

高频超声技术用于陶瓷坯体制备过程中的逐段检测*

张清纯 马 逊 董建华 凌建荣
(中国科学院上海硅酸盐研究所 上海 200050)

摘 要

以 20~50MHz 的工作频率范围, 藉助于延迟块(平面、曲面)直接耦合方式, 有效地开展了陶瓷坯体(生坯、素坯、毛坯)的超声无损检测. 声参数(声速和声衰减)对陶瓷制备过程中各阶段的坯体内显微结构异常有灵敏的响应. 适当选取工作频率和耦合条件, 可以有效地进行素坯、毛坯超声技术缺陷检测.

关 键 词 陶瓷坯体, 超声技术, 无损检测

1 引言

材料是工业生产、技术发展的物质基础. 展望 21 世纪, 高性能陶瓷、高分子和复合材料势将在不少工程领域取代传统的金属材料, 在一些需求耐高温、抗氧化的场合, 更是非陶瓷材料莫属^[1]. 结构陶瓷在工程中主要发挥其力学性能的作用, 而力学性能取决于材料的结构和显微结构, 更受控于其所含缺陷的特性、尺度、数量和分布状况. 这些缺陷, 有的是在生产过程中形成, 亦可能在冷加工过程中引入, 并且可能在使用过程中萌生和发展^[2,3]. 陶瓷制备工艺的复杂性导致其显微结构非均质性, 陶瓷的本征脆性导致其对外因损伤的敏感性, 其结果是力学参数有较宽的波动幅度^[4,5], 使得陶瓷至今仅赢得广泛赞赏仍得不到充分信任. 这一局面的变革有赖于发展 NDE—无损评价技术. 藉以对陶瓷部件的制备过程加以监控、在部件装入整机前, 对其作质量评价和取舍裁决, 在整机运行过程中对部件的性状进行监测^[6,7]. 从而保证陶瓷部件生产上的重复性和稳定性、应用上的可靠性、使用中的持久性.

本文首先针对在陶瓷坯体制备过程中的不同阶段、相应引入或形成的各类缺陷, 探讨行之有效的无损检测途径. 旨在逐段及时发现缺陷, 防止劣坯投产, 优化制备工艺, 降低人力、物力、时间的不必要耗费.

2 陶瓷缺陷的形成及类别

陶瓷的结构和显微结构决定其性能, 又受控于材料的化学组份和整个制备工艺过程. 显然, 陶瓷的性能与制备过程中形成的各类缺陷密切相关. 根据制备过程的不同阶段, 陶瓷坯体相应称之为生坯、素坯、毛坯和精制部件.

2.1 生坯

以机械粉碎或湿化学法获取的粉料, 藉助于模具, 得以形成生坯. 这一过程难免引入二相粒子, 尚可有存在于颗粒中的裂纹、微孔或异相物质.

* 1996 年 6 月 6 日收到初稿, 7 月 16 日收到修改稿

2.2 素坯

在给定温度下,成型所添加的有机粘结剂得以排除,生坯相应转化为较坚硬、并具有一定强度的素坯. 粘结剂分布的均匀性在很大程度上决定素坯的密度分布. 欠妥的素烧过程导致素坯中裂纹的潜伏. 不均匀的粘结剂分布影响到素坯中气孔的形貌、尺寸和分布,构成显微缺陷.

2.3 毛坯

素坯在进一步加热过程中逐步收缩,并在低于熔点的高温下成为致密、坚硬、并具有某种显微结构的多晶烧结体. 这种烧结过程的初期伴有粉体颗粒间隙的消失;后期伴有气孔排除、晶界迁移、以及二者相互作用和晶粒长大,乃至溶解、沉淀以及相分解等微观过程. 快速冷却往往导致坯体中残余应力的形成和裂纹的萌生;慢速冷却较可能有新相出现以及特异晶粒的长大,气孔的残存亦在所难免. 随之获得所谓的毛坯.

2.4 精制部件

对毛坯进行冷加工以得到精制的工程部件. 这一过程是部件表面缺陷的主要来源,亦可能诱发表面应力、导致表面裂纹.

总之,在陶瓷制备过程中出现的气孔、熔洞、裂纹、特异晶粒和晶界、二相夹杂物等缺陷,不仅形貌和特性不同,其在陶瓷坯体中分布的部位和取向亦各异. 随着工艺条件的逐步改善,缺陷的形成受到抑制,陶瓷部件的性能将相应提高.

3 陶瓷坯体的无损检测

陶瓷的临界和亚临界缺陷尺度较小,亦即对高频超声检测技术的分辨率要求较高. 陶瓷组份多变和显微结构不均匀性又导致声波传输过程中衰减严重,这又限制了工作频率的提高. 权衡得失,本工作折衷选用了 20~50MHz 的频率范围. 采用延迟块(平面、曲面)直接耦合方式,避免了耦合液浸入素坯引起的声衰减增大和声速降低. 以纵波(对气孔较灵敏)和横波(适于检测裂纹)交替使用的办法,提高检测精度和减少漏检,实现了对陶瓷活塞顶部坯体的(外径 Φ : 100mm,厚度 h : 20mm)的无损检测.

3.1 生坯的声参数(声速和声衰减)检测

生坯相当疏松,易于损坏. 以检测声参数作为判断材质的依据. 检测时,耦合液的浸入对其声学特性影响甚大,为防止耦合液浸入生坯,在检测前先将快干清漆喷涂于样品外表,使之产生隔离耦合液的作用. 经过处理,目前检测灵敏度可达 1mm. 表 1 示出由于耦合液(甘油)浸入生坯引起的声速和声衰减的变化.

表 1 耦合液浸入生坯引起的声速和声衰减的变化

Table 1 The change of acoustic parameters of origien bodies penetrated with coupling agent

	Longitud. velocity	Transver. velocity	Attenuation	
			14MHz	20MHz
With coupling agent	2059 m/s	2988 m/s	22.11 db/cm	26 db/cm
Without coupl. agent	4780 m/s		14.28 db/cm	20 db/cm

3.2 坯体的差热分析

根据差热分析曲线上的热峰,分析坯体热过程中的变化,选取坯体的素烧温度. 图 1 示出氧化铝基陶瓷坯体的差热分析曲线. 其中热峰①表示脱水过程,②表示粘结剂排除过

程, ③表示微量碳酸盐的分析, ④和⑤表示新相的出现. 这里, 选用 1100°C 作为制取素坯的温度.

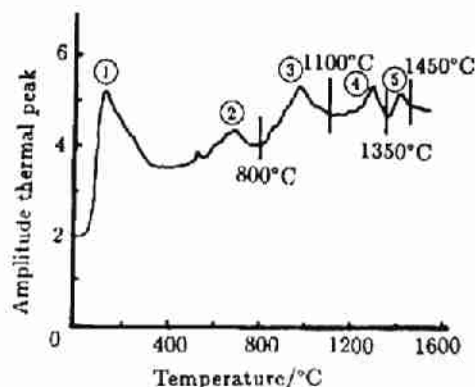


图 1 Si_3N_4 陶瓷的差热分析

Fig.1 Thermal differential analysis of Si_3N_4 ceramics



图 2 Si_3N_4 陶瓷素坯中的层裂

Fig.2 The lamination within Si_3N_4 green body

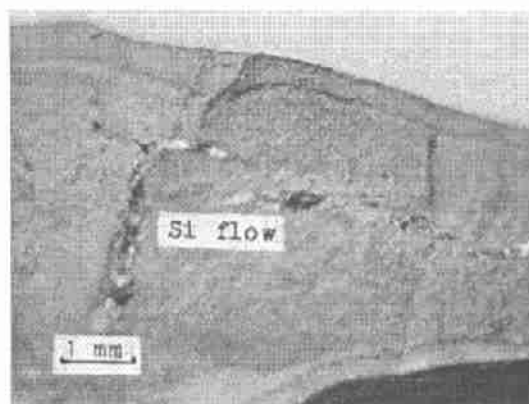


图 3 Si_3N_4 陶瓷素坯中的流硅

Fig.3 The Si flow within Si_3N_4 green body

3.3 素坯的检测

经过素烧, 坯体有了一定的强度, 检测较之生坯容易. 由于坯体没有得到充分的烧结, 其声速和声衰减与烧结体尚有一些差别, 参见表 2. 素坯常见的缺陷有裂纹, 氮化硅素坯尚易于出现流硅, 如图 2 和图 3 所示. 素坯的声速和声衰减异常是材质不良 (出现上述缺陷) 的灵敏响应. 图 4 示出氮化硅基素坯的裂纹缺陷波形. 图 5(a)、(b) 对照了同类素坯引入人工缺陷前后的缺陷波形. 这里的人工缺陷是从活塞顶的底面钻入到 $\sim 10\text{mm}$ 的深处, 顶面为检测面.

3.4 毛坯和零部件的检测

反应重烧结的产品, 经过两端简单加工 (磨平) 后即进行检测 (初测). 圆环壁用纵波检测, 工作面用纵波和横波分别检测. 工作频率选在 $20\sim 100\text{MHz}$ 间. 较差的毛坯经初测便被

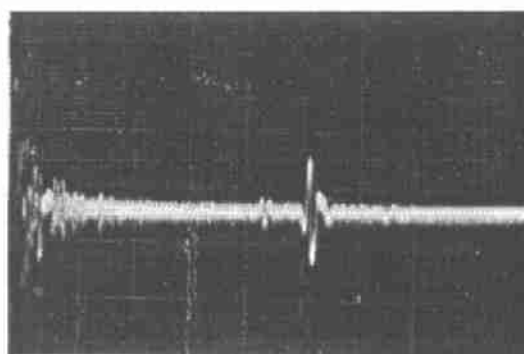


图 4 经 1100°C 处理的 Si_3N_4 陶瓷素坯缺陷的超声信号

Fig.4 The ultrasonic signal of defect within Si_3N_4 green body treated at 1100°C

淘汰,合格者送往机械加工,按要求精加工成工程部件.表2给出了反应重烧结氮化硅陶瓷的声学参数及利用声学方法测定的弹性参数.

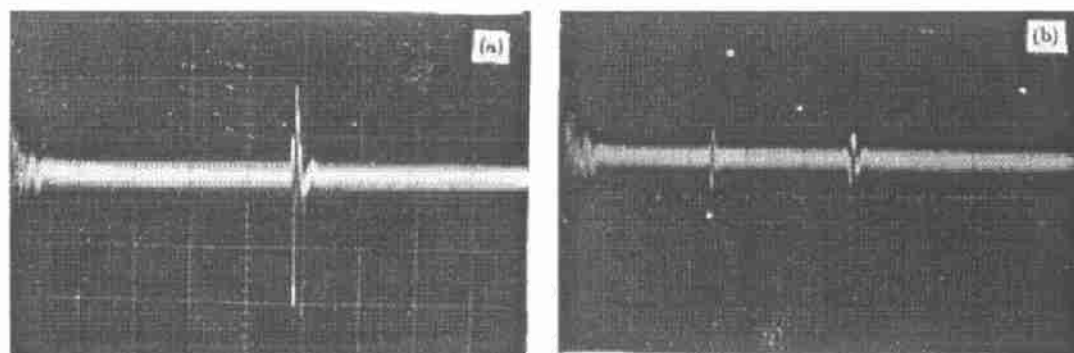


图5 经1100℃处理的 Si_3N_4 陶瓷素坯的超声信号

Fig.5 The ultrasonic signal of Si_3N_4 green body

(a) Without artificial defect; (b) With artificial defect of drilling (Φ : 500 μm) in a depth of 10mm

表2 氮化硅陶瓷的声学参数和弹性参数

Table 2 The acoustic and elastic parameters of Si_3N_4 ceramics

	Longitudinal	Transversal	Attenuation/ $\text{db}\cdot\text{cm}^{-1}$		Young's modulus /MPa	Shear modulus /MPa	Poisson's ratio
			20MHz	50MHz			
Gross body	11133	6123	0.043	0.059	0.33	0.13	0.294
Green body	8470	5680					

精制部件重又进行声参数检测,以验证冷加工过程是否引入缺陷.然后按制品检验程序作陶瓷零部件的无损评价和寿命预测.

就每一批坯体而言,个别纵波声速低于同批最高值10%的毛坯,低于最高值15%的素坯,低于最高值20%的生坯,被视为具有显微结构异常,进一步作缺陷波检测加以验证后则遭淘汰.坯体的声衰减大于同批最小值的20%,亦是结构异常的表征讯号.

4 结语

1. 采用纵波、横波交替使用的办法,在20~50MHz的工作频率范围,藉助于延迟块(平面、曲面)直接耦合方式,有效地开展了陶瓷坯体制备过程中的超声技术逐段监测.
2. 超声波速(纵波、横波)和声衰减对陶瓷坯体(生坯、素坯、毛坯)内的显微结构异常有灵敏响应,是鉴别坯体的有效手段.
3. 适当地选择工作频率和耦合方式,可进行陶瓷素坯和毛坯的超声技术缺陷检测.

参 考 文 献

- 1 师晶绪. 新型材料与材料科学. 北京: 科学出版社, 1988. 1.
- 2 Evans A G, et al. *Jour. Nondest. Eval.*, 1980, 1: 111.
- 3 Evans A G, et al. *Mater. Eval.*, 1977, 35: 85.

- 4 Dinner J. *Advanced Ceramics Report*, 1986, 1: 2.
- 5 Klima S J. *Mater. Eval.*, 1986, 44: 571.
- 6 张清纯等. 发动机用先进陶瓷. 北京: 科学出版社, 1993. 538.
- 7 张清纯等. 无机材料学报, 1992, 7 (1): 118.

Step by Step Detection of Ultrasonic Technigue for Ceramic Bodies

ZHANG Qingchun MA Ti DONG Jianhua LING Jianrong

(Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Sciences Shanghai 200050 China)

Abstract

The ceramic bodies (including origin, green and gross bodies) were effectually detected with nondestructive ultrasonic technique in the ground of 20~50MHz operating frequency, by means of the directly coupling method with a delaying block.

The microstructural anomaly of materials, which may appear in each of the preparing steps can sensibly be responded by the acoustic parameters (velocity and attenuation). The choice of optimum operating frequency and coupling condition is necessary for a creditable detection of green and gross bodies with defect by using ultrasonic technique.

Key words ceramic green body, ultrasonic technique, nondestructive detection