

陶瓷复合材料 1000℃ 以上弯曲 强度/断裂韧性测试技术

Study on Test Methods for Bending Strength and
Fracture Toughness of CMC at 1000~1350℃

刘绍伦 涂柏林 崔尚相 (北京航空材料研究院)

Liu Shaolun Tu Bolin Cui Shangxiang
(Institute of Aeronautical Materials, Beijing)

[摘要] 在现有的“红山”牌材料试验机上,添加小载荷力值传感器,增设微量位移限位器与微量位移速度监测功能,改进升温装置与夹具,便可建立起 1350℃ 状态下的陶瓷基复合材料的弯曲强度与断裂韧性的测试技术与试验方法。对比试验结果表明,测试技术可靠,试验方法可行。

关键词 试验方法 陶瓷基复合材料 弯曲强度 断裂韧性

[Abstract] This paper presented how to use and improve the old material for establishing test methods testing machine for bending strength and fracture toughness of CMC at 1000~1350℃. Comparison of test results and data with that from different literatures sources indicated that the test for bending strength and fracture toughness CMC of 1000~1350℃ are reliable and reasonable. However, effect of specimen geometry and size on mechanical properties of CMC is future research.

Keywords test methods CMCw bending strength fracture toughness

1 引言

80 年代以来,高级陶瓷和陶瓷基复合材料(CMC)的研制进展很快。其高温强度与稳定性已超过了金属耐热材料;在极高温下的抗热冲击等特性也超过 C/C 涂层复合材料,对于很多热机和宇航结构的应用具有很大的吸引力。要想将 CMC 成功地应用到宇航结构上,当务之急的工作是在 1350℃ 状态下对其进行力学性能表征与测试技术的研究。

由于陶瓷一类材料的单轴拉伸试验所存在的应力集中效应与偏心度很难克服,故采用弯曲试验方法(三点或四点弯曲)进行强度试验,这一方法亦推广应用到陶瓷基复合材料上。

2 测试技术研究

2.1 金属材料电液伺服程控疲劳试验机的利用改造

为了在 1350℃ 下进行陶瓷基复合材料的弯曲强度与断裂韧性试验,需将 10 吨位、大位移的“红山”牌电液伺服程控疲劳试验机进行适当改造。针对 CMC 的试

验载荷小、加载点位移亦很少的特点,采用以下三点措施:

(1) 给该机增加一个 2000N 小载荷力值传感器,安装在主机机架的立柱上。为了不影响该机的原有功能,特设计了一套附加横梁装置,亦装在机架的两个立柱上。

(2) 增设机械微量位移限位功能:在进行金属材料位移控制的试验机中,该机位移范围大,但陶瓷基复合材料断裂韧性试验的位移需控制在 2mm 以内,原设备位移控制保护功能无法适应要求,为此,在这面对原试验设备进行了改进,以使试验工作安全可靠进行。

(3) 增设微量位移速度监测功能:陶瓷基复合材料是脆性材料,在进行弯曲强度及断裂韧性试验时,试样载荷点上以 0.5mm/min 的位移速率进行加载,原设备仪器不能监测如此小的位移速率。为此增设了微量位移监测功能,精度为 0.01mm。

2.2 1500℃ 高温加热炉的建立

纤维增强陶瓷基复合材料研究目标使用温度,较大幅度高于现代耐热合金的使用温度,根据具体情况建立

1000~1500℃ 高温加热炉, 对该类材料弯曲强度、断裂韧性等力学性能试样进行试验。这项工作与建材院合作完成。加热装置采用特殊耐火材料, 体积小, 保温效果好; 采用高效节能加热元件硅钼丝, 升温速度快, 能在 1500℃ 下的大气中长期使用。该加热元件的缺点是要避开 700~800℃ 长时使用, 否则, 硅钼丝表面急剧氧化。对陶瓷基复合材料弯曲强度、断裂韧性等力学性能试验均在 1000~1400℃ 下进行, 上述过渡性的氧化温度对该加热元件的使用寿命没有显著影响。加热炉的控温装置是将 DWK-702 精密控温装置的输出变压器进行改装, 使原输出功率改为低电压 (小于 50V) 大电流 (~50A) 输出。炉温升至 1400℃ 时, 输出电流只需 40A 左右, 电压 50V 左右, 耗电功率 2kW。经多次 1400℃ 试验使用表明, 效果良好。控温精度小于 ±0.5%。

2.3 1500℃ 高温弯曲强度及断裂韧性试验夹具的建立

当前国内外对工程陶瓷材料 1500℃ 弯曲强度测试中, 多采用热压 SiC 材料制作夹具, 该材料在 1600℃ 下具有较高的抗压强度和弹性模量。一般情况下, 对陶瓷基复合材料用四点弯曲夹具进行弯曲强度试验, 对工程陶瓷材料用三点弯曲夹具。其支点与跨距尺寸的选择, 对陶瓷基复合材料, 要求夹具具有较大跨厚比的适应性, 确定上支点距离为 14mm, 下支点距离为 42mm。

纤维增强陶瓷基复合材料断裂韧性试验, 也可以用上述两种弯曲夹具进行。

3 试验方法

3.1 高温弯曲强度试验

在脆性材料强度试验中, 由于拉伸强度测试方法存在的应力集中效应和偏心度的影响较难克服, 抗弯强度试验则被广泛的应用。这是一种材料质量控制和材料鉴定的试验。

本试验是对一定形状尺寸的陶瓷基复合材料试样、在三点弯曲或四点弯曲载荷作用下的强度进行测定, 试验布局分别示于图 1 和图 2。

三点弯曲的测试方法简单, 这种试验的分析为^[3]

$$\sigma = \frac{3PL}{2bh^2} \quad (1)$$

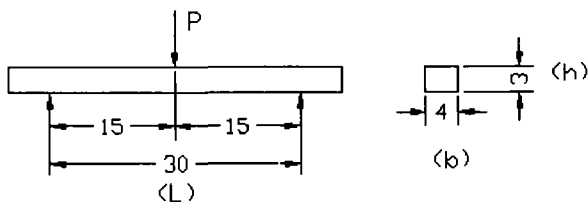


图 1 三点弯曲试样

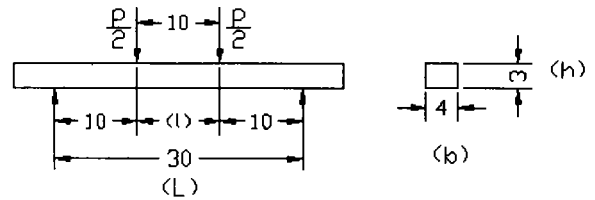


图 2 四点弯曲试样

四点弯曲具有一定的恒弯短范围, 在这一范围内不存在截面上的切应力, 能较全面地反映纯弯曲应力状态下的材料强度。这种试验的分析为

$$\sigma = \frac{3P(L-l)}{2bh^2} \quad (2)$$

加载点和支持点采用弹性模量不低于 200GPa 及 1400℃ 条件下具有足够抗压强度的材料制成的圆柱体。支持点圆柱体直径为 4mm, 以减小局部压痕和应力集中。

对短纤维增强陶瓷基复合材料及高温结构陶瓷材料, 跨厚比 $L:h$ 见图 1 和图 2。

对长纤维增强陶瓷基复合材料, 跨厚比均大于短纤维陶瓷基复合材料的比值。

本试验采用的是矩形横截面直方形试样, 其尺寸为 $3\text{mm} \times 4\text{mm} \times 36\text{mm}$ 。

3.2 高温断裂韧性试验方法

借鉴金属材料单边缺口梁 (SENB) 三点弯曲断裂韧性试验方法, 对该类材料断裂韧性进行测定。这是一种材料质量控制与鉴定的试验, 是陶瓷基复合材料研制与发展的重要的力学性能参数试验。

单边缺口三点弯曲法的关键问题是加工试样的缺口, 槽宽愈小愈好, 目前国内加工试样槽宽一般在 $72 \sim 80\mu\text{m}$ 。

根据边界配置法求得单边缺口三点弯曲试样 (SENB) 应力强度因子表达式^[4]:

$$K_I = \frac{3PL}{2BW^2} \sqrt{a} \cdot f\left(\frac{a}{w}\right) \quad (3)$$

当载荷达到了临界值 P_c , 裂纹就失稳扩展并导致断裂, 在此临界条件下, 求得的 K_I 值就相当于试样断裂韧性 K_{Ic} ^[4], 对陶瓷基复合材料 $P_c = P$ 。

$$K_{Ic} = \frac{3P_c L}{2BW^2} \sqrt{a} \cdot f\left(\frac{a}{w}\right) \quad (4)$$

式中 B 和 W 分别是 SENB 的宽度与高度, 裂纹长度 a 从试样断口中量出 (见图 3)。L 为试样支点间的距离,

本试验夹具支座有三个, $L=4W$ 。

上式中

$$f\left(\frac{a}{w}\right) = 1.93 - 3.07 \frac{a}{w} + 14.53 \frac{a^2}{w^2} - 25.07 \frac{a^3}{w^3} + 25.80 \frac{a^4}{w^4}$$

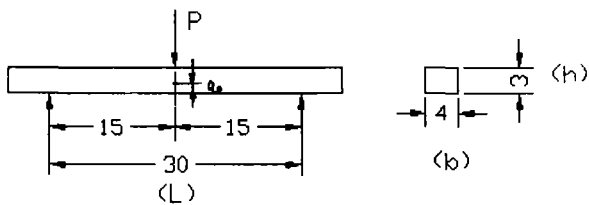


图 3 三点弯曲断裂韧性试样

本试验夹具加载点与支持点,对夹具材料的要求及几何形状与弯曲强度试验相同。

本试验在试样载荷点上以每分钟小于 0.5mm 的位移速率加载。

经测定,在保温半小时条件下,加热炉控温热电偶(热端未接触试样)测定的温度与接触试样热电偶测定的温度相同。

将本文的试验结果代入公式(1),(2),(3),便获得 SiC 陶瓷及 Si_3N_4 陶瓷的弯曲强度及断裂韧性,见表 1。

表 1 三点弯曲试验结果

材料	试验温度 ℃	弯曲强度 ^① , MPa		断裂韧性 ^① , MPa $\sqrt{\text{m}}$	
		I	II ^②	I	II ^②
SiC	1000			2.16 ^③	—
				2.68 ^③	—
				3.70	4.18
				3.50	3.97
				2.94	3.25
				2.45	3.07
				2.26	2.56
				2.12	2.19
Si_3N_4	1350	156.90 ^④			
	室温	908.95 ^④	833.20 ^④		
		814.57 ^④	702.18 ^④		
	1000			8.38	
	1350			5.64	

注: ① 本栏 I 组数据为本文所得试验结果; II 组数据为建材院陶

瓷所试验结果;

② 试验设备为岛津陶瓷材料力学性能试验机;

③ 试样材料得自韩国标准科学研究院;

④ 试样尺寸 3mm×4mm×36mm,切口槽宽 72μm;其它数据所用试样尺寸为 3mm×4mm×20mm,切口槽宽 72μm。

4 讨论

由于试验用料难于获取,本工作只做了少量高温结构陶瓷与陶瓷基复合材料的高温弯曲及断裂韧性试验,试验结果见表 1。为了证明本文建立起来的试验设备及试验方法的可靠性与适用性,将本文的试验结果与中国建材院高技术陶瓷研究所在日本岛津材料试验机上做的相当的试验结果一并列入表 1。

对比分析结果表明,对 1000℃的 SiC 的晶须增强的陶瓷基复合材料的断裂韧性试验,本文的试验结果与建材院高技术陶瓷所的试验结果无显著差异。从而表明本文建立起来的 1000~1350℃状态下的陶瓷基复合材料的弯曲强度及断裂韧性的技术与试验基本上是可靠、可行的。关于尺寸效应问题,有待进一步研究。

本课题研究过程中得到北京航空材料研究院赵家培研究员、管保青工程师提供的 CMC 试样,并与他们进行了有益的讨论,表示感谢。

超薄铝箔力学性能的测试

潘振昌(北京航空材料研究院)

为了满足食品包装大量进口 0.007mm 厚铝箔;解决其商检的需要,测定了铝箔拉伸强度与延伸率,并对试样的形状与尺寸、试样切取方法与方向以及拉伸速度等 48 组不同类型的影响因素进行系统分析比较,并用统计方法处理所得数据,求出其平均值和标准偏差,在此基础上分析认为,LRSN 组(即纵向取样、圆弧过渡、窄工作宽度、短标距)的试样形状最为合适。该类试样尺寸为:工作部分的宽度 15mm、长度 50mm、平行长度 60mm。在试样制备技术上,经实践证明,用模具一次冲压方法可得到质量满意的试片,所刻标准的线宽在 0.1~0.3mm 以内。试样在夹持面上贴有 1mm 的橡胶保护层,按两片试片称重法来计算试样的横截面积。经实践,获得国家商检局的认可证明,该法所得数据可靠,重复性好。