

<https://doi.org/10.26160/2474-5901-2024-43-94-98>

ДЮРОМЕТРИЧЕСКИЕ ИСПЫТАНИЯ ЛЕГИРОВАННЫХ КРИСТАЛЛОВ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ, ПЕРСПЕКТИВНЫХ ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ФИЛЬЕР

Алисин В.В.

Институт машиноведения им. А.А. Благонравова Российской академии наук, Москва, Россия

Ключевые слова: кристаллы диоксида циркония, легирование кристаллов, кинетическое индентирование, твердость кристаллов, механические свойства кристаллов, фильеры.

Аннотация. Статья посвящена оптимизации химического состава кристаллов диоксида циркония путем уточнения количества легирующего элемента оксида неодима вводимого для улучшения механических свойств. Показатели механических свойств, определяются методом кинетического микроиндентирования. В опытах применялся индентор пирамиды Виккерса. Особое внимание уделяется образованию трещин. Контроль качества синтезируемых кристаллов осуществлялся по появлению трещин на поверхности кристаллов. Установлено, что лучшими свойствами обладают ориентированные кристаллы состава $ZrO_2 + 2,8 \text{ мол\% } Y_2O_3 + 0,6 \text{ вес\% } CeO_2 + 0,3 \text{ вес\% } Nd_2O_3$. Этот состав рекомендован для изготовления фильер для волочения медной и алюминиевой проволоки в волочильных станах.

DUROMETRIC TESTS OF DOPED ZIRCONIUM DIOXIDE CRYSTALS, PROMISING FOR THE MANUFACTURE OF DIES

Alisin V.V.

Mechanical Engineering Research Institute of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia

Keywords: zirconium dioxide crystals, crystal doping, kinetic indentation, crystal hardness, mechanical properties of crystals, dies.

Abstract. The article is devoted to the optimization of the chemical composition of zirconium dioxide crystals by specifying the amount of the alloying element neodymium oxide introduced to improve mechanical properties. The mechanical properties are determined by the kinetic microindentation method. The Vickers pyramid indenter was used in the experiments. Particular attention is paid to crack formation. The quality control of the synthesized crystals was carried out by the appearance of cracks on the surface of the crystals. It was found that oriented crystals of the composition $ZrO_2 + 2.8 \text{ mol\% } Y_2O_3 + 0.6 \text{ wt\% } CeO_2 + 0.3 \text{ wt\% } Nd_2O_3$ have the best properties. This composition is recommended for the manufacture of dies for drawing copper and aluminum wire in drawing machines.

При волочении медной и алюминиевой проволоки в волочильных станах в кабельной промышленности качество изготавливаемой проволоки зависит от волок заготовок. Основными требованиями, к волокам заготовкам являются: высокая твердость материала, высокая износостойкость, технологичность изготовления. Для изготовления волок заготовок применяют твердые спеченные сплавы группы ВК (ГОСТ 3882-74). ВК представляют собой сплавы карбида вольфрама и кобальта, являющегося своеобразной связкой. Теплостойкость твердых сплавов различных марок составляет 800-

1000°С, твердость – до 10-15 ГПа, прочность при сжатии – до 3,5 ГПа, прочность при изгибе – до 1,8 ГПа. Также, волокна – заготовки могут изготавливаться из дорогих синтетических алмазов различных марок. Алмазы относятся к классу сверхтвердых материалов.

Поскольку в процессе эксплуатации рабочей поверхностью фильеров [4] является внутренняя цилиндрическая поверхность отверстия, то к качеству ее обработки предъявляются повышенные требования.

В процессе скольжения проволоки по цилиндрической поверхности фильера под воздействием сил трения образуются сколы кромки в местах входа и выхода проволоки. Это явление объясняется недостаточной трещиностойкостью сверхтвердых материалов. Улучшение физико-механических свойств керамических материалов уделяется много внимания. Известны [1-3] работы посвященные повышению трещиностойкости керамических материалов. Материалы на основе частично стабилизированного диоксида циркония (кристаллы ЧСЦ) обладают самой высокой трещиностойкостью. При выращивании из расплава монокристалл ЧСЦ имеет изначально кубическую структуру, а фазовые превращения происходят в нем при охлаждении твердой фазы. Переход кубической в тетрагональную фазу сопровождается образованием в кристаллах структуры из наноразмерных кристаллических доменов тетрагональной фазы двух видов с характерными размерами от десятков до нескольких сотен нанометров, что приводит к получению наноструктурированного композиционного материала с высокими механическими характеристиками. Метод практически безотходен (возможность повторного переплава кристаллических отходов), что снижает себестоимость материала по сравнению с аналогичной керамикой. Микролегирование позволяет существенно улучшать трещиностойкость кристаллов и керамик на основе диоксида циркония.

Цель работы – поиск химического состава кристаллов диоксида циркония с улучшенными механическими свойствами в процессе легирования ниодимом и изготовление фильера.

Материалы. Исследовались ориентированные кристаллы ЧСЦ с содержанием стабилизирующей добавки 2,8 мол% Y_2O_3 , легированных редкоземельными примесями (при стабильном весовом составе 0,6вес% CeO_2 и различных концентрациях Nd_2O_3). Были испытаны ориентированные образцы (табл. 1) размером 10×10×3 мм из кристаллов ЧСЦ.

Табл. 1. Химический состав исследуемых образцов кристаллов ЧСЦ

№ образца	Состав		
	Y_2O_3 мол%	Ce (вес%)	Nd (вес%)
1	2,8	0,6	0,9
2	2,8	0,6	0,6
3	2,8	0,6	0,3

Оборудование и технологии. Испытания проводились на кинетическом микротвердомере (система микроиндентирования на основе компактной платформе CSM instruments MNT-Z-AE-000) согласно международному стандарту ISO/DIS 14577 -1:2002 «MetallicMaterials – Instrumented Indentation Testfor Hardnessand Materials Parameters (металлические материалы – инструментальное индентирование для определения твердости индентирования и других характеристик). Испытания проводились по методике [5].

Результаты. В таблице 2 приведены результаты испытаний партии ориентированных кристаллов ЧСЦ с содержанием стабилизирующей добавки 2,8 мол% Y_2O_3 при стабильном весовом составе 0,6вес% CeO_2 и различных концентрациях Nd_2O_3 . Испытания образцов кристаллов ЧСЦ с содержанием 2,8 мол % Y_2O_3 проведены при нагрузке в 3Н в ориентации (100).

Табл. 2. Влияние количества добавки Nd_2O_3 на механические свойства кристаллов ЧСЦ

Состав ZrO_2+ $+2,8\text{мол}\% Y_2O_3+$ $+0,6\text{вес}\% CeO_2 +$	HV	E_{it} , (ГПа)	$W_{общ}$ (мкДж)	$W_{унр}$ (мкДж)	$W_{пласт}$ (мкДж)	трещины
$+0,9\text{вес}\% Nd_2O_3$	1153	55,7	7,00	4,62	2,39	нет
	1147	55,1	7,00	4,64	2,36	
	1153	54,5	7,04	4,70	2,34	
$+0,6\text{вес}\% Nd_2O_3$	826	105	5,67	2,47	3,20	есть
	825	103	5,78	2,48	3,30	
	939	118	5,15	2,48	2,67	
	1102	119	4,81	2,42	2,40	
$+0,3\text{вес}\% Nd_2O_3$	1497	95,1	5,19	3,19	2,00	нет
	1421	91,3	5,25	3,23	2,02	
	1462	89,3	5,33	3,32	2,01	

У образца состава $ZrO_2+2,8$ мол% $Y_2O_3 +0,6\text{вес}\% CeO_2 +0,6\text{вес}\% Nd_2O_3$ разрушения начинаются при нагрузках в 1Н. Наилучшими свойствами обладают ориентированные кристаллы состава $ZrO_2+2,8$ мол% $Y_2O_3 +0,6\text{вес}\% CeO_2 +0,3\text{вес}\% Nd_2O_3$. Кристаллы ЧСЦ состава $ZrO_2+2,8$ мол% $Y_2O_3 +0,6\text{вес}\% CeO_2+0,9\text{вес}\% Nd_2O_3$ и кристаллы ЧСЦ состава $ZrO_2+2,8$ мол% $Y_2O_3 +0,6\text{вес}\% CeO_2+0,6\text{вес}\% Nd_2O_3$ по микротвердости существенно друг от друга не отличаются. Среди ориентированных образцов легированных примесями постоянной концентрации 0,6вес% CeO_2 и трех разных концентрациях Nd_2O_3 : 0,9вес%; 0,6вес%; 0,3вес%), прослеживается тенденция: с уменьшением концентрации легирующей примеси Nd_2O_3 увеличивается микротвердость (см. рис. 1).

При нагружении индентора Виккерса в интервале нагрузок 1-3 Н образование трещин не наблюдается у кристаллов ЧСЦ следующего состава: $ZrO_2+2,8$ мол% $Y_2O_3 +0,6\text{вес}\% CeO_2 +0,3\text{вес}\% Nd_2O_3$.

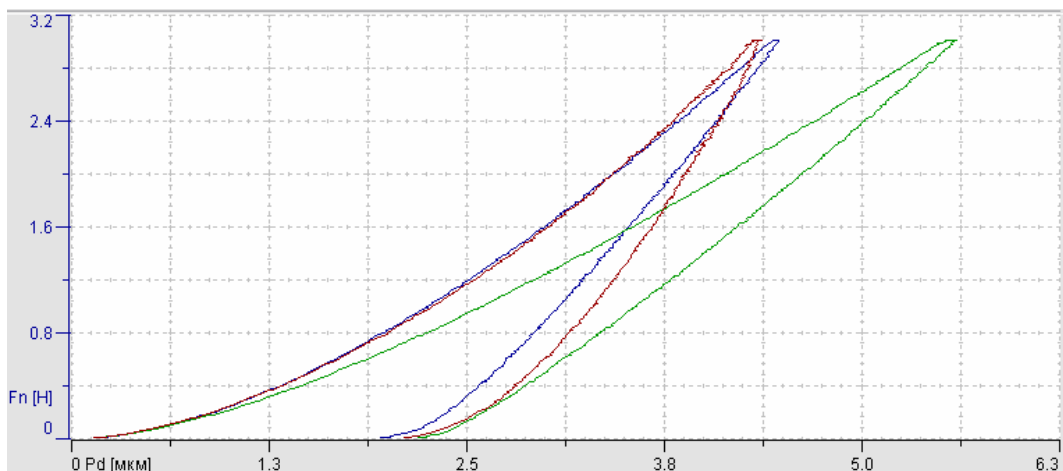


Рис. 1. Кривые индентирования ориентированных образцов при нагрузке в 3Н:
1 – состав 3 (красный); 2 – состав 1 (синий); 3 – состав 2 (зеленый)

Заключение. Установлено, что наиболее высокой трещиностойкостью обладает ориентированный наноструктурированный кристалл диоксида циркония частично стабилизированный добавками в шихту оксидов иттрия в количестве 2,8 мол% Y_2O_3 , церия 0,6вес% CeO_2 и легированный неодимом 0,3вес% Nd_2O_3 . Кристалл ЧСЦ оптимального состава $ZrO_2+2,8$ мол% $Y_2O_3 + 0,6$ вес% $CeO_2+0,3$ вес% Nd_2O_3 рекомендуется для изготовления фильер для волочения алюминиевой и медной проволоки.

Список литературы / References

1. Wang J., Hui S., Guo R., Sun X., Bai J., Xu H., Gong Z., Zheng C., Shi G., Liv X. Effect of $Y_2Zr_2O_7$ content on improving mechanical properties and thermal shock resistance of AlN-based composite ceramics // *Ceramics International*. 2024, vol. 50, iss. 17, part A, pp. 29321-29331. doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.05.226.
2. Borik M.A., Kulebyakin V., Myzina V.A., Lomonova E.E., Tabachkova N.Y., Milovich F., Ryabochkina P.A., Sidorova N.V., Shulga N.Y. Mechanical characteristics, structure, and phase stability of tetragonal crystals of $ZrO_2-Y_2O_3$ solid solutions doped with cerium and neodymium oxides // *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 2021, vol. 150, pp. 109808. DOI: 10.1016/j.jpcs.2020.109808.
3. Chislov A.S., Borik M.A., Kulebyakin A.V., Lomonova E.E., Milovich F.O., Myzina V.A., Reu A.A., Ryabochkina P.A., Sidorova N.V., Tabachkova N.Yu. Comparison of the structure and physicochemical properties of zro2 based crystals partially stabilized with Y_2O_3 , Gd_2O_3 and Sm_2O_3 // *Modern Electronic Materials*. 2024, vol. 10, no. 1, pp. 3-10. DOI: 10.3897/j.moem.10.1.122043.
4. Alisin V.V., Borik M.A., Kulebyakin A.V., Lomonova E.E., Gutsev D.M. Features of mechanical treatment of zirconia crystals when manufacturing dies // *Materials Science Forum*. 2021, vol. 1037, pp. 203-208. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.1037.203
5. Алисин В.В., Борик М.А., Кулебякин А.В., Ломонова Е.Е., Мызина В.А., Нелюбова О.А., Табачкова Н.Ю., Чурляева О.Н. Исследование механических свойств кристаллов частично стабилизированного диоксида циркония методом кинетического микроиндентирования // *Неорганические материалы*. – 2015. – Т. 51, № 6. – С. 609. – DOI: 10.7868/S0002337X15060019.

5. Alisin V.V., Churlyayeva O.N., Borik M.A., Kulebyakin A.V., Lomonova E.E., Myzina V.A., Nelyubova O.A., Tabachkova N.Yu. Mechanical properties of partially stabilized zirconia crystals studied by kinetic microindentation // *Inorganic Materials*. 2015, vol. 51, no. 6, pp. 548-552. DOI: 10.7868/S0002337X15060019.

Алисин Валерий Васильевич – кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник vva-imash@yandex.ru	Alisin Valery Vasilyevich – candidate of technical sciences, leading researcher
--	--

Received 15.09.2024