

装备通用质量特性及寿命评估

含表面应力集中超高温陶瓷材料热冲击可靠性的研究

刘国仟^a, 刘晓明^b, 徐晓亮^a, 陈伟华^a, 闫长海^a

(中国运载火箭技术研究院 a. 空间物理重点实验室, 北京 100076;

b. 航天材料及工艺研究所, 北京 100076)

摘要: **目的** 研究含表面应力集中的超高温陶瓷材料在热冲击环境下的可靠性。**方法** 针对超高温陶瓷材料, 研究了其威布尔分布规律和含不同切口半径的材料可靠性, 并建立了其在热冲击载荷作用下的可靠性评价方法。**结果** 对于切口不完全敏感的材料, 切口件的可靠性并不是随着切口半径的减小而单调增大, 对于研究的三种切口半径试样($r=0.1$ 、 0.25 、 0.5 mm), $r=0.1$ mm的试样存活率最小, $r=0.25$ mm的试样存活率最大。淬火初期阶段, 表面含切口的材料存活率在 0.04 s 内急剧降低至 0 , $0.04\sim 0.1$ s 时存活率维持在 0 , 0.1 s 后存活率迅速上升, 约 0.28 s 后存活率增大为 1 。**结论** 建立的评价方法可以作为超高温陶瓷材料在热冲击环境下应用可靠性的有效评估手段, 对其进一步被广泛应用具有重要意义。

关键词: 应力集中; 超高温陶瓷; 可靠性

DOI: 10.7643/issn.1672-9242.2020.08.019

中图分类号: V45 **文献标识码:** A

文章编号: 1672-9242(2020)08-0119-06

Thermal Shock Reliability for Ultra-high Temperature Ceramics with Stress Concentration on Surface

LIU Guo-qian^a, LIU Xiao-ming^b, XU Xiao-liang^a, CHEN Wei-hua^a, YAN Chang-hai^a

(a. Key Laboratory of Space Physics, b. Research Institute of Aerospace Materials & Processing Technology, China Academy of Launch Vehicle Technology, Beijing 100076, China)

ABSTRACT: The work aims to investigate thermal shock reliability of ultra-high temperature ceramics with stress concentration on surface. The Weibull distribution and the reliability of ultra-high temperature ceramic materials with different notch radius were studied, and the evaluation method of reliability of ultra-high temperature ceramic materials under thermal shock load was established. For materials with incomplete notch sensitivity, the reliability of notched sample did not increase monotonously with the decrease of notch radius. For the three kinds of specimens with notch radius ($r=0.1$, 0.25 , 0.5 mm), the survival rate of specimens with 0.1 mm notch radius was the lowest, and that of specimens with 0.25 mm notch radius was the highest. the survival rate of materials with notch on the surface in the initial stage of quenching decreased to 0 rapidly within 0.04 s, then maintained at 0 within $0.04\sim 0.1$ s and finally increased rapidly after 0.1 s and increased to 1 after 0.28 s. The established evaluation method can be used as an effective evaluation method for the application reliability of UHT ceramic materials, which is of great significance for the further application of UHT ceramic materials.

收稿日期: 2019-11-10; 修订日期: 2020-03-16

Received: 2019-11-10; Revised: 2020-03-16

作者简介: 刘国仟(1980—), 男, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为航天工程与力学。

Biography: LIU Guo-qian (1980—), Male, Ph. D., Senior engineer, Research focus: aerospace engineering and mechanics.

KEY WORDS: stress concentration; ultra-high temperature ceramics; reliability

高超声速飞行器通常指马赫数超过 5 的一类飞行器,在这种飞行速度下,飞行器各部位受气动加热影响严重,飞行器局部温度达到 2000 °C 以上。超高温陶瓷材料(UHTC)具备承受高温的能力,是这一类飞行器高温部位结构设计的主要候选材料之一。

UHTC 做成各种形状的构件会在材料表面形成不连续形状,而不连续的部位存在应力集中,裂纹总是在应力集中的部位形成和扩展,最终导致构件的断裂和失效^[1-2]。对于 UHTC 这种脆性材料而言,应力集中的存在会导致难以确定安全系数。大幅度提高 UHTC 材料的韧性是材料界急需解决的问题,通过各种工艺设计优化,UHTC 材料的各方面力学性能都得到了很大程度的提升^[3-17],但其材料韧性无法与金属材料相比,材料性能进一步大幅度提升受到了限制。UHTC 材料无法被广泛应用于航天领域的原因不是材料性能不足,而是其可靠性难以评价,因此,合理表征 UHTC 在应力集中情况下的可靠性是有重要意义的。

一些学者在陶瓷切口方面做过相关的研究,文献[18]研究了切口半径对 TZP 陶瓷断裂韧性和断裂弯曲强度的影响,文献[19]研究了低塑性的复合材料,提出切口最大弹性应力受切口半径控制,对切口弯曲强度的影响很大。这些试验大多是研究静态弯曲强度、疲劳弯曲强度和持久弯曲强度以及高温弯曲强度等。近年来,赵康等^[20]对陶瓷切口动态弯曲强度方面做了相关的研究,研究了切口弯曲强度分布与光滑试样弯曲强度分布之间的关系。但 UHTC 材料主要是作为高温防热部件使用,其热冲击可靠性的正确评价是亟待解决的问题,尤其是针对在各种应力集中条件下,UHTC 的热冲击可靠性评价对于其被广泛应用尤为重要,但此类研究未见详细报道。

针对目前具有较好力学可靠性的 UHTC 材料体系,研究其威布尔分布规律,并针对材料表面含应力集中状态的热冲击存活率建立了评价方法,为 UHTC 材料在热冲击情况下被广泛应用的安全可靠性提供了有效的评价手段。

1 UHTC 威布尔模数的确定

UHTC 属于陶瓷类防热材料,相对于碳基材料,其韧性较差。通过在陶瓷基体内添加石墨颗粒可以有效改善 UHTC 的韧性,笔者针对 ZrB₂-SiC 添加石墨颗粒的材料体系(简称 ZSC)开展研究工作。

由于石墨的存在,石墨片层在热压烧结工艺过程中会存在明显的取向性行为,倾向于与压力垂直的方向,材料微观结构如图 1 所示,H 向为石墨片层方向,

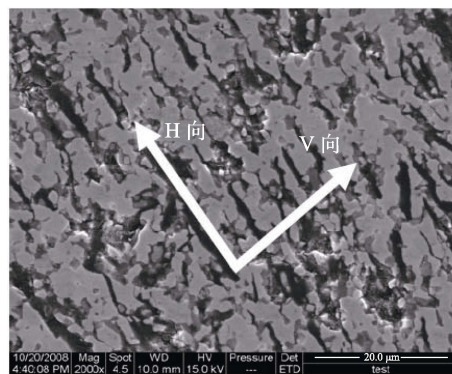


图 1 ZSC 微观结构
Fig.1 Microstructure of ZSC

V 向为施加压力的方向。

采用标准试样(3 mm×4 mm×36 mm)进行三点弯曲试验,将测试数值结果按照从小到大的顺序排列,每个弯曲强度值对应一个失效概率,通过式(1)^[21]计算。式中, i 为测试结果按照从小到大排列的顺序值; n 为测试试样的总数量。

$$P = \frac{i-0.5}{n} \quad (1)$$

弯曲强度的威布尔分布通过式(2)表达。式中, $P(\sigma_i)$ 由公式(1)计算得到; σ_0 为测试应力的平均值; σ_i 为每个测试应力数值。

$$P(\sigma_i) = 1 - \exp[-(\sigma_i/\sigma_0)^m] \quad (2)$$

图 2 给出了加载速率为 0.5 mm/min 时,ZSC 两个方向上弯曲强度的威布尔分布。图 2 中斜率即为威布尔模数 m ,ZSC-H 的威布尔模数 m 为 18.6,ZSC-V 的威布尔模数 m 为 26.28。威布尔模数的大小表征材料性能的离散性,威布尔模数越大代表材料性能的离散性越小,威布尔模数越小则代表材料性能的离散性越大。因此,威布尔模数可以用来作为表达材料可靠性的参数。

2 模型的建立

2.1 切口尖端应力及存活率模型

2.1.1 存活率模型

UHTC 性能和威布尔模数在空间三个方向上均可能存在差异,所以单个方向上的存活概率可以通过式(3)^[22]表达。

$$P_{\text{存活}}(\sigma_i) = \exp\left(-\int_V \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_0}\right)^{m_i} \frac{dV}{V_0}\right) \quad (3)$$

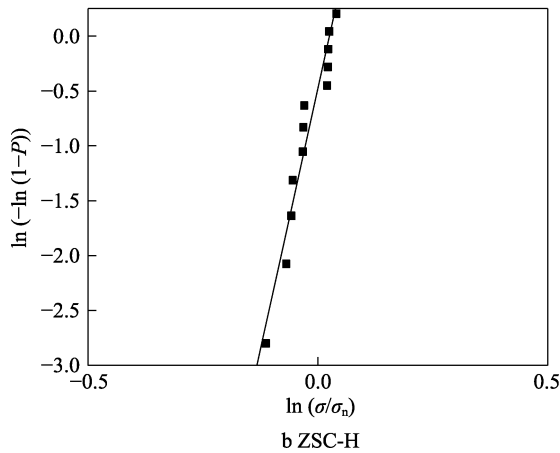
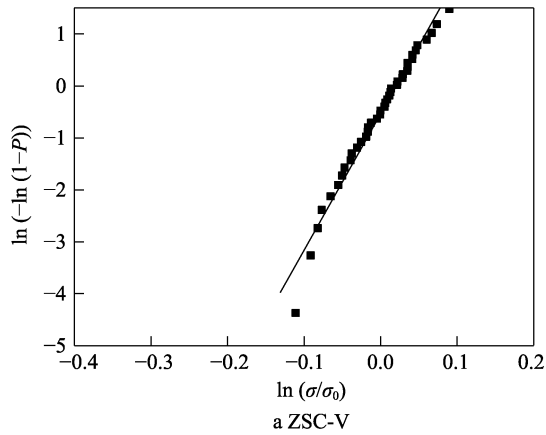


图 2 ZSC 材料的 Weibull 分布
Fig.2 Weibull distribution of ZSC

式中： P_s 为 i 方向上的存活概率； i 为空间取向； m 为威布尔模数； σ_0 为特征强度； V_0 为特征体积。

材料的存活概率为空间三个方向上存活概率的乘积，用式（4）表示。

$$\bar{P}_{存活} = \prod_{i=1}^3 P_{存活}(\sigma_i) \quad (4)$$

2.1.2 切口尖端应力分布

Filippi 等人^[23]研究了存在表面切口情况下的材料受力情况，并建立了应力场模型，如图 3 所示，应力场分布可用式（5）^[22]表示。

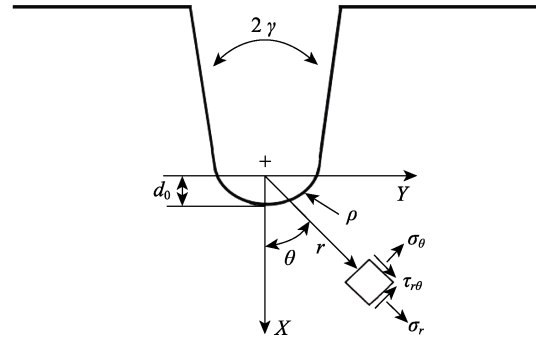


图 3 切口尖端应力场模型
Fig.3 Stress field model of notch tip

$$\begin{aligned} \begin{Bmatrix} \sigma_\theta \\ \sigma_r \\ \tau_{r\theta} \end{Bmatrix} &= \lambda_1 r^{\lambda_1-1} a_1 \begin{Bmatrix} (1+\lambda_1) \cos(1-\lambda_1)\theta \\ (3-\lambda_1) \cos(1-\lambda_1)\theta \\ (1-\lambda_1) \cos(1-\lambda_1)\theta \end{Bmatrix} + \\ &\chi_{b1}(1-\lambda_1) \begin{Bmatrix} \cos(1+\lambda_1)\theta \\ -\cos(1+\lambda_1)\theta \\ \sin(1+\lambda_1)\theta \end{Bmatrix} \\ &+ \frac{\lambda_1 r^{\lambda_1-1} a_1 q}{4(q-1)} \left(\frac{r}{r_0}\right)^{\mu_1-\lambda_1} \begin{Bmatrix} \chi_{d1} \begin{Bmatrix} (1+\mu_1) \cos(1-\mu_1)\theta \\ (3-\mu_1) \cos(1-\mu_1)\theta \\ (1-\mu_1) \cos(1-\mu_1)\theta \end{Bmatrix} + \\ \chi_{c1} \begin{Bmatrix} \cos(1+\mu_1)\theta \\ -\cos(1+\mu_1)\theta \\ \sin(1+\mu_1)\theta \end{Bmatrix} \end{Bmatrix} \end{aligned} \quad (5)$$

式中： ρ 为等效切口半径， $q=(2\pi-2\gamma)/\pi$ 。

$d_0=[\rho(q-1)]/q$ 。

λ_1 满足如下表达式：

$$\sin\{\lambda_1(2\pi-2\gamma)\} + \lambda_1 \sin\{2\pi-2\gamma\} = 0 \quad (6)$$

$a_1 =$

$$\frac{\sigma_{max}}{\lambda_1 d_0^{\lambda_1-1} \{1 + \lambda_1 + \chi_{b1}(1-\lambda_1) + [(1+\mu_1)\chi_{d1} + \chi_{c1}]\{q/4(q-1)\}\}} \quad (7)$$

式（7）中的 σ_{max} 通过式（8）计算。

$$\sigma_{max} = K_t \times \sigma_{切口} \quad (8)$$

式中： $\sigma_{切口}$ 为无表面切口时的应力； K_t 为应力集中系数，与切口形状相关。

表 1 给出了拉伸载荷下的特征参数。

表 1 拉伸载荷下的特征参数^[23]

Tab.1 Characteristic parameters under tensile load^[23]

2γ	$2\lambda_1$	μ_1	χ_{b1}	χ_{c1}	χ_{d1}
0	0.5	-0.5	1	4	0
$\pi/6$	0.5014	-0.4561	1.0707	3.7907	0.0632
$\pi/4$	0.5050	-0.4319	1.1656	3.5721	0.0828
$\pi/3$	0.5122	-0.4057	1.3123	3.2832	0.0960
$\pi/2$	0.5448	-0.3449	1.8414	2.5057	0.1046
$2\pi/3$	0.6157	-0.2678	3.0027	1.5150	0.0871
$3\pi/4$	0.6736	-0.2198	4.1530	0.9933	0.0673
$5\pi/6$	0.7520	-0.1624	6.3617	0.5137	0.0413

为了便于试验研究,将空间任意一点的应力转换到 X、Y、Z 方向上,可通过式(9)^[24]转换。

$$\begin{aligned} \sigma_x &= \frac{\sigma_\theta + \sigma_r}{2} + \frac{\sigma_\theta - \sigma_r}{2} \cos(2\theta) + \tau_{r\theta} \sin(2\theta) \\ \sigma_y &= \frac{\sigma_\theta + \sigma_r}{2} \sin(2\theta) - \tau_{r\theta} \cos(2\theta) \\ \sigma_z &= \nu(\sigma_x + \sigma_y) \end{aligned} \quad (9)$$

2.2 切口尖端热应力模型

式(10)为无切口材料的表面热应力表达式^[25]。

$$\begin{aligned} \tilde{\sigma} &= \frac{\sigma(z,t)}{E\alpha(T_i - T_\infty)} = -\frac{T(z,t) - T_i}{T_i - T_\infty} + \frac{1}{2H} \int_{-H}^H \frac{T(z,t) - T_i}{T_i - T_\infty} dz = \\ &-2 \sum_{n=1}^{\infty} \exp(-\beta_n^2 t') \frac{\sin \beta_n}{\beta_n + \sin \beta_n \cos \beta_n} \times \left\{ \cos\left(\beta_n \frac{z}{H}\right) - \frac{\sin \beta_n}{\beta_n} \right\} \end{aligned} \quad (10)$$

对各向异性材料切口试件的两个方向作如图 5 所示的标记。



图 5 切口件试样示意
Fig.5 Diagram of notched specimen

切口尖端附近的 σ_{\max} 通过式(11)计算。

$$\sigma_{\max} = K_t \times \tilde{\sigma} \quad (11)$$

3 模型的应用

3.1 切口前端区域 σ_{\max} 的确定

超高温材料 ZSC 是切口不完全敏感材料,即切口尖端应力场分布与受力大小和切口形状、深度都相关。因此,需要首先通过三点弯曲试验获得含表面切口材料的应力集中系数,然后根据式(8)或(11)计算切口尖端区域的最大应力 σ_{\max} 。

表 2 给出了 ZSC 超高温陶瓷材料表面 1 mm 切口深度对应的试验和理论应力集中系数 K_t ,可以看出,ZSC 对切口是不完全敏感材料。

表 2 切口试样应力集中系数

Tab.2 Stress concentration factors of notched specimens			
切口半径/ mm	材料弯曲强度/ MPa	K_t (试验得到)	K_t (有限元计 算得到)
0.1	121.7	1.78	3.884
0.25	134	1.6	2.75
0.5	144	1.51	2.05

3.2 ZSC 材料特征体积 V_0 的确定

存活率的理论计算结果可通过式(3) — (9) 获

得。调整理论计算公式中的特征体积 V_0 ,当 $V_0=9 \text{ mm}^3$ 时,该材料体系的存活率理论计算与试验结果吻合较好,如图 6 所示,说明 ZSC 材料体系的超高温陶瓷材料特征体积为 9 mm^3 。

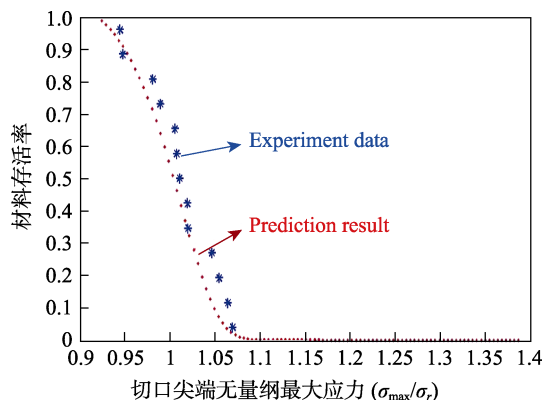


图 6 存活率的理论计算与试验结果对比
Fig.6 Comparison of theoretical calculation and experimental results of survival rate

3.3 存活概率

3.3.1 弯曲载荷

图 7 为 ZSC 材料体系的存活率与三点弯曲载荷之间的关系。可以看出,切口试件的存活率随着载荷的增加而单调递减,但存活率与切口半径之间的关系并不是单调关系,这主要是由 ZSC 体系是切口不完全敏感材料导致的。

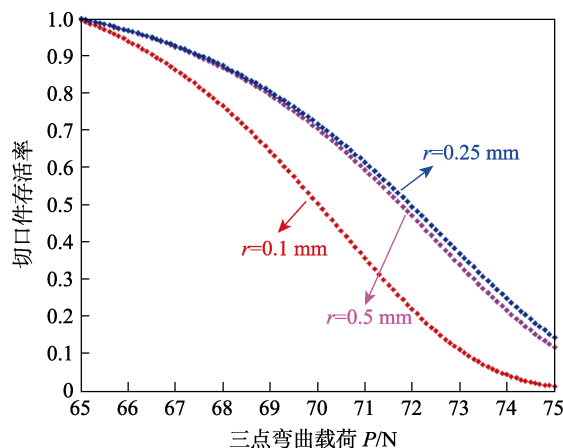


图 7 切口试样存活率随着三点弯曲载荷的变化规律
Fig.7 Change rule of survival rate of notched specimens with three-point bending load

3.3.2 热冲击载荷

利用式(3) — (11)分析 ZSC 材料在淬火热冲击条件下的失效概率,试样模型如图 5 所示。边界条件设为 $\Delta T=400 \text{ }^\circ\text{C}$, $Biot=5$ 。ZSC 弹性模量 $E=235 \text{ GPa}$, 线膨胀系数 $\alpha=4.9 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$, 泊松比 $\nu=0.15$ 。

图 8 为不同切口半径的 ZSC 材料试样在热冲击

载荷条件下的存活率变化规律。可以看出, 在淬火初期阶段, 材料的存活率急剧下降, 第 0.1 s 时, 材料的存活率下降为 0, 第 0.28 s 后存活率迅速上升至 1。在淬火初期的存活率急剧下降阶段, 三种切口半径的存活率几乎一致, 在 0.1 s 后的存活率上升阶段, 切口半径 $r=0.1$ mm 的试样存活率小于其余两个切口半径的试样。总的来说, 表面含切口的 ZSC 材料在上述淬火条件下, 存活率为 0。

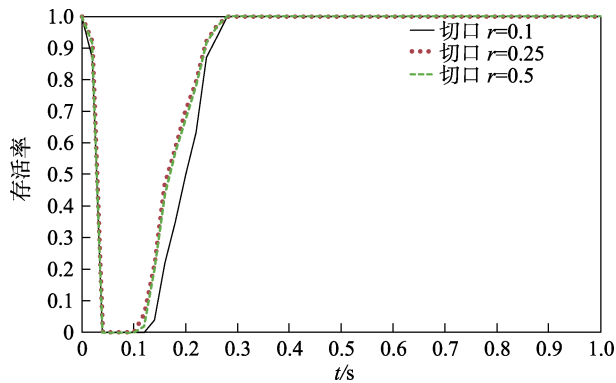


图 8 热冲击载荷下切口试样的存活概率变化
Fig.8 Change of survival rate of notched specimens under thermal shock load

4 结论

研究了 ZSC 超高温陶瓷材料的威布尔分布规律, 建立了含表面应力集中情况的 UHTC 在静力载荷、热冲击载荷条件下存活概率的评估手段, 对 UHTC 在实际应用中的可靠性评价具有重要的意义。

参考文献:

- [1] 徐灏. 机械弯曲强度的可靠性设计[M]. 北京: 机械工业出版社, 1984.
XU Hao. Reliability Design of Mechanical Bending Strength[M]. Beijing: Mechanical Industry Press, 1984: 107-139.
- [2] 凌树森. 可靠性在机械弯曲强度设计和寿命评估中的应用[M]. 北京: 中国宇航出版社, 1988.
LING Shusen. Application of Reliability in Mechanical Bending Strength Design and Life Assessment[M]. Beijing: China Astronautic Publishing House, 1988.
- [3] TRIP W C, DAVIS H H GRAHAM H C. Effect of an SiC Addition on the Oxidation of ZrB₂[J]. Am Ceram Soc Bull, 1973, 52: 612-616.
- [4] CHAMBERLAIN A L, FAHRENHOLTZ W G, HILMAS G E. High-strength Zirconium Diboride-based Ceramics[J]. Am Ceram Soc, 2004, 87(6): 1170-1172.
- [5] MONTEVERDE F. Beneficial Effects of an Ultra-fine SiC Incorporation on the Sinterability and Mechanical Properties of ZrB₂[J]. Appl Phys A, 2006, 82: 329-337.
- [6] HWANG S S, VASILIEV A L, PADTURE N P. Improved Processing and Oxidation-resistance of ZrB₂ Ultra-high Temperature Ceramics Containing SiC Nanodispersoids[J]. Mater Sci Eng A, 2007, A464: 216-224.
- [7] ZHU S, FAHRENHOLTZ W G, HILNAS G E. Influence of Silicon Carbide Particle Size on the Microstructure and Mechanical Properties of Zirconium Diboride-silicon Carbide Ceramics[J]. Euro Ceram Soc, 2007, 27: 2077-2083.
- [8] REZAIIE A, FAHRENHOLTZ W G, HILMAS G E. Effect of Hot-pressing Time and Temperature on the Microstructure and Mechanical Properties of ZrB₂-SiC[J]. Mater Sci, 2007, 42: 2735-2744.
- [9] CIOUGHERTY E V, POBER R L, KAUFMAN L. Synthesis of Oxidation Resistance Metal Diboride Composites[J]. Trans TMS AIME, 1968, 242(6): 1077-1082.
- [10] SCITI D, MONTEVERDE F, GUICCIARDI S, et al. Microstructure and Mechanical Properties of ZrB₂-MoSi₂ Ceramic Composites Produced by Different Sintering Techniques[J]. Mater Sci Eng A, 2006, A434: 303-309.
- [11] BELLOSI A, MONTEVERDE F, SCITI D. Fast Densification of Ultra-high Temperature Ceramics by Spark Plasma Sintering[J]. Int J Appl Ceram Technol, 2006, 3(1): 32-40.
- [12] GUO S Q, NISHIMURA T, MIZUGUCHI T. Mechanical Properties of Hot-pressed ZrB₂-MoSi₂-SiC Composites[J]. Eur Ceram Soc, 2008, 28(9): 1891-1898.
- [13] GUO S Q, KAGAWA Y, NISHIMURA T, et al. Pressureless-sintering and Physical Properties of ZrB₂-based Composites with ZrSi₂ Additive[J]. Scripta Mater, 2008, 58(7): 579-582.
- [14] GUO S Q, KAGAWA Y, NISHIMURA T. Mechanical Behavior of Two-step Hot-pressed ZrB₂-based Composites with ZrSi₂[J]. Eur Ceram Soc, 2009, 29(4): 787-794.
- [15] TRIPP W C, DAVIS H H, GRAHAM H C. Effect of an SiC Addition on the Oxidation of ZrB₂[J]. Ceram Bull, 1973, 52(8): 612-616.
- [16] FAHRENHOLTZ W G. Thermodynamic Analysis of ZrB₂-SiC Oxidation: Formation of a SiC-depleted Region[J]. Am Ceram Soc, 2007, 90 (1): 143-148.
- [17] CHAMBERLAIN A L, FAHRENHOLTZ W G, HILMAS G E, et al. High-strength Zirconium diboride-based Ceramics[J]. Am Ceram Soc, 2004, 87 (6): 1170-1172.
- [18] LI G X, GAO J Q, JIN Z H. Notch Effect of TZP Ceramic Materials and Influence on Mechanical Properties[C]//Asian Pacific Conference on Fracture & Strength 93-JSME. Tsuchiura: Mech Eng Res Lab Hitachi Ltd, 1993.
- [19] YAMAMOTO T, HYAKUTAKE H. Fracture of Notched Plates of Glass Fiber/Poly-carbonate Composites[C]//Asian Pacific Conference on Fracture. & Strength 93-JSME. Tsuchiura: Mech Eng Res Lab Hitachi Ltd,

- 1993.
- [20] 赵康, 郑修麟, 鄢君辉, 等. TiC/Al₂O₃ 复合陶瓷材料弯曲切口强度及其概率分布的预测[J]. 西北工业大学学报, 2000, 18(1): 48-51.
- ZHAO Kang, ZHENG Xiu-Lin, YAN Jun-hui, et al. Prediction of Bending Notch Strength and Its Probability Distribution of TiC/Al₂O₃ Composite Ceramics[J]. Journal of Northwest University of Technology, 2000, 18(1): 48-51.
- [21] SEIDEL J B, CLAUSSEN N. Reliability of Alumina Ceramics: Effect of Grain Size[J]. Journal of the European Ceramic Society. 1995, 15: 395.
- [22] FILIPPI S, LAZZARIN P, TOVO R. Developments of Some Explicit Formulas Useful to Describe Elastic Stress Fields Ahead of Notches in Plates[J]. International Journal of Solids and Structures. 2002, 39: 4543-4565.
- [23] 陆明万, 罗学富. 弹性理论基础[M]. 北京: 清华大学出版社, 2001.
- LU Ming-wan, LUO Xue-fu. Fundamentals of elasticity theory[M]. Beijing: tsinghua university press, 2001.
- [24] LU T J, FLECK N A. The Thermal Shock Resistance of Solids[J]. Acta Mater, 1998, 46: 4755-4768.