

2002

Effect of Residual Thermal Stresses on Fracture Behavior and Mechanical Properties of Al₂O₃/Ni Cermets

Guo Jin Li

Da Ming Chen

Xiao Xian Huang

Jing Kun Guo

Follow this and additional works at: http://scholarcommons.sc.edu/emec_facpub

 Part of the [Applied Mechanics Commons](#), [Energy Systems Commons](#), and the [Manufacturing Commons](#)

Publication Info

Postprint version. Published in *Journal of Materials Engineering*, Issue 12, 2002, pages 36-38.

© Journal of Materials Engineering, 2002, Springer

Li, G., Chen, D., Huang, X., Guo, J. (2002). Effect of Residual Thermal Stresses on Fracture Behavior and Mechanical Properties of Al₂O₃/Ni Cermets. *Journal of Materials Engineering*, 0(12), 36-38.

This Article is brought to you for free and open access by the Mechanical Engineering, Department of at Scholar Commons. It has been accepted for inclusion in Faculty Publications by an authorized administrator of Scholar Commons. For more information, please contact SCHOLARC@mailbox.sc.edu.

残余热应力对 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ 金属陶瓷 断裂行为和力学性能的影响

Effect of Residual Thermal Stresses on Fracture Behavior and
Mechanical Properties of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ Cermets

李国军¹, 陈大明¹, 黄校先², 郭景坤²

(1 北京航空材料研究院, 北京 100095; 2 中国科学院上海硅酸盐研究所, 上海 200050)

LI Guo-jun¹, CHEN Da-ming¹, HUANG Xiao-xian², GUO Jing-kun²

(1 Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China;

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

摘要: 运用残余热应力理论定性地解释了残余热应力对 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ 金属陶瓷断裂行为和力学性能的影响。Ni 颗粒位于 Al_2O_3 晶内或 Ni 含量低时, 在 $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{Al}_2\text{O}_3$ 晶界产生张应力, 易发生沿晶断裂; 而其位于 Al_2O_3 晶界或 Ni 含量高时, 在 $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{Al}_2\text{O}_3$ 晶界产生压应力, 易产生穿晶断裂。

关键词: 残余热应力; $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ 金属陶瓷; 断裂行为; 力学性能

中图分类号: TB331 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2002)12-0036-03

Abstract: Effect of residual thermal stresses on fracture behavior and mechanical properties of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ cermets was qualitatively explained by using theory on residual thermal stresses. When Ni particles are located within Al_2O_3 grains or Ni content is relatively low, tensile stresses are exerted at $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{Al}_2\text{O}_3$ grain boundary. While fracturing, intergranular fracture is easily produced. When Ni particles are dispersed at Al_2O_3 grain boundary or Ni content is relatively high, compressive stresses are exerted at $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{Al}_2\text{O}_3$ grain boundary. While fracturing, transgranular fracture is easily produced. In general, intergranular fracture model is favorable to enhancement of fracture toughness, and transgranular fracture model is contributed to improvement of bending strength.

Key words: residual thermal stresses; $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ cermets; fracture behavior; mechanical properties

陶瓷以其高硬度、高熔点、耐化学腐蚀和耐磨损等优点而得到广泛应用, 但其固有的脆性已不能满足工程上对其性能提出的更高要求。因此, 提高陶瓷材料的韧性和可靠性已成为陶瓷工作者最为关注的课题。长期的实践表明, 在陶瓷基体中引入第二相, 即复合材料, 是解决陶瓷脆性的有效途径。根据引入第二相形状的不同, 增韧机理也不尽相同。但是, 残余热应力场增韧是提高材料韧性的共同机制, 因为引入第二相后, 由于相与相之间膨胀系数的差别, 在高温冷却过程中必然会在材料中产生残余热应力。残余热应力主要集中在晶界和界面处, 它与材料的断裂行为和力学性能密切相关。正因为如此, 晶界(界面)设计已成为材料复合材料制备科学的重要一环^[1]。

本研究采用非均相沉淀法和热压工艺制备的 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ 金属陶瓷作为研究对象, 定性地探讨了残余热应力对材料断裂方式和力学性能的影响。

1 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}$ 金属陶瓷的制备与表征

1.1 制备工艺

将 NiO (约 8nm, 采用有机溶剂法在实验室中制备), PEG 和 $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 按所需的比例溶于一定量的蒸馏水中, 超声分散, 然后, 在强烈的搅拌过程中, 加入氨水溶液, 并调节 pH 值在 9~10 之间。将沉淀过滤、水洗、醇洗、干燥、煅烧、球磨和还原后制得复合粉体。最后, 在 1450℃ 于氩气气氛中热压烧成, 升温速率为 20~30℃/min, 压力为 20MPa, 保温 1h。根据 Ni 含量不同, 样品记为 AN3 和 AN10, 其中数字为 Ni 的体积含量。烧结体被切割、加工成 5mm × 2.5mm × 30mm 试样。为了消除加工产生的表面应力, 加工好的试样在 1400℃ 氩气气氛中热处理 2h, 然后随炉冷却至室温。

1.2 测试与表征

采用排水法测定烧结体的相对密度; 在 Instron-1195 试验机上测量三点抗弯强度, 跨距 20mm, 载荷速率 0.5mm/min; 采用压痕法测试断裂韧性, 计算公式为 $K_{Ic} = A(E/H)^{1/2}(P/c^{2/3})$ ^[2]; 用 JEM

– 200CX 型透射电镜 (TEM) 观察烧结体的形貌及晶粒大小; 采用扫描电子显微镜 (SEM) (日本岛津 Shimadzu EPMA8705QHII 型电子碳针仪) 观察试样的断口形貌。

2 结果分析与讨论

2.1 残余热应力的理论基础

对于复合材料, 由于不同物相间膨胀系数差异, 冷却过程中两种晶粒热膨胀系数失配使材料中产生热应力。热应力的大小与第二相的体积分数, 形状与尺寸, 热膨胀系数失配 ($\Delta\alpha$), 温度间隔 (ΔT), 弹性模量 (E) 和泊松比 (ν) 等密切相关。根据 Seelig 模型^[3], 复合材料从高温冷却后, 在第二相 (球状) 中产生一个径向应力 (σ_p) 和切向应力 (σ_{θ}), 两者满足下列关系:

$$\sigma_p = \sigma_{\theta} = -P = \frac{\Delta\alpha \cdot \Delta T}{\frac{(1+\nu_m)}{2E_m} + \frac{(1-2\nu_p)}{E_p}} \quad (1)$$

当基体中的应力远离球形第二相的中心时, 其应力与距离 (r) 的函数关系如下,

$$\sigma_{rm} = -P(R/r)^3 \quad (2)$$

$$\sigma_{\theta} = P/2(R/r)^3 \quad (3)$$

其中, 下标 p 和 m 分别代表第二相颗粒和基体, R 为第二相颗粒半径。Seelig 模型是个简单的模型, 它未考虑第二相的体积分数对残余热应力的影响。实际上, 残余热应力与第二相的体积分数成正比^[4]。但这并不影响采用 Seelig 模型定性解释一些问题。

2.2 残余热应力对断裂行为的影响

图 1 为不同 Ni 含量试样的断口形貌。从图中可以看出, Ni 含量较低的 AN3 试样以沿晶断裂为主, 而相对较高 Ni 含量的 AN10 试样几乎都是穿晶断裂。对于这种转变有两种情况, 一种是基体的晶界强度不变, 但 Al₂O₃ 基体强度大大弱于单相 Al₂O₃ 陶瓷晶粒的强度, 导致裂纹向晶粒内扩展; 另一种情况是晶界强度显著增强, 阻止沿晶断裂, 迫使裂纹从晶粒穿过。

在本系统中基体为 Al₂O₃, 第二相为 Ni。根据文献 [5, 6] 可知, $\nu_m = 0.25$, $\nu_p = 0.312$, $E_m = 400$ GPa, $E_p = 200$ GPa, $\alpha_m = 8.4 \times 10^{-6}$ /°C, $\alpha_p = 15 \times 10^{-6}$ /°C, ΔT 为内应力不再发生弛豫的温度范围, 取 $\Delta T = 1100$ °C。由 (1) 式可得 Ni 中的热应力为 2.11 GPa, 由于 Al₂O₃ 的热膨胀系数比 Ni 小, 所以均匀的张应力作用在 Ni 颗粒中。根据 (2) 和 (3) 式可知, Al₂O₃ 基体受径向张应力和切向压应力, 其大小随离 Ni 颗粒距离的增加以三次方的速度减小。

Al₂O₃ 基体和 Ni 颗粒中的应力变化如图 2 所示。

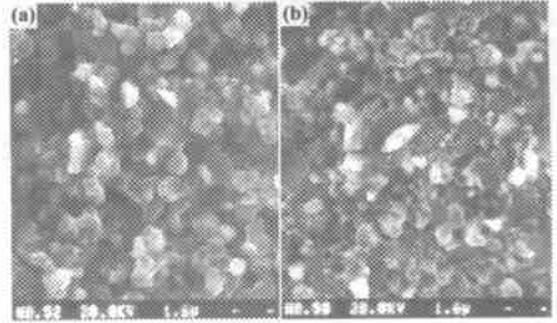


图 1 两种不同 Ni 含量样品的断口形貌 SEM 照片
Fig. 1 SEM micrographs of fracture surface of the samples with different Ni content (a) AN3; (b) AN10

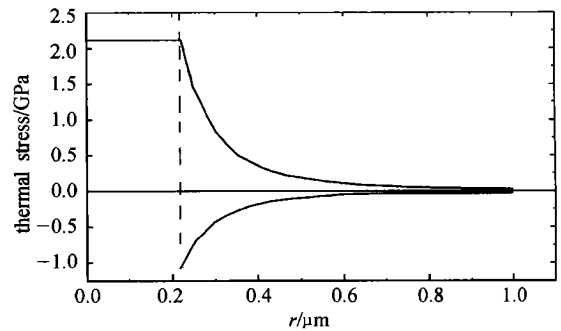


图 2 金属陶瓷中 Al₂O₃ 基体和 Ni 颗粒中的应力变化

Fig. 2 Schematic distribution of thermal stresses in cermet for a $\Delta T = 1100$ °C

从基体与 Ni 颗粒的热应力分析结果可以判断在 Ni/Al₂O₃ 界面为张应力, 其界面强度很弱, Ni 颗粒在断裂时易从基体中拔出。而 Ni 和 Al₂O₃ 由热膨胀失配产生的热应力对 Al₂O₃/Al₂O₃ 晶界的影响则与 Ni 颗粒在 Al₂O₃ 基体中的位置有关。王宏志^[7]和 O-hji^[8]在对 Al₂O₃/SiC 复合材料进行热应力分析表明, 当 SiC 位于晶内时, Al₂O₃/Al₂O₃ 晶界为压应力; 而 SiC 位于晶界时, Al₂O₃/Al₂O₃ 晶界则为张应力。在 Al₂O₃/SiC 系统中, Al₂O₃ 的热膨胀系数大于 SiC 的, 而在本系统中, Al₂O₃ 的热膨胀系数小于 Ni 的, 因此热应力对 Al₂O₃/Al₂O₃ 晶界的影响必然与 Al₂O₃/SiC 系统相反。研究表明^[9-11], 无论采用何种制备方法, 金属在 Al₂O₃ 基金属陶瓷中的分布有两种: 一种位于晶界, 一种位于晶内。且位于晶界的金属颗粒尺寸大于位于晶内的, 金属含量越高, 位于晶内的相对越少。

从图 3 中可以看出 Al₂O₃ 晶粒呈等轴状, 晶粒大小在 1 μm 左右, 位于晶界的 Ni 颗粒在 100~250 nm 之间, 位于 Al₂O₃ 晶内的 Ni 颗粒在 100 nm 以内。根据 Ni 颗粒位置不同对 Al₂O₃/Al₂O₃ 晶界应力的影响不同。当 Ni 位于晶内时, Ni 与 Al₂O₃ 基体间因热膨

胀系数失配产生的径向张应力传导到 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ 晶界上, 减弱了晶界强度, 从而有利于裂纹扩展。由于热应力随距离的增加迅速减弱 (见 (2) 式), 作用距离比较短, 所以张应力的大小与 Ni 位于晶内的位置有关。只有位于晶界较近的 Ni 颗粒才会对晶界产生明显的影响。如果 Ni 位于晶界时, 因热膨胀系数失配产生的径向张应力促使 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ 晶界闭和, 加强了晶界强度, 有利于抵抗裂纹沿晶界扩展, 再者 Ni 颗粒在 Al_2O_3 基体中产生的径向张应力弱化了基体晶粒, 易造成穿晶断裂。

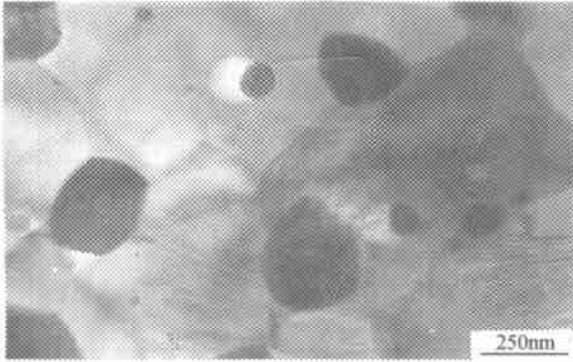


图3 试样的 TEM 显微照片

Fig. 3 TEM micrograph of AN10 cermet

由 Ni 含量与位于 Al_2O_3 晶内 Ni 含量的关系可以看出 (如图 4), 当添加的 Ni 含量低时, 位于 Al_2O_3 晶内的 Ni 颗粒含量高于添加 Ni 含量高时。因此, 当 Ni 含量较低时 (如 AN3), 位于晶内的 Ni 含量相对较高, 所以 $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{Al}_2\text{O}_3$ 晶界强度变弱, 另外, 单相 Al_2O_3 各向膨胀系数不同所产生的残余微观张应力 (100MPa 左右)^[12], 都使材料沿晶断裂。虽然

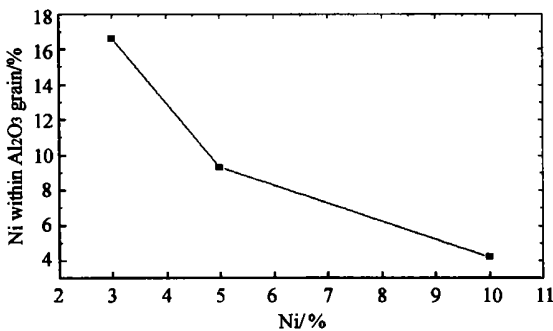


图4 Ni 含量与位于 Al_2O_3 晶内 Ni 含量的关系图

Fig. 4 Relationship of Ni content and Ni content located within Al_2O_3 grain

此时位于晶界的 Ni 颗粒产生的压应力使 $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{Al}_2\text{O}_3$ 晶界强度加强, 但还不足以使裂纹转向晶内。

当 Ni 含量较高时 (如 AN10), 位于晶界的 Ni 相对增加, 使 $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{Al}_2\text{O}_3$ 晶界强度大于晶内 Ni 颗粒和基体自身引起的晶界弱化, 同时基体受张应力, 引起基体强度减弱, 从而产生穿晶断裂。总之, 不同 Ni 含量的金属陶瓷断裂方式的改变是由第二种情况导致的。

2.3 残余热应力对力学性能的影响

表 1 是 AN3 和 AN10 试样的抗弯强度和断裂韧性实验值。从表中可以看出, Ni 含量较低的 AN3 试样的断裂韧性要比 Ni 含量较高的 AN10 试样高得多, 而其抗弯强度要比 AN10 试样略小。这正如 3.2 中所述, 残余热应力导致 AN3 试样沿晶断裂, 而 AN10 试样穿晶断裂。同穿晶断裂模式相比, 沿晶断裂必将大大延长裂纹的扩展路径, 消耗更多的断裂功, 这是导致 AN3 试样的断裂韧性比 AN10 试样大的主要原因。尽管 Ni 含量较高时, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ 晶界强度增加, 基体弱化, 且导致基体弱化的张应力与第二相体积含量成正比^[12], 但 Ni 含量在一定的范围内, 既能够引起穿晶断裂又不致使基体强度降低太多时, 穿晶断裂将有利于抗弯强度的提高。因此, AN10 试样的致密度虽然比 AN3 低, 但其抗弯强度仍比 AN3 试样要高。

表 1 AN3 和 AN10 试样的抗弯强度和断裂韧性实验值

Table 1 Bending strength and fracture toughness of AN3 and AN10

试样	相对密度 / %	抗弯强度 / MPa	断裂韧性 / ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}$)
AN3	98.8	504±10	6.0±0.2
AN10	97.6	510±15	4.5±0.1

3 结论

(1) 残余热应力对断裂行为的影响与 Ni 颗粒在 Al_2O_3 基体中的位置有关。Ni 颗粒位于晶内时, 在 $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{Al}_2\text{O}_3$ 晶界上产生张应力, 弱化晶界, 有利于沿晶断裂; 位于晶界时, 则在在 $\text{Al}_2\text{O}_3-\text{Al}_2\text{O}_3$ 晶界上产生压应力, 强化晶界, 而在 Al_2O_3 基体中产生张应力, 因此, 易发生穿晶断裂。

(2) 残余热应力对断裂行为的影响与 Ni 含量有关。Ni 含量低时, 发生沿晶断裂, 而高时, 则产生穿晶断裂。

(3) 由残余热应力引起沿晶断裂, 有利于断裂韧性的提高, 而穿晶断裂则有利于抗弯强度的改善。

(下转第 43 页)

表 2 RAC电磁参数要求

Table 2 Electromagnetic parameters of RAC optimised for oblique incidence of 60°

f / GHz	8	9	10	11	12
μ_r	5.60 - j3.60	5.50 - j3.00	4.80 - j2.70	4.50 - j2.42	4.30 - j2.00
ϵ_r	34.0 - j6.70	33.0 - j6.70	30.0 - j6.70	29.0 - j6.60	27.0 - j6.70

由此所计算的反射率—频率—角度特性如图 7。

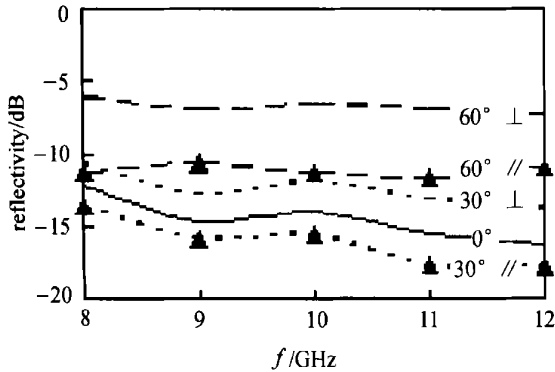


图 7 理论计算的 RAC 斜入射特性

Fig. 7 Theoretic oblique incidence performance of RAC on parameters of table 2

提高 RAC 角度特性的另一种方法是设计多层结构。文献 [4] 提出了具有最佳斜入射性能的宽频 Jaumann 雷达吸收体设计。它是采用遗传算法 (Genetic Algorithm) 为基础的全局优化法, 所设计的雷达波吸收材料 (Radar Absorbing Materials, RAM) 在两种极化方式下均具有最佳吸波性能。图 8 为采用该方法设计的一种四层吸收材料性能。

这种多层结构极大地改善了 RAC 斜入射特性,

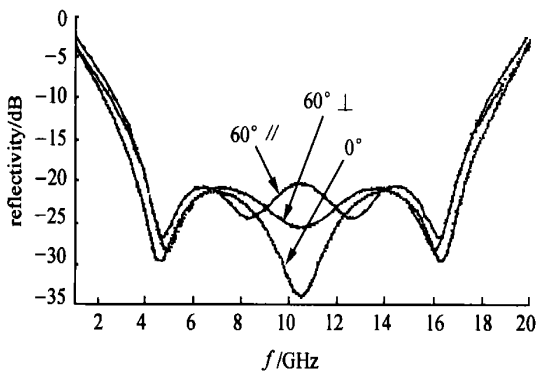


图 8 多层 RAM 斜入射性能

Fig. 8 Performance of a four-layer RAM optimized for oblique incidence of 60°

在厚度允许的条件下具有较佳的减缩 RCS 的效果。

3 结论

(1) 斜入射状态下, 吸波涂层对垂直极化波的吸收性能降低, 而平行极化波性能提高, 但当 $\theta_i \geq 70^\circ$ 下平行极化性能亦下降。因此, 提高 RAC 在垂直极化下的吸波性能是研制高性能 RAC 的关键。

(2) 提高吸波涂层的 μ_r 值是改善薄层 RAC 斜入射性能的基本途径。受现有吸收剂电磁参数所限, 很难在薄层 ($d \leq 0.5\text{mm}$) 情况下达到大入射角下的低反射性能。

(3) 在斜入射下进气道内垂直极化波反射增大, 故采用 RAC 减小进气道后向 RCS 归结为优化设计垂直极化下性能优良的吸波涂料。

参考文献

[1] Ruck G T, et al. Radar cross section handbook [M]. New York: Plenum press, 1970.
 [2] Poul E D. Microwave Journal, 1993 (11): 88-94.
 [3] 饶克谨等. GF 报告, 1997.
 [4] Chambers B, Tennant A. Design of wideband Jaumann radar absorbers with optimum oblique incidence performance [J]. Electronics Letters, 1994, 30 (18): 1530-1531.

收稿日期: 2002-10-10; 修订日期: 2002-11-01

作者简介: 王晓红 (1965-), 女, 研究员, 联系地址: 北京 81 信箱 9 分箱 (100095)。

(上接第 38 页)

参考文献

[1] 吴建光, 李建保, 黄勇. 硅酸盐学报, 1990, 18: 72.
 [2] G R Ansb, P Chantikul, et al. J Am Ceram Soc, 1981, 64: 533.
 [3] J Selsing. J Am Ceram Soc, 1961, 44: 419.
 [4] M Taya, S Hayashi. J Am Ceram Soc, 1990, 73: 1382.
 [5] D R Lide. CRC handbook of chemistry and physics [M]. 72nd ed, CRC Press, Inc, Boca Raton, FL, 1992.
 [6] G W C Kaye, T H Lady. Tables of physical and chemical constants [M]. Longman, London, 1966.
 [7] 王宏志. 中国科学院上海硅酸盐研究所博士论文, 1998, 6.
 [8] T Ohji, et al. J Am Ceram Soc, 1996, 79: 33.
 [9] F Z Chen, W H Tuan. J Euro Ceram Soc, 1999, 19: 463.
 [10] S T Oh, et al. J Euro Ceram Soc, 1998, 18: 31.
 [11] T Sekino, K Niihara. J Mater Sci, 1997, 32: 3943.
 [12] I Levin, W D Kaplan, D G Brandon. J Am Ceram Soc, 1995, 78: 254.

收稿日期: 2001-11-23; 修订日期: 2002-10-25

作者简介: 李国军 (1970-), 男, 工程师, 联系地址: 北京 81 信箱 3 分箱 (100095)。