

低延性陶瓷材料高温 K_R -曲线行为

The K_R -Curve Behavior of Ceramic Materials
at High Temperatures

白世鸿, 乔生儒, 纪岗昌, 康沫狂

(西北工业大学材料学院 401 教研室, 西安 710072)

张行安 (北京航空材料研究院, 北京 100095)

BAI Shi-hong, QIAO Sheng-ru, JI Gang-chang, KANG Mo-kuang

(401 Faculty, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

ZHANG Xing-an (Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

摘要: 在高温下采用加载-卸载技术与柔度标定相结合的方法测量了 SiC 陶瓷材料的 K_R -曲线行为。结果表明: 在高温下陶瓷材料 K_R 随裂纹长度的增加而提高。随温度提高, 陶瓷材料韧化指数 m 减小, 裂纹阻力降低, 其 K_R 曲线越平坦。陶瓷材料在高温下增大的 K_R 曲线行为, 与裂纹的转向及裂纹尾区裂纹表面之间的相互作用密切相关。加载-卸载技术与柔度标定相结合的试验方法, 对测量陶瓷材料高温 K_R -曲线是一种有效简便的方法。

关键词: 陶瓷; 高温; K_R -曲线; 加载-卸载

中图分类号: V254.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381 (2002) 06-0029-03

Abstract: The K_R -curve behavior for SiC material was measured by loading-unloading technique combined with compliance calibration at high temperatures in this paper. The testing results indicate that the K_R increases with increasing crack length at high temperatures; with temperatures increasing, the toughening exponent of ceramic materials decreases and the K_R -curves become flat. The increased K_R -curve behavior at high temperatures for ceramics is relevant with the crack deflection and the interaction between crack surfaces in wake area behind the crack tip. The method of loading-unloading combined with compliance calibration is an effective and simple test technique for measuring K_R -curve behavior of ceramics at high temperatures.

Key words: ceramics; high temperatures; K_R -curve; loading-unloading

陶瓷材料由于其固有的脆性, 往往具有较低的断裂韧性(或断裂阻力)。陶瓷材料在较低温度下常常展示线弹性力学行为, 但随温度的升高, 材料会具有一定的塑性变形能力, 这种变形行为的出现, 主要归因于高温下晶间玻璃相粘滞性行为而引发的慢裂纹生长(SCG)。即使在室温下, 有时也会观察到明显的非线性应力-应变行为, 这种情况常发生在粗晶材料或具有高微裂纹密度材料在慢速加载条件下^[1]。材料的裂纹生长阻力常以测量裂纹阻力曲线来表征(即 K_R -曲线)^[2]。裂纹生长阻力曲线有多种测量技术^[3,4], 这些测量技术大都操作较复杂, 且耗费时间。对于陶瓷材料 K_R -曲线行为的研究已有不少报道^[5,6]。研究表明, 裂纹生长阻力随裂纹的生长而增大, 对于非相变陶瓷来说, 这种增大的 K_R -曲线行为要归功于裂纹尾区的桥接和裂纹尖端的微裂化^[7]。

目前大量的 K_R -曲线实验结果是在室温条件下

获得的, 而在高温下有关这方面的研究相对较少。本工作利用加载-卸载技术, 研究了 SiC 陶瓷在高温下的 K_R -曲线行为, 探讨了显微组织结构对 K_R -曲线的影响。

1 实验方法

1.1 实验材料及设备

SiC 陶瓷材料为层状结构, 主层为 SiC + 5% (mass fraction) Y_2O_3 + 5% (mass fraction) Al_2O_3 , 夹层为 SiC 与 B_4C 的混合物。该材料在 1800 °C 氮气保护下经热压烧结而成。测量载荷-位移曲线采用四点弯曲方法在由乌克兰进口的高温弯曲实验机上进行 (Ceramic Testing System), 在测试过程中取加载速率为 0.05mm/min, 卸载时取 0.5mm/min。

1.2 试样形状及尺寸

实验采用 SENB 法(单边缺口梁法), 试验机所需

试样尺寸为 $50\text{mm} \times 5\text{mm} \times 3.5\text{mm}$, 取起始缺口尺寸 $a_0 = 1\text{mm}$ (即 $\alpha = a_0/w = 0.2$), 所有试样在测试前都经表面抛光处理。

2 试验技术

陶瓷材料高温断裂阻力可以通过测量缺口梁试样在高温下的载荷—位移曲线, 利用等价弹性裂纹的方法获得 SiC 陶瓷在高温下的载荷—位移曲线, 如图 1 所示。这种方法假定在准静态裂纹扩展中能量释放率 K_R 与线弹性状态相同^[8], 因此, K_R 可计算为^[9]:

$$K_R = Y(a/w) \sigma_a a^{1/2} \quad (1)$$

其中, σ_a 为施加的应力; a 为裂纹长度 $a = a_0 + \Delta a$; w 为试样宽度; Δa 为裂纹增量; $Y(a/w)$ 为形状因子。
 $Y(a/w) = \{1.99 - 1.33a/w - [3.49 - 0.68a/w + 1.35(a/w)^2](a/w)(1-a/w) / (1+a/w)^2\} / (1-a/w)^{3/2}$

裂纹长度 a 的计算较为复杂, 根据 M. Sakai 和 R. C. Bradt^[10] 推荐的计算方法, 通过室温下对不同缺口深度的试样进行柔度标定, 并在计算机上进行回归处理, 我们可以得到:

$$\lambda(\alpha) = 18.94 - 942.17\alpha + 14018.44\alpha^2 - 12525.37\alpha^3 \quad (2)$$

(关系系数 $r = 0.96$)

式中: $\lambda(\alpha) = EBC(\alpha)$ 为无量纲柔度; $\alpha = a/w$ 为相对裂纹长度; B 为试样厚度; E 为弹性模量。通过式 (2) 我们可以进一步得到不同温度下试样柔度 $C(\alpha)$ 与相对裂纹长度 α 之间关系:

$$\begin{aligned} C(\alpha)^{1200} &= 0.27 - 13.39\alpha + 200.43\alpha^2 + 178.33\alpha^3 \\ C(\alpha)^{1250} &= 0.39 - 19.38\alpha + 288.64\alpha^2 + 257.50\alpha^3 \\ C(\alpha)^{1300} &= 0.69 - 34.41\alpha + 512.21\alpha^2 + 457.50\alpha^3 \end{aligned}$$

通过测量陶瓷材料不同温度加载—卸载曲线中每一个循环的试样柔度, 利用式 (2) 可以获得相应的裂纹长度, 进而代入式 (1) 即可求得裂纹生长阻力。

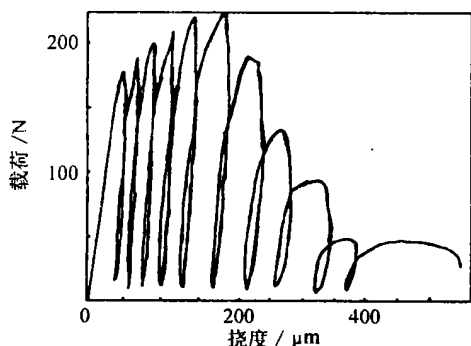


图 1 SiC 陶瓷载荷—位移曲线 ($T = 1250$ °C)

Fig. 1 The load-unloading curve for SiC ($T = 1250$ °C)

需要指出的是在加载过程中加载速率应适当放慢, 以便获得稳态裂纹的生长, 而在卸载过程中, 卸载速率应适当加快, 以确保弹性恢复, 同时减少试样在高温环境中的时效作用。柔度的计算取卸载段最具线性部分的斜率为佳。

3 实验结果与讨论

在较低温度下, 陶瓷材料以其固有脆性, 很难发生明显的塑性变形, 裂纹一旦萌生, 便迅速失稳扩展以至断裂, 表现出完全的线弹性力学行为, 此时 $K_R = \text{常数}$, 裂纹扩展阻力与裂纹长度无关, 大量的研究都证明了这一点。但在高温下, 从图 2 的实验结果可以看到, K_R 曲线随相对裂纹长度 Δa 的增大呈增大的变化行为, 这要归因于晶间玻璃相的粘滞性行为。在高温下由于晶间玻璃相的软化, 使慢裂纹生长 (SCG) 成为可能, 且裂纹的扩展沿着相对较弱的晶界相进行, 与此同时在裂纹尾区晶粒之间发生桥接 (图 3a)。由于这些因素的影响, 表现在宏观上陶瓷材料在高温下具有明显的塑性变形能力, 从图 1 中的加载—卸载曲线上我们可以看到, 每一次加载—卸载循环, 起始点都没有恢复到坐标原点位置, 发生了永久变形, 表现出弹塑性力学行为。从而在高温下裂纹阻力 K_R 随裂纹长度的增大而增大, 即表现出增大的 K_R 阻力曲线行为。对于层状的 SiC 陶瓷, 由于被含有 BC 混合物的弱的界面层所隔离, 使得裂纹在不同层中扩展时除了裂纹尾区的桥接外还发生多次转向, 从图 3b 可以发现裂纹扩展路径呈“阶梯”状, 这对于高温下提高 K_R 有一定贡献。

从图 2 所得到的实验结果来看, 随温度的升高, 断裂阻力 K_R 随裂纹长度的增大, 其上升趋势变缓, 即在高温下 K_R 曲线变得相对平坦。这主要是由于高温下晶间玻璃相的高度软化, 导致晶间空穴的形成^[11], 从而加速了裂纹的扩展, 使裂纹扩展阻力相对减少。

从我们所得到的 K_R 曲线来看, 裂纹阻力 K_R 与

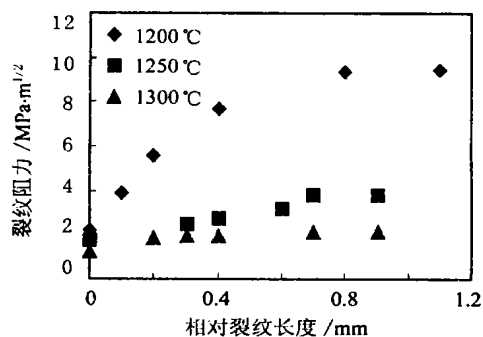


图 2 SiC 不同温度下 K_R 曲线

Fig. 2 K_R curves of SiC at different temperatures

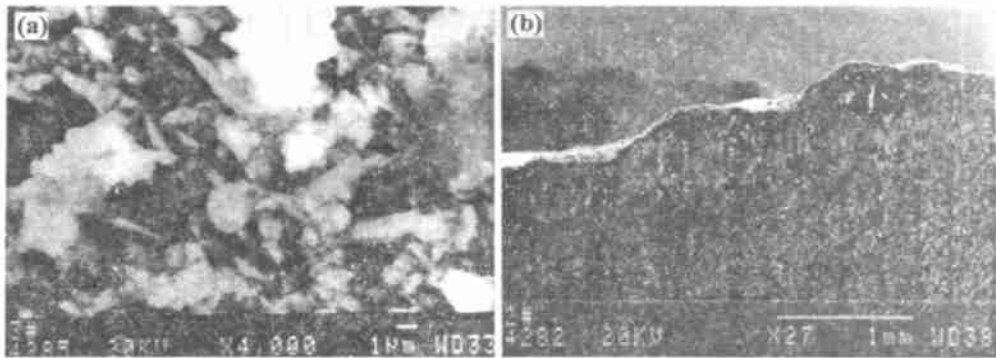


图3 SiC 陶瓷显微组织 (SEM)
Fig. 3 Microstructure of SiC ceramic (SEM)

裂纹增量 Δa 满足增幂函数经验关系式^[12], 可以假设:

$$K_R = K (\Delta a)^m$$

其中: K 为常数; m 为韧化指数。通过对 $\ln K_R$ 与 $\ln (\Delta a)$ 之间进行最小二乘线性拟合, 我们可以得到 SiC 陶瓷不同温度下的韧化指数 m 的大小(见表 1)。从表中数据不难看出, 随温度升高, 韧化指数减小, 从而使高温下裂纹阻力减小, 与得到的 K_R 曲线相比较, 温度越高, K_R 曲线越发变得平坦, 二者之间吻合得较好。

表 1 不同温度下的韧化指数 (SiC)

Table 1 The toughening exponent at different temperatures (SiC)

$T/$	1200	1250	1300
m	0.14	0.08	0.04

4 结论

- (1) 高温下 K_R 随裂纹长度的增加而提高; 且温度越高, K_R 曲线越发变得平坦。
- (2) 陶瓷材料韧化指数 m 越小, 裂纹阻力 K_R 越小, 其 K_R 曲线越平坦。
- (3) 陶瓷材料在高温下所出现的增大的 K_R 曲线行为, 主要与裂纹的转向及裂纹尾区裂纹表面之间的相互作用(晶粒之间的磨擦与桥接, 晶间玻璃相的粘接等)密切相关。加载—卸载技术与试样柔度标定相结合的实验方法, 对于测量陶瓷材料高温 K_R -曲线行为, 即省时又省料, 不失为一种较理想的方法。

参考文献

[1] BORNHAUSER A, KROMP K and PABST R F. R-Curve Eval-

uation with Ceramic Materials at Elevated Temperatures by an Energy Approach Using Direct Observation and Compliance Calculation of the Crack Length [J] . J Mater Sci, 1985, 20 (7): 2586- 2596.

[2] LEE D J. J Mater Sci, 1995, 30: 4617- 4622.

[3] LI C W, LEE D J and LUIS C. J Am Ceram Soc, 1992, 75: 1777.

[4] LUT E H and SAKAI M. J Am Ceram Soc, 1993, 76: 3113.

[5] STEINBRECH R W, REICHL A and SCHAARWAOHTER W. R-Curve Behavior of Long Cracks in Alumina[J] . J Am Ceram Soc, 1990, 73 (7): 2009- 2015.

[6] EVANS A G and FABER K T. Crack Growth Resistance of Microcracking in Brittle Materials [J] . J Am Ceram Soc , 1984, 67 (4) : 255- 260.

[7] TANGUY Rouxel, et al.R-curve Behavior and Stable Crack Growth at Elevated Temperature (1500 ~ 1650) in a Si_3N_4/SiC Nanocomposite [J] . J Am Ceram Soc , 1994, 77 (12): 3237- 3243.

[8] CELEMIN J A, PASTOR J Y, et al, Fracture Resistance of Zr-SiO4/SiC composites Between 20 and 1450 [J] . scripta Materialia, 1997, 37 (8): 1249- 1254.

[9] HOCKIN H, XU K, et al. J Am Ceram Soc , 1995, 78 (3) : 698- 704.

[10] SAKAI M and BRADT R C. Fracture Toughness Testing of Brittle Materials [J] . International Materials Reviews, 1993, 38 (2): 55- 78.

[11] DYSON B F, LOHR R D and MORRELL R. Mechanical Testing of Engineering Ceramics at High Temperatures [M] . Elsevier Applied Science, London and New york, 1988.

[12] SUNG R C, JONATHAN A S. J Am Ceram Soc , 1994, 77 (4): 1042- 1046.

收稿日期: 2001-03-01
作者简介: 白世鸿 (1968-), 男, 博士, 副教授, 主要从事于陶瓷及其复合材料高温力学性能测试与表征研究, 发表论文十余篇, 联系地址: 西安市西北工业大学 401 教研究 (710072)。