

Al₂O₃/20%Ni 网状复合材料抗热震性研究 *

张 芳 王介强 辛 宁 修稚萌 徐家桢 孙旭东

(东北大学材料与冶金学院, 沈阳 110004)

摘 要 采用热压方法制备了 Al₂O₃/20%Ni 网状复合材料, 通过压痕 - 淬火法在 300—900 ℃ 淬火温差范围内评估了热震抗力. 结果表明, 复合材料的抗热震性明显高于单相 Al₂O₃ 陶瓷. 根据材料的力学和物理性能, 计算了 Al₂O₃ 陶瓷和 Al₂O₃/20%Ni 网状复合材料的抗热震因子 R' 和 R'''' , 结果表明, 复合材料的抗热震因子亦大于单相 Al₂O₃ 陶瓷, 与热震实验结果相吻合.

关键词 Al₂O₃ 陶瓷, Al₂O₃/20%Ni 网状复合材料, 抗热震性

中图分类号 TB481, TG113.262 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2001)05-0551-04

THERMAL SHOCK RESISTANCE OF AN Al₂O₃/20%Ni NETWORK COMPOSITE

ZHANG Fang, WANG Jieqiang, XIN Ning, XIU Zhimeng, XU Jiazhen, SUN Xudong

School of Materials and Metallurgy, Northeastern University, Shenyang 110004

Correspondent: ZHANG Fang, Tel: (024)23925001, E-mail: zhangfang610@163.net

Manuscript received 2000-10-08, in revised form 2001-01-10

ABSTRACT An Al₂O₃/20%Ni network composite was fabricated by hot pressing, and its thermal shock resistance was evaluated through an indentation-quench test within a quenching-temperature difference range of 300—900 ℃. The composite exhibited much higher thermal shock resistance than the monolithic Al₂O₃ ceramic. Thermal shock resistance parameters (R' and R'''') of the Al₂O₃ ceramic and the Al₂O₃/20%Ni composite were calculated according to their mechanical and physical properties. The calculated value of the composite is higher than that of the Al₂O₃ ceramic, which agrees well with the result of thermal shock experiment.

KEY WORDS Al₂O₃ ceramic, Al₂O₃/20%Ni network composite, thermal shock resistance

陶瓷材料具有耐高温、耐氧化、耐腐蚀、耐磨、高硬度等优良性能, 在高温环境中得到广泛应用, 例如用于陶瓷发动机部件、高温流体输送器件、陶瓷切削刀具等. 然而陶瓷材料的热传导率低, 温度骤变时容易引起热应力而导致热裂纹的产生; 另外, 陶瓷材料高的脆性容易引起热裂纹失稳扩展. 所以其抗热震能力较差, 这大大影响了陶瓷材料的使用寿命.

研究^[1-3]表明, 在陶瓷材料中引入体积分数大约为 20% 的延性金属相时, 可以明显改善其韧性, 同时能保持其它优良性能不显著降低, 因此在陶瓷材料中添加延性相成为改善陶瓷材料性能有效途径之一. 本文采用热压方法制备了 Al₂O₃/20%Ni 网状复合材料, 采用压痕 - 淬火法^[4-6] 对其抗热震性及其机理进行了研究, 并计算了抗

热震因子.

1 实验方法

实验原料为硫酸铝铵 (NH₄Al(SO₄)₂·12H₂O) 热分解法^[7] 制备的 α -Al₂O₃ 粉 (平均粒径 0.14 μ m, 纯度 99.99%) 和羰基镍 (Ni(CO)₄) 分解法^[8] 制备的 Ni 粉 (平均粒径 1—3 μ m, 纯度 99.9%). 首先将 α -Al₂O₃ 粉末造粒, 颗粒尺寸为 150—300 μ m, 然后与体积分数为 20% 的 Ni 粉均匀混合, 使 Ni 粉均匀粘附于 α -Al₂O₃ 颗粒表面. Al₂O₃ 陶瓷及 Al₂O₃/20%Ni 网状复合材料均采用热压方法制备, 热压模具为石墨. 热压温度和压力分别为 1300 ℃ 和 30 MPa, 热压时间为 30 min. 用金刚石锯片将试样切割成 5 mm×5 mm×30 mm 试样条, 经研磨、抛光后得到实验样品. 采用三点弯曲法测量材料的抗弯强度; 利用 Vickers 硬度计引入微裂纹 (载荷为 10 kg), 通过压痕强度法测量材料的断裂韧性, 其计算公式为

$$K_{IC} = 0.59 \left(E/HV \right)^{1/8} \left(\sigma_i P^{1/3} \right)^{3/4} \quad (1)$$

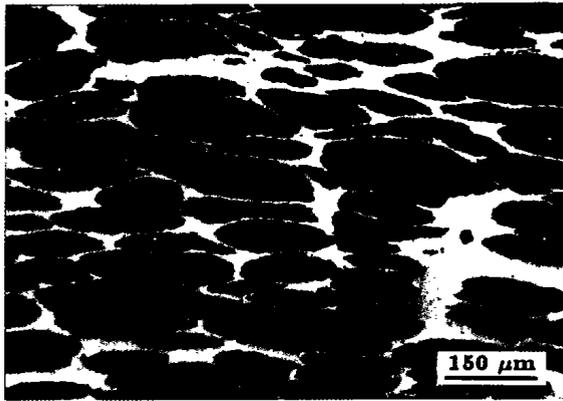
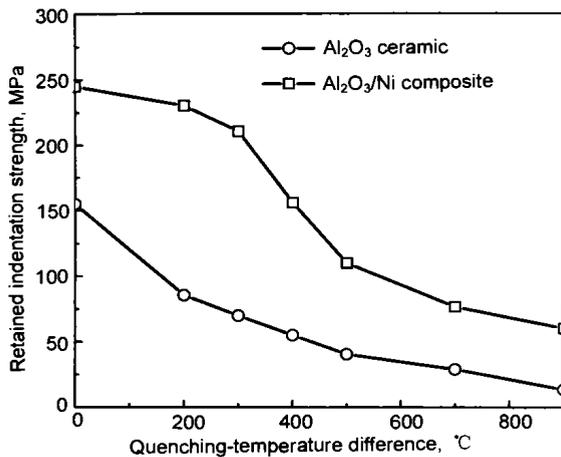
* 教育部“跨世纪优秀人才培养计划基金”和辽宁省自然科学基金 9910300102 资助项目

收到初稿日期: 2000-10-08, 收到修改稿日期: 2001-01-10

作者简介: 张 芳, 女, 1973 年生, 博士

表 1 Al_2O_3 陶瓷和 $\text{Al}_2\text{O}_3/20\%$ 复合材料的物理及力学性能Table 1 Physical and mechanical properties of the Al_2O_3 ceramic, Ni and $\text{Al}_2\text{O}_3/20\%\text{Ni}$ composite

Material	Elastic modulus E , GPa	Thermal conductivity λ , $\text{J}/\text{m}^2\cdot\text{s}\cdot\text{K}$	Thermal expan coeff α , 10^{-6}	Poisson's ratio ν	Bending strength σ_f , MPa	K_{1C} $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$
Al_2O_3	398	29.0	8.24	0.232	319	3.8
Ni	207	91.4	13.4	0.31	—	—
$\text{Al}_2\text{O}_3/20\%\text{Ni}$	360	41.5	8.98	0.248	286	8.8

图 1 $\text{Al}_2\text{O}_3/20\%\text{Ni}$ 体积分数复合材料组织Fig.1 Microstructure of $\text{Al}_2\text{O}_3/20\%\text{Ni}$ composite图 2 Al_2O_3 陶瓷和 $\text{Al}_2\text{O}_3/20\%\text{Ni}$ 复合材料在不同温差淬火后的残留强度Fig.2 Retained indentation strength of Al_2O_3 ceramic and $\text{Al}_2\text{O}_3/20\%\text{Ni}$ composite after quenching at various temperature differences

其中 E , HV , σ_i 和 P 分别表示弹性模量、Vickers 硬度、压痕抗弯强度和压痕载荷。热震试样在引入 Vickers 硬度微裂纹后, 随炉升温到预定温度保温 20 min 后水淬。材料的抗弯强度及淬火后的残留抗弯强度在 Instron 4206 材力试验机上测量, 加载速率为 0.75 mm/min。

2 实验结果与分析

2.1 热震稳定性

图 1 为 $\text{Al}_2\text{O}_3/20\%\text{Ni}$ 体积分数复合材料的组织,

其中颜色白亮的 Ni 呈连续网状, 颜色较暗的 Al_2O_3 分布于其间。三点抗弯强度实验结果表明, Al_2O_3 陶瓷和 $\text{Al}_2\text{O}_3/20\%\text{Ni}$ 复合材料的强度分别为 319 和 286 MPa(表 1), 引入 Vickers 硬度压痕后, 两种材料强度分别为 155 和 245 MPa(图 2), 强度分别下降了 35% 和 14%。可见复合材料对裂纹的敏感性较 Al_2O_3 陶瓷低得多, 这与复合材料的断裂韧性高于 Al_2O_3 陶瓷的结果一致(表 1)。不同温差压痕-淬火实验结果表明, Al_2O_3 陶瓷在温差为 200 °C 时, 强度明显下降, 而后随温差增大强度变化逐渐平缓, 当温差达到 900 °C 时, Al_2O_3 陶瓷的强度几乎为 0。同样淬火条件下, 复合材料的强度变化明显比 Al_2O_3 陶瓷缓慢, 在温差为 500 °C 时, 强度下降较快, 随后趋缓, 至温差为 900 °C 时, 残留强度约为 60 MPa。宏观断口观察显示(如图 3), 热震温差较小时断口平直; 随着热震温差提高, 断口逐渐变得起伏不平。淬火温差 ≥ 700 °C 时, 强度实验时 Al_2O_3 陶瓷试样断裂为几部分, 说明材料发生了多裂纹断裂; 而复合材料试样在强度实验时未发生断裂为几部分的现象。上述结果均表明 $\text{Al}_2\text{O}_3/20\%\text{Ni}$ 网状复合材料抵抗热冲击能力明显高于 Al_2O_3 陶瓷材料。

Al_2O_3 陶瓷和 $\text{Al}_2\text{O}_3/20\%\text{Ni}$ 复合材料热震实验裂纹发展情况示意图如图 4, 两种材料表面均引入压痕, Al_2O_3 陶瓷表面压痕规则微裂纹平直, 复合材料表面压痕及微裂纹则相对弯曲; 300 °C 淬火后复合材料表面有少量热裂纹产生, 而 Al_2O_3 陶瓷表面已出现较多热裂纹; 淬火温差增高到 500 °C 时, 复合材料表面热裂纹发生趋于明显, Al_2O_3 陶瓷表面的热裂纹则增多且裂纹张开位移增大; 随淬火温差继续升高, Al_2O_3 陶瓷和复合材料表面热裂纹数量均随之增多且尺寸增大。

2.2 抗热震因子计算

Hasselmann 等人基于热弹性和断裂力学两种观点提出了判定不同情况下陶瓷材料抵抗热震能力的抗热震因子 R, R', \dots, R'''' 等^[9-11] 并被广泛接受。其抗热应力断裂因子 R' 是以强度-应力为判据, 认为材料中热应力达到抗张强度极限后材料产生开裂, 其意义为裂纹萌生所需克服的阻力, 主要与引起热应力的材料内外临界温差有关, 如式(2); 抗热应力损伤因子 R'''' 是以应变能-断裂能为判据, 认为材料在热应力作用下裂纹失稳扩展、蔓延, 形成新的裂纹表面而断裂, 其意义为在高于临界温

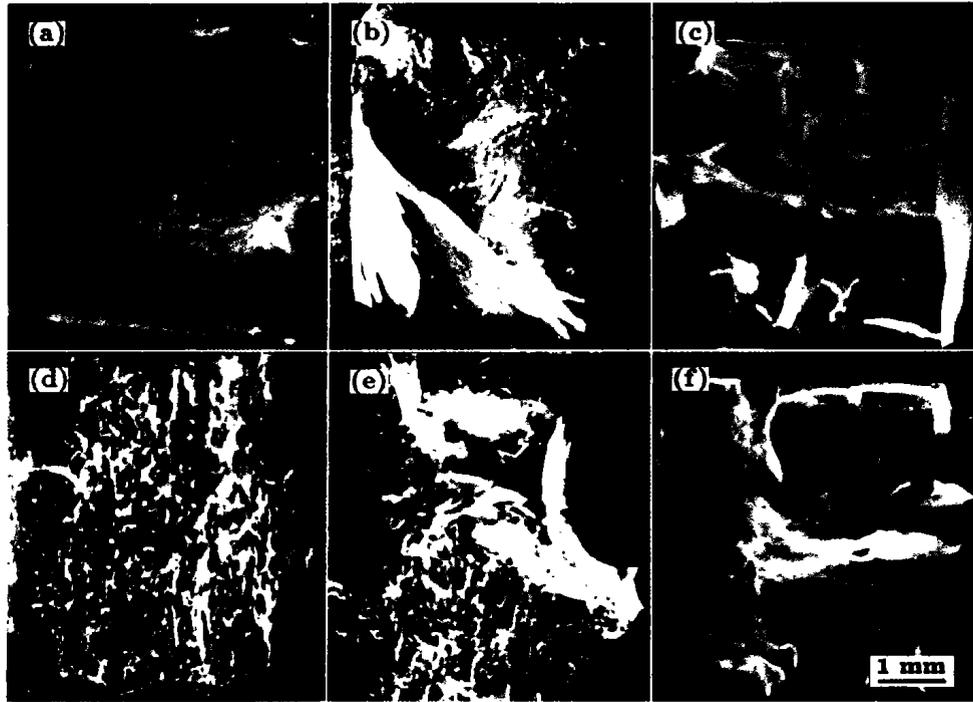


图 3 热震淬火后 Al₂O₃ 陶瓷 (a-c) 和 Al₂O₃/20%Ni 复合材料 (d-f) 的断口

Fig.3 Fractographs of Al₂O₃ ceramic and Al₂O₃/20%Ni composite quenched at 300 °C (a, d), 500 °C (b,e), 700 °C (c,f)

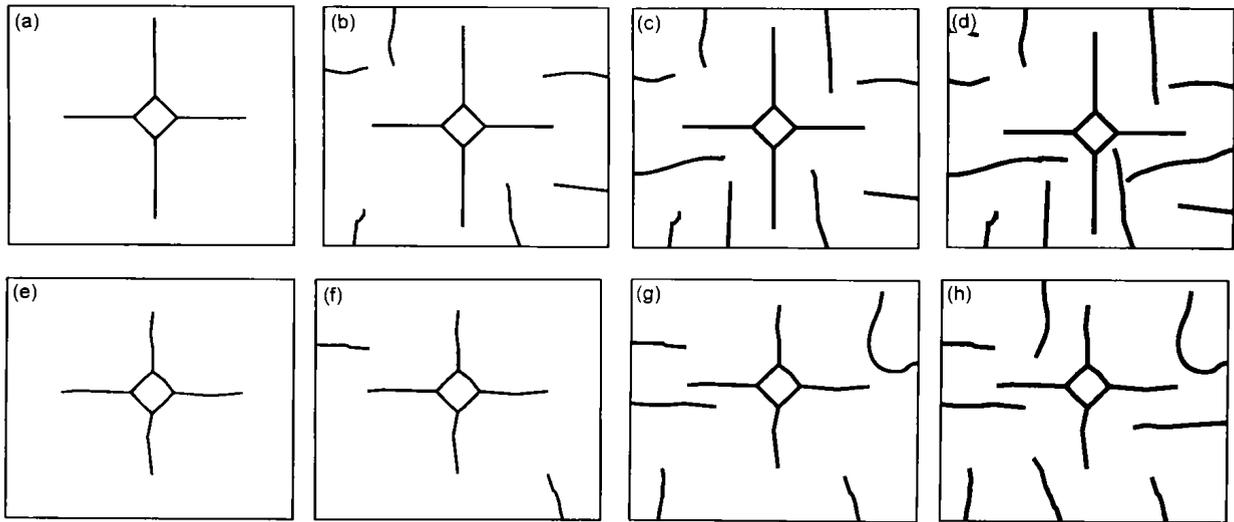


图 4 Al₂O₃ 陶瓷 (a-d) 和 Al₂O₃/20%Ni 复合材料 (e-h) 热震淬火后热裂纹示意图

Fig.4 Schematic diagrams of the thermal shock cracks produced in Al₂O₃ ceramic (a-d) and Al₂O₃/20%Ni composite by quenching at different temperatures

(a, e) as-indented (b, f) 300 °C (c, g) 500 °C (d, h) 700 °C

差时材料抵抗热裂纹失稳扩展的能力，与裂纹的尺寸有关，如式 (3).

$$R' = \frac{\lambda(1-\nu)\sigma_f}{E\alpha} \quad (2)$$

$$R''' = \frac{EW_f}{\sigma_f^2(1-\nu)} \quad (3)$$

式中 λ 为热导率， ν 为 Poisson 比， σ_f 为弯曲断裂强度， E 为弹性模量， α 为线膨胀系数， W_f 为断裂功。

由于 $W_f=2\gamma_f$, $K_{IC} = \sqrt{2E\gamma_f}$ 故式 (3) 可写为

$$R''' = \frac{K_{IC}^2}{\sigma_f^2(1-\nu)} \quad (4)$$

其中， γ_f 为新生裂纹面的表面能。

在复合材料的参数中，弹性模量 E ，热导率 λ ，热膨胀系数 α 及 Poisson 比 ν 属于结构不敏感参数，主要受第二相体积分数支配。所以本实验中 Al₂O₃/Ni 复合材料

的 E , λ , α 和 ν 通过以下各式计算^[8]

$$E = E_{Me}(1 - \varphi_v) + E_c\varphi_v \quad (5)$$

$$\lambda = \lambda_{Me}(1 - \varphi_v) + \lambda_c\varphi_v \quad (6)$$

$$\alpha = \frac{\alpha_{Me}K_{Me}(1 - \varphi_v) + \alpha_cK_c\varphi_v}{K_{Me}(1 - \varphi_v) + K_c\varphi_v} \quad (7)$$

$$\nu = \nu_{Me}(1 - \varphi_v) + \nu_c\varphi_v \quad (8)$$

式中下标 Me 和 c 分别表示金属相和陶瓷相, φ_v 为陶瓷相的体积分数, K 是体积收缩系数, 其中 $K_{Me} = E_{Me}/3(1 - 2\nu_{Me})$, $K_c = E_c/3(1 - 2\nu_c)$. 陶瓷及复合材料的抗弯强度和断裂韧性分别通过实验测得. 表 1 给出了本实验中两种材料的几项物理及力学性能指标. 可见复合材料的强度较 Al_2O_3 陶瓷有所降低, 但其断裂韧性明显高于 Al_2O_3 陶瓷.

表 2 Al_2O_3 陶瓷和 $Al_2O_3/20\%Ni$ 复合材料的抗热震因子
Table 2 Thermal shock resistance of Al_2O_3 ceramic and $Al_2O_3/20\%Ni$ composite

Material	R' , W/m	R'''' , mm
Al_2O_3	2165	0.185
$Al_2O_3/20\%Ni$	2782	1.259

由式 (2) 和 (4) 计算所得的材料抗热震因子 R' 和 R'''' 列于表 2, 由于 R' 和 R'''' 的物理意义分别表示裂纹萌生阻力和裂纹扩展阻力, 可见理论计算所得复合材料的裂纹萌生阻力稍高于 Al_2O_3 陶瓷, 而裂纹扩展阻力约是 Al_2O_3 陶瓷的 7 倍, 因此复合材料的抗热震性明显高于 Al_2O_3 陶瓷, 这与热震实验中复合材料的残留强度高于 Al_2O_3 陶瓷的结果是一致的.

根据式 (2), 为了提高抗热震性, 需要高强度、低弹性模量, 而根据式 (3), 则要降低强度, 提高弹性模量, 所以

对于大多数材料, 同时提高 R' 和 R'''' 是很困难的, 但是如果材料的断裂功显著增加, 则可同时提高 R' 和 R'''' . 根据断裂韧性值可算出本实验中 Al_2O_3 陶瓷和复合材料的断裂功分别为 36 和 215 J/m², 可见金属增韧的陶瓷材料正是通过大幅提高断裂功来改善材料的抗热震性.

3 结论

(1) 采用热压方法制备出 $Al_2O_3/20\%Ni$ 网状复合材料. 300—900 °C 淬火温差范围内复合材料的热震阻力明显高于单相 Al_2O_3 陶瓷.

(2) $Al_2O_3/20\%Ni$ 复合材料的裂纹萌生阻力 R' 稍高于 Al_2O_3 陶瓷, 裂纹扩展阻力 R'''' 是 Al_2O_3 陶瓷的 7 倍, 与热震实验结果一致.

参考文献

- [1] Sbaizero O, Pezzotti G, Nishida T. *Acta Mater*, 1998; 46: 681
- [2] Nawa M, Sekino T, Niihara K. *J Mater Sci*, 1994; 29: 3185
- [3] Moore R H, Kunz S C. *Ceram Eng Sci Proc*, 1987; 8: 839
- [4] Chen Z, Mecholsky JR J J. *J Mater Sci*, 1993; 28: 6365
- [5] Aldridge M, Yeomans J A. *J Euro Ceram Soc*, 1998; 19: 1769
- [6] Collin M, Rowcliffe D. *Acta Mater*, 2000; 48: 1655
- [7] Dynys F W, Halloran J W. *J Am Ceram Soc*, 1982; 65: 4442
- [8] Li R J. *Ceramic-Metal Composites*. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1995: 23
(李荣久. 陶瓷-金属复合材料. 北京: 冶金工业出版社, 1995: 23)
- [9] Hasselman D P H. *J Am Ceram Soc*, 1969; 52: 600
- [10] Hasselman D P H. *J Am Ceram Soc*, 1970; 53: 490
- [11] Gupta T K. *J Am Ceram Soc*, 1972; 55: 249