

文章编号: 1000-324X(2003)05-1119-04

云母微晶玻璃的裂纹愈合研究

李湘玲, 李光新, 马新沛

(西安交通大学金属材料强度国家重点实验室, 西安 710049)

摘要: 通过热处理对云母微晶玻璃预制裂纹的愈合进行了初步的探索与研究, 分析认为其愈合过程可分为裂面内凹与裂尖钝化、裂腔分节与球化和球化孔洞的缩小愈合三个部分. 在与外界无物质交换的条件下, 材料内部裂纹与损伤的愈合靠内部物质迁移及结构变化完成. 该系列微晶玻璃的裂纹愈合主要受愈合温度的影响.

关键词: 云母; 微晶玻璃; 裂纹愈合

中图分类号: TQ171 **文献标识码:** A

1 引言

微晶玻璃又称玻璃陶瓷, 它在兼具陶瓷多种优良性能的同时, 也具有较大的脆性, 在实际生产应用中易产生微裂纹及局部损伤, 而使材料极易发生脆断. 因此, 材料局部损伤后的修复对于提高材料的利用率, 节约资金等都具有重要的现实意义^[1~6].

愈合是指材料在外界作用下(输入能量或物质), 令缺陷(如裂纹源或裂纹源扩展)消除(即裂纹愈合)的过程^[7]. 对于损伤愈合的研究目前仍处于探索阶段, 对于金属材料的裂纹愈合国内研究的相对较多^[8~11], 陶瓷材料的裂纹愈合研究较少^[12~14], 而对于微晶玻璃材料, 国内外的相关报道则很少. 本文对于云母微晶玻璃的裂纹愈合进行了初步的探索和研究.

2 实验部分

2.1 样品制备

原始玻璃主要为 $\text{SiO}_2\text{-K}_2\text{O-Na}_2\text{O-B}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-MgO-F}$ 系, 分别用化学原料和工业原料配制. 原料经充分混合、研磨后采用高温熔炼, 在 1400°C 下保温 2~4h 后浇注在预热的铁板上, 并立即于 500°C 退火. 之后将玻璃体切成 $3\text{mm}\times 40\text{mm}\times 5\text{mm}$ 的条状试样. 根据玻璃样品差热分析(LabsysTM-TG-DSC16, 升温速度为 $20^\circ\text{C}/\text{min}$) 的结果及晶化工艺试验确定实验中的晶化工艺参数为 650°C 保温 2h, 晶化工艺曲线如图 1 所示. X 射线衍射(RigakuD/Max-3CX)分析表明主晶相为氟金云母晶体($\text{KMg}_3\text{AlSi}_3\text{O}_{10}\text{F}_2$).

2.2 实验方法

采取热震的方法获得预制裂纹. 将试样分别在 200°C 、 250°C 、 300°C 保温 10~20min, 待试样温度均匀后迅速投入室温下的清水中激冷, 有微裂纹产生.

参照试样的晶化工艺, 选择 550°C 、 650°C 、 750°C 和 850°C 四个温度下分别保温 2h 做裂纹

收稿日期: 2002-07-29, 收到修改稿日期: 2002-09-06

作者简介: 李湘玲(1978-), 女, 硕士研究生. E-mail: zyy_lxl@163.com

愈合试验.

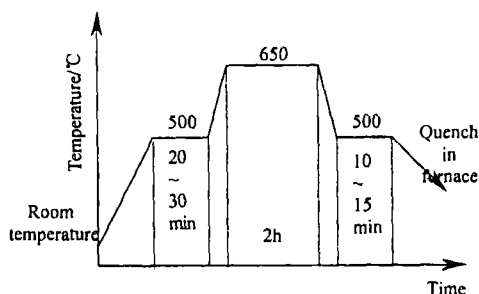


图 1 云母微晶玻璃晶化工艺曲线

Fig. 1 Heat treatment process of mica glass ceramics

通过 s-2700 型扫描电子显微镜 (SEM) 观察裂纹愈合前后的形貌, 并测试其强度变化来评价愈合的效果. 弯曲强度在 Instron1195 电子拉伸试验机上完成, 采用三点弯曲法. 强度数据取自 4~5 根试样的平均值. 实验方法参照 GB/T6569-1986 标准.

3 结果和讨论

650°C 晶化 2h 试样及其在 200、250 和 300°C 下热震后的弯曲强度如表 1 所示.

表 1 晶化试样及热震后试样的弯曲强度

Table 1 Flexural strength of crystallized samples and thermal shocked samples

Flexural strength/MPa	Crystallized samples	Thermal shocked samples		
	650°C×2h	200°C	250°C	300°C
Chemical-grade reagent	186	165	61	41
Industry-grade reagent	183	158	54	28

根据表 1 所示热震后试样相对晶化试样的弯曲强度下降的比例, 选择 250°C 热震后的试样做裂纹愈合试验. 试样在不同温度下保温 2h 后弯曲强度的变化曲线如图 2 所示.

从图 2 可以看到, 在 650°C (原晶化温度) 以下, 试样的弯曲强度基本不变. 而 750°C 愈合试样的弯曲强度比愈合前有了明显的提高, 大约为带裂纹试样弯曲强度的两倍. 在 850°C 愈合, 试样的弯曲强度值继续增大, 但趋势减缓.

为进一步说明裂纹愈合过程, 本文以化学纯试样为例, 对该云母微晶玻璃在晶化、热震及愈合后的微观组织的演变作了分析, 如图 3 所示. 图 3(a) 是试样在 650°C 下保温 2h 的晶化照片, 可以看到晶相呈细小的针片状, 数量多, 且搭接比较紧密; 图 3(b) 是晶化试样在 250°C 热震后的照片, 从该图中可明显看到在试样表面有随机的热震裂纹, 尺寸相近, 约 10~13μm, 呈长条状; 图 3(c)、(d) 分别是热震后试样在 750 和 850°C 下保温 2h 愈合后的组织形态, 从这两幅图中可以看到试样表面的裂纹已基本得到愈合, 但仍可辨别裂纹愈合后残留的空洞. 在图 3(c) 中, 晶相仍保持着细长的针片状, 而图 3(d) 中的晶片则明显变得粗大, 呈六方片状, 晶片之间搭接松散.

Griffith 指出, 缺陷 (裂纹源或者裂纹源扩展) 虽然不是一个可逆的过程, 但若缺陷 (裂

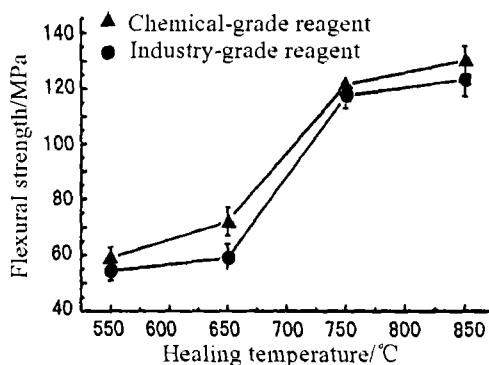


图 2 愈合试样弯曲强度随愈合温度的变化曲线
Fig. 2 Curves of flexural strength of healed samples with increase of healing temperatures

纹或者裂纹源扩展) 很小, 则进行高温热处理通过热激活使裂纹两个面上的原子处于相互作用的区域内, 就可能实现缺陷 (裂纹源或者裂纹源扩展) 的愈合. 愈合的本质是开放体系和外部进行能量和物质交换并进行自组织的过程^[7]. 本次实验采用加热的方法使裂纹愈合, 因此, 可以把损伤材料看作是一个封闭系统, 材料以外看作是环境, 封闭系统与环境之间只存在能量交换而无物质交换, 因此, 材料内部损伤的愈合只能靠内部物质迁移及结构变化完成. 分析认为, 微晶玻璃中裂纹愈合的过程主要分为三个阶段:

1. 表面扩散导致裂面内凹并趋于光滑, 裂尖逐渐钝化. 由于裂纹周围的低熔点玻璃相软化、流动、填充, 在表面张力的作用下, 使得裂面趋于光滑, 裂尖曲率半径变大.

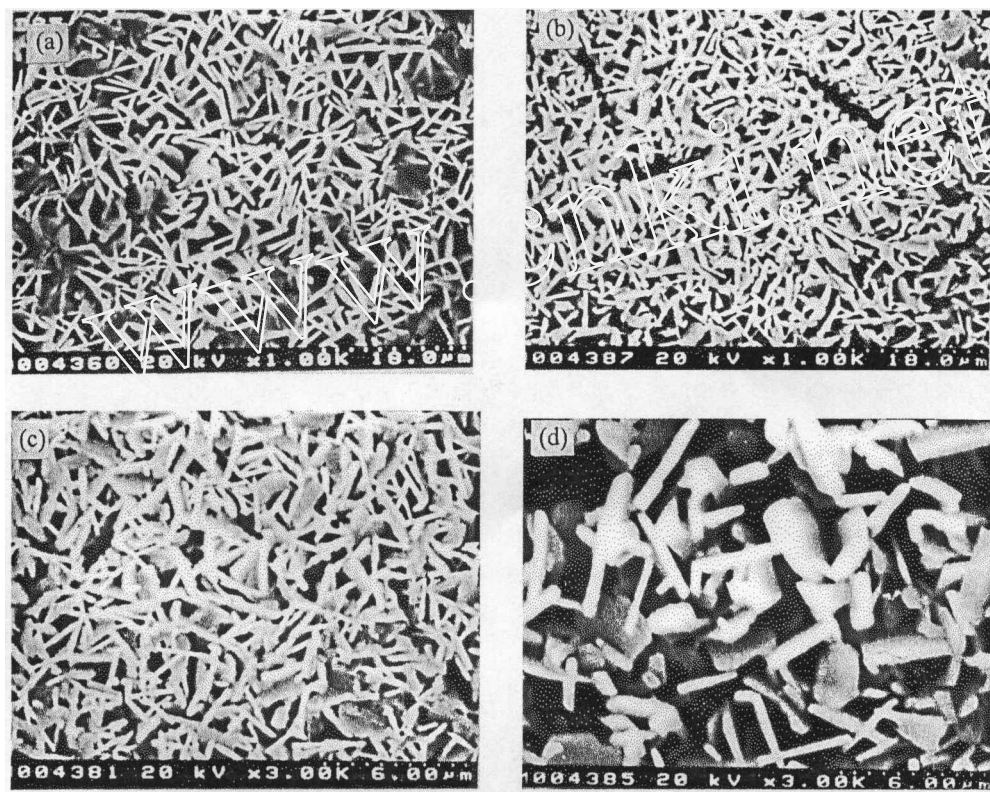


图 3 云母微晶玻璃晶化、热震及愈合试样的 SEM 照片

Fig. 3 SEM micrographs of crystallized, thermal shocked and healed samples for mica glass ceramics
(a) Crystallized at 650°C×2h; (b) Thermal shocked at 250°C; (c) Healed at 750°C×2h; (d) Healed at 850°C×2h

2. 裂腔的分节与球化. 在阶段 1 的基础上, 长条状的裂纹被软化流动的玻璃相分割为数节, 分节后的裂腔继续内凹, 裂尖消失, 裂腔逐渐球化.

3. 球化孔洞的缩小愈合. 由于残余玻璃相的进一步析晶, 在原裂纹表面及周围重新形成晶体搭接, 进而使孔洞缩小, 裂纹愈合.

该体系微晶玻璃裂纹的愈合是因为在加热过程中, 微晶玻璃中的低熔点玻璃相软化流动至裂纹处, 填充及析出新的晶相和该处原来的晶体相互搭接, 对裂纹填充修复, 进而使强度有所恢复. 但由于裂腔球化使裂纹愈合后残留下的空洞很难完全消失, 因此愈合后的试样强度不易恢复到原试样的强度值.

由图 2、3 可以看出, 影响裂纹愈合的因素是愈合温度和保温时间. 愈合温度过低不足以使低熔点物质软化以及新的晶相产生; 愈合温度在晶化温度以上对裂纹的愈合有明显的

效果,但对比 750 和 850°C 愈合试样的 SEM 照片及弯曲强度值就可以看到:与 750°C 愈合相比,试样在 850°C 愈合后的强度值提高不多,其原因可从两方面分析:一方面由于 850°C 愈合温度相对较高,晶体相开始快速长大,由针片状向六方片状发展,使得晶体结构在搭接上变得疏松,强度下降;另一方面,温度升高导致晶化程度及裂纹愈合程度的提高,又在一定程度上弥补了强度的下降.因此,在 750 与 850°C 下愈合试样的弯曲强度相差并不大.而在低于晶化温度的 550°C 以及在晶化温度 650°C 下愈合的试样都没有明显效果,强度值基本不变.

4 结论

1. 通过热处理可以使云母微晶玻璃中的裂纹及损伤得到愈合,强度得到一定的恢复.
2. 微晶玻璃中裂纹愈合过程主要分为三个阶段:裂面内凹与裂尖锐化、裂腔分节与球化和球化孔洞的缩小愈合.
3. 裂纹愈合的效果受到愈合工艺以及该系列微晶玻璃形核温度和晶核长大温度的影响.

参考文献

- [1] Mcmillan P W, 王初干译. 微晶玻璃, 第一版. 北京: 中国建筑工业出版社, 1988. 181-205.
- [2] 邱观明, 黄良钊. 玻璃形成学, 第一版. 北京: 兵器工业出版社, 1987. 370-376.
- [3] Gebhardt A, Hoche T, *et al.* *Acta mater.*, 1999, **47** (17): 4427-4434.
- [4] Baik D S, No K S, Chun J S. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1995, **78** (5): 1217-1222.
- [5] 陈伟民, 陈 楷, 等. 硅酸盐通报, 1998, (2): 39-42.
- [6] 肖汉宁, 彭文琴, 邓春明. 中国陶瓷, 2000, **36** (5): 31-33.
- [7] 刘颖等. 北京工业大学学报, 1998, **24** (2): 108-110.
- [8] 高克玮, 乔利杰, 褚武扬. 金属学报, 2001, **37** (2): 118-120.
- [9] 张海龙, 孙 军. 金属学报, 2002, **38** (3): 239-244.
- [10] 韦东滨, 韩静涛, 等. 北京科技大学学报, 2000, **22** (3): 245-248.
- [11] Gao K W, Qiao L J, Chu W Y. *Scripta mater.*, 2001, **44**: 1055-1059.
- [12] Ando Kotoji, Chu Min-Cheol, *et al.* *J. Euro. Cera. Soc.*, 2002, **22**: 1313-1319.
- [13] 孙伟刚, 成会明等. 材料研究学报, 1997, **11** (5): 487-490.
- [14] 吕 珺, 郑治祥, 等. 热加工工艺, 2001, (3): 47-52.

Crack-healing of Mica Glass Ceramics

LI Xiang-Ling, LI Guang-Xin, MA Xin-Pei

(Material Science and Engineering Institute, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

Abstract: By means of heating, the pre-crack healing of mica glass ceramics was studied. The results show that there are three stages in the process of crack healing, including crack surface concave shape and crack tip blunting, crack disintegrating and sphericizing to void and void healing. On the condition that there is no material commutation with outside, healing of internal crack and hurt of material depends on the move of internal material and the change of structure. Crack-healing of the series' glass ceramics is primarily influenced by healing temperature.

Key words mica; glass ceramics; crack-healing