

反应烧结 Si_3N_4 陶瓷断裂韧性的 实验研究

张双寅 王俊表 向小运

(中国科学院力学研究所)

摘要 本文对反应烧结氮化硅 Si_3N_4 陶瓷的断裂韧性进行实验研究。用三种不同试件进行了测试,这三种试件是:山形切口双悬臂梁试件,山形切口三点弯曲梁试件和直穿透切口三点弯曲梁试件。用有限元方法分析了直穿透切口三点弯曲梁切口宽度对应力强度因子的影响,结合断裂载荷测定值估算了材料的断裂韧性值,指出直切口无预制裂纹试件的测定值必须用有限元法进行修正才能得到正确结果。

关键词 断裂韧性,陶瓷材料,有限元方法,山形切口试件,氮化硅陶瓷。

1 引言

氮化硅 Si_3N_4 是一种很脆的陶瓷材料,很难像金属材料那样预制疲劳裂纹。用有限宽切口代替疲劳裂纹测定断裂韧性会造成很大误差。所以,近年来发展了测定脆性材料断裂韧性的山形切口试件法^[1,2],此方法优点很多,深受人们欢迎。但是,为实现此类方法的标准化的,尚需做很多工作。

本文的主要目的是探讨测定陶瓷材料断裂韧性的可靠试验方法,同时研究山形切口试件方法的正确性。为此,采用三种不同试件法测试了 Si_3N_4 的断裂韧性。这三种试件分别为:(1)山形切口短杆试件(Chevron-notched short bar specimen),又称为山形切口双悬臂梁试件(Double cantilever beam specimen),本文简称为DCB试件;(2)山形切口三点弯曲梁试件(Chevron-notched 3-point bending beam),本文简称为CNB试件;(3)直穿透切口三点弯曲试件(Straight-through-notched 3-point beam),本文简称为SNB试件。第三种试件与ASTM E399标准试件相似,区别在于这里的试件带切口而无预制裂纹,故又可称为切口标准试件。由于材料来源的原因,这三种试件由两批材料制造。测定了材料的临界应力强度因子 K_{Ic} 和断裂功 W_p ,用有限元法对直穿透切口试件(SNB)的应力集中强度进行了分析,说明了SNB试件测定值偏高的原因。用有限元计算

1991年9月9日收到

对 SNB 试件的测试结果进行了修正, 给出了 SNB 试件方法所得 K_{IC} 的修正值。针对此种材料用有限元方法算出了无预制裂纹试件的 K_I 修正曲线。最后提出了测定陶瓷断裂韧性的可靠并且方便的实验方法。

2 实验研究

2.1 材料与试件

共测试了两批 Si_3N_4 陶瓷, 用第一批材料制做了前两种试件, 即 DCB 和 CNB 试件; 用第二批材料制做了第三种试件, 即 SNB 试件。这两批材料的微观结构的扫描电镜照片示于图 1 与图 2。可见这两批材料烧结质量都不理想, 有一些孔洞; 第二批材料烧结不均匀, 呈夹心状结构。

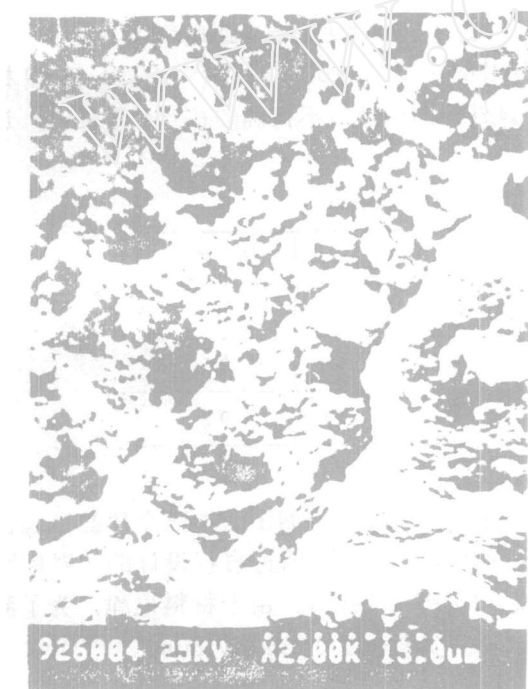


图 1 第一批 Si_3N_4 的微观照片



图 2 第二批 Si_3N_4 的微观照片

在做断裂试验之前, 测定了这两批材料的基本力学性能参数, 结果列于表 1。其中杨氏模量 E 与泊松比 ν 是由矩形截面杆拉伸试验测得的; 而第二批材料的强度值 σ_b 是由矩形截面梁三点弯曲试验测得的。表中给出了一般工程用 Si_3N_4 陶瓷材料性能参数的参考值。这些参考值引自手册^[3]。可见, 本文所用的材料比手册上的参考值还差些, 并且第二批材料的数值更差些。

表 1 两批 Si_3N_4 的力学性能参数

材料种类	强度 σ_b (MPa)	杨氏模量 E (GPa)	泊松比 ν
第一批 Si_3N_4	—	120	0.2
第二批 Si_3N_4	160	50	≈ 0.15
参考值	200~400	120~250	0.2

第一种与第二种试件的形状与尺寸分别表示在图 3 与图 4 中。表 2 中列出了它们的具体尺寸数据。表 2 中也列出了第三种试件的尺寸。

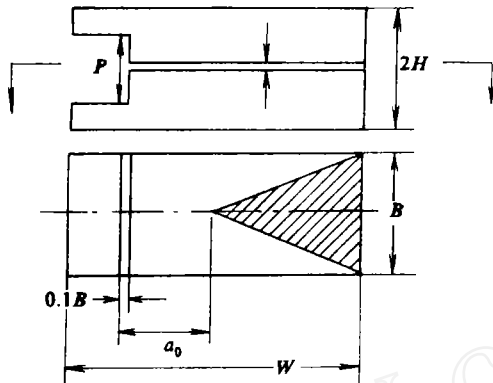


图 3 山形切口双悬臂梁试件形状与尺寸

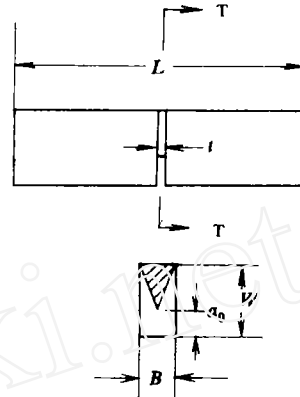


图 4 山形切口三点弯曲试件形状与尺寸

这三种试件的切口宽度均为 0.5mm。如前边提及的，第三种试件类似于 ASTM E399 标准试件。由于加工切口较困难，部分山形切口试件的两侧切口不精确的在一个平面上，这将导致受载不对称，影响测定结果的准确性。

表 2 三种试件的几何尺寸 (单位为 mm)

试件种类	L	W	a ₀	a ₁	H	B	切口宽度
DCB	25	21	7.5	21	10	10	0.5
CNB	120	20	6.5	20		10	0.5
SNB	120	20	6.5			10	0.5

2.2 试验装置

所有断裂试验均在 Instron 1195 试验机上完成。CNB 与 SNB 两类三点弯曲试验按 ASTM E399 试验方法进行。山形切口双悬臂梁试件 (DCB) 通过自行设计的一对钩状加载头加载。试验机自动记录载荷~位移曲线 (即 $P\sim\delta$ 曲线)。由于材料很脆，为了测得裂纹缓慢扩展的 $P\sim\delta$ 曲线，选用了最慢的试验机横梁速度 0.05mm/min。

2.3 试验原理

山形切口试件是为测定陶瓷等脆性材料的断裂韧性设计的，其主要优点在于它可以避开预制疲劳裂纹的困难。由于山形切口的尖端应力集中非常大，在开始加载时，很小的载荷就会使材料开裂。随着裂纹扩展，裂纹前缘越来越宽，抵抗裂纹扩展的阻力就越来越大，要使裂纹继续扩展就需要更大的载荷，于是可测得一条裂纹有稳态扩展阶段的 $P\sim\delta$ 曲线。当载荷达到最大值时材料失稳破坏。由试件的最大载荷 P_{max} 和几何尺寸，可以由下式计算断裂韧性。

$$K_{ICV} = \frac{P_{max} F_m^*}{B\sqrt{W}} \quad (1)$$

其中下角“CV”表示山形切口， B 与 W 分别为试件厚度与宽度， F_m^* 为无量纲应力强度因子系数，它是山形切口几何尺寸的函数。

前人通过若干种方法，对数种不同的几何形状与尺寸的山形切口试件的 F_m^* 值进行了

研究, 得到了相应 F_m^* 值^[1], 本文不研究确定 F_m^* 的方法与理论, 只把它看成是已知常数。例如, 对于双悬臂梁 (DCB) 试件, 我们取 $F_m^* = 30$; 而对 CNB 试件 $F_m^* = 15$ 。

对于 SNB 试件, 按照 ASTM E399 试验方法进行试验, 用下式计算材料的临界应力强度因子^[5]:

$$K_{IC} = \frac{P_c S}{B W^{3/2}} f(a/W) \quad (2)$$

其中 P_c 为断裂载荷, S 为试件的跨距, $f(a/W)$ 为裂纹的相对尺寸系数。

由线弹性断裂力学可知, 临界应力强度因子 K_{IC} 与断裂表面能 γ_i 之间有如下换算关系:

$$\gamma_i = \frac{K_{IC}^2 (1 - \nu^2)}{2E} \quad (3)$$

其中 E , ν 分别为材料的杨氏模量与泊松比。表面能 γ_i 等每增加单位面积的新裂纹面时所需之外力功, 可由下式定义:

$$\gamma_i = \frac{dW}{dA} \quad (4)$$

对 $P \sim \delta$ 曲线进行积分可求出曲线下的面积, 它代表材料的断裂功 W_f :

$$W_f = \frac{\int P d\delta}{2B(W-a)} \quad (5)$$

它等于整个断裂面上所消耗外力功的平均值。分母中的数字“2”是由于材料断裂成两个新的表面。

2.4 试验结果

(1) 山形切口双悬臂梁 (DCB) 试件的结果

用自行设计制造的钩状加载头使载荷作用点距离试件端部 4mm, 即 $W = 21\text{mm}$ 。令试验机对试件缓慢加载, 自动记录下 $P \sim \delta$ 曲线。一条典型的 $P \sim \delta$ 曲线示于图 5。可见确有一小段曲线属于裂纹稳态扩展。取最大载荷 P_{\max} 值代入公式(1)计算断裂韧性 K_{IC} ; 然后再由式(3)与式(5)得出断裂表面能 γ_i 和断裂功 W_f 。这些结果一并列入表 3。表中也给出了此类材料断裂韧性 K_{IC} 参考值, 这些值引自手册^[3]。这里的结果比手册上的参考值低些, 这是因材质较差所致。

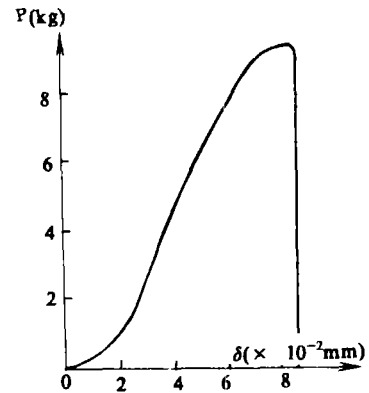


图 5 双悬臂梁(DCB)试件的载荷~位移曲线

表 3 山形切口双悬臂梁 DCB 试件的结果

试件号码	$P_{\max}(\text{kg})$	$\delta_c(\text{mm})$	$K_{IC}(\text{MPa}\sqrt{\text{m}})$	$\gamma_i(\text{J}/\text{m}^2)$	$W_f(\text{J}/\text{m}^2)$
1	10.7	0.064	2.17	18.84	27.95
2	7.9	0.065	1.60	10.24	22.86
3	8.4	0.056	1.70	11.56	20.69
4	9.3	0.068	1.89	14.29	29.40
5	8.9	0.056	1.81	13.10	22.01
平均值			1.83	13.61	24.58
均方差			0.20	2.95	3.44
参考值			2.5~5	15~50	

(2) 山形切口三点弯曲试件的测试结果

山形切口三点弯曲梁 CNB 试件的 $P \sim \delta$ 曲线与图 5 的曲线形状相似。不过裂纹的稳态扩展段要稍短一些，其测试结果列于表 4。可见 CNB 的结果比 DCB 的结果稍小一些。

表 4 山形切口三点弯曲梁 CNB 试件的结果

试件	$P_{max}(kg)$	$S(mm)$	$K_{ICr}(MPa\sqrt{m})$	$\gamma_i(J/m^2)$	$W_f(J/m^2)$
1	10.4	100	1.32	6.92	
2	10.3	100	1.31	6.36	
3	9.5	100	1.20	5.76	
4	9.25	100	1.17	5.48	
5	14.6	80	1.45	8.76	19.6
平均值			1.30	6.77	
均方差			0.11	1.16	
参考值			2.5~5	15~50	

(3) 直穿透切口三点弯曲梁 SNB 的测试结果

按照 ASTM E399 规定的试验程序，我们对由第二批材料制造的 SNB 试件进行了断裂试验，这种试件的 $P \sim \delta$ 曲线上无裂纹的稳态扩展阶段。由式 (2) 计算出材料的断裂韧性值，列入表 5。

表 5 直切口三点弯曲梁 SNB 试件的测试结果

试件	$S(mm)$	$P_f(kg)$	$\Delta(mm)$	$K_{IC}(MPa\sqrt{m})$	$\gamma_i(J/m^2)$	$W_f(J/m^2)$
1	100	51	0.066	2.88	82.11	122.3
2	100	49	0.58	2.77	75.96	103.3
3	80	52	0.99	2.35	54.67	186.9
4	80	64	0.104	2.89	82.69	241.6
平均值				2.72	73.86	163.44
均方差				0.22	11.39	54.77

可见，由于这里的 SNB 试件带有有限宽度切口而非裂纹，所以测定值偏高。

众所周知，按 ASTM E399 标准规定，需在切口处预制疲劳裂纹。这对象 Si_3N_4 这样的陶瓷材料极为困难，故有人采用直切口而无预制裂纹试件直接测定断裂韧性值。必须指出，这样会过高地估计材料的断裂韧性，使工程设计偏于危险。所以欲求较精确的 K_{IC} 值需用有限元方法修正。

3 有限元分析

本节根据有限元计算结果分析切口宽度对 K_{IC} 测定值的影响。利用 SNB 试件的对称条件只计算一半，有限元网格如图 6 所示。采用四边形八节点等参元计算^[4]。为了检查切口宽度，亦即切口顶端半径大小对应力集中强度影响，计算了五个切口宽度，即五个不同切口顶端半径的应力分布曲线。即 $r = 0.01mm, 0.03mm, 0.05mm, 0.1mm$ 和 $0.25mm$ 。

计算结果表明，切口顶端半径越小应力集中越厉害。

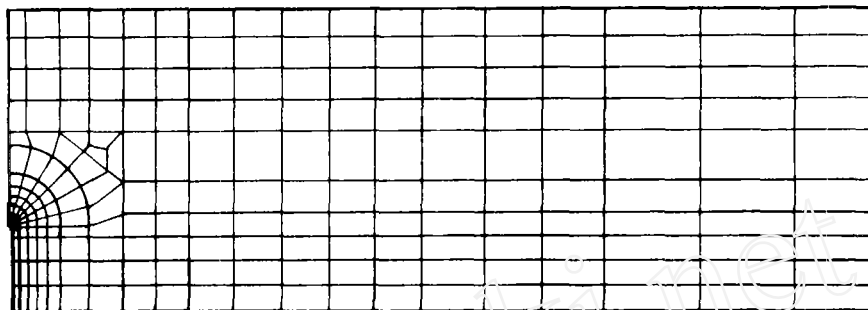


图6 有限元网格

根据断裂力学理论可知，理想裂纹顶端的应力值为无穷大，但实际上，材料在高应力作用下断裂之前总要先发生小范围屈服，这个屈服区半径可由下式计算^[5]：

$$r_y = \frac{1}{6\pi} \left(\frac{K_{IC}}{\sigma_{yy}} \right)^2 \quad (6)$$

其中 σ_{yy} 为材料的屈服强度，把 Si_3N_4 的 K_{IC} 与 σ_{yy} 值代入上式就可得到 r_y 。现利用手册^[3]给出的 Si_3N_4 的 σ_b 与 K_{IC} 值（请见表1与表3），得到

$$r_y \approx 0.01 \sim 0.03\text{mm} \quad (7)$$

图7和图8是切口半径分别为0.25mm和0.03mm试件的 σ_x 与 σ_y 沿对称面 oy 的分布曲线，由于对称 $\tau_{xy} = 0$ 。

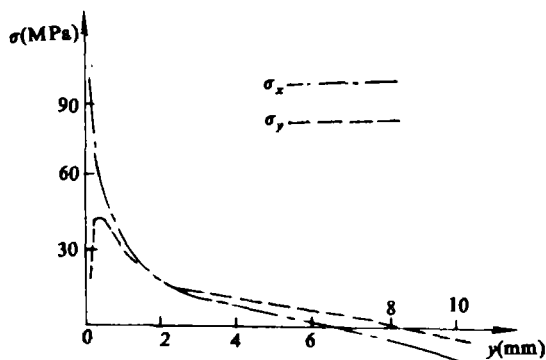


图7 有限元法算出的应力分布曲线 ($r=0.25\text{mm}$)

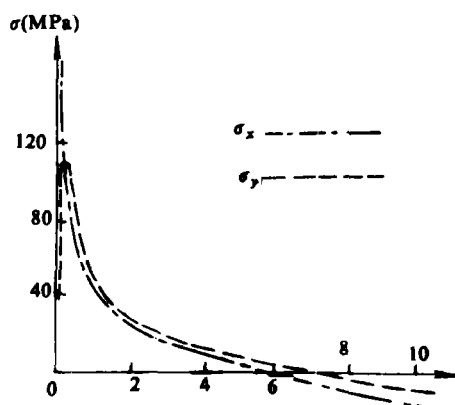


图8 有限元法算出的应力分布曲线 ($r=0.03\text{mm}$)

严格说来，任何含切口（或裂纹）的弹性体在外载作用下切口顶端处的应力值都是有限值，其断裂载荷可根据强度理论来预测；对于本文情况，最大应力理论是适用的，即认为断裂是由切口顶端拉应力 σ_x 控制的，当 $\sigma_x > \sigma_b$ 时材料破坏，所以 σ_x 应力集中强度越大断裂载荷越小，反之亦然。在线弹性条件下，对同一个试件而言，载荷 P 与切口顶端应力值成正比，所以切口宽度越大断裂载荷 P_c 越大，反之亦然。

对于单边切口断裂试件， K_{IC} 与 P_c 有如下关系式：

$$K_{IC} = \frac{3P_c S}{2BW^2} \sqrt{a} f_1(a/w) K_r \quad (8)$$

其中 K_r 依赖于切口宽度, 对于理想裂纹 $K_r=1$; 对于切口, $K_r < 1$. $f_1(a/w)$ 请参考文献 [6], 文献 [6] 定义一个“相当于应力集中系数” ξ , 表达式为:

$$\xi = \frac{\sigma_b}{\sigma_f} \left(1 - \frac{a}{W}\right)^2 \quad (9)$$

其中 $\sigma_f = \frac{3P_c S}{2BW^2}$. 应该指出, 应力集中系数强烈地依赖于切口宽度, 式 (9) 不能准确地代表应力集中系数, 准确的应力集中系数应该用有限元 (或边界元法) 法计算:

为便于讨论, 命 P'_c 表示切口半径为 r 试件的断裂载荷, P_c^0 为预制裂纹试件的断裂载荷, 则由式 (8) 可知,

$$P'_c K_r = P_c^0 \quad (10)$$

又因 P'_c 作用下切口试件中切口顶点应力和 P_c^0 作用下裂纹试件中裂纹顶端应力相等, 均等于 σ_b , 那么, 若两种试件同时承受相等外载 (例如单位载荷) 作用时, 则裂纹试件中

裂纹顶点应力 σ_x^0 比切口试件切口顶点应力 σ'_x 要大些, $\sigma_x^0 = \frac{\sigma'_x}{K_r}$. 根据公式 (6) 与公式 (7), 可以认为理想裂纹顶点应力集中强度与切口半径为 r 的切口应力集中强度近似相等, 即

$\sigma_x^0 = \sigma'_x$. 对比 $r=0.03$ 与 0.25mm 两种切口试件的应力, 我们有 $\frac{\sigma_x^0}{K_{0.25}^{0.25}} = \frac{\sigma_x^0}{K_{0.03}^{0.03}} \approx \sigma_x$; 又

因 $K_{0.03} \approx 1$, 则 $P_c^{0.25} K_{0.25} = P_c^{0.03} \approx P_c^0$.

用有限元法可以算出 K_r 与切口半径 (即切口宽度之半) r 之间的关系曲线, 结果绘于图 9. 由曲线可知, 切口半径等于 0.25mm 时 $K_{0.25}$ 等于 0.404 . 根据实验测试结果, 切口宽度为 0.5mm 的 SNB 试件, $P'_c = 50\text{kg}$, 则可推算出 P_c^0 近似等于 20.2kg , 于是, 第二批 Si_3N_4 的断裂韧性的较准确的值应为 $K_{IC} = 1.1\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. 由图 1 与图 2 已知, 第二批材料的材质不如第一批材质均匀, 这个结果比较合理.

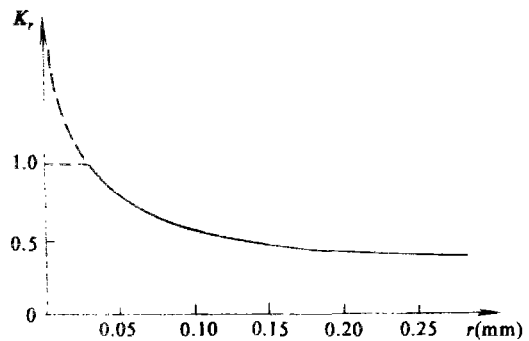


图 9 SNB 试件临界载荷修正因子 K_r 随切口半径 r 变化的曲线

4 结论

(1) 本文主要是试验方法研究, 用三种不同的试件与方法测定了 Si_3N_4 陶瓷的断裂韧性. 三种试件相比, 山形切口试件的 $P \sim \delta$ 曲线有一定裂纹稳态扩展阶段, 裂纹稳态扩展

就是预制裂纹过程, 所以结果较为可靠。然而, 直切口试件的 $P\sim\delta$ 曲线没有稳态阶段, 而且由于切缝端部半径比 r_f 值大得多, 所以测试结果偏高。

(2) 直切口无预制裂纹的 ASTM E399 试件的测定值与切口根部半径有关, 一般不能给出正确的 K_{IC} 值, 必须用有限元法修正, 本文给出了可供使用的基于直切口试件获得可靠 K_{IC} 的方法。应该指出, 由于切口应力集中强度不仅与切口宽度有关, 还依赖于切口的相对深度 a/W 和材料性能, 图 9 所示的临界载荷修正系数 K_f 随切口根部半径 r 变化曲线, 仅适用于本文情况; 对其他情况, 需进行更多的有限元计算。

(3) 作为陶瓷的断裂韧性参数, 临界应力强度因子 K_{IC} 与断裂功 W_f 相比, 当断裂过程有足够长的裂纹稳态扩展过程时, W_f 可以较好地表征陶瓷的断裂韧性^[2]。若断裂时没有较长的稳态阶段, W_f 不能用, 因为它代表材料断裂时消耗能量的平均值, 突发的脆性断裂中有相当大的能量变成动能消耗了。

(4) 限于材料来源原因, 本文所用材料性能较差, 两批材料性能差别也较大, 再加上脆性材料断裂行为有一定分散性, 故本文的测试结果难免有一定分散性。

致谢 本文所用的两批 Si_3N_4 陶瓷均系中国科学院上海硅酸盐研究所提供, 特此致谢。

参 考 文 献

- [1] 张双寅, 脆性材料断裂韧性测定的山形缺口试件与方法, 无机材料学报, 1989, 4 (4): 289-298
- [2] Bluhm J I, Slice synthesis of a three dimensional 'work of fracture' specimen, Engng. Frac. Mech. 1975, 7:593-603
- [3] Morrell R, Handbook of Properties of Technical and Engineering Ceramics, Part I, An Introduction for the Engineer and Designer, Her Majesty's Stationery Office, 1985
- [4] 张双寅, C.M.利奇, CSM 玻璃钢复合型断裂的有限元分析, 应用数学和力学, 1986, 7 (8): 689-702
- [5] Broek D, Elementary Engineering Fracture Mechanics, Leyden, Noordhoff International Publishing, 1974
- [6] 包亦望, 金宗哲, K_{IC} 测试试件的尺寸要求和理论依据, 材料科学进展, 1991, 5 (4): 362-367

Fracture Toughness of Reaction Sintered Si_3N_4 Ceramics

Zhang Shuangyin Wang Junbiao Xiang Xiaoyun

(Institute of Mechanics, Chinese Academy of Science)

Abstract Fracture toughness of reaction sintered Si_3N_4 was measured by using three types of specimens: two types of chevron-notched specimens and one type of straight-through-notched 3-point bending beam specimens. These specimens were made from two batches of Si_3N_4 . The experimental data of K_{1c} were compared with those listed in handbook of technical and engineering ceramics. Finite element method was used to analyse the effect of the width of notch in the straight-through-notched specimen. In this paper, it is pointed out that in order to obtain accurate K_{1c} , the tested results of the straight-through-notched specimen must be modified with FEM. Based upon FEM, the curve of correction factor (K_r) of critical load versus radius of the notch (r) is presented.

Key words fracture toughness, ceramic materials, finite element method, chevron notch specimen, Si_3N_4 ceramics