

3. Hannink R. H. J., Kelly P. M., Muddle B. C. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics //Journal of the American Ceramic Society. – 2000. – Т. 83. – №. 3. – С. 461-487
4. Pompidou S., Lamon J. Analysis of crack deviation in ceramic matrix composites and multilayers based on the Cook and Gordon mechanism //Composites science and technology. – 2007. – Т. 67. – №. 10. – С. 2052-2060
5. ASTM C. Splitting tensile strength of cylindrical concrete specimens. – 2003.

## **ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ КОМПОЗИТНОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ $ZrO_2$ И НАНОВОЛОКОН $Al_2O_3$ ПРИ СВОБОДНОМ СПЕКАНИИ**

*О.С. ТОЛКАЧЁВ, А.А. ЛЕОНОВ, Т.Р. АЛИШИН, В.Д. ПАЙГИН*

Томский политехнический университет

E-mail: [tolkachev@tpu.ru](mailto:tolkachev@tpu.ru)

Керамические композитные материалы на основе диоксида циркония и оксида алюминия, сочетая в себе достоинства исходных компонентов, а именно, сопротивление воздействию высоких температур и агрессивных химических сред, высокие прочностные свойства, биологическую совместимость, находят применение в различных областях. Обычно, исходными компонентами для изготовления таких композитов являются порошки различной дисперсности. В результате формируется структура с близкими к равноосной форме зёрнами. Использование наноразмерных порошковых материалов помогает получить керамику с меньшим зёрном, что, как правило, сопровождается увеличением прочностных свойств. Также, в производстве композиционных керамических материалов применяются методы армирования матрицы различным типом волокон. Армирующие волокна диссипируют энергию приложенной нагрузки на процессы растрескивания, отслоения и вытягивания в процессе разрушения керамической матрицы, что улучшает прочность и вязкость разрушения таких композитов [1].

Целью настоящей работы является изучение формирования структуры керамических композитов на основе наноразмерных порошка  $ZrO_2$  ( $Y_2O_3$ ) и волокон  $Al_2O_3$ .

В качестве материала керамической матрицы использовали наноразмерный порошок частично стабилизированного иттрием диоксида циркония  $ZrO_2+3$  моль.%  $Y_2O_3$  (TZ-3YS, Tosoh). Наполнителем являлся нановолокнистый  $Al_2O_3$  (Fibrall, OCSiAl) полученный методом жидкофазного каталитического окисления алюминия молекулярным кислородом при температуре 820 оС.

При исследовании структуры исходных компонентов методами РФА и РСТА установлено, что порошке TZ-3YS присутствуют тетрагональная (65.8 %) и моноклинная модификации  $ZrO_2$  (34.2 %) с размерами ОКР 50 нм и 26 нм, соответственно. Структура исследуемых волокон соответствует орторомбической [1], средний размер ОКР равен 13 нм. Диаметр волокон, по результатам ПЭМ составляет ~15 нм, а их длина превышает ~1 мкм. Отжиг волокон при 1200 °С сопровождается фазовым переходом их в  $\alpha$ -оксид алюминия.

Для сохранения морфологии волокон, перемешивание исходных компонентов в массовом соотношении 95 TZ-3YS/ 5  $Al_2O_3$  проводили в этиловом спирте с использованием магнитной мешалки и диспергирования в ультразвуковой ванне.

Образцы изготавливали методом одноосного одностороннего прессования в стальной цилиндрической пресс-форме диаметром 14 мм на гидравлическом испытательном прессе при давлении 100 МПа. Прессовали исходный порошок TZ-3YS и его смесь с волокнами. Плотность после прессования в обоих случаях составляет 44 %.

Свободное спекание образцов проводили в высокотемпературной печи Nabertherm LHT 02/18 на воздухе при скорости изменения температуры 200 °С/ч. с изотермической

выдержкой 18 ч. при температуре 1350 °С. Относительная плотность образцов TZ-3YS после спекания равна 84,5 %, тогда как для исследуемой смеси плотность составляет 93 %. Интенсификация процесса спекания обусловлена более высокой активностью метастабильных волокон  $Al_2O_3$  относительно TZ-3YS.

Спекание сопровождается увеличением относительного содержания тетрагональной фазы диоксида циркония. Изучение структуры композитов методом ПЭМ свидетельствует о формировании зерен  $Al_2O_3$  сложной формы (рис. 1. а, б). Границы зерен, являясь дефектом кристаллической структуры, обладают более низкой прочностью чем зерно. Формирование зерен неравноосной сложной формы с структуре композиционной керамики может изменить характер разрушения, что является объектом дальнейших исследований.

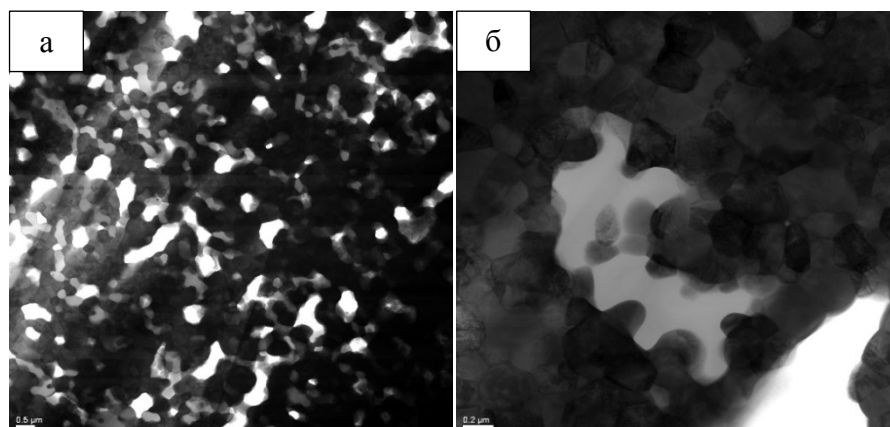


Рисунок 1 – Структура композитной керамики по данным ПЭМ. температура 1350 °С, продолжительность спекания - 18 ч.,  $\rho=93\%$

В местах локального скопления волокон формируются зерна  $Al_2O_3$  равноосной формы (рисунок 2). Задачу равномерного распределения волокон в объеме исходного порошка возможно решить с применением более мощного диспергирующего воздействия в сочетании с поверхностно-активными веществами.

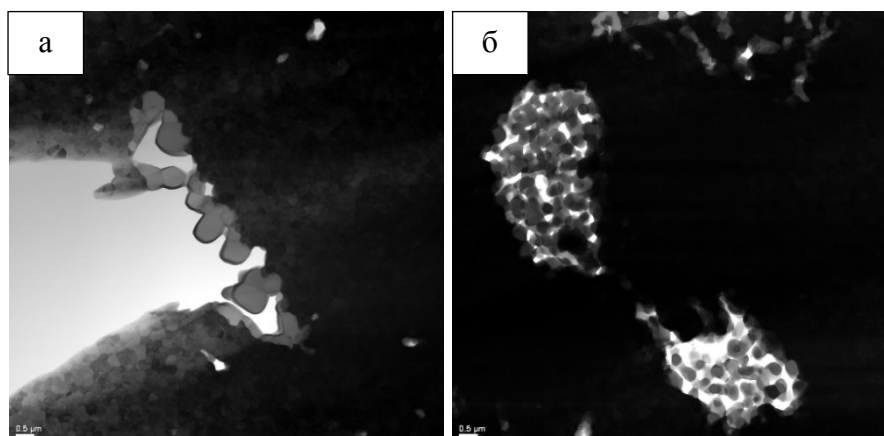


Рисунок 2 - Структура композитной керамики по данным ПЭМ. температура 1350 °С, продолжительность спекания - 18 ч.,  $\rho=93\%$

*Работа выполнена в рамках проекта РФФИ № 18-33-00763 мол\_а.*

#### **Список литературы**

1. Muhammad A., Jamil A., Mazhar M. Influence of  $Al_2O_3$  whisker concentration on flexural strength of  $Al_2O_3(w)-ZrO_2$  (TZ-3Y) composite // *Ceramics International*, Vol. 38, No. 8, 2012. pp. 6517-6523.

2. Kovarik L., Bowden M., Genc , Szanyi J. J., Peden C. Structure of  $\alpha$ -alumina: Toward the atomic level understanding of transition alumina phases // J. Phys. Chem. C, Vol. 118 (31), 2014. pp. 18051-18058.

## ДВУСТОРОННИЙ ЭФФЕКТ ПАМЯТИ ФОРМЫ В [001]-МОНОКРИСТАЛЛАХ $\text{Ni}_{49}\text{Fe}_{18}\text{Ga}_{27}\text{Co}_6$ , СОСТАРЕННЫХ В $L1_0$ -МАРТЕНСИТЕ ПОД НАГРУЗКОЙ

*А.Б.ТОХМЕТОВА, Н.Г.ЛАРЧЕНКОВА*

Национальный исследовательский Томский государственный университет

E-mail: [Aida-tx@mail.ru](mailto:Aida-tx@mail.ru)

В последние десятилетия большое внимание исследователей направлено на изучение термоупругих мартенситных превращений (МП) в ферромагнитных сплавах, и связанных с ними эффектов памяти формы (ЭПФ) и сверхэластичности (СЭ). Ярким представителем таких материалов являются сплавы на основе NiFeGa(Co), которые благодаря способности преобразования тепловой и магнитной энергии в механическую работу могут найти широкое применение при изготовлении датчиков, актюаторов, генераторов, микропинцетов, микроклапанов и т.д. Известным аналогом сплава NiFeGa(Co) являются сплавы Ni<sub>2</sub>MnGa, однако эти материалы являются циклически нестабильными и хрупкими, и не находят широкого применения [1]. Ферромагнитные сплавы NiFeGa(Co) являются более прочными и пластичными. Для получения магнитоиндуцируемой деформации в сплавах NiFeGa(Co) необходимо создать внутренние поля напряжений, которые способствуют возникновению благоприятно ориентированного варианта мартенсита, что сопровождается обратимой деформацией в циклах охлаждение/нагрев в свободном состоянии, т. е. наблюдается двусторонний эффект памяти формы (ДЭПФ). Создать условия для проявления ДЭПФ можно за счёт термоциклирования под нагрузкой через интервал МП, старения в аустените и в мартенсите под нагрузкой (СМН). В работах [2, 3] показана высокая эффективность СМН для наведения ДЭПФ. Однако ранее влияние СМН на ДЭПФ в сплаве Ni<sub>49</sub>Fe<sub>18</sub>Ga<sub>27</sub>Co<sub>6</sub> исследовано не было. Поэтому целью данной работы является исследование ДЭПФ в исходных и закаленных монокристаллах сплава Ni<sub>49</sub>Fe<sub>18</sub>Ga<sub>27</sub>Co<sub>6</sub>, состаренных в L1<sub>0</sub>-мартенсите под нагрузкой.

Монокристаллы выращены методом Бриджмена в атмосфере инертного газа. Образцы вырезаны на электроискровом станке в форме прямоугольного параллелепипеда размером 3×3×6 мм<sup>3</sup> (a = b = 3 мм, c = 6 мм). Для исследования влияния СМН на ДЭПФ выбраны монокристаллы в двух структурных состояниях: после роста (исходные) – (L2<sub>1</sub> +  $\gamma$ )-кристаллы и закаленные от T = 1448 К, 1 ч – В2-кристаллы. СМН проводилось на установке Instron 5969. Механические испытания по исследованию ДЭПФ осуществлялись на установке ИМРС-1, погрешность измерения деформации которой не превышает 0,3 %.

Исследование методом оптической металлографии показали, что высокотемпературная фаза в монокристаллах Ni<sub>49</sub>Fe<sub>18</sub>Ga<sub>27</sub>Co<sub>6</sub> после роста имеет L2<sub>1</sub>-структуру, которая при охлаждении/нагреве может переходить в 14M–L1<sub>0</sub>-мартенсит. Также в монокристаллах после роста наблюдаются частицы  $\gamma$ -фазы размером до 250 мкм. Благодаря высокотемпературному отжигу при температуре, превышающей температуру «порядок-беспорядок» (~ 975 К), высокотемпературная фаза с L2<sub>1</sub>-структуры изменяется на В2-структуру, которая при изменении температуры и приложении нагрузки может сразу перейти в L1<sub>0</sub>-мартенсит [4]. В В2-кристаллах частицы  $\gamma$ -фазы отсутствуют.

Для получения максимальной величины ДЭПФ на монокристаллах Ni<sub>49</sub>Fe<sub>18</sub>Ga<sub>27</sub>Co<sub>6</sub> проведено СМН вдоль [110]-направления, рисунок 1 а. СМН приводит к стабилизации варианта L1<sub>0</sub>-мартенсита, который вызывает уменьшение размера образца вдоль <110>-