

温度对氮化硅材料动态疲劳特性的影响

王红洁 王永兰 金志浩 周惠久

(西安交通大学材料科学与工程学院 西安 710049)

摘 要

研究了一种 Si_3N_4 陶瓷材料在室温、800及1100°C条件下的动态疲劳特性. 结果发现与 ZrO_2 及玻璃陶瓷相似, 在高应力速率区, 仍出现断裂应力随应力速率的提高而迅速下降的现象, 同时应力腐蚀指数 n 随温度的升高而下降. 通过断口分析, 表明 Si_3N_4 陶瓷材料高温动态疲劳失效主要是由于晶间玻璃相软化流动造成的.

关 键 词 Si_3N_4 , 动态疲劳, 应力腐蚀指数

分 类 号 TB 321

1 引言

工程陶瓷材料具有高强、耐高温、耐腐蚀、耐磨损、质轻等特点, 特别适宜于在高温恶劣环境中使用, 因而陶瓷高温疲劳性能的研究对于陶瓷的开发、应用至关重要. 但是, 由于试验温度高, 对试验仪器及夹具的要求较高, 人力、物力消耗很大, 因此, 目前对陶瓷材料疲劳的研究主要以室温为主.

本文则系统地研究了温度对 Si_3N_4 材料动态疲劳特性的影响. 所谓动态疲劳 (Dynamic Fatigue) 是指通过改变加载速率获得裂纹扩展参数的试验方法^[1]. 通过本研究, 将深入了解不同温度下 Si_3N_4 材料的动态疲劳特性, 进一步深化对 Si_3N_4 陶瓷高温动态疲劳特性的认识.

2 理论分析

根据断裂力学理论, 对绝大部分陶瓷材料而言, 应力强度因子 K_I 与裂纹生长速率 V 之间的关系为:

$$V = AK_I^n = \frac{da}{dt} \quad (1)$$

式中, a 为裂纹尺寸, t 为时间, A 与 n 是与材料及环境有关的常数.

$$K_I = Y \cdot \sigma \cdot a^{1/2} \quad (2)$$

式中, Y 为几何因素.

动态疲劳测试方法是基于裂纹扩展使得强度和应力速率相关这个事实基础上的. 应力

* 1997-12-03 收到初稿, 1997-12-16 收到修改稿

西安交通大学博士科研基金资助

对裂纹长度的全微分为 $d\sigma/da = \dot{\sigma}/V$, 其中 $\dot{\sigma}$ 为应力速率. 将 (1)、(2) 式代入, 则

$$\frac{d\sigma}{da} = \frac{\dot{\sigma}}{AK_I^n} = \frac{\dot{\sigma}}{AY^n\sigma_c^{n/2}} \tag{3}$$

分离变量后, 求积分可得下式

$$\sigma_f^{n+1} = B(n+1)\dot{\sigma}(\sigma_c^{n-2} - \sigma_f^{n-1}) \tag{4}$$

若 $\sigma_f^n \ll \sigma_c^n$, 则

$$\sigma_f^{n+1} = B(n+1)\dot{\sigma}\sigma_c^{n-2} \tag{5}$$

其中 B 为常数, n 为应力腐蚀指数, σ_c 为材料固有强度, 对 (5) 式两边取对数后可得

$$\ln\sigma_f = \frac{1}{n+1}\ln[B(n+1)\sigma_c^{n-2}] + \frac{1}{n+1}\ln\dot{\sigma} \tag{6}$$

可见, 当 $\sigma_c^n \gg \sigma_f^n$ 时, σ_f 与 $\dot{\sigma}$ 在双对数坐标系中的关系为一直线, 直线的斜率为 $\frac{1}{n+1}$. 在不同的加载速率 $\dot{\sigma}$ 条件下确定材料断裂应力 σ_f , 即可由 $\ln\dot{\sigma}$ 与 $\ln\sigma_f$ 的直线关系确定材料的 $\ln B$ 及应力腐蚀指数 n .

3 实验方法

实验材料为一种添加 Y_2O_3 及 Al_2O_3 的常压烧结 Si_3N_4 陶瓷, 常规性能示于表 1.

表 1 实验用 Si_3N_4 陶瓷的性能
Table 1 Properties of experimental samples of Si_3N_4

Density/ $g\cdot cm^{-3}$	Flexural strength/MPa*	$K_{IC}/MPa\cdot m^{1/2}$ **	H_v/MPa
3.12	750	6.75	1555

* Determined by three-point bending method; ** Determined by indentation method, $P=20kg$

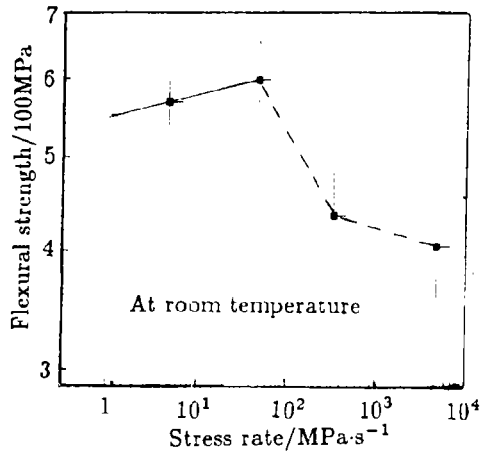


图 1 室温下 Si_3N_4 的动态疲劳曲线
Fig. 1 Dynamic fatigue curve of Si_3N_4 at room temperature

动态疲劳采用三点弯曲法, 试样尺寸为 $3\times4\times40mm$, 跨距为 30mm, 为减少数据分散性, 对试样进行单面抛光. 室温及高温疲劳实验均在 Instron-1195 试验机上进行. 采用四组压头速率, 分别为 0.05、0.5、5、50mm/min, 在载荷 ~ 位移曲线上测算对应的应力速率 σ . 每个点取 7 根试样, 计算平均断裂应力和应力速率. 用扫描电镜观察疲劳断口.

4 实验结果

4.1 室温动态疲劳特性

图 1 为材料在室温下断裂应力与加载速率的关系, 可以看出:

(1) 存在一临界应力速率 $\dot{\sigma}^*$, $\dot{\sigma}^*=47.4\text{MPa/s}$;

(2) 当 $\dot{\sigma} < \dot{\sigma}^*$ 时, 断裂应力 σ_f 随应力速率 $\dot{\sigma}$ 的增加而增加, 当 $\dot{\sigma} > \dot{\sigma}^*$ 时, 断裂应力 σ_f 随应力速率 $\dot{\sigma}$ 的增加而急剧下降, 严重偏离 (6) 式, 这与相变增韧陶瓷^[2,3] 和玻璃陶瓷^[4,5] 相似;

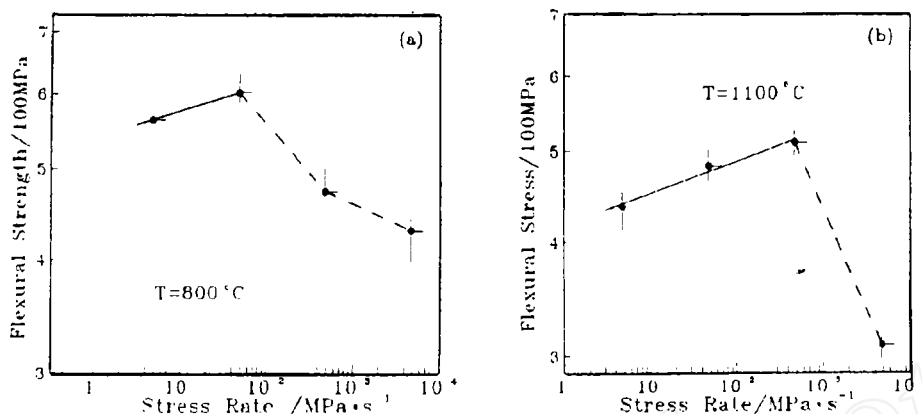


图 2 高温时 Si_3N_4 的动疲劳曲线

Fig. 2 Dynamic fatigue curve of Si_3N_4 at high temperature

(a) 800°C ; (b) 1100°C

(3) 应力腐蚀指数 n 为 42.56.

4.2 高温动态疲劳特性

图 2 分别为 800°C 及 1100°C 时断裂应力与加载速率的关系, 可以看出:

(1) 在低应力速率区, 材料的断裂应力与加载速率在双对数坐标系中可以很好地符合直线关系; 但在高应力速率区, σ_f 仍然下降, 与室温动疲劳趋势一致;

(2) 临界应力速率 $\dot{\sigma}^*$ 在 1100°C 时右移, 增加为 474MPa/s ;

(3) 随温度升高, 应力腐蚀指数 n 下降 (图 3).

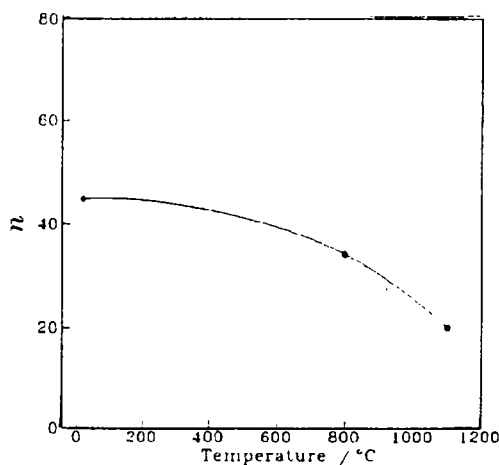


图 3 应力腐蚀指数 n 与实验温度的关系

Fig. 3 Relationship between stress corrosion exponent n and experimental temperature

5 讨论

由于 Si_3N_4 陶瓷属液相烧结, 晶间玻璃相含量较多^[5], 尽管室温下其断裂前的变形量极小, 但在较高温下, 由于晶间玻璃相软化, 导致材料对断裂的抗力降低, n 值下降. 图 4 及图 5 分别为室温及 1100°C 时动疲劳断口, 不难看出, 室温断口以沿晶和解理断裂为主, 说明裂纹萌生后沿原子结合力较弱

的晶间玻璃相处发生, 并且当 $\dot{\sigma} < \dot{\sigma}^*$ (47.4MPa/s) 时, 随着 $\dot{\sigma}$ 的提高, 材料的各种增韧机制充分发挥作用, 断口逐渐粗糙; 但当 $\dot{\sigma} > \dot{\sigma}^*$ 时, 断口则呈明显的冰糖状脆性断口。



图 4 室温下动疲劳断口

Fig. 4 Fractographies of dynamic fatigue samples at room temperature

(a) $\dot{\sigma}=4.74\text{MPa/s}$; (b) $\dot{\sigma}=47.4\text{MPa/s}$; (c) $\dot{\sigma}=474\text{MPa/s}$

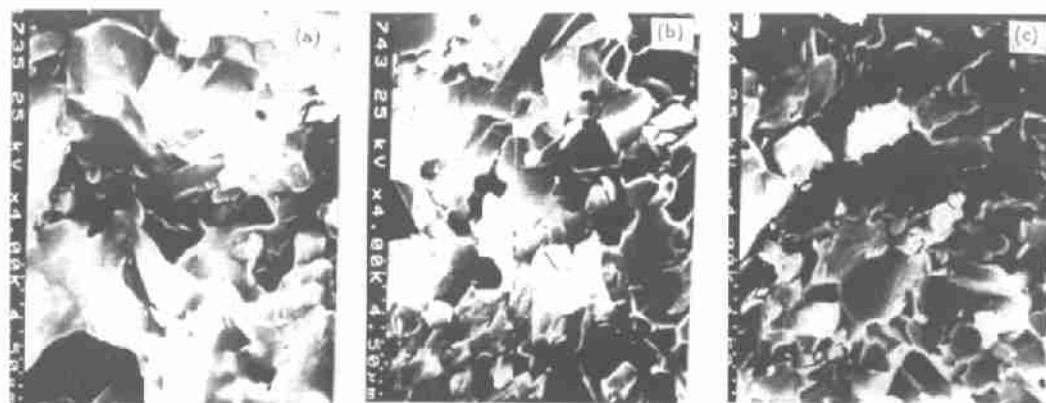


图 5 1100°C 温下动疲劳断口

Fig. 5 Fractographies of dynamic fatigue samples at 1100°C

(a) $\dot{\sigma}=47.4\text{MPa/s}$; (b) $\dot{\sigma}=474\text{MPa/s}$; (c) $\dot{\sigma}=4740\text{MPa/s}$

而高温动疲劳后的试样表面粗糙度明显增加, 在扫描断口上有明显的被液相物质覆盖过的痕迹 (图 5)。当应力速率 $\dot{\sigma}$ 为 47.4MPa/s 时, 由于应力速率小, 断裂持续时间较长, 玻璃相流动严重, 甚至有些晶粒已被玻璃相覆盖; 同时, 在应力和温度的共同作用下, 高温孔隙连续或长大形成高温孔洞。仔细观察, 在个别未被覆盖区, 仍能看到柱状晶的存在 (图 5a)。随着应力速率的提高, 当 $\dot{\sigma}$ 达 474MPa/s 时, 由于断裂时间短, 玻璃相软化程度小, 断裂过程中仍有部分增韧机制起作用, 断口粗糙度较大, 并显示出亚临界裂纹扩展的痕迹 (图 5b), 因而断裂应力 σ_f 达到峰值; 当 $\dot{\sigma}$ 达到 4740MPa/s 时, σ_f 急剧下降, 断口已为明显的冲击断口, 裂纹深长, 无任何增韧机制起作用, 且断裂单元小, 断口平整 (图 5c)。

根据文献 [5] 的分析, 动疲劳试验中, 高应力速率区 σ_f 急剧下降的现象与材料的阻力行为 (R -曲线) 密切相关. 对具有阻力行为的材料, 其断裂韧性与初始裂纹尺寸 a_0 及增韧因子 m 有关 (图 6), 可以看出, a_0 减小或 m 值减小, 都会使 $\dot{\sigma}^*$ 显著增加. 动疲劳试验中, 初始裂纹即为材料的制造过程中的气孔、缺陷, 随着温度的升高, 晶间玻璃相逐渐软化、流动, 在此过程中, 部分微裂纹或气孔被粘滞玻璃相“焊合”或“填充”, 使得初始裂纹尺寸 a_0 下降, 从而导致临界应力速率 $\dot{\sigma}^*$ 增加.

综上所述, 作者认为 Si_3N_4 陶瓷材料高温动疲劳失效主要是由于晶间玻璃相软化、流动造成的, 在高温下, Si_3N_4 的疲劳抗力 (n) 下降, 但临界应力速率 $\dot{\sigma}^*$ 却增加. 在不同条件下使用 Si_3N_4 陶瓷材料时应注意“扬长避短”.

6 结论

1. Si_3N_4 陶瓷在高温或室温下均出现高应力速率区断裂应力急剧下降的现象, 同时应力腐蚀指数 n 随温度的升高而下降.
2. 高温下应力腐蚀指数 n 的降低主要是由于晶间玻璃相软化、流动, 材料裂纹扩展阻力降低引起的.

参 考 文 献

- 1 Evans A G. *Int J Fatigue*. 1974, 1 (10): 251-263
- 2 Wang Jian, Jin Zhihao, Wang Xiaotian. *Int J Fatigue*. 1993, 15 (1): 37-40
- 3 王 健. 西安交通大学博士学位论文. 西安, 1990
- 4 Qiao Guanjun, Wang Yonglan, Jin Zhihao, et al. *Int J Fatigue*. 1996, 18 (8): 523-527
- 5 乔冠军. 西安交通大学博士学位论文. 西安, 1995
- 6 王红洁, 王永兰, 金志浩, 周惠久. 西安交通大学学报, 1996, 30 (2): 82-87

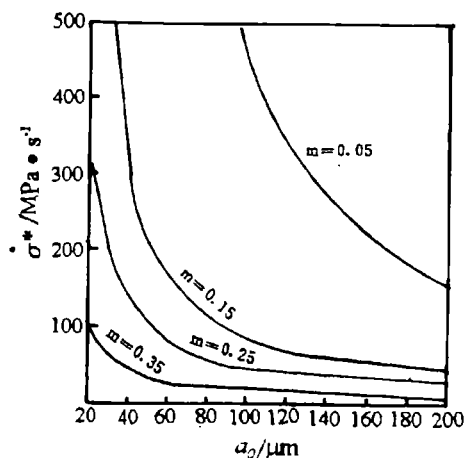


图 6 $\dot{\sigma}^*$ 与 a_0 、 m 的关系

Fig. 6 Relationship among $\dot{\sigma}^*$, a_0 and m

Effect of Temperature on Dynamic Fatigue Behaviour of Si_3N_4 Material

WANG Hong-Jie WANG Yong-Lan JIN Zhi-Hao ZHOU Hui-Jiu
(School of Mater. Sci. and Eng., Xi'an Jiaotong University Xi'an 710049 China)

Abstract

The dynamic fatigue behaviours of Si_3N_4 material at room temperature, 800 and 1100°C were investigated. It was discovered that the fracture strength decreases with the increase of $\dot{\sigma}$ at a high stress rate, and that the stress corrosion exponent n decreases also with the temperature increasing. The former is the same as that in transformation toughening ceramics and glass-ceramics, but is of some deviation from the theoretical prediction. The fractographic observation showed that the dynamic fatigue failure mechanism of Si_3N_4 at elevated temperature is the softening of the glass phase in grain boundaries.

Key words Si_3N_4 , dynamic fatigue, stress corrosion exponent