

高温静疲劳法预制耐火材料断裂韧性试件原生裂纹*

徐恩霞¹, 张恒², 钟香崇¹

(1 郑州大学高温功能材料河南省重点实验室, 郑州 450052; 2 郑州大学机电学院, 郑州 450052)

摘要 提出了一种预制耐火材料断裂韧性测试试件原生裂纹的新方法——高温静态疲劳法。其要点是把含切口的脆性耐火材料试件加热到其塑性变形温度范围, 然后施加适当静载荷或交变载荷使其产生原生裂纹。研究了温度和应力对裂纹产生和扩展的影响。

关键词 耐火材料 断裂韧性 预制裂纹 测试方法

Prefabricating Original Cracks in Refractory Specimens for Fracture Toughness Test Using High Temperature Static Fatigue Method

XU Enxia¹, ZHANG Heng², ZHONG Xiangchong¹

(1 Key Laboratory of High Temperature Cermics Institute, Province Henan, Zhengzhou 450052;

2 College of Mechanics, Zhengzhou University, Zhengzhou 450052)

Abstract A new method of prefabricating original cracks in refractory material specimens for fracture toughness test using high temperature static fatigue technique is presented in this paper. It is important to heat the refractory specimen to the plastic eformation temperature, then to put a suitable static or dynamics stress to form original cracks. The effects of temperature and stress on the initiation and propagation of cracks are investigated.

Key words refractory material, fracture toughness, prefabricating cracks, testing method

0 引言

在测试材料的断裂韧性时,要求预制出裂纹尖端曲率半径 $\rho \rightarrow 0$ 的理想裂纹。但对耐火材料、陶瓷等脆性材料而言,预制裂纹十分困难,难以人工做出理想的原生裂纹。在用单边切口梁法测试陶瓷等材料断裂韧性时,试件的裂纹通常由一定半径的缺口代替。由于人工切口的曲率半径远远大于自然裂纹,其结果使应力集中程度减小, K_{IC} 实测值偏大,并存在随切口宽度增大而增大的“切口钝化效应”。为了得到比较准确的断裂韧性值,近年来发展了多种针对此类材料预制裂纹的方法^[1,2]。桥压法是被广泛用于预制脆性陶瓷材料试样裂纹的方法之一^[3],其基本原理是在一抛光试样表面用维氏硬度计打几个压痕,产生压痕裂纹,然后按一定的方式进行加载,从而在压痕处引发出一条直通裂纹。但是,桥压法目前还存在若干问题,主要是在加压时易出现预制裂纹突发生失稳断裂,造成实验失败,另外对于表面气孔率大、粗晶粒、特别脆或特别硬的材料不易成功。针对这些问题,王继辉等提出了静态膨胀法^[4]。他们在试样中部切出一贯通切口,填入静态膨胀剂,由于两侧面限制了膨胀剂体积的缓慢膨胀,使两侧面所受压力不断增大,当压力达到一定时切口根部就会裂开,产生原生裂纹,随时间延长,裂纹会逐渐加深。与桥压法相比,这种方法的特点是可在缓慢的裂纹扩展中控制裂纹长度,但不足之处是试验时间过长。王锋会等用研磨的方

法制作了尖缺口试件^[5],其方法是先用金刚石切割片切出 0.26mm 左右的缺口,在宽缺口的基础上,用金刚石研磨膏研磨出尖缺口。

本文提出一种新的预制裂纹方法。其过程是把含切口的脆性耐火材料试件加热到其塑性变形温度范围,然后施加静载荷或交变载荷使其产生原生裂纹。

1 试验材料和仪器

用 3 种不同类型的耐火材料制品(Ⅱ等高铝砖、镁铝砖和 β -Sialon 结合刚玉砖)进行预制裂纹实验。以Ⅱ等高铝砖为主探索试验条件。这些材料的物理性能如表 1 所示。

表 1 试验材料的物理性能
Table 1 Physical properties of materials

	MOR/MPa				Density (g/cm ³)	Porosity %
	1000℃	1200℃	1300℃	1400℃		
alumina brick Ⅱ	20	13	8.0	1.8	2.85	19.2
MgO-Al ₂ O ₃ brick	17	12.8	7.5	-	2.95	17.5
Sialon-Al ₂ O ₃	29	26	20	16.5	3.0	18.1

试件尺寸为(25±2)mm×(25±2)mm×125~130mm。为了在实验中使受力部位达到应力集中,在试件的中部用厚 0.3mm 的金刚石切割片切出长为 a 的缺口,取 $a/w=0.3$,如图

* 国家自然科学基金资助项目(10472106)

徐恩霞:女,1965年生,高级工程师,博士研究生 Tel:0371-67767091 E-mail:htci@zzu.edu.cn

1所示。切口时应注意在切口尖端避开材料骨料的大颗粒。

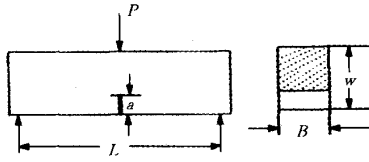


图1 试样尺寸示意图

Fig. 1 The sketch of specimens size

高温预制裂纹过程在高温弯曲试验机上进行^[6]。该仪器的压力测量精度为1N。仪器的电加热系统采用MoSi₂发热元件,最高温度为1600℃;采用双铂铑热电偶测温,炉温控温精度为±5℃;自动控制系统由工业计算机及外围控制电路组成,控制程序全部在Windows下运行,试验中每秒钟自动采集1次压力、温度等数据。

2 试件材料塑性变形温度范围的测定

耐火材料等无机非金属材料之所以不能像金属材料那样用施加疲劳载荷的方法预制裂纹,是因为它们在常温下呈脆性,没有塑性变形或塑性变形很小。在疲劳循环应力作用下,裂纹一旦产生便迅速扩展而断裂,给预制裂纹造成困难。当温度升高到某阶段后,耐火材料晶界间的玻璃相或低熔物软化,晶界间的滑移变得容易进行,宏观上发生塑性变形的能力大幅度提高,抵抗裂纹迅速扩展的能力也随之提高。此时材料在循环载荷或静载荷作用下,如果缺口前端产生裂纹,它将不会像常温下那样迅速扩展而使试件断裂。

为确定试件预制裂纹时升温的幅度,在本方法中首先要确定材料发生塑性变形的温度范围,然后再预制裂纹。

塑性变形温度范围的测定方法参照文献[7,8]。其过程是在耐火材料高温弯曲应力应变仪上^[6],从常温到1400℃,每隔200℃或100℃对实验材料进行应力应变关系测试,根据测得的材料在不同温度下的应力应变曲线来判断其弹性变形温度范围、塑性变形温度范围和粘滞流动温度范围。本试验测得的Ⅱ等高铝砖、镁铝砖和β-Sialon结合刚玉砖的塑性变形温度范围如表2所示。

表2 试验材料的变形温度范围

Table 2 The temperature range of specimens deformation

Temperature rang	alumina brick Ⅱ	MgO-Al ₂ O ₃ brick	Sialon-Al ₂ O ₃ brick
Elastic defortion/℃	25~600	25~800	25~1000
Plastic defortion/℃	600~1300	800~1300	1000~1400 upwards
Viscoce flow/℃	1300~rupture	1300~rupture	—

3 预制裂纹过程研究

首先在Ⅱ等高铝砖塑性变形温度范围内取1200℃作为试验温度,静载荷应力取1MPa、3MPa和5MPa(约相当于1200℃时断裂强度的8%~40%)。将带切口的试件放入高温炉内的三点弯曲装置上,如图2所示。按一定的升温速率加热试件至试验温度。保温一段时间后以5N/s的加载速率对试件施加弯曲应力至设定的静载荷应力,在此状态下保持30min后结束试验。试样冷却至常温后,在显微镜下观察疲劳裂纹生成情况。

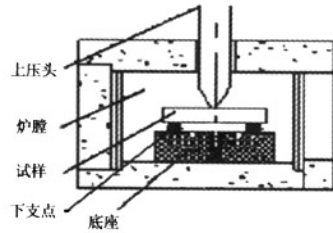


图2 高温弯曲预制示意图

Fig. 2 The sketch of high temperature bending

图3为高铝砖试件在1200℃、3个不同疲劳应力条件下的实验结果。由图3可知,1200℃、1MPa时,切口尖端没有裂纹产生;当应力增加到3MPa时在切口尖端观察到了非常细小的、长约0.4mm的裂纹;但当应力继续增加到5MPa时,加载时间还没有达到30min裂纹就迅速扩展并且试样断裂。由此可见,应力的大小控制着裂纹的产生和扩展,1200℃时3MPa左右的应力值对裂纹产生比较有利。

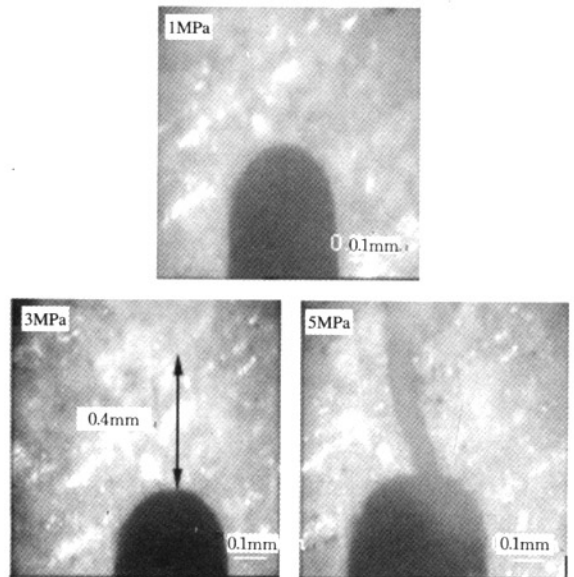


图3 应力-疲劳裂纹长度显微图像(×300)

Fig. 3 The image of cracks length-stress(×300)

为了考察不同温度对裂纹产生的影响,本试验在Ⅱ等高铝砖塑性变形温度范围内选取3个不同温度点进行预制裂纹试验。在应力(2MPa)和加载时间(30min)相同条件下,Ⅱ等高铝砖试件在1200℃、1250℃和1300℃时的试验结果不同,如图4所示。由图4可明显看出,试件的裂纹长度随温度的升高而增大,1200℃时为0.1mm,1250℃时为0.7mm,1300℃时为0.9mm。高温静疲劳可以视为一个只考虑裂纹产生和扩展的高温蠕变过程。微裂纹的产生和扩展是裂纹尖端原子热激活过程的宏观表现。由于蠕变激活能是温度的敏感减函数^[9],温度的升高必然激发热激活过程,使裂纹的扩展加快。

通过以上对Ⅱ等高铝砖预制疲劳裂纹试验结果的分析,可得到确定高温静疲劳法试验参数的选定原则。(1)预制裂纹温度:在材料的塑性变形温度范围选取。为了缩短试验时间,选择

该范围内较高的温度点作为预裂温度。(2)最大载荷:按同类样品在相同温度下弯曲强度值的20%~30%确定。根据试验结果,若没有裂纹产生可适当提高应力水平。(3)加载方式:由于静疲劳较循环疲劳平稳,因此本文采用静疲劳的方法预制裂纹。不同的材料在高温下裂纹生成和扩展的速率不同,因此要求通过密切观察压力的变化情况来预测裂纹是否形成。通常情况下,当裂纹产生并开始扩展时,要消耗一部分能量,应力有稍微的松弛现象,压力指示值变小,因此在观察到压力值指示有变化时就说明切口尖端可能有裂纹产生。(4)加载时间:一般控制在1h后以内,但当加载时间超过1h后压力仍保持恒定,说明载荷较小,可通过逐级增加载荷水平或升高实验温度来达到裂纹生成和扩展的目的。

的缓慢滑移和空位扩散,疲劳裂纹的产生表明静疲劳产生的微裂纹亚临界扩展存在于这些复相耐火材料的蠕变过程。

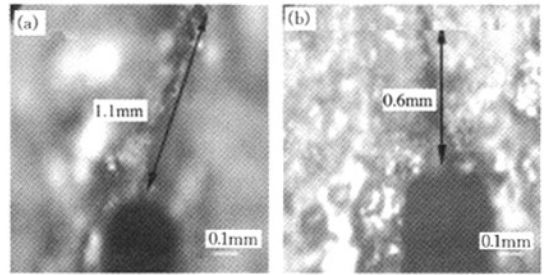


图5 镁铝砖(a)和β-Sialon结合刚玉砖(b)试件疲劳裂纹显微图像
Fig.5 The image of cracks length of MA(a) and β-Sialon-Al₂O₃ (b)

4 结论

(1)在用单边切口梁法测试耐火材料断裂韧性时,为了在试件切口端部得到一条自然裂纹,研究了一种预制裂纹的新方法——高温静态疲劳法。该方法的要点是:把含切口的脆性耐火材料试件加热到其塑性变形温度范围,然后施加适当静载荷或交变载荷使其产生原生裂纹。实验中根据实际情况可对试验条件再进行微调。本试验中温度选择在材料塑性变形温度范围的高端;应力为在该温度下材料强度值的20%~30%;疲劳方式选用高温静态疲劳。此方法很可能也适用于脆性陶瓷材料。

(2)用此方法对3种耐火制品(Ⅱ等高铝砖、镁铝砖和β-Sialon结合刚玉砖)进行预制裂纹试验,实测结果如下:①Ⅱ等高铝砖:1200℃、3MPa,裂纹长为0.4mm;②镁铝砖:1250℃、2MPa,裂纹长1.1mm;③β-Sialon结合刚玉砖:1400℃、5MPa,裂纹长0.6mm。

参考文献

- 1 Nose T, Fujii T. J Am Ceram Soc, 1998, 71(5): 323
- 2 Ewart L, Suresh S. J Mater Sci Lett, 1986, 5: 774
- 3 来亭荣, 凌键荣, 陆正兰, 等. 无机材料学报, 1993, 8(3): 347
- 4 王继辉, 舒庆珺. 武汉工业大学学报, 1997, 19(2): 83
- 5 王锋会, 等. 无机材料学报, 1997, 12(1): 121
- 6 郑州大学, 洛阳精达公司. 耐火材料弯曲应力应变测试仪. CN Pat, 1519555A. 2004-08-11
- 7 钟香崇. 碱性耐火材料热机械性能. 北京: 冶金工业出版社, 1957. 93
- 8 徐恩霞, 钟香崇. 耐火材料, 2004, 39(4): 266
- 9 邓增杰, 周敬恩. 工程材料的断裂与疲劳. 北京: 机械工业出版社, 1995. 180

(责任编辑 何欣)

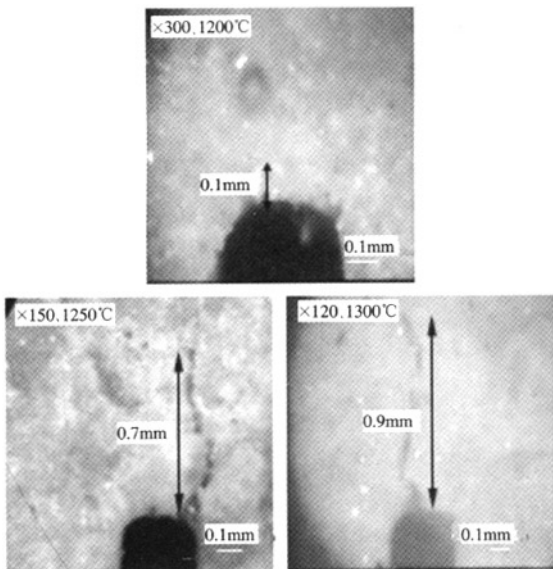


图4 温度-疲劳裂纹长度显微图像

Fig.4 The image of cracks length-temperature

按照以上原则,本试验对镁铝砖和β-Sialon结合刚玉砖进行预制裂纹试验,均得到了自然裂纹。图5是在150倍反光显微镜中观察到的镁铝砖和β-Sialon结合刚玉砖试样的高温疲劳预制裂纹情况。疲劳条件分别是1250℃、2MPa、30min和1400℃、5MPa、45min。从图5中可以看出,两种试件切口根部处的表面裂纹均为自然裂纹。由于材料性质上存在差异,因此预裂条件不同,产生的裂纹长度不同。镁铝砖试件切口根部处的表面裂纹宽约0.03mm、长1.1mm;β-Sialon结合刚玉砖试件宽约为0.03~0.05mm、长为0.6mm。由显微观察分析可推断高温静疲劳生成原生裂纹的微观机制是晶界在持续应力作用下

高温静疲劳法预制耐火材料断裂韧性试件原生裂纹

作者: [徐恩霞](#), [张恒](#), [钟香崇](#), [XU Enxia](#), [ZHANG Heng](#), [ZHONG Xiangchong](#)
作者单位: [徐恩霞, 钟香崇, XU Enxia, ZHONG Xiangchong\(郑州大学高温功能材料河南省重点实验室, 郑州, 450052\)](#), [张恒, ZHANG Heng\(郑州大学机电学院, 郑州, 450052\)](#)
刊名: [材料导报](#) [ISTIC](#) [PKU](#)
英文刊名: [MATERIALS REVIEW](#)
年, 卷(期): 2007, 21(2)
被引用次数: 1次

参考文献(9条)

1. [Nose T; Fujii T](#) [查看详情](#) 1998(05)
2. [Ewart L; Suresh S](#) [查看详情](#) [外文期刊] 1986
3. [来亭荣; 凌键荣; 陆正兰](#) [查看详情](#) 1993(03)
4. [王继辉; 舒庆琰](#) [查看详情](#) [期刊论文]-[武汉工业大学学报](#) 1997(02)
5. [王锋会](#) [查看详情](#) 1997(01)
6. [郑州大学; 洛阳精达公司](#) [耐火材料弯曲应力应变测试仪](#) 2004
7. [钟香崇](#) [碱性耐火材料热机械性能](#) 1957
8. [徐恩霞; 钟香崇](#) [查看详情](#) 2004(04)
9. [邓增杰; 周敬恩](#) [工程材料的断裂与疲劳](#) 1995

本文读者也读过(9条)

1. [邹广平. 张学义](#) [一种大量程疲劳试验机实现小试样预制裂纹的方法](#) [期刊论文]-[应用科技](#) 2004, 31(1)
2. [霍喜伟. 孙丽新. 袁鹏举. 张婕. 李春传](#) [异型坯预制裂纹试验研究](#) [会议论文]-2007
3. [张立军. 管阳春. 相恒富. ZHANG Li jun. GUAN Yangchun. XIANG Hengfu](#) [热应力预制裂纹技术在低应力精密下料中的实验研究](#) [期刊论文]-[现代制造技术与装备](#) 2010(5)
4. [孙英学. 鬼泽邦雄](#) [基于主曲线方法研究加载速率对RPV材料断裂韧性的影响](#) [期刊论文]-[核动力工程](#) 2003, 24(3)
5. [钟香崇. 赵海雷. Zhong Xiangchong. Zhao Hailei](#) [氧化物-非氧化物复合材料的显微结构特征](#) [期刊论文]-[耐火材料](#) 2000, 34(3)
6. [徐恩霞. 黄少平. 王澎. 钟香崇](#) [大试样热重分析仪及其在耐火材料研究中的应用](#) [期刊论文]-[耐火材料](#) 2006, 40(1)
7. [杨中正. 钟香崇. YANG Zhong-zheng. ZHONG Xiang-chong](#) [矾土、煤矸石烧结合成莫来石过程的相组成和显微结构研究](#) [期刊论文]-[矿产综合利用](#) 2006(6)
8. [岳卫东. 孙庚辰. 钟香崇. Yue Weidong. Sun Gengchen. Zhong Xiangchong](#) [尖晶石不烧制品的组成、结构和力学性能](#) [期刊论文]-[耐火材料](#) 2000, 34(3)
9. [石凯. 罗焰. 钟香崇. Shi Kai. Luo Yan. Zhong Xiangchong](#) [Al和Al-Si加入量对Al₂O₃-C材料高温性能的影响](#) [期刊论文]-[耐火材料](#) 2007, 41(2)

引证文献(1条)

1. [刘国齐. 杨金松. 李红霞. 杨文刚. 马天飞](#) [耐火材料断裂能的测试](#) [期刊论文]-[耐火材料](#) 2011(3)

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_cldb200702041.aspx