



# Influence of nanopowder sintering technology on crack resistance of tetragonal zirconium dioxide

E. E. Deryugin<sup>†,1</sup>, N. A. Narkevich<sup>1</sup>, I. A. Danilenko<sup>2</sup>, G. V. Lasko<sup>3</sup>, S. Schmauder<sup>3</sup>

<sup>†</sup>dee@ispms.tsc.ru

<sup>1</sup>Institute of Strength Physics and Materials Science of the SB RAS, Tomsk, 634055, Russia

<sup>2</sup>Donetsk Institute for Physics and Engineering NAS of Ukraine, Kiev, 03028, Ukraine

<sup>3</sup>Institute for Materials Testing, Materials Science and Strength of Materials (IMWF), University of Stuttgart, Stuttgart, 70569, Germany

The effect of various technological conditions of the preparation of samples from  $ZrO_2$  ceramics stabilized by various additives of yttrium oxide  $Y_2O_3$  on the fracture toughness of the material has been investigated. Various modes of sintering of samples obtained by the method of co-deposition of nanopowders of zirconium dioxide  $ZrO_2$  and yttrium oxide  $Y_2O_3$  were performed. An original technique for calculating the critical stress intensity factor from the test data of double cantilever beam specimens with a chevron notch by the wedging method is described. A characteristic feature of the loading diagrams for ceramics based on zirconium dioxide stabilized by additives of yttrium oxide is the presence of a stage of inelastic deformation, which develops without cracking. The mechanism of inelastic deformation is based on the phase transition of the tetragonal modification to the monoclinic modification of the crystal structure. For each mode, the values of fracture toughness characteristics are determined. Ceramics with the composition  $ZrO_2 + 3 \text{ mol\% } Y_2O_3$  ( $K_{lc} = 6.86 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ ) exhibit the maximum crack resistance at a sintering temperature  $T_{sint} = 1500^\circ\text{C}$  for an hour. Deviation from the composition of 3 mol%  $Y_2O_3$  reduces the fracture toughness. The increase in fracture toughness is favored by the grinding of the powder in a planetary mill. It is generally accepted that mechanical stresses arising at the top of a growing microcrack cause all round compression stresses, since the phase transformation is accompanied by an increase in the unit cell volume by 4%. This stabilizes the microcrack, slowing down its growth. This point of view was confirmed due to the well-known fact that when zirconium dioxide is cooled from  $950^\circ\text{C}$  to room temperature during the  $t \rightarrow m$  transition, microcracks are intensively formed in the bulk of the material. However, when wedging a two-cantilever specimen with a chevron notch, the probability of the formation of compression stresses is small. This is also evidenced by the absence of cracking throughout the inelastic stage of material deformation. In the fine-crystalline structure of zirconium ceramics under loading, favorable conditions arise for the relaxation of shear stresses through the  $t \rightarrow m$  transition.

**Keywords:** yttria-stabilized tetragonal zirconia, stress intensity factor, double cantilever beam specimen, chevron notch, energy release rate, wedge splitting.

УДК: 620.1

# Влияние технологии спекания нанопорошков на трещиностойкость тетрагонального диоксида циркония

Дерюгин Е. Е.<sup>†,1</sup>, Наркевич Н. А.<sup>1</sup>, Даниленко И. А.<sup>2</sup>, Ласко Г. В.<sup>3</sup>, Шмаудер З.<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, 634055, Россия

<sup>2</sup>Донецкий физико-технический институт им. А. А. Галкина НАН Украины, Киев, 03028, Украина

<sup>3</sup>Институт испытаний материалов, материаловедения и прочности материалов, Штутгартский университет, Штутгарт, 70569, Германия

Исследовано влияние различных технологических условий приготовления образцов из керамики  $ZrO_2$ , стабилизированной различными добавками оксида иттрия  $Y_2O_3$ , на трещиностойкость материала. Произведены различные режимы спекания образцов, полученных методом совместного осаждения нанопорошков диоксида циркония  $ZrO_2$  и оксида иттрия  $Y_2O_3$ . Описана оригинальная методика расчета критического коэффициента

интенсивности напряжений по данным испытаний двухконсольных образцов с шевронным надрезом методом расклинивания. Характерной особенностью диаграмм нагружения керамики на основе диоксида циркония, стабилизированных добавками оксида иттрия, является наличие стадии неупругой деформации. Неупругая стадия развивается без образования трещин. В основе механизма неупругой деформации лежит фазовый переход тетрагональной модификации в моноклинную модификацию кристаллической структуры. Для каждого режима определены значения характеристик трещиностойкости. Максимальную трещиностойкость проявляет керамика состава  $ZrO_2 + 3 \text{ мол\% } Y_2O_3$  ( $K_{Ic} = 6.86 \text{ МПа}\cdot\text{м}^{1/2}$ ) при температуре спекания  $T_{\text{спек}} = 1500^\circ\text{C}$  в течение часа. Отклонение от состава 3 мол%  $Y_2O_3$  уменьшает показатели трещиностойкости. Повышению трещиностойкости благоприятствует измельчение порошка на планетарной мельнице. Принято считать, что возникающие у вершины растущей микротрецины механические напряжения вызывают напряжения всестороннего сжатия, поскольку фазовая трансформация сопровождается увеличением объема элементарной ячейки на 4%. Это стабилизирует микротрецию, замедляя ее рост. Такая точка зрения утверждалась благодаря известному факту, что при охлаждении диоксида циркония от  $950^\circ\text{C}$  до комнатной температуры в процессе  $t \rightarrow m$  перехода в объеме материала происходит интенсивное образование микротреций. Однако при расклинивании двухконсольного образца с шевронным надрезом вероятность образования напряжений сжатия мала. Об этом же свидетельствует и отсутствие трещинообразования на всем протяжении неупругой стадии деформации материала. В мелкокристаллической структуре циркониевой керамики при нагружении возникают благоприятные условия для релаксации сдвиговых напряжений путем  $t \rightarrow m$  перехода.

**Ключевые слова:** стабилизированный иттрием тетрагональный диоксид циркония, коэффициент интенсивности напряжений, двухконсольный образец, шевронный надрез, скорость высвобождения энергии, расклинивание.

## 1. Введение

Предел применимости чистого диоксида циркония связан с полиморфным переходом от тетрагональной ( $t$ ) к моноклинной ( $m$ ) модификации кристаллической структуры, который происходит при  $950^\circ\text{C}$  при охлаждении и сопровождается деформацией сдвига 0.16 и объемным расширением до 4% [1–4]. Это изменение формы приводит к катастрофическому разрушению и, следовательно, к структурной ненадежности компонентов конструкции. Однако исследования показали, что путем модифицирования структуры материала существует возможность управления трансформацией  $t-m$  с целью улучшения свойств инженерной керамики. Добавление определенного количества оксидов металлов позволяет стабилизировать тетрагональную структуру керамики до комнатной температуры. Это существенно повышает трещиностойкость керамики на основе  $ZrO_2$  по сравнению с другими керамиками. Основная цель изготовления материала, упрочненного трансформацией керамики (TTC) (the transformation toughened ceramic), это получение и удержание метастабильной фазы  $t\text{-}ZrO_2$ , которая под влиянием внешнего приложенного напряжения превращается в  $m\text{-}ZrO_2$  при близкой к комнатной температуре. Принято считать, что в керамике, содержащей подходящее количество метастабильного  $t\text{-}ZrO_2$ , в поле напряжения трещины активируются  $t-m$  преобразование (the stress-induced  $t-m$  transformation). В результате у вершины трещины возникает состояние сжатия, препятствующее распространению трещины. В связи с этим, так называемым эффектом трансформационного упрочнения, возрос интерес исследователей к получению новых экспериментальных данных с целью выяснения и уточнения механизмов, ответственных за повышенную трещиностойкость керамических материалов [5–7].

В данной работе исследовано влияние различных технологических условий приготовления образцов из керамики  $ZrO_2$ , стабилизированной добавкой оксида иттрия  $Y_2O_3$ , на трещиностойкость материала. Рассмотрены особенности диаграмм нагружения двухконсольных образцов с шевронным надрезом, испытанных методом расклинивания.

## 2. Материал и метод расчета трещиностойкости

Объектами исследования выбраны образцы, полученные методом совместного осаждения нанопорошков диоксида циркония  $ZrO_2$  и оксида иттрия  $Y_2O_3$  в количестве 3, 4 и 8 мол%. Далее порошки прокаливали (calcination) при температуре  $T_{\text{спек}} = 900^\circ\text{C}$  и измельчали в планетарной мельнице в течение 4 часов, для устранения агломератов и активации поверхности частиц. Затем порошки подвергали прессованию в условиях высокого гидростатического давления  $P_{\text{press}}$  и спекали при температурах  $T_{\text{спек}} = 1420, 1500$  и  $1600^\circ\text{C}$ , благоприятных для формирования метастабильной тетрагональной фазы [8]. Конкретные режимы спекания приведены в Табл. 1.

Выбор материала обусловлен следующими причинами.

Малые концентрации оксида иттрия не приводят к формированию 100% тетрагональной фазы [3, 9–11]. Поэтому они не представляют практического интереса в плане повышения трещиностойкости керамики. При содержании в керамике 8 мол%  $Y_2O_3$  и более в объеме присутствует кубическая и уже отсутствует тетрагональная фаза.

При испытаниях использовали метод расклинивания двухконсольных образцов с шевронным надрезом. На Рис. 1а приведена фотография двухконсольного ке-

рамического образца с шевронным надрезом. Образцы для испытаний имели следующие размеры с точностью до  $\pm 0.2$  мм: толщина образца  $a = 4.5$  мм, ширина каждой консоли  $b = 4.3$  мм, длина образца равна 34 мм, длина надреза до шеврона  $l_0 = 24.2$  мм, угол шеврона  $\alpha = \pi/4$  (Рис. 1b), угол клина  $\beta = 9^\circ$ . Модуль Юнга для керамики принимали равным  $E = 210$  ГПа [12–14]. Толщина надреза не превышала 0.4 мм.

Нагружение образцов производили на испытательной установке Instron 5582 (USA) с поступательным перемещением клина со скоростью 0.05 мм/мин. Перемещение клина на расстояние  $\lambda^*$  обеспечивает смещение концов надреза на величину  $2\lambda = 2\tg(\beta/2)\lambda^*$ .

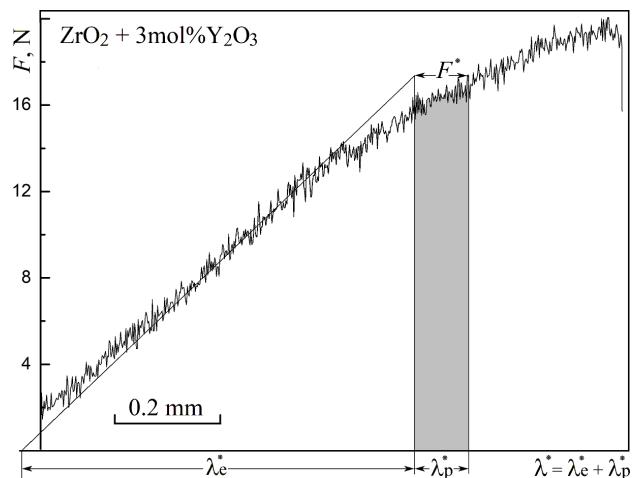
В общем случае смещение концов надреза  $\lambda$  является суммой упругого  $\lambda_e$  и неупругого  $\lambda_p$  смещений:  $\lambda = \lambda_e + \lambda_p$ . В связи с этим смещение клина тоже можно разделить на две аналогичных части:  $\lambda^* = \lambda_e + \lambda_p^*$ , где упругая часть  $\lambda_e^*$  связана с упругим смещением концов надреза  $2\lambda_e = 2\tg(\beta/2)\lambda_e^*$ . Следовательно, упругий прогиб отдельной консоли двухконсольного образца равен

$$\lambda_e = \tg(\beta/2)\lambda_e^*. \quad (1)$$

На Рис. 2 представлена экспериментальная диаграмма нагружения «Сила давления на клин  $F$  - смещение клина  $\lambda^*$ » керамики  $\text{ZrO}_2 + 3 \text{ мол\% Y}_2\text{O}_3$ . На уровне

силы давления на клин  $F^*$  смещение клина  $\lambda^*$  делится на упругую  $\lambda_e^*$  и неупругую  $\lambda_p^*$  часть (неупругая часть выделена серым цветом).

Энергетической характеристикой трещиностойкости материала является максимальная скорость высвобождения энергии (energy release rate) при распространении трещины, или удельная энергия разрушения (УЭР).

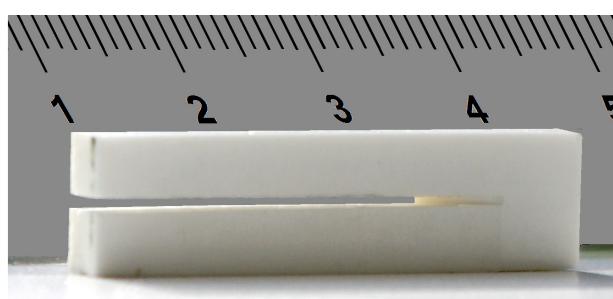


**Рис. 2.** Диаграмма нагружения « $F-\lambda^*$ » керамики  $\text{ZrO}_2 + 3 \text{ мол\% Y}_2\text{O}_3$ .  
**Fig. 2.** Loading diagram “ $F-\lambda^*$ ” of  $\text{ZrO}_2 + \text{ZrO}_2 + 3 \text{ mol\% Y}_2\text{O}_3$ .

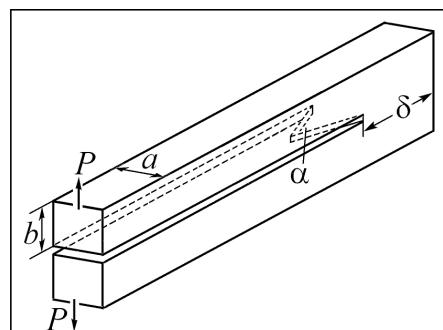
**Табл. 1.** Состав, режимы спекания и трещиностойкость материалов.

**Table 1.** Composition, sintering regimens and crack resistance of materials.

№	Состав Composition	Измельчение Milling	$T_{\text{cal}}$ , [°C]	$P_{\text{press}}$ , [МПа] $P_{\text{press}}$ , [MPa]	$T_{\text{sint}}$ , [°C]	Время [ч] Time [h]	$K_{\text{ic}}$ [МПа · м <sup>1/2</sup> ] $K_{\text{lc}}$ [MPa · m <sup>1/2</sup> ]
1	$\text{ZrO}_2 + 3 \text{ мол\% Y}_2\text{O}_3$ $\text{ZrO}_2 + 3 \text{ mol\% Y}_2\text{O}_3$	измельчен milling	900	300	1500	1	6.86
2	$\text{ZrO}_2 + 3 \text{ мол\% Y}_2\text{O}_3$ $\text{ZrO}_2 + 3 \text{ mol\% Y}_2\text{O}_3$	измельчен milling	900	300	1600	1	6.35
3	$\text{ZrO}_2 + 3 \text{ мол\% Y}_2\text{O}_3$ $\text{ZrO}_2 + 3 \text{ mol\% Y}_2\text{O}_3$	измельчен milling	900	300	1420	5	5.35
4	$\text{ZrO}_2 + 3 \text{ мол\% Y}_2\text{O}_3$ $\text{ZrO}_2 + 3 \text{ mol\% Y}_2\text{O}_3$	не измельчен no milling	900	300	1500	1	5.13
5	$\text{ZrO}_2 + 4 \text{ мол\% Y}_2\text{O}_3$ $\text{ZrO}_2 + 4 \text{ mol\% Y}_2\text{O}_3$	измельчен milling	1000	400	1500	1	3.92
6	$\text{ZrO}_2 + 8 \text{ мол\% Y}_2\text{O}_3$ $\text{ZrO}_2 + 8 \text{ mol\% Y}_2\text{O}_3$	измельчен milling	700	500	1600	1	2.54
7	$\text{ZrO}_2 + 8 \text{ мол\% Y}_2\text{O}_3$ $\text{ZrO}_2 + 8 \text{ mol\% Y}_2\text{O}_3$	не измельчен no milling	700	500	1600	1	2.26



a



b

**Рис. 1.** Керамический образец (а) и схема образца с шевронным надрезом (б).

**Fig. 1.** Ceramic specimen (a) and schematic of chevron notched specimen (b).

Известна аналитическая формула для вычисления удельной энергии разрушения двухконсольных образцов с прямолинейным надрезом [15]:

$$G = \frac{12P^2(l_0 + \Delta l)^2}{Ea^2b^3}, \quad (2)$$

где  $P$  — сила, приложенная к концу консоли,  $E$  — модуль Юнга,  $b$  — ширина отдельной консоли,  $a$  — толщина консоли (толщина образца),  $l_0$  — длина надреза, которая, в сущности, является исходной длиной трещины,  $\Delta l$  — приращение длины надреза  $l_0$  за счет зарождения и распространения трещины в зоне шевронного надреза.

Из теории балок [16–18] вытекает следующая зависимость между внешней силой  $P$ , приложенной к концу консоли длиной  $l = l_0 + \Delta l$ , и упругим прогибом  $l_e$  отдельной консоли:

$$P = \frac{Ea\lambda_e}{4} \left( \frac{b}{l_0 + l} \right)^3, \quad (3)$$

Подставляя выражение (3) для силы прогиба  $P$  в уравнение (2), получим следующее уравнение для удельной энергии разрушения:

$$G = \frac{3Ea\lambda_e^2 b^3}{4(l_0 + l)^4}, \quad (4)$$

В данном представлении УЭР не зависит от ширины образца  $a$ .

Уравнения (1) и (4) удобны тем, что все необходимые параметры для расчета можно взять из эксперимента. В нем нет каких-либо эмпирических коэффициентов или феноменологических зависимостей. Чтобы обеспечить распространение трещины вдоль плоскости надреза использовали образцы не с прямым, а с шевронным надрезом.

В работе [19] показано, что вид уравнения (4) для образцов с шевронным надрезом остается таким же, как и для образцов с прямым надрезом. Отличие заключается только в величине упругого прогиба отдельной консоли  $\lambda_e$ .

В общем случае для прогиба отдельной консоли образца можно записать уравнение

$$\lambda_e = \frac{4}{Ea} \left( \frac{l_0 + l}{b} \right)^3 k, \quad (5)$$

где  $k=1$  для образцов с прямым надрезом. Для образцов с шевронным надрезом, как показано в [19],

$$k = \left[ 2 + \frac{a}{l_0} \operatorname{ctg} \frac{\alpha}{2} \right]^2 \times \left[ \frac{2\Delta l}{a} \operatorname{tg} \frac{\alpha}{2} + \frac{l_0 + l}{l_0} \left( 1 - \frac{2\Delta l}{a} \operatorname{tg} \frac{\alpha}{2} \right) \left( 4 + \frac{a}{l_0} \operatorname{ctg} \frac{\alpha}{2} + \frac{2\Delta l}{l_0} \right) \right]^{-1}. \quad (6)$$

Из уравнений (5) и (6) следует, что при  $\Delta l=0$  упругий прогиб консоли равен

$$\lambda_e = \frac{4P}{Ea} \left( \frac{l_0}{b} \right)^3 = \left[ 2 + \frac{a}{l_0} \operatorname{ctg} \frac{\alpha}{2} \right]^2 \left( 4 + \frac{a}{l_0} \operatorname{ctg} \frac{\alpha}{2} \right)^{-1}. \quad (7)$$

Отсюда находится внешняя сила, приложенная к отдельной консоли двухконсольного образца с шевронным надрезом:

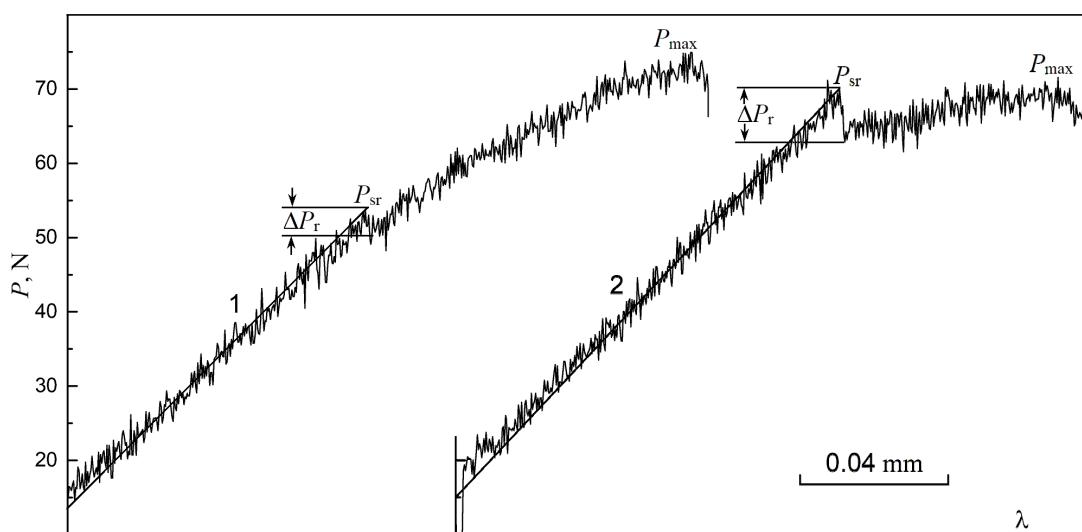
$$P = \frac{Ea\lambda_e}{4} \left( \frac{b}{l_0} \right)^3 \left[ 2 + \frac{a}{l_0} \operatorname{ctg} \frac{\alpha}{2} \right]^{-2} \left( 4 + \frac{a}{l_0} \operatorname{ctg} \frac{\alpha}{2} \right). \quad (8)$$

Для расчета удельной энергии разрушения по данным испытания двухконсольных образцов методом расклинивания вполне достаточно уравнений (1) и (4).

Переход к критическому коэффициенту интенсивности напряжения (КИН) можно осуществить согласно известной зависимости [17,18]  $K_{lc} = [EG_c/(1-v^2)]^{1/2}$ , где  $v=0.3$  — коэффициент Пуассона.

### 3. Результаты

Уравнения (1) и (8) позволяют перейти от диаграмм « $F$ - $\lambda^*$ » к диаграммам « $P$ - $\lambda$ ». Очевидно, что качественный



**Рис. 3.** Диаграммы нагружения  $\text{ZrO}_2 + 3 \text{ мол}\% \text{Y}_2\text{O}_3$ .  
**Fig. 3.** Loading diagrams for  $\text{ZrO}_2 + 3 \text{ mol}\% \text{Y}_2\text{O}_3$ .

вид диаграммы при таком переходе не изменится. Изменяются только масштабы по осям координат.

На Рис. 3 приведены 2 диаграммы (из 6) «Р-λ» керамики  $ZrO_2 + 3 \text{ мол\% } Y_2O_3$ , полученной при спекании неизмельченного порошка. В работе [20] показано, что в процессе деформации податливость (compliance) образца не увеличивается. Следовательно, неупругая стадия деформации связана не со стабильным распространением трещины в зоне шевронного надреза, а с фазовой т-м трансформацией, индуцируемой напряжениями в объеме образца (the stress induced t-m transformation). Поэтому в уравнении (5) считали, что величина  $\Delta l = 0$ .

Характерной особенностью диаграмм нагружения керамики  $ZrO_2 + 3 \text{ мол\% } Y_2O_3$  является четко выраженное начало значительной релаксации действующей на прогиб консолей силы  $P$ . Начало релаксации (старт релаксации  $P_{sr}$ ) определяет конец упругой и начало неупругой деформации керамики. Качественный вид кривых подобен «зубу» и площадке текучести на кривых нагружения плоских образцов поликристаллического железа [21, 22]. Из Рис. 3 видно, что наблюдается сильный разброс от образца к образцу силы  $P_{sr}$ , соответствующей старту релаксации (start of relaxatin).

У кривых с высокими значениями  $P_{sr}$  на стадии неупругой деформации (Рис. 3, кривая 2) сила прогиба изменяется незначительно (в пределах 5 N). Кривые с более низкими значениями  $P_{sr}$  (кривая 1) проявляют явные признаки деформационного упрочнения. Таким образом, качественный ход кривых у образцов на стадии неупругой деформации зависит от величины старта релаксации  $P_{sr}$ .

Сравнение диаграмм показывает, что существует корреляция между  $P_{sr}$  и падением силы  $\Delta P_r$  в момент старт релаксации. С увеличением стarta релаксации  $P_{sr}$  растет и величина релаксации силы  $\Delta P_r$ .

В Табл. 1 приведены значения коэффициентов интенсивности напряжений, рассчитанные с использованием уравнений (1), (4), (7) и (8). Видно, что  $K_{Ic}$  неизмельченной керамики (образец № 4) ниже, чем для измельченной керамики (образец № 1). Существенно и то, что разброс начала стarta релаксации  $P_{sr}$  для измельченной керамики незначителен. При этом качественный вид кривых нагружения подобен виду кривой 1 на Рис. 3.

Следует отметить, что указанной выше четко выраженной стадии нелинейного поведения керамики при испытании на 3-х точечный изгиб в научной литературе не упоминается [23, 24].

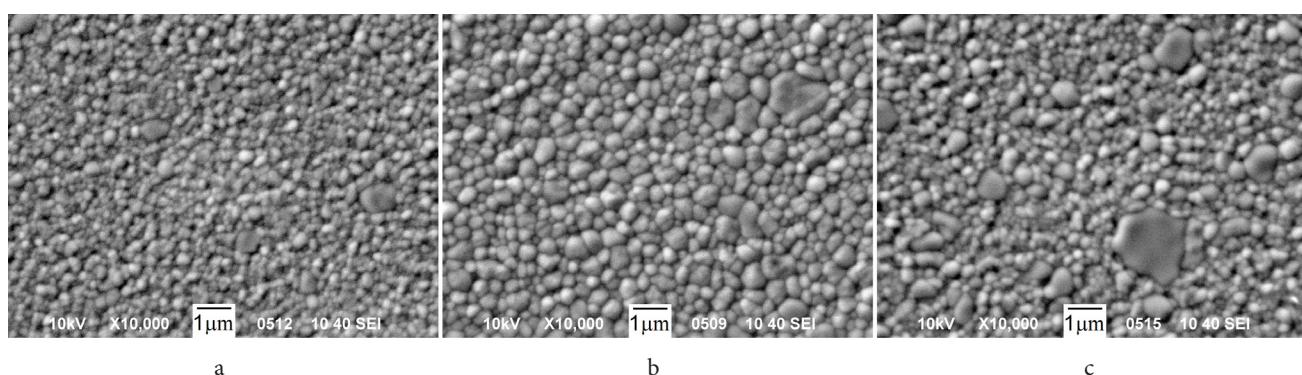
Из Табл. 1 видно, что трещиностойкость материала и значение неупругой составляющей деформации существенно зависит от технологических режимов спекания и состава стабилизатора  $Y_2O_3$ . Очевидно, что отличия вызваны характером формирования структуры материала под действием конкретных режимов спекания. На Рис. 4 приведены изображения поликристаллической структуры керамики, сформированной спеканием при температурах 1420°C (Рис. 4a), 1500°C (Рис. 4b) и 1600°C (Рис. 4c), полученные сканирующей электронной микроскопией (SEM). Рентгенофазовый анализ показал следующее. При 1420°C состояние материала соответствует тетрагональной модификации. Наблюдается разброс по размерам зерен от 100 до 300 нм (Рис. 3a). При 1500°C наблюдается более однородное распределение зерен по размерам (разброс от 300 до 500 нм). Появляется 10% кубической фазы. Предполагается, что она сосредоточена в самых крупных зернах размером 2–3 мкм. При 1600°C доля кубической фазы возрастает до 12%, увеличивается размер зерен и разброс зерен по размерам (от 300 до 1000 нм).

#### 4. Обсуждение и выводы

В работе исследовано влияние различных технологических условий приготовления образцов из керамики  $ZrO_2$ , стабилизированной различными добавками оксида иттрия  $Y_2O_3$ , на трещиностойкость материала. Произведены различные режимы спекания образцов, полученных методом совместного осаждения нанопорошков диоксида циркония  $ZrO_2$  и оксида иттрия  $Y_2O_3$ .

Описана оригинальная методика расчета критического коэффициента интенсивности напряжений по данным испытаний двухконсольных образцов с шевронным надрезом методом расклинивания.

Характерной особенностью диаграмм нагружения керамик на основе диоксида циркония, стабилизованных добавками оксида иттрия, является наличие стадии неупругой деформации. Неупругая стадия развивается без образования трещин. В основе механизма



**Рис. 4.** СЭМ-изображения термически протравленных поверхностей керамических материалов  $ZrO_2 + 3 \text{ мол\% } Y_2O_3$ , спеченных при 1420 (a), 1500 (b) и 1600°C (c).

**Fig. 4.** SEM images of thermally etched surfaces of  $ZrO_2 + 3 \text{ mol\% } Y_2O_3$  ceramic materials sintered at 1420 (a), 1500 (b) and 1600°C (c).

неупругой деформации лежит не дислокационная пластичность, а фазовый переход тетрагональной модификации в моноклинную модификацию кристаллической структуры.

Для каждого режима определены значения характеристик трещиностойкости материала.

Из Табл. 1 видно, что хорошую трещиностойкость проявляет керамика состава  $ZrO_2 + 3 \text{ мол\% } Y_2O_3$  (образцы 1–4).

Отклонение от состава 3 мол%  $Y_2O_3$  уменьшает показатели трещиностойкости. Увеличение стабилизатора до 4 мол%  $Y_2O_3$  уменьшает  $K_{lc}$  от значения 6.86 (образец 1) до 3.92 МПа·м<sup>1/2</sup> (образец 5). Дальнейшее увеличение содержания  $Y_2O_3$  до 8 мол% еще больше уменьшает трещиностойкость до  $K_{lc} = 2.62$  МПа·м<sup>1/2</sup> (образец 6). Полученный результат подтверждает известные литературные данные.

Максимальную трещиностойкость проявляет керамика состава  $ZrO_2 + 3 \text{ мол\% } Y_2O_3$  ( $K_{lc} = 6.86$  МПа·м<sup>1/2</sup>) при температуре спекания  $T_{\text{спек}} = 1500^\circ\text{C}$  в течение часа.

Влияние зерен с кубической решеткой на физико-механические свойства тетрагонального диоксида циркония  $ZrO_2 + 3 \text{ мол\% } Y_2O_3$ , образовавшихся в процессе высокотемпературного спекания, до сих пор не однозначно. С одной стороны, зерна с кубической фазой, не обладающие возможностью к фазовому превращению, снижают прочностные свойства материала. С другой стороны, при их образовании метастабильность соседних зерен керамики с тетрагональной кристаллической решеткой увеличивается.

Спеченный керамический материал, содержащий 8 мол% оксида иттрия и находящийся в кубической модификации рассматривается в качестве модельного. Он характеризуется низкой трещиностойкостью в связи с тем, что, в нем не происходит фазового превращения.

Измельчение порошка на планетарной мельнице способствует увеличению трещиностойкости. Об этом свидетельствует сравнение трещиностойкости образцов 1 и 4, а также образцов 6 и 7. Для повышения трещиностойкости керамики рекомендуется после совместного осаждения измельчать нанопорошки в планетарной мельнице. Величина  $K_{lc}$  измельченной керамики  $ZrO_2 + 3 \text{ мол\% } Y_2O_3$  становится на 33.7% выше по сравнению с не измельченной керамикой.

Принято считать, что возникающие у вершины растущей микротрещины механические напряжения вызывают напряжения всестороннего сжатия, поскольку фазовая трансформация сопровождается увеличением объема элементарной ячейки на 4%. Это стабилизирует микротрещину, замедляя её рост. Такая точка зрения утвердилась благодаря известному факту, что при охлаждении диоксида циркония от  $950^\circ\text{C}$  до комнатной температуры в процессе  $t \rightarrow m$  перехода в объеме материала происходит интенсивное образование микротрещин.

Однако при расклинивании двухконсольного образца с шевронным надрезом вероятность образования напряжений сжатия мала. Об этом же свидетельствует и отсутствие трещинообразования на всем протяжении неупругой стадии деформации материала. В мелко-

кристаллической структуре циркониевой керамики при нагружении возникают благоприятные условия для релаксации сдвиговых напряжений путем  $t \rightarrow m$  перехода. Благодаря этому, развитие неупругой деформации в керамике на основе  $ZrO_2 + 3 \text{ мол\% } Y_2O_3$  происходит без образования трещин.

**Благодарности / Acknowledgements.** Авторы выражают благодарность за финансовую поддержку Программе финансирования исследований Фонда Volkswagen (VW) «Трехстороннее партнерство между Украиной, Россией и Германией» (Project a.z. 90355-1). Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, проект FWRW-2021-0009. / The authors express their gratitude for the financial support to the Volkswagen Foundation (VW) Research Funding Program “Trilateral Partnership between Ukraine, Russia and Germany” (Project a.z. 90355-1). The work was performed under the government statement of work for ISPMS Project FWRW-2021-0009.

## Литература / References

1. T. Zhao, J. Zhu, J. Luo. Engineering Fracture Mechanics. 159, 155 (2016). [Crossref](#)
2. V.P. Gorelov. Physics of the Solid State. 61, 1288 (2019). [Crossref](#)
3. R. H. J. Hannink, P. M. Kelly, B. C. Muddle. J. Am. Ceram. Soc. 83 (3), 461 (2000). [Crossref](#)
4. F. Kern, R. Gadow. Journal of the Ceramic Society of Japan. 124 (10), 1083 (2016). [Crossref](#)
5. J. Pelleg. Mechanical Properties of Ceramics. Springer, Cham (2014) 761 p. [Crossref](#)
6. L.F. Guilardi, G.K.R. Pereira, V.F. Wandscher et al. Braz. Oral Res. 31, 94 (2017). [Crossref](#)
7. N. Zhang, M.A. Zaeem. J. Mater. Sci. 53, 5706 (2018). [Crossref](#)
8. I. Danilenko, O. Gorban, A. Shylo et al. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. 213, 012016 (2017). [Crossref](#)
9. F.F. Lange. Journal of Materials Science. 17, 240 (1982). [Crossref](#)
10. J. Chevalier, L. Gremillard, A.V. Virkar, D.R. Clarke. J. Am. Ceram. Soc. 92 (9), 1901 (2009). [Crossref](#)
11. C. Piconi, G. Maccauro. Biomaterials. 20 (1), 1 (1999). [Crossref](#)
12. S. Mahalaxmi, V. Sujatha, R. Babu, A.G. Mohan. International Journal of Research and Discovery (IJRD). 3 (1), 1 (2014).
13. M. Díaz, A. Smirnov, C.F. Gutiérrez-González, D. Estrada, J.F. Bartolomé. Ceramics. 3 (1), 53 (2020). [Crossref](#)
14. M. Golieskardi, M. Satgunam, D. Ragurajan. Journal of the Australian Ceramic Society. 53, 1001 (2017). [Crossref](#)
15. D. Broek. Elementary engineering fracture mechanics. Noordhoff International Publishing, London (1974) 408 p.
16. S. Timoshenko, J.N. Goodier. Theory of Elasticity. New York, Toronto, McGraw Hill Book Co. (1951) 519 p.
17. T.L. Anderson. Fracture Mechanics. Third edition. CRC Press, Boca Raton (2005) 640 p. [Crossref](#)
18. S.T. Sun, Z.H. Jin. Fracture Mechanics. Kilington, Oxford, Academic Press (2012) 336 p.

19. Ye. Deryugin. Determination of Fracture Toughness Characteristics of Small-Size Chevron-Notched Specimens. In: Contact and Fracture Mechanics. Chapter 11. IntechOpen (2018) pp. 215 – 234. [Crossref](#)
20. E.E. Deryugin, N.A. Narkevich, G.V. Lasko, I.A. Danilenko, S. Schmauder. AIP Conf. Proc. 2310, 020073 (2020). [Crossref](#)
21. W.E. Luecke et al. Mechanical Properties of Structural Steels. Chapter 2. Elastic Properties. National Institute of Standards and Technology, US (2005) 324 p.
22. E. E. Deryugin, B. I. Suvorov. Problems of Atomic Science and Technology. Series: Physics of radiation damage and radiation materials science. 98 (4), 123 (2011). (in Russian) [Е. Е. Дерюгин, Б. И. Суворов. Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. 98 (4), 123 (2011).]
23. S.N. Kulkov, V.I. Maslovsky, S.P. Buyakova, D.S. Nikitin. Journal of technical physics. 72 (3), 38 (2002). (in Russian) [С. Н. Кульков, В. И. Масловский, С. П. Буякова, Д. С. Никитин. Журнал технической физики. 72 (3), 38 (2002).]
24. H. Liu, W. Zhao, Y. Ji, J. Cui, Y. Chu, P. Rao. Ceramics International. 43 (13), 10572 (2017). [Crossref](#)