

На правах рукописи



Лукьянов Михаил Николаевич

**ПРОГНОЗИРОВАНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК ДЕФОРМАЦИИ
И РАЗРУШЕНИЯ ПЕНОДИАТОМИТОВОЙ КЕРАМИКИ
ПРИ СТАТИЧЕСКИХ И ДИНАМИЧЕСКИХ ВОЗДЕЙСТВИЯХ**

1.1.8. - Механика деформируемого твердого тела

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Москва – 2025

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Московский политехнический университет» на кафедре «Динамика, прочность машин и сопротивление материалов»

Научный руководитель: **Скворцов Аркадий Алексеевич**
доктор физико-математических наук, доцент,
заведующий кафедрой «Динамика, прочность
машин и сопротивление материалов» ФГАОУ
ВО «Московский политехнический
университет»

Официальные оппоненты: **Юрков Андрей Львович**
доктор технических наук, профессор кафедры
«Химической технологии керамики и
огнеупоров» ФГБОУ ВО «Российский химико-
технологический университет имени Д.И.
Менделеева»

Дмитриевский Александр Александрович
доктор физико-математических наук, доцент,
профессор кафедры «Теоретической и
экспериментальной физики» ФГБОУ ВО
«Тамбовский государственный университет
имени Г.Р. Державина»

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки Институт машиноведения
им. А.А. Благонравова Российской академии
наук

Защита состоится «15» мая 2025 г. в 14:00 часов на заседании
диссертационного совета 24.2.410.03 на базе ФГБОУ ВО «Тверской
государственный технический университет» по адресу: 170026, г. Тверь, наб.
Афанасия Никитина, д. 22, ауд. Ц-208.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГБОУ ВО «Тверской
государственный технический университет» и на сайте ВУЗа по адресу:
<https://new.tstu.tver.ru/science/dissertation/24.2.410.03/#pills-defense>.

Автореферат разослан «__» _____ 2025 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета



**Алексеев
Андрей Алексеевич**

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы диссертационного исследования обусловлена тем, что в настоящее время применение пористой керамики находит все большее применение в различных областях техники и технологии. Основными направлениями ее применения является теплоизоляция, при этом решающим являются теплоизоляционные свойства и области, где решающее свойство керамики — её пористая структура и связанные с ней механические свойства.

Одним из таких объектов является керамика на основе диатомита. Диатомит - лёгкая тонкопористая кремниевая осадочная порода, состоящая преимущественно из опаловых створок диатомовых водорослей, обычно рыхлая или слабо сцементированная. Структура керамики формируется за счет небольших размеров отдельных створок диатомей и микро и нанопор. Химически диатомит на 96% состоит из аморфного кремнезёма (опала). Диатомит используется как адсорбент и фильтр; как сырьё для жидкого стекла и глазури; в качестве тепло- и звукоизоляционного материалов; строительного материала и т.д. Несмотря на то, что пенодиатомитовая керамика является перспективным объектом, её механические свойства изучены недостаточно.

Степень разработанности проблемы. Исследования в области механики деформируемого твердого тела, посвященные деформации и разрушению высокопористых материалов, были опубликованы в научных трудах ряда отечественных и зарубежных авторов Ю.Н. Работнова, Ю.П. Желтова, Э.И. Машинского, И.Ю. Смолина, М.О. Еремина, Р. Труэлла, Ч. Эльбаума, Дж. Лоу, Р. Стевенса и др.

Цель исследования: развитие научно-методических основ и получение новых данных о закономерностях механического поведения пенодиатомитовой керамики при статических и динамических воздействиях для создания изделий с заданными свойствами.

Для достижения цели потребовалось решение следующих **задач**:

1. Адаптировать экспериментальные методики регистрации динамического и статического модулей упругости для образцов пенодиатомита. На основании полученных опытных данных выявить взаимосвязь динамического и статического модулей упругости материала. Экспериментально зафиксировать зависимость модулей упругости от пористости.

2. Из анализа диаграмм сжатия выявить особенности разрушения материала. Экспериментально зафиксировать зависимость предела прочности от пористости. Разработать методику регистрации сигналов акустической эмиссии при разрушении пористого материала при деформации сжатием и с её помощью изучить динамику процессов разрушения и трещинообразования в материале.

3. Из анализа моделей деформирования пористой среды предложить модель деформирования рассматриваемого материала.

4. Рассмотреть динамику изменения модуля упругости пенодиатомитовой керамики от времени и температуры отжига для определения режимов стабилизации механических свойств.

5. Методами оптической и сканирующей электронной микроскопии провести анализ характера пористой структуры керамики, определить характер пористой структуры и численное значение пористости образцов.

Научная новизна результатов работы заключается в следующем:

1. Впервые получена аналитическая зависимость для описания механизма формоизменения пенодиатомитовой керамики, которая определяется величиной пластической деформации при квазистатическом сжатии.

2. Получены зависимости статического и динамического модулей упругости для пенодиатомитовой керамики, которые позволяют прогнозировать упругие свойства изделий.

3. Получена зависимость предела прочности пенодиатомитовой керамики от пористости, позволяющая прогнозировать механические характеристики пенодиатомитовой керамики при заданной пористости.

Теоретическая и практическая значимость работы:

НИРы в рамках ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития НТК России 2014-2020 гг.» госрегистрация №ААА-А16-116123010052-2, №ААА-А18-118121790108-9, в рамках государственного задания вузам проект №АААА-А17-117032750099-2 и №FZRR-2023-0009. Полученные экспериментальные результаты использованы на предприятии ООО «СВЕР» при оценке механических свойств и теплоизоляции различных конструкций, с использованием пористых керамических материалов;

Методология и методы исследования. При проведении диссертационного исследования был использован следующий комплекс экспериментального оборудования: механические свойства образцов регистрировались на

испытательных машинах Zwick/Roell Z100 TEW(100 кН) и МИ-40У, установка для измерения резонансной частоты, исследование структуры образцов проводились методами РЭМ микроскопии и рентгеновской дифрактометрии (HeliosNanoLab 660 и рентгеновский дифрактометр D8 DISCOVER Bruker AXS).

Положения, выносимые на защиту:

1. Установлены механизмы формоизменения рассматриваемой среды при квазистатической деформации, которые определяются пластической деформацией и процессами прессования. Зона упругой деформации материала $\varepsilon < 1.3\%$.

2. Доказано, что зависимость статического модуля упругости от пористости является экспоненциальной, а динамического – степенной. Увеличение пористости среды в 2,5 раза способствует пятикратному уменьшению значения статического модуля упругости, и в 6 раз - динамического.

3. Установлена линейная зависимость предела прочности материала от пористости в рассматриваемом диапазоне $P \leq 70\%$. С ростом пористости предел прочности уменьшается на величину $\left| \frac{\Delta \sigma_s}{\Delta P} \right| = 9.8 \text{ МПа}$.

Степень достоверности результатов подтверждена согласованием экспериментальных данных, полученных на сертифицированном оборудовании с расчетными зависимостями изменения статического и динамического модулей упругости от пористости.

Апробация работы. Ключевые положения диссертационного исследования докладывались, обсуждались и были одобрены на: VIII Международном научном симпозиуме, посвященном 85-летию со дня рождения заслуженного деятеля науки и техники РФ профессора В.Г. Зубчанинова (г. Тверь, 2015); XXXI Международной инновационной конференции молодых ученых и студентов по проблемам машиноведения МИКМУС-2019 (г. Москва, 2019); LXXI открытой международной студенческой научной конференции Московского Политеха (г. Москва, 2021); XXXIV Международной инновационной конференции молодых ученых и студентов по современным проблемам машиноведения (г. Москва, 2022); XI Евразийской научно-практической конференции "Прочность неоднородных структур ПРОСТ-2023" (г. Москва, 2023); XXXV Международной инновационной конференции молодых ученых и студентов по современным проблемам машиноведения (г. Москва, 2023)

Публикации по теме диссертации. Основные результаты, содержащиеся в работе, были опубликованы в 13 научных работах, среди которых 1 статья была опубликована в журнале, входящем в перечень ВАК, и 7 – в журналах, входящих в перечень Scopus/Web of Science.

Личный вклад автора состоит в постановке задачи данного исследования, разработке методов по подготовке образцов для проведения испытаний, обработка экспериментальных данных и выявление зависимостей статического, динамического модулей упругости и предела прочности материала от пористости.

Структура и объем диссертации. Структура работы представлена введением, четырьмя главами, заключением, списком литературы и приложениями. Общий объем работы – 143 страницы, в т. ч. 11 таблиц, 54 рисунка. Список литературы состоит из 184 источников. В работе содержится 1 приложение.

Соответствие диссертационного исследования паспорту научной специальности. Диссертационное исследование соответствует паспорту специальности 1.1.8. «Механика деформируемого твердого тела»: п.1. Законы деформирования, повреждения и разрушения материалов, в том числе природных, искусственных и вновь создаваемых; п.13. Экспериментальные методы исследования процессов деформирования, повреждения и разрушения материалов, в том числе объектов, испытывающих фазовые структурные превращения при внешних воздействиях.

КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении проводится обоснование актуальности выбранной темы, определяются цель и задачи, методы, научная новизна, содержащаяся в работе.

В первой главе рассматриваются вопросы, связанные с применением пористых керамик, особенностями строения пористых материалов на основе диатомита и механическими свойствами диатомовых керамик.

Синтез пористых веществ с наноархитектурой (в том числе на основе кремнезема) имеет большое значение для развития многофункциональных материалов с различными механическими свойствами.

На рис. 1 (а) представлена структура образца диатомита. Нетрудно видеть, что диатомит представляет собой пористый материал, состоящий из мельчайшими створок или обломков диатомитовых водорослей (диатомей). Каждая створка диатомей в составе диатомитов обладает четко упорядоченной

структурой (рис.2, б). Одним из ключевых внешних факторов влияние на структуру и свойства диатомита является отжиг материала.

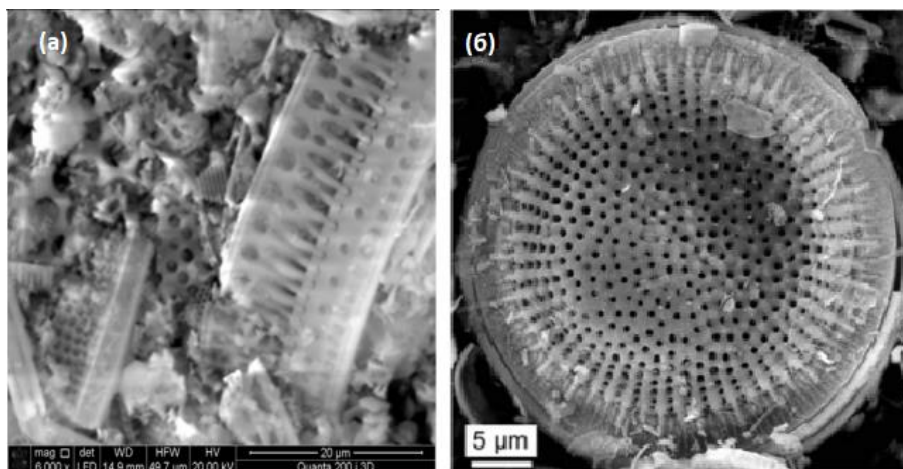


Рис. 1. СЭМ-фотография диатомита.

Рассматриваемый материал представляет собой сложный объект с развитой пористой структурой, что позволяет использовать его в самых неожиданных применениях. Начиная с фильтрующих и адсорбционных свойств, заканчивая применением его в биотехнологических процессах.

Таким образом, исходя из проведенного анализа литературы следует отметить, что сдерживающим фактором развития данного материала является недостаточно изученные механические свойства и их зависимость от структуры, пористости и различных воздействий.

Во второй главе приводится информация по описанию объектов исследования, методическому обеспечению экспериментов, связанных с приготовлением образцов, методиками определения механических характеристик, особенностей измерения сигналов акустической эмиссии.

В качестве материала для исследований в работе использовались образцы пенодиатомитовой керамики (в виде параллелепипедов размером $15 \times 15 \times 100$ мм) с пористостью 20 – 70% и диапазоном рабочих температур применения до 900°C .

Их изготовление осуществлялось по стандартной технологии. Очевидно, что получаемые таким образом пористые пенодиатомитовые образцы независимо от способа изготовления имеют невысокую прочность.

Для механических испытаний использовалась разрывная машина с электромеханическим приводом. Испытания образцов проводились со скоростью

$8 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ с записью кривых нагружения, по которым определялись статический модуль упругости и предел прочности материала.

Измерение динамического модуля упругости исследуемых объектов осуществлялся акустическим методом. Измеряя собственную резонансную частоту установившихся колебаний образца с ненарушенной структурой, можно количественно определить значение модуля упругости материала.

Собственная частота колебаний образца определяется формулой:

$$f_{\text{рез}} = \frac{m^2}{2\pi^2} \sqrt{\frac{E_d I}{F \rho}} \quad (1)$$

где $f_{\text{рез}}$ - резонансная частота колебаний, Гц; m - коэффициент, характеризующий форму колебаний и равный 4,73 для основного тона и для принятого способа крепления; l - длина образца, м; E_d - динамический модуль упругости первого рода, Па; I - осевой момент инерции сечения образца, м^4 ; F - площадь поперечного сечения образца, м^2 ; ρ - вес единицы объема материала, кг/м^3 .

Динамический модуль упругости образцов подсчитывался по формуле:

$$E_d = \frac{4\pi^2 l^4 S}{m^4 I} \rho \cdot f_{\text{рез}}^2 \quad (2)$$

Сигналы АЭ фиксировались пьезоэлектрическим датчиком, закрепленным на поверхности образца. В роли датчика выступала пьезокерамическая пластина цирконата-титаната свинца (PZT) толщиной 0,3 мм и диаметром 10 мм, собственные частоты которой ($f_i \leq 4\text{MHz}$) находились существенно выше спектрального состава сигнала-отклика.

Для отжига образцов использовалась стандартная резистивная печь (СНОЛ 1,6) с вертикальной загрузкой с максимальной температурой отжига до 1250 °С. Отжиг производился при температурах 800 °С, 900 °С, 950 °С и 1000 °С, в течение 1, 2 и 3 часов.

Для более детального анализа состава образцов нами использовалась высокоразрешающая автоэмиссионная сканирующая электронная микроскопия.

Размер пор в керамике и расстояние между до и после испытаний на сжатие измерялись на шлифе образца посредством сканирующего электронного микроскопа. Анализировалось до 5 микрофотографий и не менее 200 пор для каждого образца.

Пример экспериментального анализа размера пористой структуры приведен на рисунке 3.

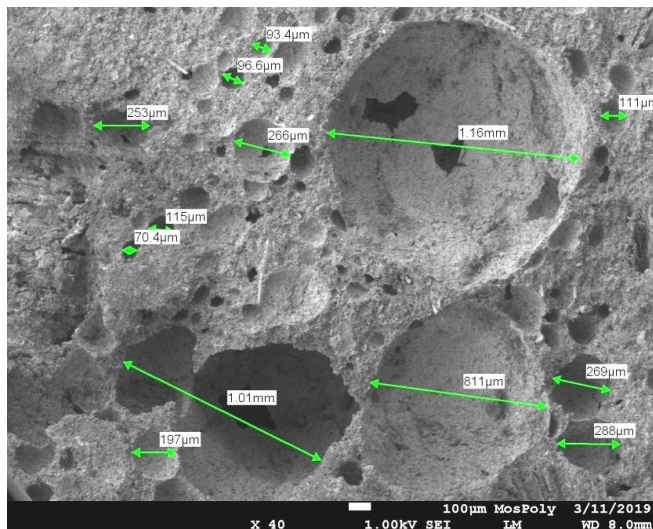


Рисунок 3. СЭМ-фотография поверхности образца диатомитовой керамики с нанесенными размерам пор

Таким образом, описанные методики позволяли с высокой точностью определить механические характеристики материала, модули упругости контролировать морфологические особенности исследуемых структур.

Третья глава посвящена исследованию механических свойств пористой керамики на основе диатомита. Основное внимание было уделено исследованию зависимости статического, динамического модулей упругости и предела прочности материала от пористости, а также установлению взаимосвязи статического и динамического модулей упругости.

Известно, что зависимость усредненного модуля упругости E_d от пористости P для разных морфологий, как правило, подчиняется степенной зависимости вида:

$$E_d = E_{d0}(1 - P)^m, \quad (3)$$

здесь E_{d0} – динамический модуль упругости при нулевой пористости, показатель $m=0.5...4$ – индекс морфологии пористости среды. Результаты исследований зависимости динамического модуля E_d керамики от пористости (30...85 %) приведены на рис.4. Резонансные частоты колебаний $f_{рез}$ лежали в диапазоне 600...1600 Гц, длина образцов составляла 95...105 мм, ширина и высота находились в диапазоне 13...16 мм (таблица 1).

Что касается величины E_{d0} (при значении пористости $P=0$). С учетом известных литературных данных значение E_{d0} принималось равным 70 ГПа.

Таблица 1.

Исходные экспериментальные данные для расчета динамического модуля упругости и полученные результаты

f_{exp} , кГц	Пористость, %	Размеры образца a, b, l мм	Плотность ρ , кг/м ³	E_d , ГПа
1,51	36	16×16×100	1690	1,43
1,12	40	14×14×100	1590	0.96
1,09	45	15×15×100	1460	0.73
0.96	50	15×15×100	1325	0.51
0.93	60	15×15×100	1060	0.39
0.77	70	15×15×100	800	0.20

Анализ полученных данных (рис. 4 и 5) позволяет рассчитать индекс морфологии среды m для анализируемых образцов. По представленным экспериментальным данным была определена величина $m=2.34$, значение которой является типичным для подобного рода материалов.

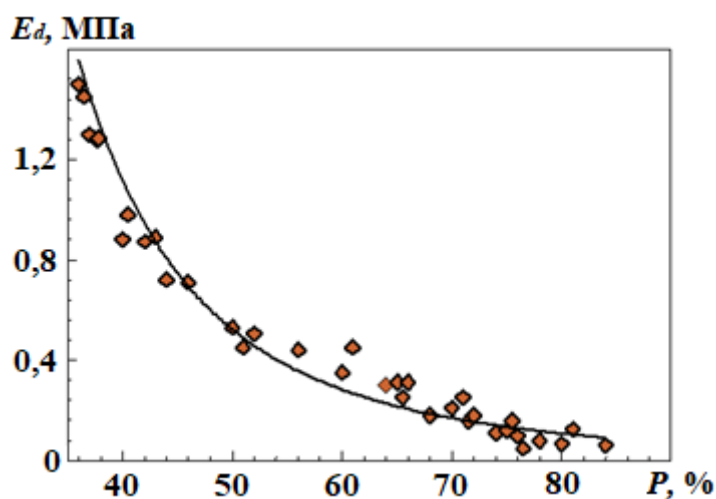


Рис.4. Зависимость модуля упругости от пористости диатомитовой керамики. Сплошная линия – аппроксимация зависимостью $\ln(Y)=K_1 \cdot \ln(X)+K_2$, $K_1= -3.4$, $K_2=3.9$, $r^2=0.92$.

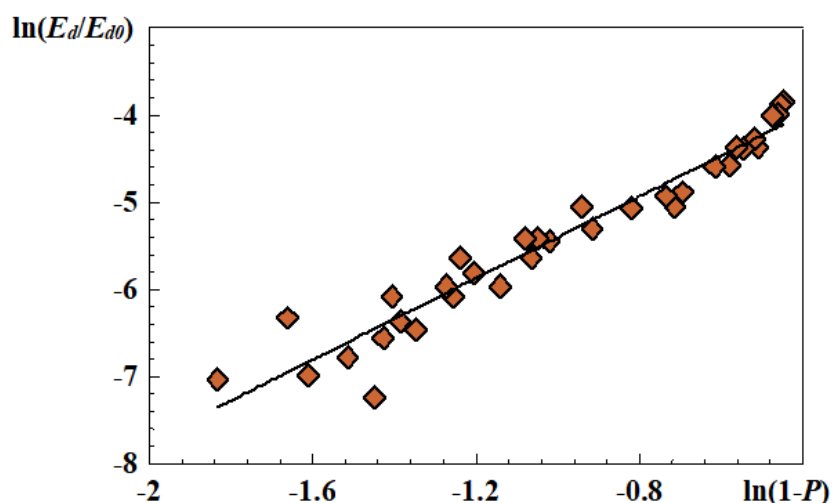


Рис.5. Зависимость динамического модуля упругости диатомитовой керамики от пористости (30...85%); $m=2,34$, $r^2=0.94$, $E_{d0}= 70$ ГПа.

Таким образом, можно увидеть, что пористая структура существенно влияет на величину динамического модуля упругости. Для дальнейшего изучения влияния пористости на механические свойства было рассмотрено статическое нагружение.

Традиционно для описания деформационных диаграмм используют степенную зависимость вида:

$$\sigma = b\varepsilon^k. \quad (4)$$

Величина показателя степени k определяется тем, какой из процессов формоизменения среды является определяющим. Очевидно, что для случая $k=1$ речь идёт о чисто упругой деформации, а вид функции становится обычным законом Гука. В случае $k < 1$ деформация среды реализуется посредством пластической деформации. И, наконец, при деформации, связанной с преобладанием в рассматриваемой пористой системе эффектов прессования, показатель $k > 1$.

Для определения показателя степени k экспериментальные данные (рис.6) были перестроены в логарифмических координатах $\ln\sigma - \ln\varepsilon$. На рис. 6 приведены измеренные по углам наклона прямолинейных участков показатели степени k в уравнении (4) при сжатии керамики со средним размером пор ~ 50 нм.

Величина b имеет размерность напряжения и для наших образцов не превышает статического модуля упругости кварца с нулевой пористостью 70 ГПа.

Видно, что во всем диапазоне рассматриваемых значений пористости P характер деформирования образцов принципиально не изменяется. Причем нетрудно видеть, что первые участки экспериментальных зависимостей (1–3, рис.8) имеют значение $k>1$, а вторые – $k<1$, что связано с преобладанием процессов пластической деформации в элементах структуры на вторых участках кривых 1–3, рис. 6. Кроме того, обнаружено также, что для рассматриваемого материала проявляется тенденция увеличения значения коэффициента k с ростом пористости материала (рис. 7).

Как правило, диаграммы сжатия образцов керамики с развитой пористой структурой имеют две ветви – восходящую и нисходящую. На первой ветви наряду с участками упругой деформации присутствуют участки резкого падения напряжений, что связано с появлением микрповреждений. Несмотря на появляющиеся в материале отдельные повреждения, которые имеют локальный характер, макрообъем нагружаемого образца, в целом, сохраняет способность сопротивляться возрастающей нагрузке до значения предельного значения напряжения. При этом процесс развития трещин в таких материалах в большинстве случаев имеет контролируемый характер, так как при контакте с порами трещина либо останавливает движение, либо замедляет. (рис.8).

Металлографические исследования поверхностей, деформированных образцов после снятия нагрузки до начала микрповреждений, показали, что на поверхности образцов нет никаких следов перемещения локальных объемов материала, связанного с процессом прессования. Таким образом, поскольку экспериментально перемещения объемов материала в поровое пространство обнаружено не было, то следует считать, что имеет место преимущественно упругое взаимодействие в рассматриваемой пористой структуре. Процессы пластической деформации развиваются в таких материалах при температурах выше 950 °С.

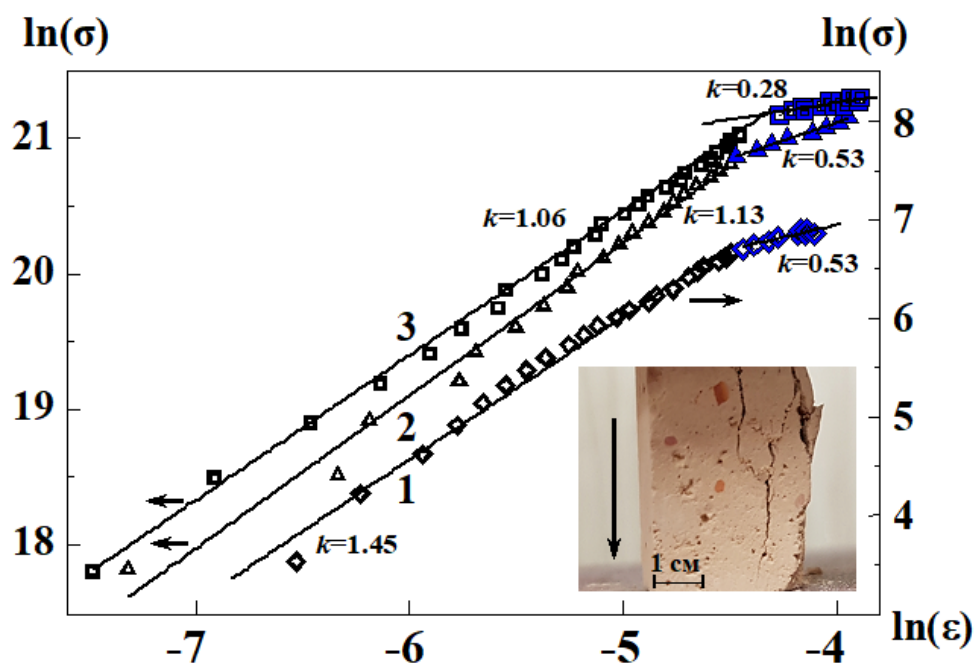


Рис.6. Диаграммы $\ln(\sigma)$ – $\ln(\epsilon)$, полученные в процессе механических испытаний образцов диатомитовой керамики на сжатие с различной пористостью: 1- $P_1=50\%$, 2- $P_2=46\%$, 3- $P_3=38\%$. Числа–показатели степени k в уравнении (4). Опыты проводились при комнатной температуре, скорость деформации не превышала значения $8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

На вставке. Фотография поверхности образца после деформации сжатием. Стрелка–направление действия силы при сжатии.

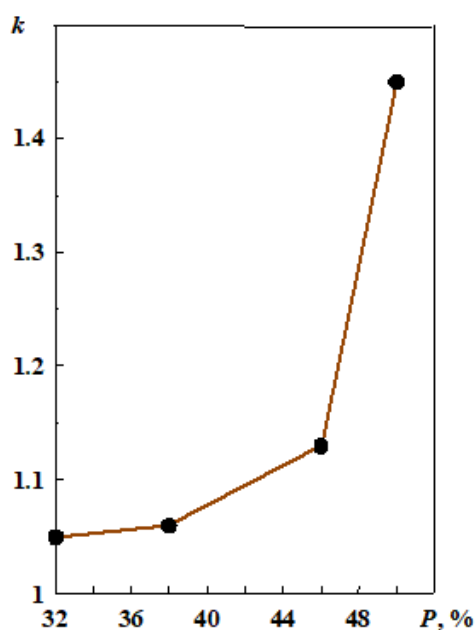


Рис. 7. Зависимость показателя степени деформации от пористости

Результаты исследований показали, что при увеличении пористости модуль упругости рассматриваемых образцов уменьшаются. Нами проведены исследования зависимости статического модуля высокопористой диатомитовой керамики от пористости. Определение этой зависимости проводилось по диаграммам сжатия, регистрируемым для образцов с различной пористостью (рис.8).

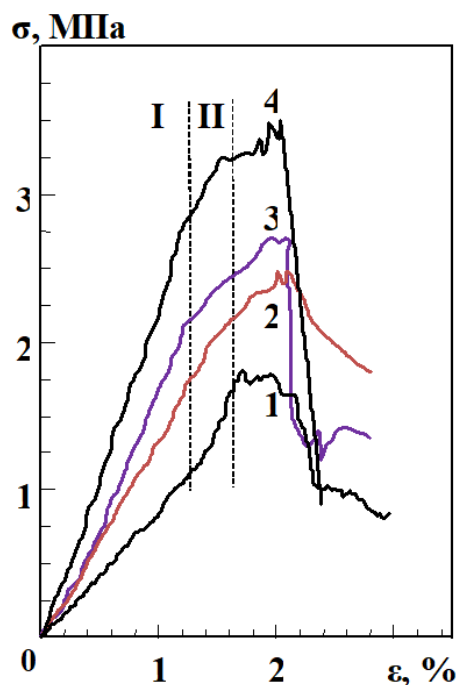


Рис.8. Диаграммы сжатия образцов пористого диатомита с различной пористостью P : 1- 37%; 2-30%; 3-26%; 4- 22%.

Нетрудно видеть, что на изучаемых образцах четко прослеживается тенденция уменьшения модуля E_s с увеличением пористости P (рис.9)

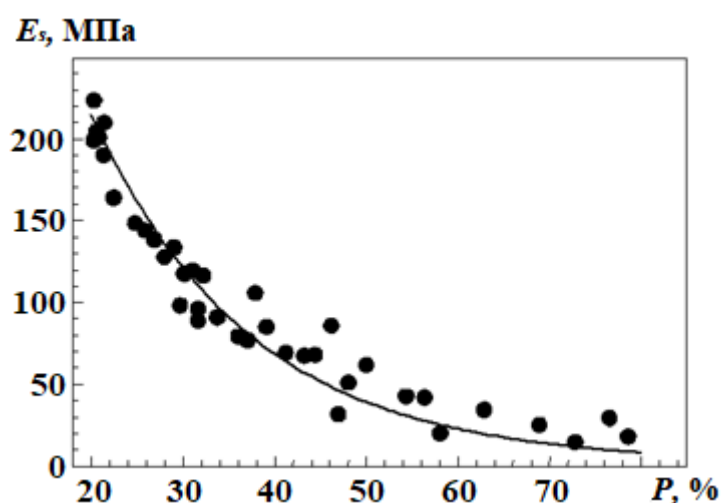


Рис.9. Зависимость модуля упругости E_s от пористости P по данным испытания на сжатие.

По экспериментальным данным диаграмм сжатия была получена зависимость предела прочности σ_s от пористости (рис.10). Как и ожидалось, с ростом пористости предел прочности уменьшается $\frac{\Delta\sigma_s}{\Delta P} = -9.8 \text{ МПа}$. Полученные результаты по прочности хорошо совпадают с известными данными для пористой кварцевой керамики (том числе на основе диатомита). Величина $\frac{\Delta\sigma_s}{\Delta P}$ для диатомитовой керамики получена впервые.

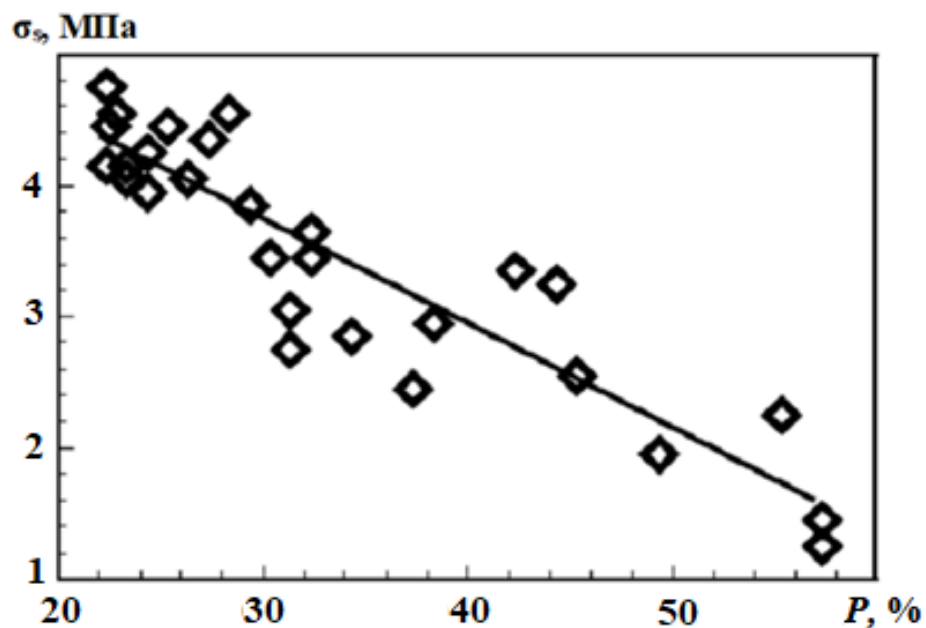


Рис.10. Зависимость предела прочности σ_s от пористости P

Модуль упругости характеризует сопротивляемость деформированию или жесткость материала и может быть определен по диаграмме напряжение-деформация $\sigma(\varepsilon)$ как отношение приложенного напряжения к величине, созданной им деформации (в интервале напряжений $\Delta\sigma$):

$$E_i = \frac{\Delta\sigma_i}{\Delta\varepsilon_i} \quad (5)$$

Сравнения статического и динамического модулей необходимо проводить по результатам измерений в одном и том же интервале напряжений: $\Delta\sigma_d = \Delta\sigma_s$.

Таблица 2.

Зависимости модулей упругости $E_s=f(E_d)$

№	Зависимости $E_s(E_d)$	a	b	r^2
1	$E_s = a \cdot E_d + b$	0.04	28.9	0.89
2	$E_s = a \cdot (E_d)^b$	2.6	0.48	0.95
3	$E_s = a \cdot (E_d)^2 + b \cdot E_d$	-5.2	0.13	0.96

На рисунке 11 проиллюстрированы зависимости $E_s=f(E_d)$ график типов уравнений 1–2–3, включенных в таблицу 2.

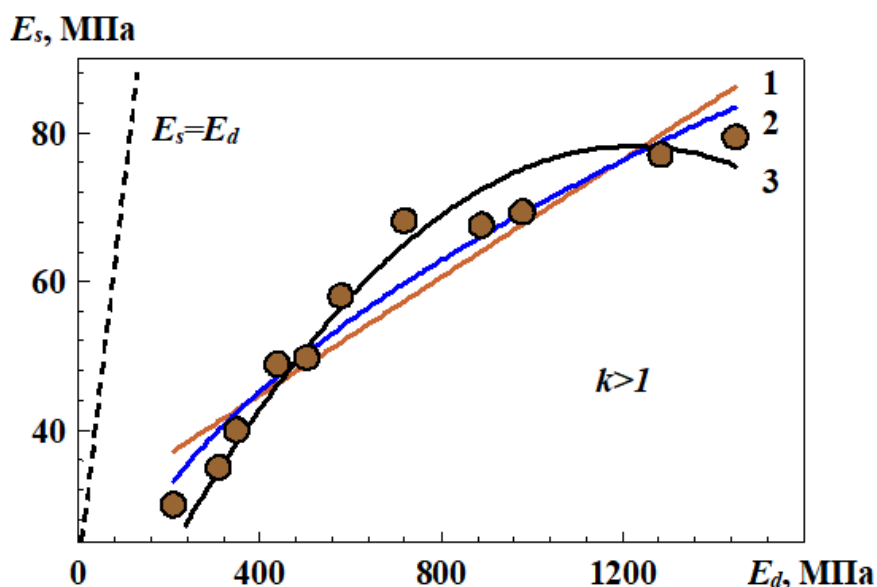


Рис. 11. Аппроксимации экспериментальных данных в соответствии с таблицей 1.

В четвертой главе рассмотрены особенности разрушения образцов из пористого диатомита. Благодаря сочетанию свойств пористая керамика (с пористостью от 5 до 70% и распределением пор по размерам в пределах от 3 нм до 3 мм) обладает низкой плотностью, большой удельной поверхностью, высокой ударной вязкостью, высокой устойчивостью к тепловому удару, хорошей теплоизоляционной способностью, отличной высокой температурой применения. Эти уникальные свойства определяют роль пористой керамики как в настоящее время, так и в будущем. Поэтому важной задачей является установление механизмов разрушения пористой керамики

Механические испытания образцов на сжатие проводилось на испытательной машине со скоростью 1 мм/мин с записью кривых нагружения. Разрушение происходило внезапно при достижении максимальной нагрузки σ_{max} с появлением

ряда наклонных трещин, расположенных приблизительно под углом 45^0 к образующим боковой поверхности образца, т.е. по линиям действия максимальных касательных напряжений.

Для дополнительного изучения динамики деформации материала использовался метод акустической эмиссии (АЭ), активно применяемый для мониторинга разрушения различных материалов. Типичные сигналы АЭ приведены на рис.12, 13.

Электрический отклик с датчика $U(t)$ подавался на цифровой осциллограф с возможностью записи информации. Спектральный состав сигнала-отклика $U(\omega)$ получался с использованием стандартного алгоритма быстрого преобразования Фурье (рис.14). По полученным спектрам оценивали энергию сигналов АЭ

$W \sim \sum_n U_n^2$, где U_n - амплитуды гармоник экспериментального спектра.

Диатомитовая керамика является при комнатной температуре хрупким материалом, для которого полностью справедлив закон Гука. В качестве источников АЭ в подобных материалах могут выступать рост или закрытие микро- и макротрещин, схлопывание пор, процессы двойникования. АЭ выражена тем сильнее, чем более неоднородным является материал. В неоднородном материале дефекты в процессе роста нагрузки активизируются и получают возможность излучать сигналы АЭ до наступления макроразрушения.

Акустическая эмиссия при деформировании и разрушении пористых природных материалов может быть условно разбита на дискретную и непрерывную. К дискретной относится АЭ, сигналы которой состоят из отдельных акустических импульсов. Непрерывное волновое поле, которое регистрируется как единый непрерывный сигнал представляет собой непрерывный акусто-эмиссионный сигнал.

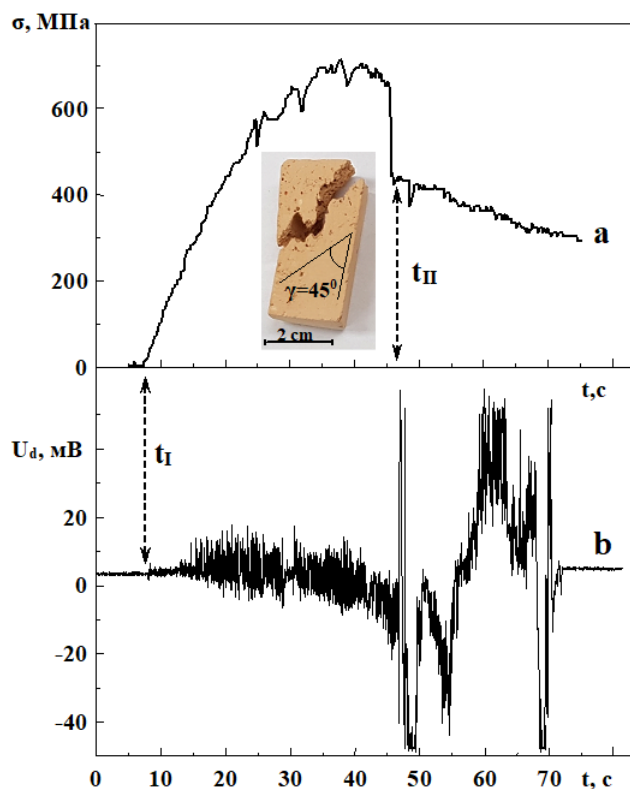


Рис.12. Диаграмма сжатия образца пенодиатомитовой керамики пористостью 40% со скоростью 1 mm/min (a) и сигнал акустической эмиссии (b) в процессе сжатия образца зарегистрированный пьезоэлектрическим датчиком.

На вставке рисунка а: фотография образца после деформации сжатием.

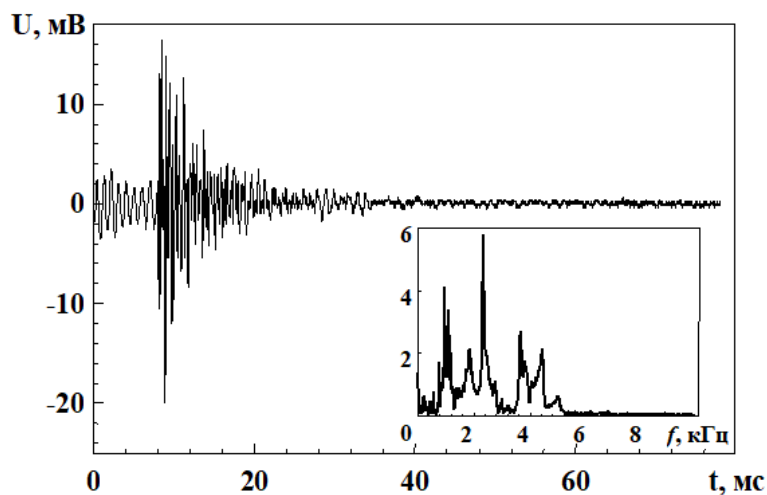


Рис.13. Одиночный сигнал акустической эмиссии, возникающий в момент начала разрушений. На вставке: фурье-образ сигнала.

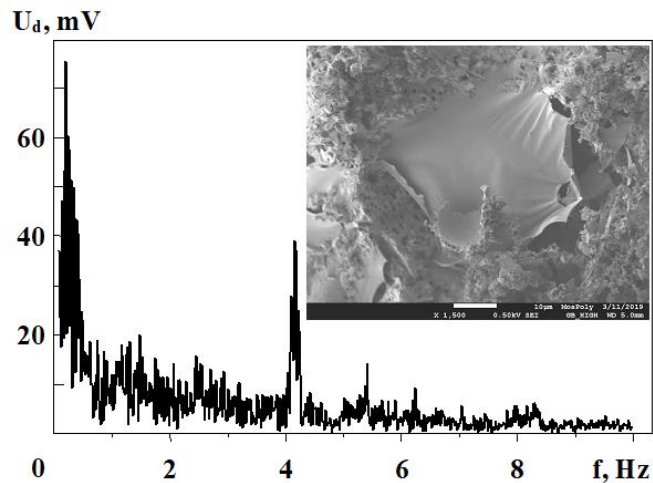


Рис.14. Фурье спектр сигнала акустической эмиссии образца в процессе деформации сжатием. **На вставке:** РЭМ фотография образца с фрагментами зоны интенсивной пластической деформации образца пористой диатомитовой керамики с пористостью $P=40\%$ после его разрушения.

Для подтверждения ключевой роли формирования и развития трещины в пористом диатомите регистрация процессов АЭ происходила одновременно с процессом деформации образца. Для этого сигнал акустоэмиссии, снятый непосредственно с пьезодатчика, синхронизирован с диаграммой сжатия (рис.12). Нетрудно видеть, что наиболее интенсивный сигнал АЭ $U_d(t)$ возникает при формировании и развитии трещин. В наших исследованиях было обнаружено, что интенсивность сигналов акустической эмиссии растет при увеличении пористости образцов (рис.15).

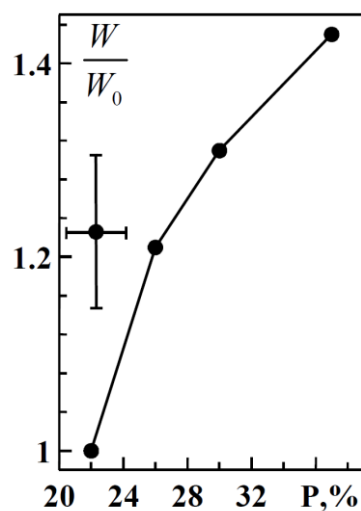


Рис.15. Зависимость относительной энергии сигналов АЭ от пористости образцов. W_0 – энергия сигнала АЭ для образцов с пористостью $P=22\%$.

На рисунке 12 приведен спектральный состав акустической эмиссии (лежит в диапазоне $f=0,2 - 8$ Hz), возникающей в процессе деформации образца. Акустическая эмиссия соответствовала характеристикам "потрескивающего шума". Распределение интервалов времени между последовательными событиями АЭ в пористых керамических неоднородных материалах имеет вид:

$$N(t) \sim t^{-\gamma} \quad (6)$$

где $N(t)$ - функция распределения длительности временных интервалов t между последовательными событиями АЭ; γ - безразмерный показатель степени. Многочисленные исследования, проведенные на наших образцах с пористостью $P=25 - 70\%$ показали, что распределение интервалов времени между последовательными событиями АЭ $N(t)$ подчиняется закономерности (6) с коэффициентом $1,4 < \gamma < 1,8$.

Полученные результаты свидетельствуют о существенном влиянии пористости на механические характеристики керамики. Очевидно, что как само значение пористости образцов, так и распределение пор по размерам (от 30 нм до 1 мм) будут чувствительны к процессам спекания.

Действительно, изотермический отжиг рассматриваемой керамики в диапазоне температур 800–1000 °С приводит к изменению пористости и, соответственно, плотности образцов.

Результаты этих исследований приведены на рис. 16. Нетрудно видеть, что с увеличением времени отжига модуль упругости возрастает во всем диапазоне температур.

Кроме того, изучение микроструктуры отоженных образцов после испытаний на сжатие показало, что сформированные при производстве материала фрагменты отделены друг от друга микротрещинами и несплошностями, образовавшимися на границах смежных блоков, вследствие локализации деформации в процессе нагружения. Рассматриваемая структура пористой керамики определяет характер разрушения материала при сжатии: на кривых $\ln\sigma - \ln\varepsilon$ наблюдается переход от хрупкого разрушения к квазипластичному.

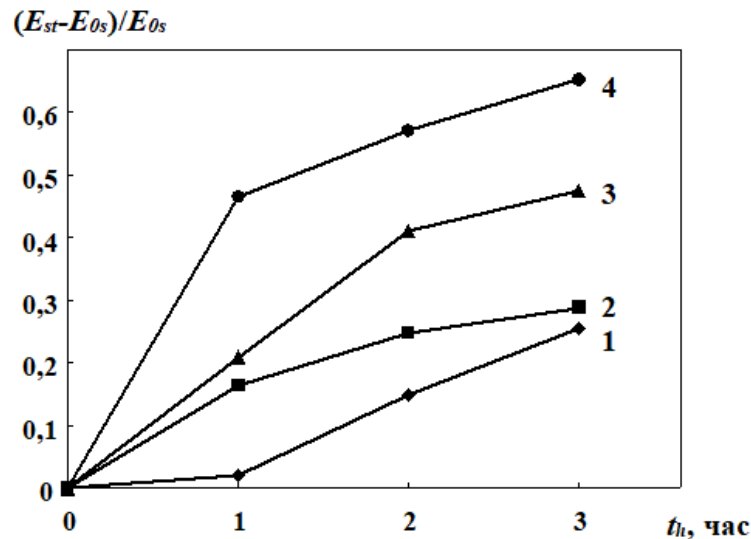


Рис. 16. График зависимости изменения модуля упругости от времени отжига образцов: 1 – 800 °C; 2 - 900 °C; 3 – 950 °C; 4 – 1000 °C. $E_{0s}=120$ МПа – модуль упругости до отжига при пористости $P= 30\%$, E_{st} – модуль упругости после отжига.

В заключении сформулированы основные результаты и выводы по работе:

1. Выявлена взаимосвязь динамического и статического модулей упругости материала.
2. Из анализа моделей деформирования пористой сред предложена модель деформирования и разрушения рассматриваемого материала.
3. Разработана методика регистрации сигналов акустической эмиссии при разрушении пористого материала при деформации сжатием.
4. Проведен анализ характера пористой структуры керамики, определен характер пористой структуры и численное значение пористости образцов.
5. Численные значения статических и динамических модулей упругости образцов пенидиатомитовой керамики изменяются в диапазоне $E_s=40\ldots250$ МПа и $E_d=0,6\ldots1,5$ ГПа соответственно при пористости 70%...20%.
6. Предел прочности материала линейно зависит от пористости в рассматриваемом диапазоне P до 70%. С ростом пористости предел прочности уменьшается на величину $\left| \frac{\Delta\sigma_s}{\Delta P} \right| = 9.8$ МПа;
7. На основании изучения зависимости динамического модуля пенидиатомитовой керамики от пористости было обнаружено, что увеличение пористости среды в 2,5 раза способствует пятикратному уменьшению значения E_s ;

8. Преобладающие механизмы формоизменения материала при деформации сжатием связаны с пластической деформацией и процессами прессования. Величина деформации ε , при которой реализуются преимущественно, процессы упругой деформации не превышает $\varepsilon < 1.3\%$.

9. Модуль упругости E_s образцов при отжиге их в течение 3 часов в диапазоне температур 800–1000 °С увеличивается на 20–60% от исходного состояния.

ПЕРЕЧЕНЬ ОПУБЛИКОВАННЫХ РАБОТ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

в изданиях, рекомендованных ВАК Минобрнауки РФ по специальности

1.1.8:

1. Скворцов А.А., Николаев В.К., Лукьянов М.Н., Чебенева И.Е. К вопросу о деформации и разрушении пористой керамики на основе диатомита. //Физика твердого тела. 2023. Т. 65. № 1. С. 125-130.

индексируемых в базах данных Web of Science, Scopus:

2. Nikolaev V.K., Skvortsov A.A., Lukyanov M.N. Relationship of dynamic and static modules of elasticity of ceramics based on diatomite. //Ceramics International. 2024. Vol. 50. Iss.5. P. 7589–7596. (WoS, Scopus Q1)

3. Skvortsov A.A., Koryachko M.V., Skvortsov P.A., Luk'yanov M.N. The problem of crack formation in thin sublayers of silicon oxide during pulsed heating of interconnects. //Journal of Applied Research and Technology., 2021, 19(2), P. 77–86. (Scopus Q3)

4. Skvortsov A.A., Luk'yanov M.N., et all. The Structure and Mechanical Properties of Porous Diatomite Ceramic upon Compression Deformation. //Technical Physics Letters. 2021, 47(2), P.166–169. (WoS, Scopus Q3)

5. Skvortsov A.A., Koryachko M.V., Skvortsov P.A., Luk'yanov M.N. On the Issue of Crack Formation in a Thin Dielectric Layer on Silicon under Thermal Shock. //Journal of Materials Engineering and Performance, 2020, 29(7), P. 4390–4395. (WoS, Scopus Q2)

6. Skvortsov A.A., Luk'yanov, M.N. at all. The features of deformation and destruction of porous diatomitebased ceramics. //Periodico Tche Quimica, 2020, 17(34), P. 925–932. (WoS Q4)

7. Skvortsov A.A., Pshonkin D.E., Luk'yanov M.N. Influence of constant magnetic fields on defect formation under conditions of heat shock in surface layers of silicon. //Key Engineering Materials, 2018, 771, P. 124–129. (Scopus Q4)
8. Skvortsov A.A., Luk'yanov M.N., Novitsan Y.V. Sintering and mechanical properties of high-porosity ceramics based on diatomite. //Solid State Phenomena. 2017, 269, P. 71–77. (Scopus Q4)

публикации в тезисах докладов

9. Николаев В.К., Скворцов А.А., Лукьянов М.Н., Дмитриевский А.А., Бровин И.Д. О влиянии отжига на механические свойства и структуру пористого диатомита. В сборнике: XXXV Международная инновационная конференция молодых ученых и студентов по современным проблемам машиноведения. Москва, 2023. С. 131-137.
10. Лукьянов М.Н., Скворцов А.А., Николаев В.К. Сборник трудов XI Евразийской научно-практической конференции. Прочность неоднородных структур – ПРОСТ-2023. Москва, 2023. С. 108.
11. Скворцова А.А., Лукьянов М.Н., Николаев В.К. Поведение и механические свойства пористой керамики на основе диоксида кремния. В сборнике: XXXIV Международная инновационная конференция молодых ученых и студентов по современным проблемам машиноведения. Москва, 2022. С. 280-284.
12. Котов Г.П., Лукьянов М.Н., Пирожков В.А. Изучение влияния дисперсной фазы на трещиностойкость композитов при нормальном отрыве. В сборнике: XXXI Международная инновационная конференция молодых ученых и студентов по проблемам машиноведения (МИКМУС - 2019). 2020. С. 767-770.
13. Гаврюшин С.С., Скворцов А.А., Надеждин В.С., Лукьянов М.Н., Груздев А.С., Скворцов П.А. Деформационное поведение и механические свойства пористой керамики на основе диатомита. В сборнике: Проблемы прочности, пластичности и устойчивости в механике деформируемого твердого тела. Материалы VIII Международного научного симпозиума, посвященного 85-летию со дня рождения заслуженного деятеля науки и техники РФ профессора В.Г. Зубчанинова. Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Тверской государственный технический университет». 2015. С. 118-121.