
УДК 539:537.226.4

П.В. Шеяков, Л.В. Жога

СВЯЗЬ РАСПРЕДЕЛЕНИЙ ПРОЧНОСТИ И ДОЛГОВЕЧНОСТИ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СЕГНЕТОКЕРАМИКИ

Использовано ступенчатое нагружение образцов методом осесимметричного изгиба. За величину прочности принимались максимальные растягивающие напряжения в момент разрушения тел, а под долговечностью понималось время до разрушения при выдержке под постоянным напряжением на ступеньке. По результатам испытания сегнетокерамик ЦТС-19, ЦТС-22, ТБК-3 сделан вывод, что ступенчатое нагружение позволяет одновременно получить временные характеристики разрушения и распределение прочности.

The authors use the step loading of samples by the method of axis-symmetric bending. The maximum tensile stresses at the moment of body destruction were assumed as the value of strength, and the time prior to destruction at the direct voltage exposure on a step plate was understood to be the durability. According to the research results carried out on the ferro-ceramics ЦТС-19, ЦТС-22, ТБК-3, the conclusion has been drawn that the step loading enables to simultaneously acquire the timing data for the destruction and the strength distribution.

Опыты проводились на сегнетокерамиках и структурах на основе различных сегнетокерамик из титанатов и цирконатов свинца, бария и кальция (ЦТС-19, ЦТС-22, ТБК-3). Измерения прочности проводили при различных температурах (включая температуру T_k фазового перехода) методом осесимметричного изгиба структур (дисков с электродами, нанесенными либо вжиганием серебра, либо методом напыления монеля) или дисков без электродов. Испытывались диски до нанесения электродов, либо они удалялись шлифовкой абразивным порошком, либо стравливались кислотами.

Хорошо известны исследования влияния электродов на электрофизические характеристики образцов [1], но нам не известны работы, за исключением [2], которые были бы посвящены изучению влияния электродов на характеристики кинетической прочности образцов. Вероятно, это связано с выбором методик исследования прочностных свойств сегнетокерамики [3], при использовании которых нельзя почувствовать влияние электродов, например: определение прочности на растяжение вклеенных в захваты массивных образцов, раскалывание кубиков путем сжатия их между ножами, индентирование поверхности, изгиб образцов с надрезами. Разрушение же приложением переменных электрических полей вообще невозможно без электродов. В то же время хорошо известно, что разрушение образцов при эксплуатации начинается с поверхности, и, следовательно, возможно влияние материала электродов и технологии их нанесения на разрушение. Поэтому была поставлена задача выбрать методику исследования, которая позволила бы измерить кинетические параметры разрушения сегнетокерамики и структуры на ее основе и оценить влияние электродов на процесс разрушения. За величину прочности принимались максимальные растягивающие напряжения в момент разрушения хрупких тел, а под долговечностью понималось время до разрушения при выдержке под постоянным напряжением на ступеньке. Величина долговечности, следовательно, не могла превышать длительность ступени нагружения $\tau \leq \Delta t$.

В табл. 1 показано, как изменяется прочность после снятия электродов. Напряжения рассчитывались по формуле, полученной в [6] для случая изгиба круглых пластин с недеформируемой нейтральной осью (плоскостью). Можно заметить, что при снятии электродов с образцов травлением прочность уменьшается пропорционально времени травления.

Т а б л и ц а 1

Прочность ЦТС-22 с электродами и без электродов при ступенчатом нагружении на воздухе

Материал образца	Толщина образца h , мм		σ , МПа
	с электродами	без электродов	
1. Сегнетокерамика	0,95...0,97		31,05
2. Ag снято в HNO_3		0,92...0,93	26,05
3. Ag снято в HNO_3 + травление 1 час в кремнефтористой кислоте		0,905...0,93	22,81
4. Ag снято в HNO_3 + травление в борфтористоводородной кислоте		0,91...0,93	22,81

На рис. 1 приведена типичная картина зависимости значений долговечности (времени до разрушения), которая отсчитывалась от момента окончания подгрузки на данной ступени нагружения до разрушения образца, от напряжения на ступеньке. Попадались образцы, разрушившиеся в момент подгрузки на $\Delta\sigma$, и при каждом уровне напряжений имеются образцы, разрушившиеся во время выдержки при постоянной нагрузке. Однако разброс значений долговечности очень велик и не позволяет непосредственно по данным испытаний построить зависимость $\tau(\sigma)$.

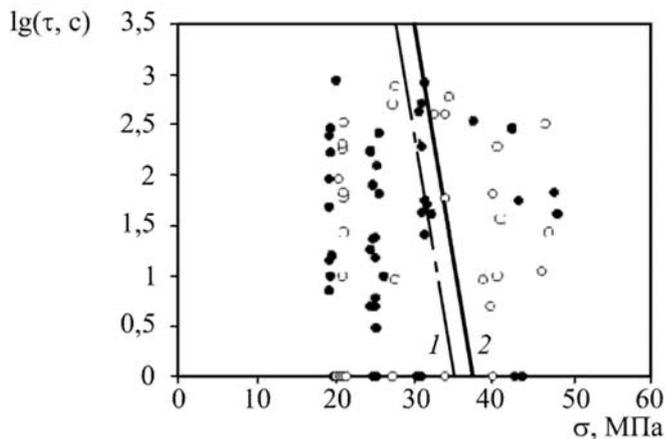


Рис. 1. Долговечность сегнетокерамики ЦТС-22 и структуры на ее основе в воздухе, $T=300\text{ K}$: 1 — сегнетокерамика (зачерненные точки); 2 — структура на ее основе (светлые точки). Электроды нанесены вжиганием серебряной пасты

Статистические приемы обработки результатов изучения долговечности при ступенчатой нагрузке позволяют построить зависимости $\tau(\sigma)$ при большом разбросе долговечности.

В зависимости от соотношения $\delta\sigma$ и величины ступеньки нагружения могут представиться два случая. Если $\Delta\sigma = \Delta\sigma_i \geq \delta\sigma$, то, как показано в [7, 9] можно использовать формулы для расчета параметров зависимости долговечности от напряжений. Все образцы, которые разрушились при $\sigma < \sigma_0$ и при догрузке до σ_0 , дают величину n_1 — число образцов, разрушающее напряжение для которых $\sigma_p \leq \sigma_0$. Те образцы, которые разрушились при $\sigma > \sigma_0$, дают n_2 — число образцов с $\sigma_p > \sigma_0$. Отношение числа образцов, долговечность которых лежит в интервале от $\tau_{\min} = 1$ с до $\tau_{\max} = 900$ с, к сумме $n = n_1 + n_2$ дает вероятность разрушения за время Δt , а $\int_{-\infty}^{\infty} W d\sigma = \int_{-\infty}^{\infty} \frac{n_i}{n}(\sigma) d\sigma$ — полную вероятность разрушения за время действия постоянной нагрузки при ступенчатом нагружении.

В табл. 2 приведены результаты обработки данных по долговечности по описанной схеме.

Т а б л и ц а 2

Сравнение кинетических параметров разрушения сегнетокерамики ЦТС-22 и структуры на ее основе

Материал	$\bar{\sigma}$, МПа	$\lg(A, \text{с})$	U_0 , эВ	$V_{\text{эф}}, 10^{-28} \text{м}^3$
1. Сегнетокерамика	28,8	19	1,9	22,3
2. Структура	30,4	18	1,84	19,9

На рис. 1 сравниваются экспериментально полученные значения долговечности сегнетокерамики ЦТС-22 и структуры на ее основе при ступенчатом нагружении образцов. Прямые на рисунке представляют собой расчет для средних значений $\lg \bar{\tau} = \lg A - B \bar{\sigma}$.

При испытании на воздухе зависимость $\lg \tau(\sigma)$ для структуры и сегнетокерамики очень близки (рис. 1), хотя распределения вероятности разрушения в интервале 1...900 с несколько отличаются. Для сегнетокерамики можно видеть резкое уменьшение вероятности разрушения вблизи ~30 МПа, т.е. более четкое разделение на образцы с дефектами, обуславливающие крайние (наибольшее и наименьшее) значения прочности. В связи с этим интересно сравнить законы распределения прочностей этих партий. Для этого, используя подход, описанный в [2], мы учли долговечность τ образца в распределении прочности при ступенчатом нагружении, приписав ему разрушающее напряжение σ_p :

$$\sigma_p = \sigma_0 + \delta\sigma = \frac{\sigma_0 \cdot \lg A}{\lg A \gamma \lg \tau} \quad (1)$$

Полученные таким образом кривые распределений прочности приведены на рис. 2, где сравниваются распределения прочности сегнетокерамики ЦТС-22

и структуры (электроды нанесены вжиганием серебряной пасты). Характер зависимостей $F(\sigma)$ позволяет сделать заключение, что распределения дефектов для сегнетокерамики и структуры на ее основе в области малых σ различаются: для структуры дисперсия прочности на этом участке больше (поскольку наклон меньше), чем для сегнетокерамики, т.е. для сегнетокерамики имеется более четкое разделение на образцы с дефектами, обуславливающими крайние (наибольшие и наименьшие) значения прочности. При испытании данной партии электроды снимались травлением в кислотах, действие которых может прямо растравливать дефекты. Чтобы исключить вероятность такого влияния, мы провели сравнение распределений прочности образцов сегнетокерамики (до нанесения электродов) и структуры (сегнетокерамика после нанесения электродов методом напыления и вжигания серебряной пасты) (рис. 3).

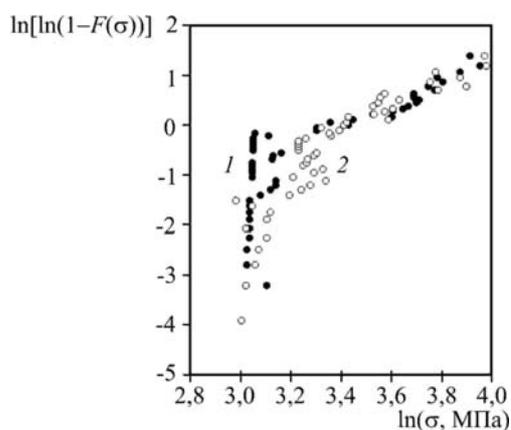


Рис. 2. Распределение механической прочности сегнетокерамики ЦТС-22 и структуры на ее основе: 1 — сегнетокерамика; 2 — структура на ее основе

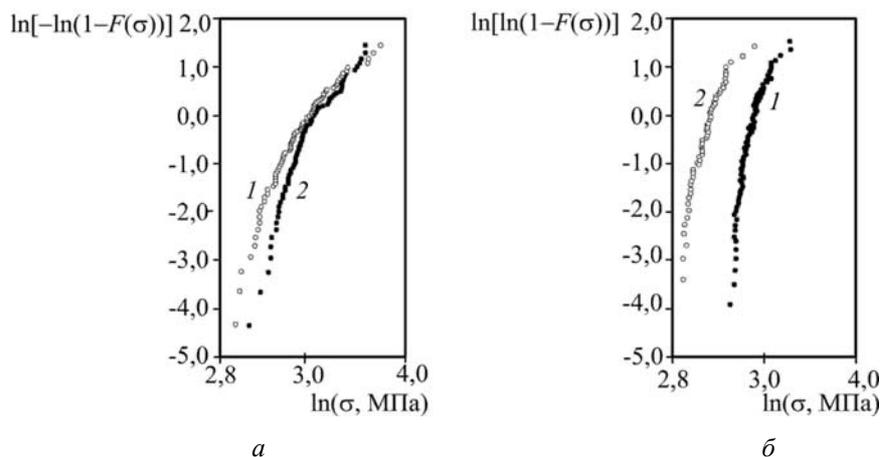


Рис. 3. Распределение механической прочности сегнетокерамики ЦТС-19 и структуры на ее основе (1 — сегнетокерамика; 2 — структура): а — электроды нанесены методом напыления; б — электроды нанесены методом вжигания

Из рис. 3 следует, что если вожженные электроды уменьшают уровень прочности на всех участках равномерно, то при напылении эффект неоднозначный: чем меньше прочность сегнетокерамки, тем больше эффект упрочнения, а самые прочные образцы металлизация разупрочняет.

Поскольку нельзя исключить влияние температурной обработки (ТО) на прочность материала, то при нанесении электродов мы исследовали влияние отжига (нагрев до температуры, при которой происходит вжигание и напыление электродов и охлаждение с печью, т.е. до температуры выше точки Кюри). Результаты исследования сегнетокерамки ТБК-3 приведены в табл. 3.

Можно отметить, что отжиг снижает прочность поляризованной сегнетокерамки и структуры (хотя для структуры эффект значительней, вероятно, из-за влияния масла) и почти не изменяет прочность неполяризованной сегнетокерамки. Такой эффект можно объяснить, если учесть перестройку дефектной структуры при термообработке [10]. Доменная структура поляризованной керамики после прогрева и медленного охлаждения представляет собой, как и до прогрева, серии 90-градусных доменов. Но ориентация 90-градусных доменных стенок, перпендикулярная оси поляризации, отсутствует. Известно [11], что трещина, перпендикулярная 90-градусной доменной стенке, может остановиться или изменить свое направление, поэтому понятна причина уменьшения прочности после отжига поляризованной керамики. В неполяризованной керамике после отжига отмечается заметное сокращение числа 180-градусных доменов, и структура в основном состоит из слоистых серий мелких 90-градусных доменов, поэтому прочность практически не изменяется.

Т а б л и ц а 3

Влияние отжига на прочность сегнетокерамки и структуры

Материал	Тип термообработки (ТО)	$\sigma_p \pm \Delta\sigma$, МПа	
		до ТО	после ТО
1. Сегнетокерамика неполяризованная	Отжиг в воздухе, 723 К, 1ч	33,7±2,0	36,3±0,5
2. Сегнетокерамика поляризованная	Отжиг в воздухе, 773 К, 1ч	38,8±2,3	33,5±2,4
3. Структура поляризованная	Отжиг в масле, 723 К, 1ч	42,6±2,0	36,3±0,5

Следовательно, термообработка при нанесении электродов на неполяризованную керамику не может снижать ее прочность, поэтому эффект снижения прочности при вжигании электродов должен быть приписан действию самих электродов. Вероятно, при нанесении металла вжиганием создается какой-то постоянный уровень остаточных напряжений, которые, складываясь с неизменяющимися локальными напряжениями, приводят к параллельному смещению распределения прочности. При напылении пленки монеля (Ni и Cu) создается прочная пленка металла (более прочная, чем низкопрочная керамика), но уступающая прочности самым прочным образцам керамики.

В заключение отметим, что ступенчатое нагружение позволяет одновременно получить временные характеристики разрушения и распределение

прочности. Активационные характеристики процесса разрушения сегнетокерамики и структуры на ее основе (электроды нанесены вжиганием) имеют практически одни и те же значения (см. табл. 2). Нанесение электродов не приводит к изменению вида распределения прочности, не устраняет излома распределения, т.е. влияние дефектов керамики проявляется и при испытании с электродами. Поэтому при исследовании процессов разрушения материала сегнетокерамики можно исследовать образцы с электродами.

Основные свойства распределения прочности сегнетокерамики и структуры проявляются и в величине вероятности разрушения (или неразрушения) образцов в течение заданного времени пребывания при постоянной нагрузке.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. *Яффе Б.* Пьезоэлектрическая керамика / Б. Яффе, У. Кук, Г. Яффе. М. : Мир, 1974. С. 288.
2. Влияние среды на временную зависимость и распределение прочности пьезокерамики / Л.В. Жога, В.М. Дорогин, Е.Г. Шаталова, В.В. Шпейзман. Деп. в ВНИИС, Госстрой СССР. 1988. Вып. 3. № 8032. 12 с.
3. Испытание материалов : справочник / под ред. Х. Блюменауэра. М. : Металлургия, 1979. 446 с.
4. *Зацаринный В.П.* Прочность пьезокерамики. Ростов-на-Дону : Изд-во Ростов. ун-та, 1978. 208 с.
5. *Писаренко Г.Г.* Прочность пьезокерамики. Киев : Наукова думка, 1987. 232 с.
6. *Витман Ф.Ф.* О вычислении напряжений при изгибе тонких стеклянных пластинок / Ф.Ф. Витман, Я.С. Уфлянд, Б.С. Иоффе // Прикладная механика. 1970. 6. 5. С. 122—125.
7. *Степанов В.А.* Кинетика хрупкого разрушения твердых тел и возможность его прогнозирования для статического и циклического нагружения / В.А. Степанов, В.В. Шпейзман, Л.В. Жога // Физ.-хим. механика материалов. 1979. № 2. С. 20—24.
8. *Жога Л.В.* Влияние изменений коэффициента перенапряжений на долговечность с/э материалов при низкотемпературном хрупком разрушении / Л.В. Жога, П.В. Попов, Е.М. Пиунов // Фундаментальные проблемы пьезоэлектрического приборостроения : сб. тр. Междунар. науч.-техн. конференции «Пьезотехника-99», 14—18 сентября 1999 г., Ростов-на-Дону. Т. 2. С. 121—126.
9. *Шпейзман В.В.* Хрупкое разрушение твердых тел при статическом и циклическом нагружении / В.В. Шпейзман, В.А. Степанов, Л.В. Жога // Проблемы прочности и пластичности материалов. Л. : Наука, 1979. С. 49—55.
10. *Кривцова С.П.* О влиянии внешних воздействий на доменную структуру пьезокерамики / С.П. Кривцова, С.О. Крамаров, Н.Я. Егоров // Влияние внешних воздействий на реальную структуру сегнето- и пьезоэлектриков. Черногловка, 1981. С. 141.
11. *Карпинский Д.Н.* Условия роста трещин в доменной структуре сегнетоэлектриков / Д.Н. Карпинский С.О. Крамаров, А.Н. Орлов // Проблемы прочности. 1981. № 1. С. 97—101.