керамики Se-TZP, чувствительной к температуре ее термической

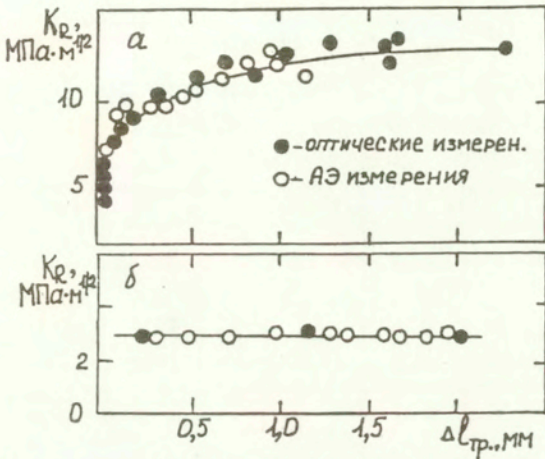


Рис.5. R-кривые (зависимости коэффициента интенсивности напряжений K_R от длины развивающейся трещины $\Delta l_{\text{тр}}$) для керамики Mg-PSZ (а) и Y-TZP (б).

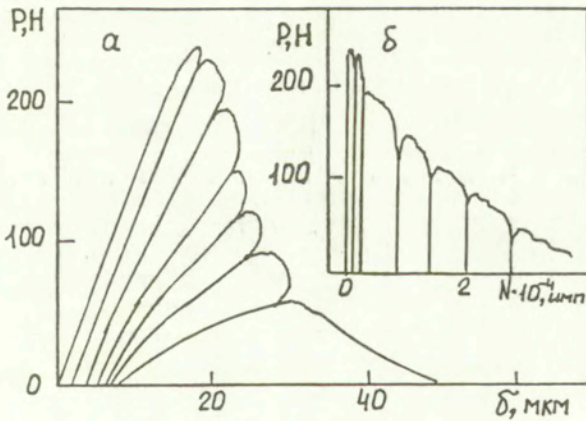


Рис.6. Диаграммы "нагрузка P-прогиб δ " (а) и "нагрузка P-суммарный счет АЭ N" для надрезанных образцов керамики Mg-PSZ.

обработки (табл.3). Если для керамики Se-TZP-I, спеченной при 1400°C (табл.1), в регистрировавшихся закономерностях в основном нет особенных аномалий, то этого нельзя сказать о другой керамике того же состава, но полученной спеканием при

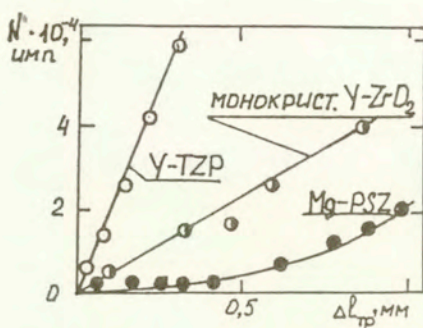


Рис.7. Зависимость суммарного счета АЭ N от длины трещины $\Delta l_{\text{тр}}$ для керамики $Y-TZP$, $Mg-PSZ$ и монокристалла $Y-PSZ-ZrO_2$.

Таблица 3.

Характеристики⁺ диоксидциркониевой керамики с оксидом церия

| Керамика | Размер зерна, мкм | Плотность, г/см ³ | Предел прочности σ_x , МПа | Ковф. корреляционной зависимости k | Сред. число деформационных полос n |
|------------|-------------------|------------------------------|-----------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|
| Ce-TZP-I | 1,14 | 5,68 | 456 | 25 | 77 |
| Ce-TZP-II | 1,62 | 6,0 | 239 | 71 | 64 |
| Ce-TZP-III | 2,22 | 6,07 | 223 | 117 | 18 |
| Ce-TZP-IV | 3,00 | 6,01 | 177 | 126 | 16 |

⁺ Модули упругости этих материалов около 175–180 ГПа.

более высоких температурах (1450, 1500 и 1550 °C). Первое отличие оказалось в том, что если у керамики Ce-TZP-I, как и у всех ранее встречавшихся нам неупругих материалов, диаграммы деформирования были гладкими (рис.8), то у всех других, приведенных в табл.3, после линейного участка эти диаграммы имели участок неправильной пилообразной формы (рис.9), размеры "выступов" и "впадин" которого увеличивались как с повышением нагрузки, так и при переходе от керамики Ce-TZP-II к керамике Ce-TZP-IV. АЭ у этих материалов регистрировалась с момента образования "впадин" (точка А на рис.9). Причем прослеживалась корреляция между "вспышками" АЭ и сбросами нагрузки. Заметили, что хотя зависимость "нагрузка-прогиб" у керамики Ce-TZP-I была

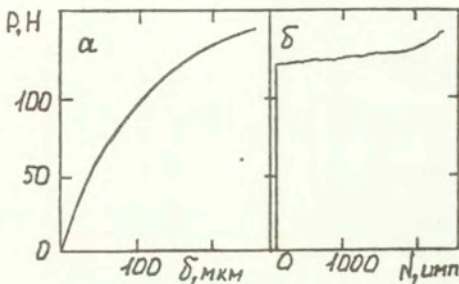


Рис.8. Зависимость "нагрузка P-прогиб δ " (а) и "нагрузка P-суммарный счет АЭ N" (б) для керамики Се-TZP-I.

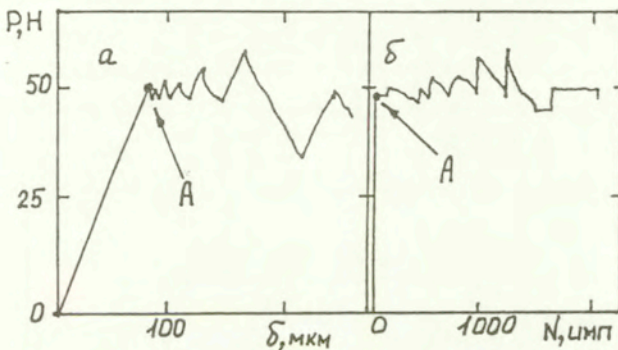


Рис.9. Зависимость "нагрузка P-прогиб δ " (а) и "нагрузка P-суммарный счет АЭ N" (б) для керамики Се-TZP-IV.

гладкой, ее зависимость "нагрузка-суммарный счет АЭ" все же имела небольшие выступы и впадины. При изучении разрушенных образцов рассматриваемой керамики на их поверхностях были обнаружены выпуклые зоны (полосы), перпендикулярные их оси (рис.10). У керамики Се-TZP-I такие полосы были узкими (шириной около 5 мкм) и их количество увеличивалось по мере нагружения образца. У остальной такой керамики по мере нагружения увеличивалось как количество, так и ширина отдельных полос, которая достигала до 600 мкм (среднее количество таких полос n см. табл.3). Была установлена зависимость суммарного счета АЭ N от количества этих полос (рис.11) в виде $N=k \cdot n$ (коэффициент k см. в табл.3). Эти полосы вероятно являются зонами локальных трансформационных переходов [12], которые, как известно,

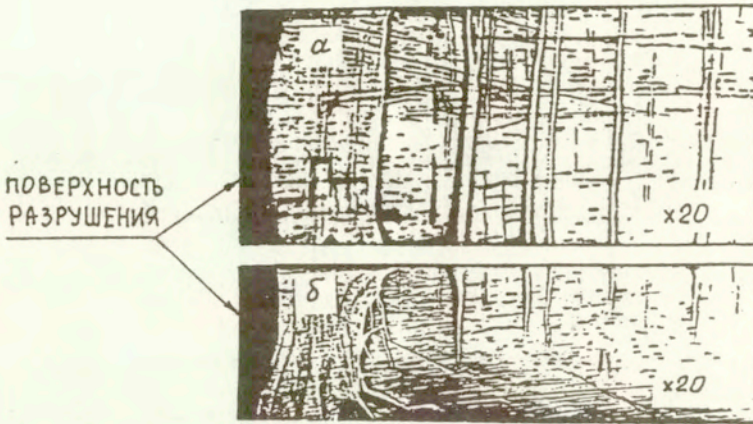


Рис.10. Растягиваемая (а) и боковая (б) поверхности обломка образца керамики Ce-TZP-III, испытанного при изгибе.

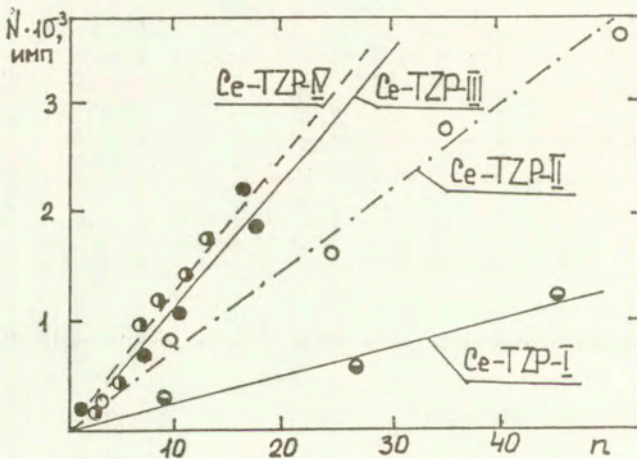


Рис.11. Зависимости суммарного счета АЭ N от количества трансформационных полос n , формирующихся при разрушении гладких образцов керамики Ce-TZP при изгибе.

обуславливает увеличение объема материала примерно на 4%.

При изгибе надрезанных образцов этой керамики, когда преследовалась цель определения их R-кривых, АЭ регистрировалось в каждом цикле как на этапе нагрузки, так и

разгрузки (рис.12). При этом на образцах керамики Се-TZP-I она была несущественной по сравнению с другими такими материалами.

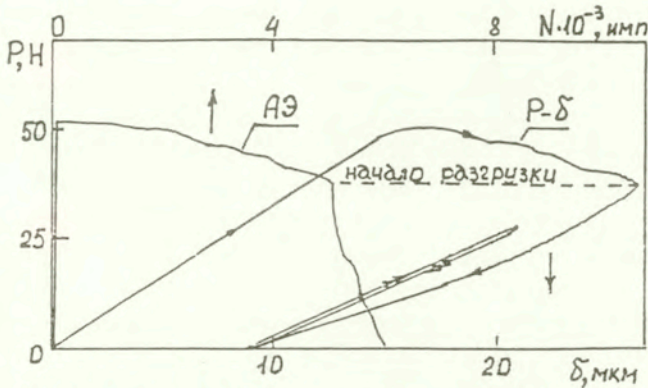


Рис.12. Зависимость "нагрузка P-прогиб δ " и "нагрузка P-суммарный счет АЭ N" одного цикла нагружения образца керамики Се-TZP-III, получаемая при определении R-кривой.

У этой керамики в районе предварительного надреза образца, из которого формировались трещины, не была обнаружена характерная для других модификаций зона трансформационных переходов (рис.13). Как показали результаты поэтапных наблюдений, формирование такой зоны происходит в результате выбросов из

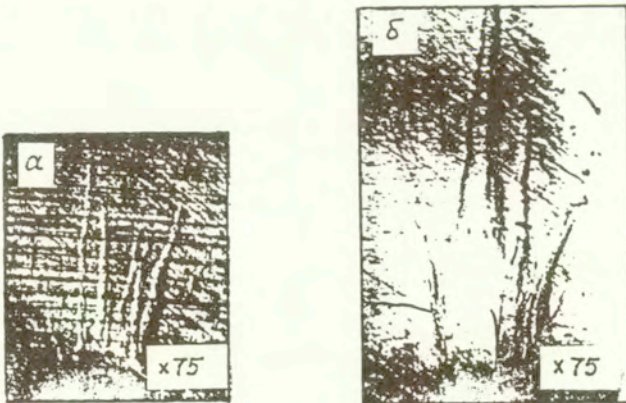


Рис.13. Зона трансформационного перехода у устья прорезки образца керамики Се-TZP-II, формирующаяся при определении R-кривой до (а) и после (б) страгивания трещины.

вершины надреза: стрелообразных зон различной ширины (рис.13а), которые с ростом нагрузки расширяются и сливаются, образуя сплошную зону у вершины надреза. Трещина образуется в этой сплошной зоне (рис.13б), и по мере ее продвижения эта зона удлиняется, сохраняя свою ширину. В таких условиях АЭ оказывается значительно выше, чем регистрируемая при изгибе гладких образцов. Наблюдается корреляция между площадью сплошной зоны S и суммарным счетом АЭ (рис.14). Как и в случае испытаний гладких образцов в ряду материалов Се-TZP-II, -III, -IV здесь с ростом площади трансформационной зоны уменьшается крутизна нарастания величин суммарного счета АЭ при снижении максимально достигаемых в эксперименте ее значений.

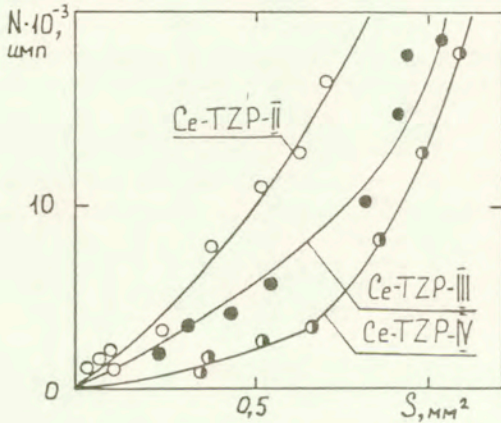


Рис.14. Зависимость суммарного счета АЭ n от площади S трансформационной зоны у устья надреза для керамики Се-TZP, полученная при определении R-кривых.

Заключение.

В результате проведенных исследований получены новые результаты по поведению керамики при нагружении и показано, что использование метода АЭ дает возможность более глубокого понимания процессов, происходящих в керамике при ее нагружении и повышает надежность получаемых данных, являясь во многих случаях дублирующим методом регистрации наблюдаемых эффектов. Поэтому целесообразно использовать этот метод особенно при поисковых

работах, связанных с изучением новых керамических материалов.

Литература

1. A.G.EVANS, M.LINZER, Acoustic emission in brittle materials, Ann. Rev. Mater. Sci., v.7 (1977) 179.
2. D.R.CLARKE, A.ARCORA, Acoustic emission characterisation of the tetragonal-monoclinic phase, Edv.in Ceramics, Eds.M.Claussen, A.H.Heuer & M.Ruhl. Am. Cer.Soc., USA, v.12 (1984) 54-63.
3. Г.А.ГОГОЦИ, А.В.ДРОЗДОВ, Н.Н.РАДИН, Автоматизированная система исследования термостойкости керамических и огнеупорных материалов, Проблемы прочности, №6 (1984) 111-113.
4. Г.А.ГОГОЦИ, А.Н.НЕГОВСКИЙ, А.Е.ЖУКОВСКАЯ, Исследования термоповреждаемости корундового огнеупора, Огнеупоры, №3 (1984) 16-19.
5. Г.А.ГОГОЦИ, В.П.ЗАВАДА, А.Н.НЕГОВСКИЙ, Метод изучения докритического роста трещин в керамике при двойном кручении образцов, Заводская лаборатория, №3 (1982) 83-85.
6. G.A.GOGOTSI, Test method of advanced ceramics - reasonable approaches to sertification of ceramics, Key Engeneering Materials, v.56-57 (1991) 419-434.
7. Г.А.ГОГОЦИ, Механическое поведение керамики, не следующей закону Гука, Порошковая металлургия, №11 (1988) 79-85.
8. B.L.MAYER, F.STATE, G.WINTER, Relationship between time dependent deformation and microfracting of concrete, Journ. Amer. Concr. Inst., v.66 (1969) 60-63.
9. Г.С.ПИСАРЕНКО, Г.А.ГОГОЦИ, А.В.ДРОЗДОВ, А.Н.НЕГОВСКИЙ, Исследование прочности керамики в условиях механических и тепловых воздействий с использованием акустической эмиссии, Проблемы прочности, №4 (1982) 3-8.
10. A.V.DROZDOV, V.I.GALENKO, G.A.GOGOTSI, M.V.SWAIN, Acoustic emission during micro- and macrocrack growth in Mg-PSZ, Journ. Amer. Cer. Soc., v.74 (1991) 1922-1927.
11. J.E.SRAWLEY, Wide range stress intensity factor expression for ASTM E-339 standards fracture toughness specimens, Int. J. Fract., v.12 (1976) 475-76.
12. P.E.ROYES-MOREL, I-W.CHEN, Transformation plasticity of CeO₂-stabilized tetragonal zirconia polycrystals: I, Stress assistance and autocatalysis, Journ. Amer. Ceram. Soc., v.71 (1988) 343-353.