

УДК 666.37

В.Г. Бабашов<sup>1</sup>, В.Г. Максимов<sup>1</sup>, О.В. Басаргин<sup>1</sup>**МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СКОРОСТНОЙ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ НАПРЯЖЕНИЯ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ ПОЛЗУЧЕСТИ**

DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-2-109-115

*Для изучения характеристик материала в условиях возникновения ползучести и сверхпластичности предложена методика определения показателя скоростной чувствительности напряжения установившейся ползучести. Способ основан на анализе кривых релаксации, т. е. зависимостей усилий реакции испытываемых образцов от времени в процессе релаксации напряжений вследствие развивающейся в них ползучести. На примере показано применение данной методики для определения ползучести образцов керамического композиционного материала на основе муллита.*

**Ключевые слова:** деформация, ползучесть, керамика, релаксация напряжений, сверхпластичность, муллит.

V.G. Babashov<sup>1</sup>, V.G. Maksimov<sup>1</sup>, O.V. Basargin<sup>1</sup>**TECHNIQUE OF DETERMINATION OF HIGH-SPEED SENSITIVITY OF TENSION DEFORMATION AT CREEP**

*In order to study characteristics of material under conditions of creep and superplasticity, a technique is proposed for determining an index of speed sensitivity of steady creep stress. Method is based on analysis of relaxation curves, i.e. dependence of reaction forces of tested samples on time in process of stress relaxation due to creep developing in them. The example shows the use of this technique to determine creep of mullite-based ceramic composite samples.*

**Keywords:** deformation, creep, ceramics, stress relaxation, superplasticity, mullite.

<sup>1</sup>Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

**Введение**

Разработка технологий получения новых композиционных материалов обуславливает необходимость изучения процессов взаимодействия компонентов, механических свойств получаемых материалов и методик их определения [1–3]. Получение заготовок и изделий пластическим деформированием, в том числе горячим, всегда было одной из приоритетных технологий для организации массового производства качественной продукции из металлов и керамики [4–6]. Достаточно широкое распространение в последние полвека получила также технология сверхпластического формования, использование которой требует достоверного определения зависимости механизма деформации материала от технологических параметров. Кроме того, многие детали и узлы новой техники из-за предъявляемых к ним требований вынуждены работать при температурах и нагрузках, вызывающих высокотемпературную ползучесть. Это объясняет неослабевающий интерес к изучению показателей, характеризующих пластическое течение материалов, особенно при высоких температурах. Ряд проведенных в последние годы исследований в области

создания оксидной керамики, в частности на основе муллита с добавками оксида циркония, показал, что данный материал при таких достоинствах, как достаточно высокие прочность и стойкость к окислению при высоких температурах, имеет склонность к высокотемпературной ползучести под нагрузкой [7–11]. Для изучения характеристик материала в условиях возникновения ползучести и сверхпластичности предложена методика определения показателя скоростной чувствительности напряжения установившейся ползучести.

### Материалы и методы

#### *Обоснование необходимости создания новой методики*

Одной из наиболее важных величин, характеризующих пластическое течение материалов в зоне ползучести, является показатель скоростной чувствительности напряжения установившейся ползучести ( $m$ ) как наиболее применяемый для экспериментального определения механизма пластического течения [12]. При этом из-за высокой стоимости современной испытательной техники экспериментаторы предпочитают использовать разрывные машины общего назначения, а не специальную технику для определения параметров ползучести.

Однако при определении величины  $m$  на стандартных испытательных машинах (по «прямому» способу) возникает проблема низкой относительной точности как задания, так и измерения скорости течения при ее малых значениях. Кроме того, в программах управления большинства современных машин отсутствует режим «по постоянному усилию». При испытаниях керамики дополнительно возникают проблемы с изготовлением качественных образцов для испытаний на растяжение, подбором оснастки для их испытаний и склонностью большинства керамических материалов к хрупкому разрушению при растяжении.

Дополнительным фактором, ухудшающим точность и достоверность результата, служит то, что точность расчета всегда ниже точности определения любого из параметров, входящих в расчетную формулу. Причем при разнице между экспериментальными точками, сравнимой с величиной ошибки измерений (а именно такая ситуация возникает при определении скорости ползучести на разрывных машинах любого типа), относительная ошибка конечного результата возрастает многократно. Решение данной проблемы путем увеличения продолжительности эксперимента и, как следствие, абсолютной величины ползучести ведет не только к значительному возрастанию затраченного времени, но и к повышению вероятности деформационной модификации структуры образца с изменением измеряемого параметра в ходе эксперимента. При этом воспроизводимость и точность определения силы реакции образца от продолжительности эксперимента на современных машинах зависят в существенно меньшей степени.

#### *Описание методики определения показателя скоростной чувствительности напряжения установившейся ползучести ( $m$ )*

Исходя из вышеизложенного предложена методика быстрого и точного определения показателя  $m$  при минимальной деформационной модификации материала, основанная на анализе кривых релаксации при неподвижных опорах машины.

При выводе расчетной формулы исходили из следующих допущений:

– модуль упругости материала в условиях испытаний постоянен – упругая деформация образца пропорциональна напряжению, а оно в свою очередь

пропорционально усилию реакции, измеряемому датчиком машины, т. е. реакция линейно связана с упругой деформацией;

– необратимая деформация при неподвижных нагружающих элементах равна разности между начальной и текущей упругой деформацией;

– скорость изменения параметра является его производной, что следует из математического смысла производной, – следовательно, зависимость скорости деформации от времени является производной от зависимости деформации от времени.

Для кривой релаксации, аппроксимируемой степенной зависимостью, реакция образца  $P$  описывается уравнением (1), а скорость деформации материала – уравнением (2):

$$P=A+B\tau^{-n}; \quad (1)$$

$$\varepsilon=C\tau^{-(n-1)}, \quad (2)$$

где  $P$  – усилие реакции;  $\tau$  – время опыта;  $\varepsilon$  – скорость деформации;  $n$  – показатель степени;  $A, B, C, D$  – постоянные.

Подставляя в выражение (1) значение  $\varepsilon$  из уравнения (2) и проведя алгебраическое преобразование данного выражения, получаем явную зависимость усилия реакции от скорости деформации

$$P=A+D\varepsilon^{\frac{n}{n-1}}. \quad (3)$$

Уравнение (3) является степенной зависимостью напряжения в образце от скорости деформации, т. е. той функцией, которую и требовалось определить. Причем показатель степени при скорости деформации равняется

$$m=\frac{n}{n-1}, \quad (4)$$

где  $n$  – показатель степени в полученной при эксперименте зависимости усилия реакции от времени опыта.

При линейной зависимости релаксирующего напряжения от времени опыта ( $n=1$ ) по вышеприведенной зависимости получаем  $m=1/2$ , а для кривой релаксации, аппроксимируемой логарифмической зависимостью, показатель  $m$  равен 1. Доказательство последнего утверждения приведено в работе [13]. Для степенной зависимости со значением  $n$ , не совпадающим с 1, значение  $m$  определяем по уравнению (4). Таким образом, двум ключевым значениям показателя скоростной чувствительности напряжения деформации (1 и 1/2) соответствуют логарифмическая и линейная зависимости усилия от времени соответственно. При «нестандартных» значениях  $m$  зависимость становится степенной и  $m$  может быть определена непосредственно по формуле (4).

В данном случае величины деформации и скорости деформации материала определяются по усилию реакции образца и зависимость усилия от времени является единственным регистрируемым параметром. Таким образом, после построения кривой релаксации и определения характера зависимости усилия от времени на датчике испытательной машины (что выполняется с помощью любой из программ аппроксимации – вплоть до Excel) можно определить показатель степени зависимости скорости деформации от напряжения без непосредственного вычисления значений деформации и напряжения.

Преимуществами данной методики являются отсутствие необходимости непосредственного определения разностей весьма малых перемещений при измерении скорости ползучести и возможность использования схем нагружения, которые отличаются

от растяжения. Единственным ограничением при выборе схемы испытаний является необходимость обеспечения линейности для связи «напряжение–деформация». Последнее позволяет использовать метод испытания на изгиб для керамических образцов, что существенно ускоряет и удешевляет эксперимент. Дополнительным преимуществом способа определения значений  $m$  путем анализа кривой релаксации являются малые деформации, претерпеваемые материалом при эксперименте, что снижает влияние деформационной предыстории на свойства испытуемого материала. Следует отметить, что методически близкое описание подобных способов «обратного» определения трудноизмеряемого параметра с анализом зависящей от него функции и с исключением эффекта нарастания ошибок по механизму «разности близких значений» опубликовано в работах [14, 15], где подобным образом проводилось высокоточное определение реальных импульсов ракетных двигателей в условиях полета, что чрезвычайно трудно осуществить прямыми методами.

*Пример применения методики.* Получены опытные образцы ранее разработанного керамического композиционного материала на основе муллита, дисперсноупрочненного ЧСДЦ (диоксид циркония, частично стабилизированный оксидом иттрия), состава  $(2Al_2O_3 \cdot 2SiO_2) + 10\% ZrO_2$  [11]. Материал получен спеканием из соосажденных порошков оксидов, образцы для испытаний вырезаны из спеченных блоков алмазным кругом и обработаны шлифовкой свободным абразивом с использованием корундовых порошков.

На поверхности образцов керамического композиционного материала методом рентгенофазового анализа обнаружены следующие фазы: корунд,  $t-ZrO_2$  и  $m-ZrO_2$ .

По данной методике проанализированы кривые высокотемпературной релаксации керамики на основе муллита, содержащей оксид циркония. Испытания проводили по схеме четырехточечного изгиба. Образцы – достаточно тонкие, длиной 50 мм и высотой <2,25 мм, при отношении высоты к пролету – более 22 (рис. 1). Испытания проводили на разрывной машине Instron 5882 с высокотемпературной камерой. При статическом изгибе для исследуемых керамических композиционных материалов получали кривые релаксации напряжений, возникающих в материале при заданной постоянной величине деформации. Необходимо отметить, что современные испытательные машины типа Instron 5882 позволяют фиксировать значения напряжений релаксации с высокой точностью.



Рис. 1. Внешний вид образца композиционного материала для механических испытаний

На рис. 2 представлены микроструктуры высокотемпературного излома образца исследуемой керамики со сканирующего электронного микроскопа (СЭМ). Структура характеризуется наличием пластинчатых кристаллов муллита (толщина пластин 3–8 мкм, длина до 50–70 мкм), разрушающихся интеркристаллитно, и тонкодисперсной смеси муллита и оксида циркония с межкристаллитным разрушением.

На рис. 3 представлены кривые релаксации в материале  $(2Al_2O_3 \cdot 2SiO_2) + 10\% ZrO_2$  под нагрузкой при температуре 1200 °С при изотермической выдержке 1 ч и без нее и при температуре 1300 °С с изотермической выдержкой 1 ч.

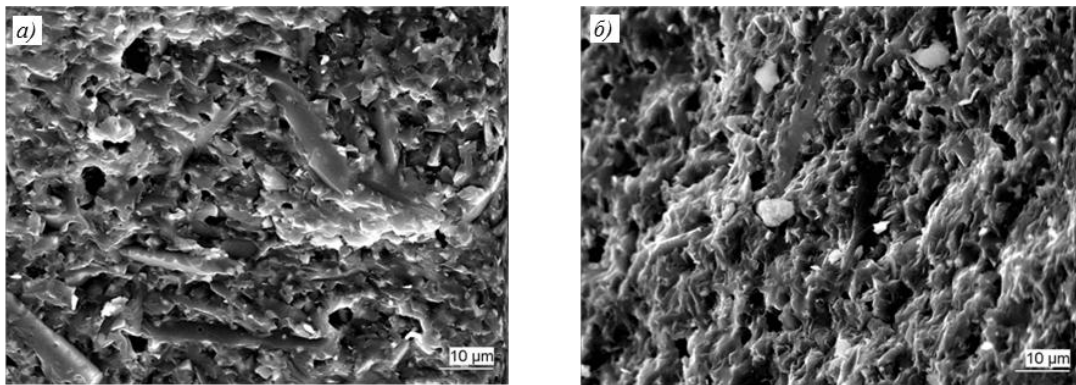


Рис. 2. Микроструктуры (СЭМ) высокотемпературного излома образца исследуемой керамики при направлении просмотра перпендикулярно поверхности (а) и под углом (б)

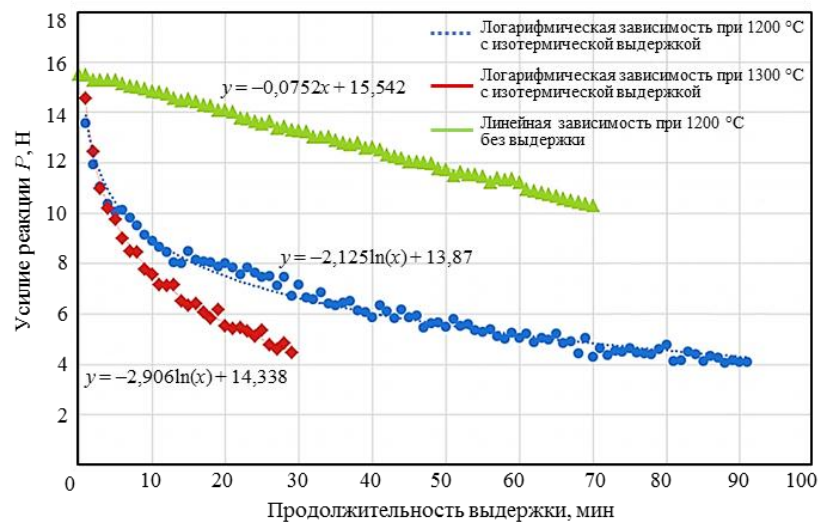


Рис. 3. Кривые релаксации в материале  $(2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2) + 10\% \text{ZrO}_2$  под нагрузкой при температурах 1200 (●, ▲) и 1300 °C (◆) с изотермической выдержкой 1 ч (●, ◆) и без нее (▲)

Начальное напряжение в образце соответствовало 60% от предела статической прочности композита при температуре испытания. Такое значение напряжения приводит к достаточно быстрому началу развития ползучести в материале. Обработка по описанной методике полученных данных о релаксации подвергнутых отжигу при температуре испытания (1200–1300 °C) дисперсноупрочненных материалов «муллит–ЧСДЦ» при содержании оксида циркония 10% (по массе) показала, что их с точностью до ошибки опыта можно описать логарифмическими зависимостями, что свидетельствует о том, что основной вклад в процесс релаксации вносит объемная диффузия с развитием вязкого течения в материале.

Все полученные кривые (в зависимости от термомеханической предыстории испытываемых образцов) можно представить либо экспоненциальной, либо линейной зависимостью с высокими коэффициентами корреляции. Однако отмечено, что механизм пластической деформации стандартных образцов, подвергнутых изотермической выдержке в течение 1 ч перед началом испытаний на релаксацию, отличается от аналогичного механизма для образцов, не подвергнутых выдержке. В условиях отсутствия изотермической выдержки фактор  $m$  становится равным 0,5, т. е. пластическая деформация развивается за счет зернограничного скольжения. Указанный механизм предположительно инициируется в момент совпадения начала нагружения с процессом фазового перехода моноклинной модификации  $\text{ZrO}_2$  в тетрагональную в поверхностных слоях неотожженного материала с изменением объема фазы  $\text{ZrO}_2$ .

Ползучесть, развивающаяся по механизму зернограничного скольжения, зародившись на поверхности образца, далее распространяется на весь деформируемый объем.

В процессе изотермической выдержки до нагружения фазовый переход завершается по всему объему материала, а механизм пластической деформации сменяется с зернограничного скольжения на механизм объемной диффузии (фактор  $m$  становится равным 1). При этом степень корреляции для линейных релаксационных зависимостей ( $m=0,5$  – зернограничное скольжение, «сверхпластичность») не ниже, чем для классических экспоненциальных зависимостей, соответствующих псевдовязкому течению. Регулярно упоминаемых в научных работах по механизмам пластического течения «промежуточных» значений  $m$  (отличающихся от 1 и 0,5) не обнаружено ни разу, что может свидетельствовать о том, что в ряде случаев подобные значения показателя скоростной чувствительности являются следствием неточности методически нестабильного эксперимента.

### Результаты и обсуждение

Несомненным преимуществом рассмотренной ранее методики является то, что снятие полной кривой зависимости параметра  $m$  от напряжения в широкой области напряжений производится на одном образце в одном опыте, что устраняет неизбежно существующий разброс параметров образцов и условий проведения испытаний, а также существенно сокращает продолжительность эксперимента. Кроме того, непрерывность измерений целевого параметра обеспечивает более точную фиксацию параметров точки изменения механизма течения.

Еще одним преимуществом является использование для определения показателя скоростной чувствительности напряжения ( $m$ ) наиболее точных и стабильных из имеющихся на испытательных машинах датчиков: времени и усилия, и, как следствие, отсутствие влияния механических характеристик приводов машины на точность результата, что дает возможность проведения испытаний на машинах с ограниченными механическими возможностями.

В качестве недостатка методики можно отметить, что строгое определение параметров ползучести требует проведения испытаний при постоянной скорости деформации, а в предлагаемой методике она переменная. Однако с учетом достаточно низких значений абсолютных скоростей при подобных испытаниях, полученные результаты можно считать достаточно приближенными к реальным значениям. Кроме того, проверку достоверности полученной зависимости  $m$  от напряжения возможно провести с помощью контрольных опытов по определению скоростей деформации традиционными методами на границах выявленных характерных интервалов.

Существенным аргументом в пользу достоверности результатов, полученных данным методом, является значение величины  $m$ , с высокой точностью совпадающее с теоретическими для тех или иных механизмов течения.

### Заключения

Предложен способ определения скоростной чувствительности напряжения деформации при высокотемпературной ползучести, существенно более быстрый и менее аппаратоемкий, чем существующие. Практическая проверка применимости новой методики показала, что получаемые с ее помощью результаты с высокой точностью совпадали с значениями, теоретически предсказанными для наиболее типичных механизмов пластического течения [12]. Высокая корреляция полученного для режима зернограничного скольжения показателя скоростной чувствительности напряжения деформации с  $m=1/2$  свидетельствует о том, что рассмотренная методика вполне применима и для испытаний на изгиб, даже если характер течения материала отличается от вязкого. Данный вывод не является очевидным, так как нелинейность

зависимости скорости течения от напряжения приводит к перераспределению напряжений по высоте сечения и, как следствие, к изменению эффективного момента сопротивления сечения. Однако, как показала практическая проверка, при малых деформациях погрешность, вносимая этим эффектом, оказалась меньше чувствительности используемого прибора. Кроме того, отсутствие среди полученных значений  $m$  величин, отличающихся от 1 и 1/2, дает возможность сделать вывод, что по крайней мере некоторые из «неправильных» значений  $m$ , полученных в экспериментах, являются результатами экспериментальных либо методических ошибок.

#### Библиографический список

1. Каблов Е.Н. России нужны материалы нового поколения // Редкие земли. 2014. №3. С. 8–13.
2. Каблов Е.Н. На перекрестке науки, образования и промышленности // Эксперт. 2015. №15 (941). С. 49–53.
3. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
4. Гращенков Д.В. Стратегия развития неметаллических материалов, металлических композиционных материалов и теплозащиты // Авиационные материалы и технологии. 2017. №S. С. 264–271. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-264-271.
5. Варрик Н.М., Ивахненко Ю.А., Максимов В.Г. Оксид-оксидные композиционные материалы для газотурбинных двигателей (обзор) // Труды ВИАМ: электрон. науч.-техн. журн. 2014. №8. Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 30.05.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-8-3-3.
6. Басаргин О.В., Кольшев С.Г., Щетанов Б.В., Щеглова Т.М. Особенности высокотемпературных испытаний при изгибе образцов из композиционного материала с матрицей на основе Nb // Труды ВИАМ: электрон. науч.-техн. журн. 2015. №5. Ст. 11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 30.05.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-5-11-11.
7. Гращенков Д.В., Бабашов В.Г., Максимов В.Г., Басаргин О.В., Кольшев С.Г. Релаксация напряжений в керамике муллит–ZrO<sub>2</sub> при высоких температурах // Стекло и керамика. 2016. №6. С. 12–14.
8. Гращенков Д.В., Ломовской В.А., Басаргин О.В., Балинова Ю.А., Бабашов В.Г., Максимов В.Г., Кольшев С.Г. Исследование диссипативных процессов методами статической и динамической механической релаксации в полидисперсной керамике на основе муллита, упрочненного диоксидом циркония // Вестник РФФИ. 2015. №1 (85). С. 47–53.
9. Максимов В.Г., Басаргин О.В., Щеглова Т.М., Никитина В.Ю. О проявлении сверхпластичности в полидисперсной керамике муллит–оксид циркония с размером кристаллов более 10 мкм // Труды ВИАМ: электрон. науч.-техн. журн. 2013. №6. Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 30.04.2019).
10. Способ получения порошка керамического композиционного материала: пат. 2292320 Рос. Федерация. №2005125772/03; заявл. 15.08.05; опубл. 27.01.07.
11. Способ получения керамического изделия: пат. 2486159 Рос. Федерация. №2011125560/03; заявл. 22.06.11; опубл. 27.12.12.
12. Чумаченко Е.Н., Смирнов О.М., Цепин М.А. Сверхпластичность: материалы, теория, технологии. 2-е изд. М.: Либроком, 2009. 320 с.
13. Малкин А.Я., Исаев А.И. Реология. Концепции, методы, приложения. М.: Профессия, 2007. С. 60.
14. Морской И.М., Симонов А.В. Баллистическое обеспечение разработки и полетов межорбитального космического буксира «Фрегат» // Вестник НПО им. С.А. Лавочкина. 2014. №1 (22). С. 10–15.
15. Киренков В.В., Микитенко В.Г., Сирош А.Н. Определение фактических значений удельного импульса маршевых двигателей разгонных блоков ДМ как типовая обратная задача // Космическая техника и технологии. 2018. №1 (20). С. 75–81.