

显微结构对 Sialon 陶瓷室温疲劳短裂纹扩展行为的影响*

蒋丹宇 施剑林 来亭荣 严东生

(中国科学院上海硅酸盐研究所高性能陶瓷和超微结构国家重点实验室 上海 200050)

摘 要

本文采用不同相组成和不同显微结构的 α - β -Sialon 复相陶瓷作为对比试样, 以压痕裂纹模拟陶瓷材料本身固有的微小裂纹, 通过四点弯曲试样, 在相同力学参数条件下, 结合扫描电子显微镜对疲劳断口的观察, 研究了 α - β -Sialon 复相陶瓷的室温疲劳短裂纹扩展现象和微观机理. 研究发现, 长柱状 β -Sialon 晶粒含量多、长径比大的材料具有较高抵抗疲劳失效的能力. 此外, 疲劳断口表明, α - β -Sialon 复相陶瓷疲劳短裂纹扩展的机制主要有: 应力腐蚀、摩擦造成的晶粒桥接弱化和接触损伤.

关 键 词 显微结构, Sialon 复相陶瓷, 疲劳短裂纹扩展行为

分 类 号 TB 323

1 引言

结构陶瓷的可靠性是材料获得实际应用之前必须研究的一个问题. 陶瓷材料在交变载荷下的可靠性可利用疲劳的方法进行研究和评价. 疲劳裂纹的扩展既能起始于长裂纹, 也能起始于短裂纹. 陶瓷材料的固有表面缺陷一般是短裂纹 ($<200\mu\text{m}$)^[1], 短裂纹在低于长裂纹疲劳极限的应力强度因子作用下, 即可表现出明显的循环疲劳扩展行为^[2]. 因此为了揭示材料在实际使用状态下的破坏机制, 首先应该研究材料的短裂纹疲劳扩展机理. 有研究表明, 材料表面中许多固有裂纹是由于机加工过程中引进的表面损伤造成的. 这些表面损伤周围存在着局部残余应力, 它为裂纹扩展提供了额外的驱动力^[3~4]. 由于维氏压痕在表面产生的残余应力能够较好地模拟这个应力因此本研究通过压痕裂纹扩展行为来研究 α - β -Sialon 陶瓷的疲劳现象.

2 实验过程

为了研究相组成和显微结构因素对材料疲劳性能的影响, 需要进行同等条件下的疲劳实验. 参照已有的对同类材料在不同力学参数下疲劳实验的研究结果^[5], 并结合实际材料压痕梁弯曲强度值, 这里采用的力学参量为: 正弦波, 最大应力 170MPa, 应力幅 68MPa, 应力比 $R = 0.2$, 频率为 5Hz. 此外, 用裂纹尖端等效应力场强度因子同裂纹扩展速率的关系来表征材料的疲劳特性.

实验选择了三种对比试样, 制备过程参见文献 [6]. 它们的显微结构如图 1 所示, 其中, A 试样 α' 相和晶界玻璃相含量高, 组织主要是等轴状晶粒, B 试样 β' 相含量高, 组织中有细小长柱状晶粒, C 试样不仅 β' 相含量高, 而且晶粒大, 长径比也大.

* 1997-08-20 收到初稿, 1997-09-15 收到修改稿

实验采用 $3 \times 4 \times 36$ mm 四点弯曲试样, 受拉面被抛成镜面. 随后于 1200°C 热处理 1h 以消除表面加工应力. 四点弯曲试样内、外跨距分别为 10mm 和 30mm. 在内跨距受拉面以 2.5mm 为间距打三个压痕, 压痕载荷采用 100N, 载荷保持时间为 10s. 疲劳试验在 INSTRON-8501 液压伺服疲劳试验机上进行. 经过一定循环周次疲劳试验之后卸载, 在光学显微镜下测量裂纹扩展量. 如果经过十万周次后试样仍不断裂, 则人为地将试样破坏以观察裂纹扩展区的断口形貌. 形貌观察在岛津 EPMA-8705QH II 型电子探针上进行.

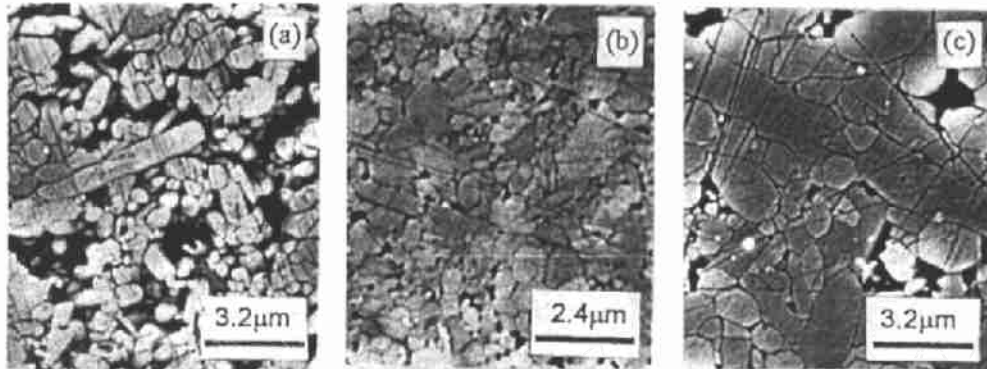


图 1 A、B 和 C 三种对比试样的显微结构
Fig. 1 Microstructures of A, B and C samples

压痕裂纹尖端处等效应力强度因子的表达式为 [7],

$$K_{\text{eff}} = K_{\text{max}} \left\{ \left[\frac{1+R}{2} + \frac{1-R}{2} \sin(2\pi\omega t) \right]^n \right\}^{1/n} \quad (1)$$

式中, t —时间; ω —频率; R —应力比; n —幂指数; K_{max} —最大应力强度因子, 表示为 [8]:

$$K_{\text{max}} = Me \cdot \sigma_a \left(\frac{\pi a}{Q} \right)^{1/2} + \chi \frac{P}{c^{3/2}} \quad (2)$$

式中, σ_a —外加弯曲应力; a —裂纹深度; Me —表面修正因子; Q —裂纹形状因子; c —裂纹半长度; P —压痕压制载荷; χ —压痕残余应力系数.

计算裂纹扩展速率时, 是通过平均速率代替瞬时速率,

$$da/dN = \Delta a / \Delta N \quad (3)$$

式中, Δa —由测量的压痕裂纹径向尺寸变化量 $\Delta 2c$, 根据 $a/c = 1.1 \sim 0.1$ (c/c_0) 计算所得的裂纹深度方向变化量. ΔN —加卸载之间的循环次数.

最后根据试验数据作出 $da/dN \sim K_{\text{eff}}$ 图, 研究裂尖等效应力强度因子与裂纹扩展速率之间的关系.

3 结果与讨论

3.1 疲劳实验结果

图 2 是 B 试样疲劳实验前和疲劳实验后的表面压痕裂纹形貌. 从图中不难看出, 材料在循环载荷的作用下短裂纹有明显的扩展. 说明 α - β -Sialon 陶瓷有显著的循环疲劳现象.

图 3 是 Y 系统 Sialon 陶瓷的 $da/dN \sim K_{\text{eff}}$ 关系. 图中 A 试样数据点很少, 其原因是在多次实验中 A 试样常在第一次卸载前就断裂, 因此只有有限的数据被测量到. 从这些有限的数据也可以发现, 在比较低的裂尖等效应力强度因子作用下, A 试样的疲劳裂纹扩展速率比 B 和 C 都大. 这说明 A 试样抵抗交变载荷破坏的能力比较差, 因而在实际使用中可

靠性低。B 和 C 疲劳裂纹扩展速率也存在着一定的差别, C 试样比 B 试样的疲劳门槛值高,即在较大的裂尖应力强度因子作用下, C 试样的疲劳裂纹才会扩展。这说明 C 试样比 B 试样抵抗疲劳失效的能力要强,在交变载荷作用下的可靠性要高。因此,长柱状 β' 晶粒

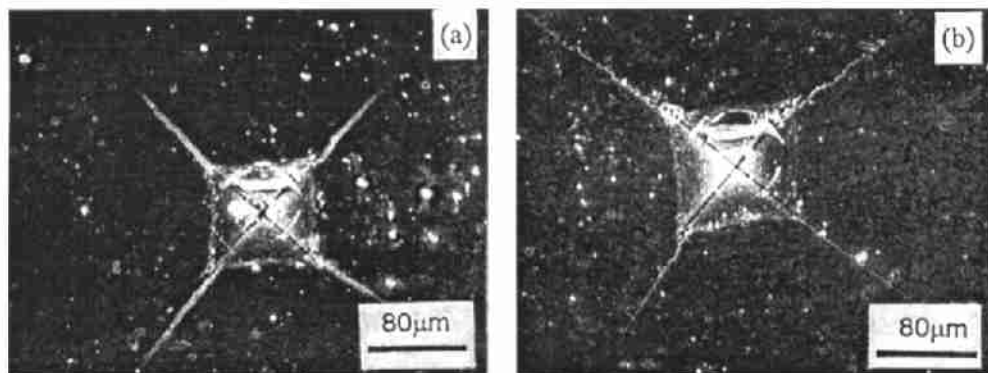


图 2 B 试样疲劳实验前 (a) 和疲劳实验后 (b) 压痕裂纹的长度变化

Fig. 2 The variation of indentation crack length of sample B before (a) and after (b) fatigue test

的含量和长径比对 α - β -Sialon 陶瓷的疲劳短裂纹扩展速率有很大的影响。长柱状 β -Sialon 含量多、长径比大的材料具有较高抵抗疲劳失效的能力。

3.2 α - β -Sialon 陶瓷疲劳短裂纹扩展机理

3.2.1 应力腐蚀

B 试样疲劳断口观察发现,压痕裂纹的亚稳扩展区域和失稳扩展区域有明显的界限(图 4(a))。此外,在不同的区域断口形貌不同。在裂纹亚稳扩展区,试样表面被玻璃相覆盖,难以观察到清楚的组织形貌(图 4(b))。在失稳扩展区域,组织形貌则非常清楚(图 4(d))。从压痕裂纹亚稳扩展区和失稳扩展区的交界处可以明显地观察到这两个区域中组织形貌的不同(图 4(c))。对其它试样观察也得到类似于 B 试样的情况。

由于潮湿环境中存在的水易与 SiO_2 和 Al_2O_3 等成分发生吸附反应破坏材料分子间的化学键,导致陶瓷材料常出现室温下的静疲劳^[9]。在 α - β -Sialon 陶瓷晶界中存在少量的玻璃相,含 SiO_2 、 Al_2O_3 和 Y_2O_3 ^[10] 等,这些玻璃相同环境介质发生反应,在应力的作用下促进疲劳裂纹扩展。

图 5 所示的 B 试样在刚断裂时 (a) 和在潮湿环境中暴露 100h(b) 的断口形貌可以看出,它们没有大的差别。和刚进行完疲劳试验(图 4(b)) 的断口形貌比较就可以证明玻璃相覆盖层的形成主要是由循环载荷和潮湿环境共同造成的。因此应力腐蚀机制是 α - β -Sialon 陶瓷疲劳短裂纹扩展的机理之一。

3.2.2 摩擦造成的晶粒桥接弱化

陶瓷材料在循环载荷作用下裂纹扩展机理一般都认为是裂纹尾迹区域的作用。对于 α - β -Sialon 陶瓷,由于存在长柱状的 β 晶粒所引起的晶粒桥联和拔出效应,这种尾迹区域的

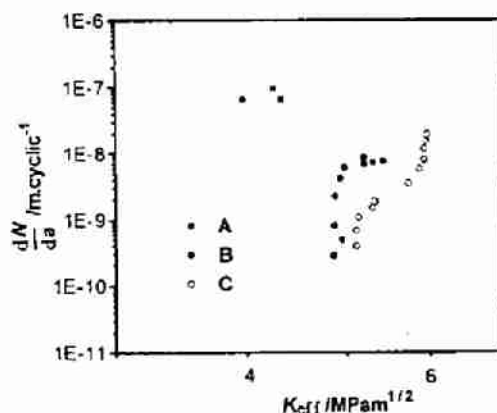


图 3 A、B 和 C 试样的 $da/dN \sim K_{eff}$ 关系。

Fig. 3 da/dN plotted as a function of K_{eff} for A, B, C sample

影响就更加明显. 在循环载荷的作用下裂纹不断地开合必然会减少桥联应力. 此外, 循环应力使桥联晶粒和基体间界面损伤造成摩擦阻力下降, 使得随后拔出过程中长柱状晶粒增韧作用急剧降低. 有人对单相 Si_3N_4 陶瓷静载荷和循环载荷作用下裂纹扩展速率进行对比

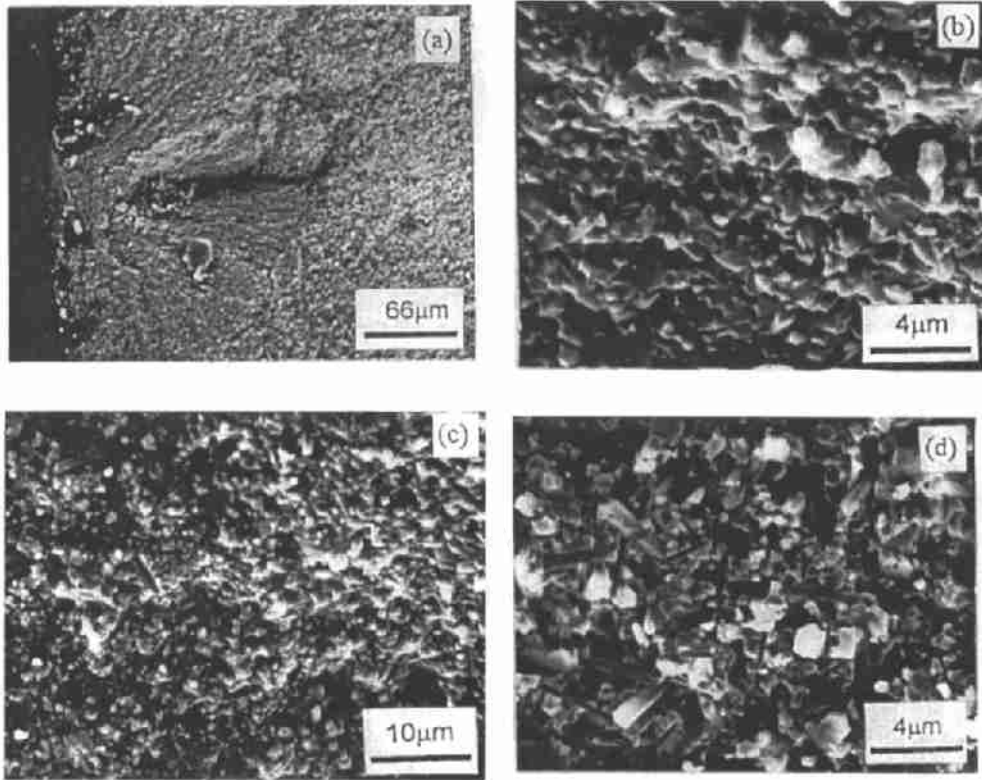


图 4 B 试样疲劳裂纹扩展的不同区域

Fig. 4 Fatigue fracture surfaces of sample B

(a) full view; (b) stable crack growth area; (c) the boundary between stable and unstable crack growth area; (d) unstable crack growth area

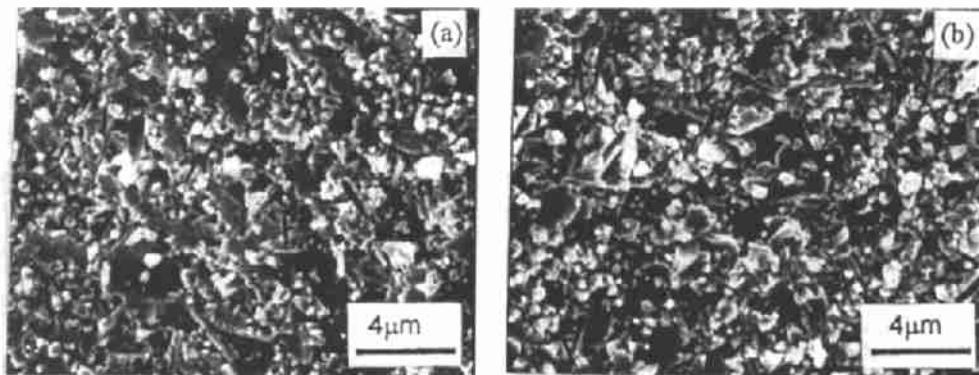


图 5 B 试样在断裂时, 及在潮湿环境中暴露 100h 的电镜照片

Fig. 5 The fracture surface of sample B

(a) at as-fracture; (b) in moisture environment for 100 h

发现,循环载荷促使裂纹扩展的作用远远大于静载荷.有时在静载荷下疲劳效应不显著的材料在循环载荷下具有明显的疲劳裂纹扩展现象^[11].这从一个角度反映出,循环载荷造成长柱状晶粒桥联作用下降会促使疲劳短裂纹扩展.

A 的疲劳裂纹亚稳扩展区域已经难以分清晶粒形貌(图 6),而 B 的这个区域还能分辨出晶粒的轮廓(图 4(b)),这是由于在相设计中 α' 相含量高的材料晶界玻璃相多,在循环载荷作用下界面摩擦磨损更严重.所以,循环载荷更容易使 A 试样破坏,这同图 3 所示的 $da/dN \sim K_{eff}$ 关系图中 A 试样具有非常高的裂纹扩展速率是一致的.

根据桥联和拔出增韧机制,当桥联晶粒断裂强度高,含量大,平均直径大和长柱状晶粒长径比大时材料有较高的裂纹扩展阻力^[12,13].因此对于 A 试样由于长柱状晶粒少,桥联作用本来就弱,再加上晶界上有较多的玻璃相使得在循环载荷作用下材料更容易破坏. C 比 B 试样具有较好的抵抗疲劳裂纹扩展的能力依然可以从其显微结构中具有大的长柱状晶粒增强晶粒桥联、拔出增韧作用得到解释.

3.2.3 接触损伤机理

对一些多晶陶瓷的疲劳性能研究表明,材料的疲劳裂纹扩展是由于接触损伤机理造成的^[14].由于预裂纹表面具有一定的粗糙度,在卸载过程中,晶粒之间的不匹配产生接触拉

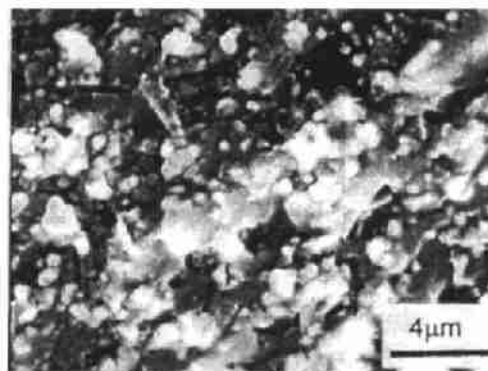


图 6 A 试样疲劳裂纹亚稳扩展区

Fig. 6 The metastable crack growth field of sample A

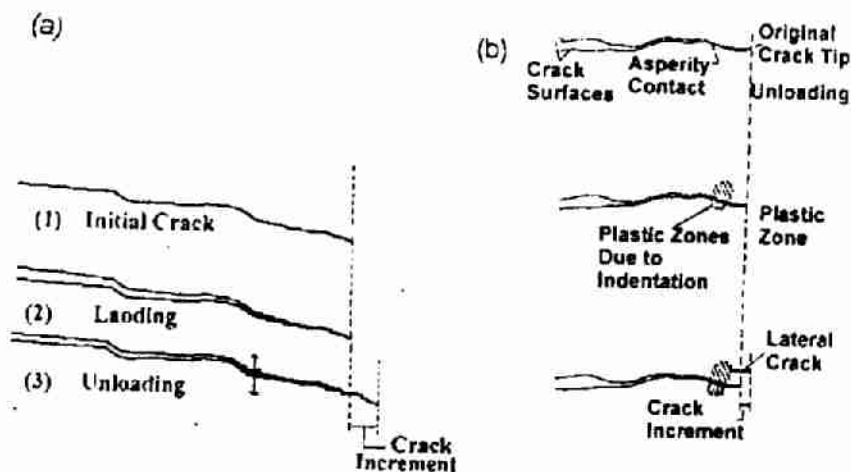


图 7 接触拉应力 (a) 和局部塑性变形 (b) 造成的疲劳裂纹扩展

Fig. 7 Fatigue crack growth caused by (a) tensile stress of contact and (b) local plastic deformation

应力导致晶粒边界断裂(图 7(a)).此外,由于接触应力导致的局部塑性变形,会促使卸载时产生滞后开裂,从而引起总裂纹长度增加^[15](图 7(b)). Sialon 陶瓷由于具有晶粒桥联现象造成裂纹偏转,使得断裂表面的粗糙度增加,因此这种接触损伤的机理也是存在的.

4 结论

1. 长柱状 β' 晶粒的含量和长径比对 α - β -Sialon 陶瓷的疲劳短裂纹扩展速率有很大的影响. 长柱状 β -Sialon 含量多、长径比大的材料具有较高抵抗疲劳失效的能力.
2. α - β -Sialon 陶瓷的室温疲劳短裂纹扩展机理主要有应力腐蚀; 摩擦造成的晶粒桥接弱化和接触损伤机理.

参 考 文 献

- 1 Mecholsky J J, *et al. Acta. Metall.*, 1986, **34**: 761-800
- 2 Dauskardt. *Acta Metall. Mater.*, 1993, **41**: 2765-2781
- 3 Cornelissen B E, Dauskardt R H, Ritchie R O, *et al. Acta Metall. Mater.*, 1994, **42**: 3055-3064
- 4 Steffen A A, *et al.* In: Kitagawa H, Tanaka T, eds. *Fatigue 90*, 1990, II. 745-752
- 5 Zhan G D, Shi J L, Wu F Y, *et al. J. Mater. Sci. Lett.*, 1996, **15**: 1723-1726
- 6 蒋丹宇等, 96' 中国材料研讨会, p N-21, 北京, 1996. 10-13
- 7 Liu Shih-Yu, Chen I-Wei, Tien Tseng-Ying. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1994, **77** (1): 137-142
- 8 Zhan G D, Zhang Y Z, Yen T S, *et al. J. Mater. Sci.*, 1996, **15**: 3535-3539
- 9 Masuda M, Soma T, Matsui M. *J. Euro. Ceram. Soc.*, 1990, **6**: 253-268
- 10 Michalske T A, Freiman S W. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1983, **66** (4): 284-288
- 11 Sato R K, Bolvin J, McMillan P. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1990, **73** (8): 2494-2497
- 12 Cook R F. *Acta Metall. Mater.*, 1990, **38** (6): 1083-1100
- 13 Becher P F. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1991, **74** (2): 255-269
- 14 Lewise D, *et al. Cera. Sci. Proc.*, 1982, **3**: 714-719
- 15 Evans A G. *Int. J. Fracture*, 1980, **16**: 485-499

Effect of Microstructure on Ambient Temperature Fatigue Short Crack-Growth Behavior in Sialon

JIANG Dan-Yu SHI Jian-Lin LAI Ting-Rong YAN Dong-Sheng

(State Key Lab of High Performance Ceramics and Superfine Microstructure, Shanghai Institute
of Ceramics Shanghai 200050 China)

Abstract

The micromechanisms and characteristics of fatigue crack-growth in Sialon ceramics with different microstructures were studied. Under cyclic loading, stress corrosion, wear degradation of asperities through friction and indentation damage were used to explain the fatigue crack-growth behavior. The samples of higher content of rod-like β -Sialon grains with larger aspect ratio, showed higher resistance to fatigue crack growth, thus higher reliability under cyclic loads at room temperature.

Key words microstructure, Sialon, fatigue short crack-growth behavior