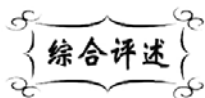


中图分类号: TB148
文献标识码: A

文献编号: 1005-1198 (2020) 05-0287-142
DOI: 10.16253/j.cnki.37-1226/tq.2021.05.001



陶瓷材料脆性断裂的显微结构效应*

龚江宏

清华大学 新型陶瓷与精细工艺国家重点实验室, 北京 100084

摘要: 本文系统地回顾了自 Griffith 的经典性工作发表一个世纪以来在陶瓷材料断裂行为方面所取得的研究进展, 着重强调了脆性断裂的显微结构效应。

关键词: 脆性断裂; 显微结构; 缺陷; 裂纹; 压痕; 韧性; 强度; 增韧机制

Microstructural Effects in Brittle Fracture of Ceramics

GONG Jiang-Hong

Key Laboratory of New Ceramics and Fine Processing, Tsinghua University, Beijing 100084, China

Abstract: The progress in understanding the fracture behavior of ceramics, from the classical work of Griffith over a century ago to the present day, was systematically reviewed in this paper, with special emphasis on the microstructure effects in brittle fracture.

Key words: Brittle fracture; Microstructure; Flaws; Cracks; Indentation; Toughness; Strength; Toughening mechanism

收稿日期: 2021-11-12

收到修改稿日期: 2021-11-30

通讯作者: 龚江宏 (1965 -), 男, 江西南昌人, 副教授。E-mail: gong@tsinghua.edu.cn。

* 本文的部分章节取材于作者于20年前撰写出版的《陶瓷材料断裂力学》一书, 但在引用时根据本文需要进行不同程度的修改和补充。因此从某种意义上说, 本文部分章节可以看作是对《陶瓷材料断裂力学》一书中相关章节进行的一次较大幅度的修订。

目 录

1 断裂的能量平衡理论

2 显微结构缺陷及其对强度的影响

2.1 Griffith 微裂纹理论

2.2 陶瓷材料中常见的本征裂纹

2.2.1 气孔导致的本征裂纹

2.2.2 夹杂导致的本征裂纹

2.2.3 内应力导致的本征裂纹

2.3 本征裂纹尺寸与显微结构的关系

2.4 表面接触损伤

2.4.1 表面接触损伤的一般性描述

2.4.2 机加工导致的表面接触损伤

2.5 断裂强度的统计性质: Weibull 分布

2.5.1 Weibull 分布函数

2.5.2 断裂强度的统计性质

3 断裂力学基础

3.1 机械能释放率与应力场强度

3.1.1 机械能释放率

3.1.2 应力场强度

3.2 断裂力学测试技术: 切口试样

3.2.1 单边切口梁技术及切口钝化效应

3.2.2 V 形切口试样

3.2.3 其他形状切口试样

3.3 压痕裂纹及其断裂力学分析

3.3.1 压痕裂纹的几何形貌

3.3.2 压痕裂纹尖端的残余应力场

3.3.3 压痕裂纹在外力作用下的扩展

3.4 裂纹的稳态扩展与断裂判据

4 裂纹前缘的几何扰动

4.1 均匀连续介质中的裂纹偏转

4.2 穿晶裂纹扩展与沿晶裂纹扩展

4.3 两相材料中的裂纹扩展

4.4 层状陶瓷中的裂纹扩展

5 当断裂力学遇到显微结构

5.1 两个典型的强度实验

5.1.1 Hoshide 实验: 本征缺陷

5.1.2 Lawn 实验: 压痕裂纹

5.1.3 显微结构驱动力

5.2 断裂韧性是一个材料常数吗?

5.3 裂纹尖端的屏蔽效应

5.3.1 Knehans-Steinbrech 实验

5.3.2 Al_2O_3 陶瓷中的晶粒桥接

5.3.3 Mai-Lawn 晶粒桥接模型

5.3.4 裂纹尖端屏蔽效应及其实验测定

6 陶瓷的增韧

6.1 桥接区增韧

6.1.1 纤维/晶须增韧陶瓷基复合材料

6.1.2 颗粒增强陶瓷材料

6.2 过程区增韧

6.2.1 过程区增韧的一般性描述

6.2.2 相变增韧

7 裂纹扩展阻力曲线

7.1 裂纹扩展阻力曲线的测定

7.1.1 切口技术

7.1.2 压痕裂纹技术

7.2 裂纹扩展阻力曲线的数学描述

7.3 裂纹扩展阻力曲线的离散性

8 结束语

参考文献

写下这个题目的时候, 正值断裂力学奠基人 A.A. Griffith (图 1) 的经典论文 “The Phenomena of Rupture and Flow in Solids”^[1] 发表 100 周年。今天, 我们打开任何一本材料力学教科书, 有关断裂的部分几乎无一例外地都是从 Griffith 的这篇经典论文开始的。

在过去的 100 年里, 断裂力学经历了一个从萌芽、成形到进一步丰富发展的曲折过程。之所以称之为曲折, 是因为 Griffith 的经典论文中所研究的是玻璃、陶瓷等脆性材料中的裂纹扩展问题, 而此后在 Griffith 工作基础上于 20 世纪 50 年代初步建立的断裂力学理论则是首先在以延性断裂为主要断裂方式的金属材料领域得到成功应用; 在断裂力学经过了近 20 年的发展之后再度回到脆性陶瓷材料领域时, 人们突然发现已经较为成熟的断裂力学对于陶瓷材料的脆性断裂问题似乎并不是那么普遍适用。于是, 从 20 世纪 60 年代末开始, 一批力学工作者为发展一套适用于脆性断裂的断裂力学理论付出了十分艰辛的努力, 并终于在 80 年代初期开始取得突破, 进而为断裂力学注入了一个全新的内容, 即: 裂纹扩展的显微结构效应。应该说, 关于裂纹扩展显微结构效应的研究到上世纪末为止已经基本结束, 一套适用于研究陶瓷材料脆性断裂问题的断裂力学理论也初步建立起来^[2,3]。

作为对 Griffith 工作的百年纪念, 本文试图对一个世纪以来 (尤其是上世纪最后 30 年间) 围绕脆性断裂显微结构效应问题开展的研究进行一次较为系统的回顾, 以期为仍然在持续开展着的陶瓷断裂行为相关研究提供一些理论指导。

1 断裂的能量平衡理论

我们首先简要回顾一下 Griffith 的经典工作。

Griffith 这篇堪称为当代断裂力学奠基石的论文中最基本的一个观点是^[1]: 对于一个特定的含裂纹系统, 如果考虑了该系统发生微小变化时所有能量项的变化, 根据热力学和经典力学中的能量守恒定律就可以相应地写出描述裂纹扩展条件的基本方程。这就是断裂的能量平衡理论。

我们考虑如图 2 所示的一种最简单的情况^[4]来说明 Griffith 的能量平衡观点。在图 2 (a) 中, 一个弹性体在外边界上受到外加荷载 P 作用, 此时系统的总内能为 U_A 。这时, 在这个弹性体中引进一条长度为 $2c$ 的裂纹, 系统变成如图 2 (b) 所示的状态: 由于裂纹的引进, 弹性体在外力作用下形状将发生微小变化。相比于图 2 (a) 所示状态, 图 2 (b) 所示状态的系统总内能将发生以下变化:

- (1) 裂纹的引进导致了新表面形成, 系统的表面能将增大 U_s ;
- (2) 弹性体形状发生变化, 外加荷载的作用位置相应变化, 这相当于外加荷载对弹性体做了总量为 W 的功;
- (3) 由于裂纹的引进, 弹性体中储存的弹性应变能将增加 U_E 。

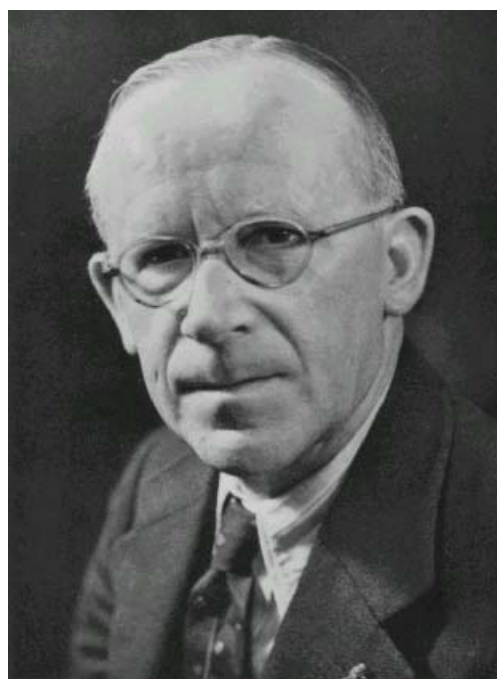


图 1 断裂力学奠基人 Alan Arnold Griffith (1893-1963) (图片取自网络)

Figure 1 Alan Arnold Griffith (1893-1963), the founder of fracture mechanics

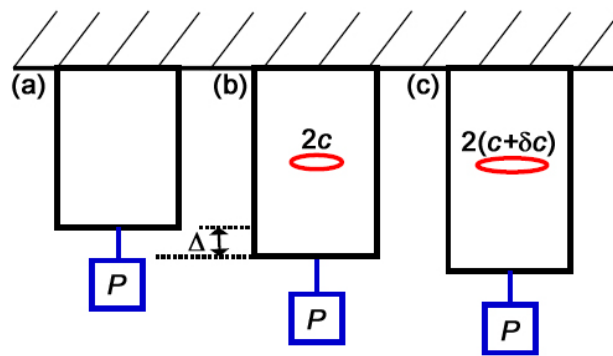


图 2 Griffith 裂纹扩展条件的导出

Figure 2 Illustration of the derivation of Griffith's criterion for crack propagation

由此, 我们可以很容易地写出图 2 (b) 所示状态的系统总内能表达式如下:

$$U_B = U_A + (U_E - W) + U_S \quad (1)$$

式中, W 前面的负号是因为对于真正可逆的热力学系统, 外加荷载做功相当于系统势能的减小。

式 (1) 中右边括号内的物理量 $(U_E - W)$ 通常称为系统的机械能。

接下来, 假定在外加荷载作用下, 图 2 (b) 中的裂纹扩展了一段微小的距离 δc , 成为如图 2 (c) 所示的状态。此时, 系统的总内能为:

$$U_C = U_B + \frac{dU_B}{dc} \delta c \quad (2)$$

根据热力学理论, 能够使系统总内能降低的过程可以自发发生, 同时裂纹的扩展也不可能导致系统内能的增加, 因此我们就得到了在外力作用下裂纹发生微小扩展的充分必要条件:

$$\frac{dU_B}{dc} \leq 0 \quad (3)$$

式 (3) 就是预测断裂行为的能量平衡准则。

注意到在上述分析过程中并没有引进任何的假设前提条件, 因此式 (3) 应该具有普遍的适用性: 从理论上说, 只要将与裂纹扩展过程相关的所有能量项都确定下来并写入式 (1), 则根据式 (3) 即可获得裂纹扩展的充分必要条件。因此, 我们可以说, Griffith 的能量平衡理论是讨论所有断裂问题的基础和基本出发点。

式 (3) 中等号成立时所对应的状态称为含裂纹体的平衡状态, 或称为裂纹的平衡状态。

为了验证能量平衡理论, Griffith 设计了一个实验。首先, 为了能方便地写出式 (1) 中的各个能量项, Griffith 考虑了均匀受力无限大薄平板中狭窄椭圆孔这一特殊情况 (图 3)。在这一特殊情况下, 如果椭圆孔的短轴 $b \rightarrow 0$, 则椭圆

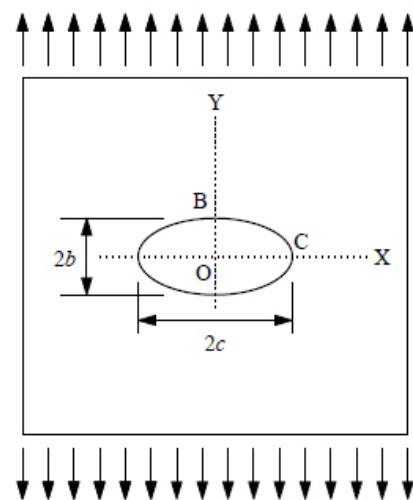


图 3 均匀受力无限大薄平板中的无限狭窄椭圆孔
Figure 3 A narrow elliptical hole located in an infinite thin plate under uniform tension

孔便可以视作一条裂纹。借助于 Inglis^[5]给出的椭圆孔端点附近应力场和位移场的标准解,很容易地算出裂纹周围各体积单元的应变能密度。而在比裂纹尺寸 (2c) 大得多的范围内进行积分,在平面应力条件下则可以得到具有单位厚度的弹性体中弹性应变能的表达式:

$$U_E = \frac{\pi \sigma_a^2 c^2}{E} \quad (4)$$

式中, σ_a 为外加应力, E 为弹性体的弹性模量, c 为平板内贯穿性椭圆孔“裂纹”的半长。

对于线弹性材料,在外加荷载恒定的条件下,加载系统所做的功等于系统弹性应变能的两倍,即^[6]:

$$W = 2U_E \quad (5)$$

式 (1) 中的表面能项则可以由裂纹表面积与材料的自由表面能 γ_s 的乘积决定。对于单位厚度薄平板中裂纹,有:

$$U_S = 4c\gamma_s \quad (6)$$

将式 (4)、式 (5) 及式 (6) 代入式 (1) 并对裂纹尺寸 c 微分,由于 $dU_A/dc = 0$, 可以得到:

$$\frac{dU_B}{dc} = -\frac{2\pi\sigma_a^2 c}{E} + 4\gamma_s \quad (7)$$

于是,使如图 3 所示椭圆孔裂纹发生扩展所需的外加应力应该满足以下条件:

$$\sigma_a \geq \sqrt{\frac{2E\gamma_s}{\pi c}} \quad (8)$$

接下来,Griffith 便开始着手进行实验。注意到在 Inglis 的工作^[5]中有一个重要的前提条件,即所考虑的材料必须是各向同性均质材料,而且在外力作用下材料内部任意一点处的应力-应变关系均满足 Hooke 定律。因为玻璃能够较好地满足这一要求,而且又很容易找到,所以 Griffith 选用了玻璃作为实验用材料。用玻璃薄壁圆管和球形玻璃

灯泡作为断裂样品,用玻璃刀分别在各个样品上刻了一条初始深度 c_0 为 2 mm ~ 12 mm 不等的裂纹;为了满足裂纹表面上不受应力作用的要求^[5],实验前将样品退火以消除裂纹尖端处的残余应力;而后,向中空的玻璃管或玻璃灯泡中泵入液体使之爆裂,并由样品爆裂时所对应的液体压力确定材料的临界断裂应力 σ_f 的大小。注意到 Griffith 实验中所采用的裂纹构型与图 3 所示的内部裂纹有所不同,但根据 Inglis 的计算^[5],对于如图 4 所示长度为 c 的表面缺口极限情况 ($b \rightarrow 0$),其系统能量是长度为 $2c$ 的内部裂纹系统能量的一半。因而式 (8) 对于表面缺口型裂纹系统同样适用。

Griffith 的实验结果满足以下关系 (图 5):

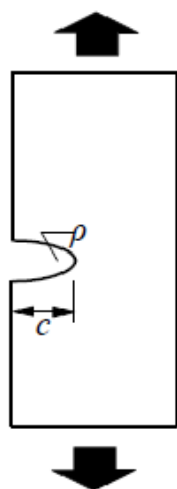


图 4 均匀受力半无限大薄平板中的表面裂纹
Figure 4 A surface flaw located in a semi-infinite thin plate under uniform tension

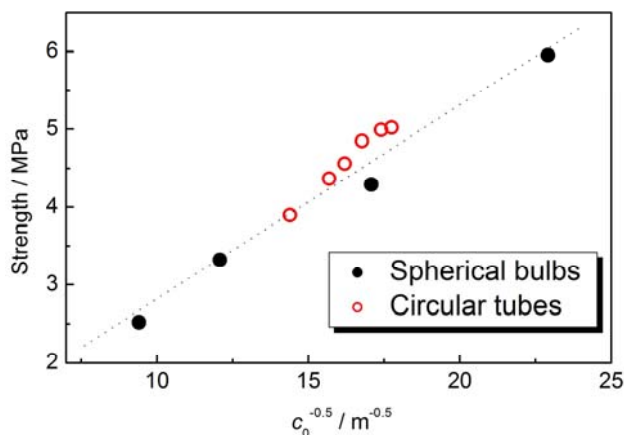


图 5 Griffith 验证实验结果 (数据取自文献[1])

Figure 5 Results of Griffith's verification experiments. Data from Ref. [1]

$$\sigma_f \sqrt{c_0} = 0.263 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$$

数据的离散系数为 5%。这一结果很好地验证了式 (8) 所描述的重要结论。

不难看出, 由式 (8) 所确定的 σ_a 值下限实际上就是材料的断裂强度 σ_f 。也就是说, 对于如图 3 所示的裂纹系统, 当外加应力满足式 (8) 之后, 裂纹扩展将不受限制地自发发生, 从而导致材料的断裂。我们将满足这一条件的裂纹系统称为 *Griffith* 裂纹系统。

在 *Griffith* 导出了式 (8) 之后的几十年里, 整个世界范围内已经发表了数以千计的论文试图从各个侧面来验证 *Griffith* 的能量平衡理论。这些工作中所考虑的断裂情况大都或多或少地有点类似于 *Griffith* 实验中的均匀拉伸平面裂纹的断裂情况。研究结果表明, 对于 *Griffith* 裂纹系统, 其断裂强度 σ_f 与裂纹初始尺寸 c_0 之间的关系都可以用如下的通式形式表示^{[7]*}:

$$\sigma_f = \frac{1}{Y} \sqrt{\frac{2E\gamma_f}{c_0}} \quad (9)$$

式中的 Y 是一个数值常数, 与裂纹的几何形状及位置、外力作用方式以及所采用的断裂样品的几何形状及尺寸有关 (特别是, 对于如图 3 所示的无限大薄平板中的狭长直通裂纹, 当 $b \rightarrow 0$ 时, $Y = \pi^{0.5}$)。

与式 (8) 相比较, 式 (9) 中用断裂表面能 γ_f 替代了由自由表面能 γ_s , 这是因为在实际材料的断裂过程中, 热力学自由表面能 γ_s 肯定不会是唯一的能量耗散机制。

事实上, *Griffith* 本人也对两个来源不同的表面能数据进行过有趣的比较^[1]: 一个是采用玻璃断裂试验结果 $\sigma_f c_0^{0.5} = 0.263 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{0.5}$ 及 $E = 62 \text{ GPa}$ 、根据式 (8) 计算得到的 1.75 J/m^2 , 另一个则是由在 $1020 \text{ K} \sim 1383 \text{ K}$ 温度范围内产生粘性流动的玻璃表面张力反推至室温得到的 0.54 J/m^2 。后一个数据就是通常所说的热力学自由表面能 γ_s , 用于描述材料表面上的原子与材料内部的原子在承受原子间净约束力方面所存在的差异, 相当于固体材料新生单位面积原子面所吸收的能量。前一个数据按照 *Griffith* 自己的理论当然也应该是热力学自由表面能。因此, *Griffith* 在当时就非常自信地将这两个数

* 将 *Griffith* 强度公式 (9) 与 *Orowan* 的理论断裂强度计算公式 (延伸阅读材料 A) 对比一下是很有意思的。*Griffith* 公式只是将理论断裂强度公式中的原子间平衡距离 a 换成了裂纹尺寸 c 。这一变换就很好地解释了实际强度总是低于理论预测值的原因——裂纹的存在是导致固体材料在低应力水平下发生断裂的根本原因。

据之间存在的显著差异归因于两种测试方法精度之间的差异。这当然是一种可能的解释, 因为即使在测试技术更为发达的今天, 测定固体材料热力学自由表面能的技术差不多也只能精确到这种程度。但是, 在 Griffith 之后的相当长的一段时间里, 人们对断裂过程中的能量耗散机制的认识却在很大程度上受到了 Griffith 这一解释的影响而一直停滞不前, 直到 20 世纪 50 年代初才由 Orowan^[8]首先取得了关键性的突破。

Orowan 的关键性突破是在金属材料领域取得的。这也是断裂力学在以 Griffith 理论为基础发展出来之后便迅速地在金属材料领域取得成功应用的根本原因之一。Orowan 认为: 在裂纹受力发生扩展之前, 由于裂纹尖端处高度的局部应力集中, 裂纹尖端附近区域将产生一个塑性屈服区; 因此, 提供给裂纹扩展所需的能量不仅应该包括用于形成新表面所需的能量, 而且也应该包括用于引起这种塑性屈服所需的能量——塑性功。当然, Orowan 对 Griffith 准则进行的这一修正也只是考虑了问题的一个方面。在材料实际的断裂过程中, 导致能量额外消耗的机制是多方面的。为了全面考虑

延伸阅读材料 A: 计算理论断裂强度的 Orowan 模型

所谓固体材料的理论断裂强度, 就是固体材料断裂强度在理论上可能达到的最高值, 又称为理论结合强度。

理论上说, 如果知道原子间结合力的细节 (即知道应力-应变曲线的精确形式) 就可算出理论断裂强度。但是, 不同的材料有不同的组成、不同的结构及不同的键合方式, 因此这种理论计算是十分复杂的, 而且对各种材料都不一样。为了能够在各种情况下简单、粗略地估计理论断裂强度, Orowan 提出以正弦曲线来近似原子间约束力 σ 随原子间的距离 x 的变化曲线 (见图 A1), 即:

$$\sigma = \sigma_{th} \sin \frac{2\pi x}{\lambda} \quad (A1)$$

式中, σ_{th} 为理论断裂强度, λ 为正弦曲线的波长。

在对材料施以逐渐增大的外力作用时, 图 A1 所示曲线可以视作材料的受力变形曲线。因此, 当外力由 0 逐渐增大至 σ_{th} 从而导致材料断裂这一过程中, 外力所作的功 W 可以计算如下:

$$W = \int_0^{\lambda/2} \sigma_{th} \sin \frac{2\pi x}{\lambda} dx = \frac{\lambda \sigma_{th}}{\pi} \quad (A2)$$

材料断裂时将产生两个新表面。因此只有当外力所作的功大于或等于材料产生两个单位面积的新表面所需的表面能时, 材料才会发生断裂。设材料的表面能为 γ_s , 则由 $W = 2\gamma_s$ 可以得到:

$$\frac{\lambda \sigma_{th}}{\pi} = 2\gamma_s \quad (A3)$$

注意到在接近平衡位置 O 的区域内, 原子间约束力 σ 随原子间距离 x 的变化关系曲线服从虎

克定律, 即:

$$\sigma = E\varepsilon = \frac{x}{a} E \quad (A4)$$

式中, a 为原子间的平衡距离, 一般可以近似处理为材料的晶格常数。

当 x 很小时,

$$\sin \frac{2\pi x}{\lambda} \approx \frac{2\pi x}{\lambda} \quad (A5)$$

将式 (A3)、(A4) 和 (A5) 代入式 (A1) 即可得到一个计算固体材料理论断裂强度的近似公式:

$$\sigma_{th} = \sqrt{\frac{E\gamma_s}{a}} \quad (A6)$$

即: 理论断裂强度与弹性模量、表面能和晶格常数等材料性能有关。弹性模量 E 和表面能 γ_s 大而晶格常数 a 小的固体材料, 其理论断裂强度高。

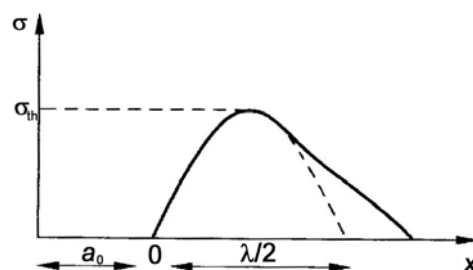


图 A1 Orowan 模型
Figure A1 Orowan model

参考文献: OROWAN E. Fracture and strength of solids [J]. Reports on Progress Physics, 1949, 12: 48.

各种能量耗散机制的影响, 便引进了断裂表面能 (γ) 概念用于定量描述在断裂过程中消耗的各种表面能的总和。

最后需要顺便说明的一点是, 上述的所有分析都是对应于平面应力状态。而对于平面应变状态, 只需将各个公式中的弹性模量 E 用因子 $E/(1-\nu^2)$ (其中 ν 为材料的泊松比) 进行简单的替换即可。

2 显微结构缺陷及其对强度的影响

Griffith 关于断裂的能量平衡理论最初考虑的是一个含裂纹的弹性体; 在后续进行的验证实验中, Griffith 也是用人工的方法在玻璃样品上引进了一条宏观裂纹。在 Griffith 时代, 裂纹以及含裂纹体还是新鲜的名词, 因此当时的人们对实际材料中裂纹的起源及其存在方式的认知仍然十分有限。Griffith 之后的 20 年左右时间里, 大量的研究主要是针对人工裂纹展开的。直到第二次世界大战期间以“自由轮”号轮船陆续发生断裂事故 (图 6) 为主要诱因, 科学家和工程师们才真正意识到从材料本身探索裂纹起源及扩展问题的重要性, 并因此推动了当代断裂力学的出现和迅速发展。

早期研究忽视了裂纹起源问题的一部分原因可能在于当时作为结构部件使用的材料是以金属为主的。金属材料的断裂韧性 K_{IC} 一般都比较低 (典型值为 $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2} \sim 150 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) [6], 断裂发生之前构件所能容许的裂纹尺寸相对较大 (通常为肉眼可见的毫米级)。而对于陶瓷材料来说, 较低的断裂韧性 (典型值为 $5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2} \sim 10 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) 使得其内部导致断裂的临界裂纹尺寸通常为微米级。因此, 当断裂力学在上世纪 60 年代末 70 年代初重新回到脆性陶瓷领域时, 裂纹的起源及其扩展问题就显得尤为重要了。

作为脆性断裂显微结构效应的一个重要内容, 本章我们着重介绍陶瓷材料中常见的显微结构缺陷以及由显微结构缺陷而诱发的固有裂纹。

2.1 Griffith 微裂纹理论

我们还是从 Griffith 的经典性工作开始。在建立了断裂的能量平衡理论之后, Griffith 在他的经典性工作中又结合玻璃纤维强度实验结果进行了一系列富有创造性的分析 [1]。

首先, Griffith 清楚地意识到, 对断裂过程的完整描述必须从原子或分子尺度出发。理论上说, 当裂纹系统处于平衡状态时, 裂纹尖端处的最大拉应力应该等于固体材料的理论断裂强度, 也就是原子键所能承受的最大应力。利用 Inglis 的应力集中公式 [5]:

$$\frac{\sigma_C}{\sigma_a} = 1 + 2\sqrt{\frac{c}{\rho}} \quad (10)$$

(式中, σ_C 为图 3 中 C 点处的应力, ρ 为 C 点处的曲率半径), Griffith 对玻璃的理论断裂强度进行了估算: 考虑到裂纹的扩展是原子键的依次断裂过程, 裂纹尖端应该始终处于两个相邻原子面之间, Griffith 假定裂纹尖端曲率半径 ρ 与原子尺

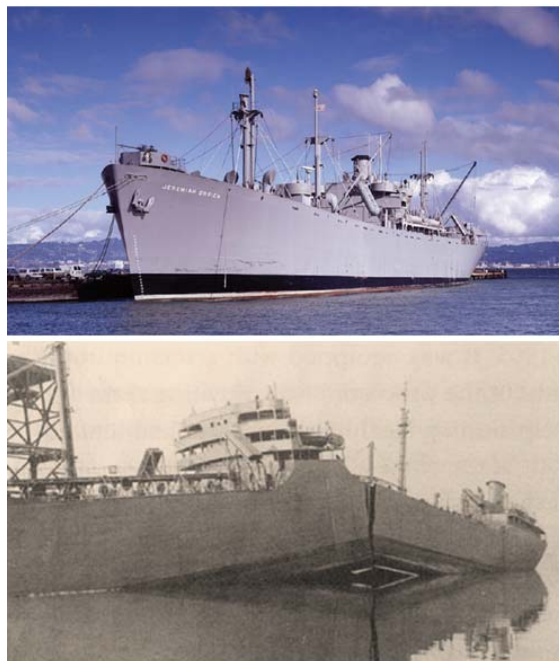


图 6 (a) 全焊接制作的 Jeremiah O'Brien 号自由轮; (b) Schenectady 号自由轮在没有任何预警的情况下船体突然裂成几乎两半

Figure 6 (a) Liberty ship Jeremiah O'Brien made mainly b welding; (b) The hull of Liberty ship Schenectady cracked almost in half without warning

度相当, 取 $\rho = 5 \times 10^{-10} \text{ m}$ 应该是一个比较合理的近似, 同时, 把玻璃试样的断裂试验结果 $\sigma_{\text{TC}}^{0.5} = 0.263 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{0.5}$ 代入式 (10) 得到 $\sigma_c \approx 23.5 \text{ GPa}$ 。这一数值约为玻璃弹性模量的若干分之一, 相应的应变约为 $0.3 \sim 0.4$ 。Griffith 估计, 在这样的应力水平下已经很难假定 Hooke 定律仍然成立了, 因为原子间距离与原子间净约束力之间关系在临近断裂之前肯定是非线性的。此外, 根据式 (10) 也不可能得出分子尺度上的精确结果, 因为式 (10) 的基础是线弹性力学中关于物质连续性的基本假设。考虑了这些因素之后, Griffith 认为 $E/10$ 应该是对材料理论断裂强度的一个合理的估计。通过对文献报道的大量数据进行分析, Griffith 进一步证实了这一想法。

上面指明了固体材料在理论上可能达到的最高强度, 这也正是制备高强度材料的最终目标。但是, Griffith 更感兴趣的事实却是: 在实际的固体材料中, 只有极少数的一些经过精心制备的晶须或纤维的断裂强度能够达到或接近于其理论断裂强度, 绝大多数尺寸较大的多晶材料实际断裂强度通常比理论值要低得多, 一般介于 $E/1000 \sim E/100$ 之间。存在于断裂现象本身的矛盾也是十分明显的: 如果材料确实是各向同性均匀连续体, 那么在均匀外加应力作用下, 材料内部所有的原子键都将承受同样的外加应力作用, 当外加应力达到材料的理论断裂强度时, 所有的原子键将同时发生断裂, 从而使得材料的破坏表现为粉碎得如同爆炸一般; 但实际材料的断裂却不是这样, 它们往往沿着比较确定的平面裂开, 动能也很小。

为了解释上述矛盾, Griffith 就玻璃纤维的强度问题做了一组实验。这些玻璃纤维是用与前面的验证实验中相同的材料制成的。通过不断增加荷载使得这些纤维在单调的拉伸或弯曲试验过程中断裂。实验发现: 精心制备的新鲜玻璃纤维强度特别高, 而且与预测的理想无缺陷体一样, 最后的破坏都表现为粉碎得如同爆炸一般。但是, 如果把样品暴露在空气中静置一段时间 (即老化) 之后再进行相同的试验, 则纤维的强度就有所下降, 下降的幅度随静置时间的延长而增大, 在老化时间达到几个小时之后, 纤维的强度又开始趋于稳定, 这一稳定值与普通玻璃的断裂强度基本一致。注意到材料强度与材料内部中存在的裂纹尺寸有关, 暗含在这一实验结果中的一个事实便是: 玻璃纤维裸露的表面与空气中微小的灰尘颗粒之间发生了相互作用。灰尘中常见的成分是石英, 这是一种相当硬的材料, 它可以在除了金刚石和碳化硼这两类最硬的材料之外的其他几乎所有材料的表面造成接触损伤。

随后, Griffith 又对大量的不同直径的“老化”玻璃纤维进行了实验, 实验结果表现出明显的“尺寸效应” (图 7): 纤维越细, 强度越高。Griffith 认为, 由分子组成的单键因为不可能再包含有缺陷

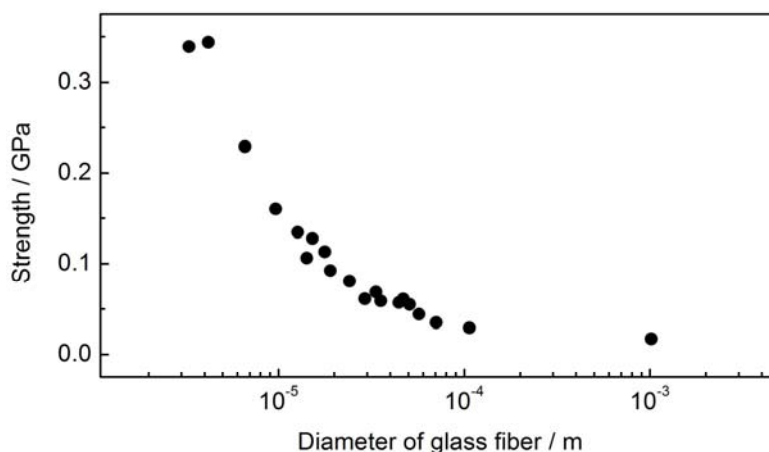


图 7 玻璃纤维强度随纤维直径的变化关系 (数据取自文献[1])

Figure 7 Variation of the strength with diameter for glass fibers (Data from Ref. [1])

而必定具有理论断裂强度。把实验数据外推到分子尺度, Griffith 就再次得到了近于弹性模量十分之一的理论断裂强度。

这样, 通过一系列实验, Griffith 令人信服地建立了关于固体材料断裂强度的微裂纹理论: 典型的脆性固体材料内部必然包含着相当数量不同大小的结构缺陷, 包括亚微观缺陷、微观缺陷或其他用常规的手段无法检测出来的非常小的不均匀粒子; 这些缺陷都可以近似处理为裂纹, 而裂纹的存在则是导致固体材料在低应力水平下发生断裂的根本原因。

2.2 陶瓷材料中常见的本征裂纹

导致陶瓷材料产生微裂纹的原因是多方面的。根据裂纹形成机制不同, 可以把陶瓷材料中的微裂纹大致分为本征裂纹和非本征裂纹两大类。其中, 本征裂纹指的是那些在材料制作过程中引进的缺陷, 包括气孔、夹杂、分层以及在烧结过程中由于各向异性热膨胀、相变等原因导致的内部裂纹, 甚至异常长大的晶粒等; 材料在制作后期进行机加工时引进的表面损伤原则上说也应该属于本征裂纹。非本征裂纹则是那些在材料的运输、装配及使用过程中由于外力及环境作用而产生的缺陷, 如材料与环境介质中存在的微颗粒之间发生碰撞 (或接触) 而形成的表面裂纹以及在使用过程中由于相变、蠕变、热冲击、腐蚀、氧化等原因而产生的其他缺陷等。本节我们主要介绍材料在制作过程中引进的一些典型本征裂纹。

2.2.1 气孔导致的本征裂纹

一般说来, 作为烧结过程中致密化不完全的结果, 气孔总是不可避免地存在于几乎所有的陶瓷材料中。材料的破坏可能起源于大的气孔 [图 8 (a)], 也可能起源于能通过局部相互作用而产生显著应力集中效应的气孔群 [图 8 (b)]^[9]。

尽管材料中气孔的形状可能千差万别, 但是由于气孔尺寸一般都比较小, 加之大多数气孔都是处于材料内部的封闭气孔, 因此可以近似地将气孔处理为一个处于无限大弹性体中的椭圆形或圆形孔洞。根据 Inglis 理论^[5], 当弹性体外边界受到应力作用时, 气孔附近区域将产生应力集中效应。由于气孔一般具有较大的曲率半径, 由式 (10) 可知气孔所导致的应力集中效应通常并不十分显著。这就是在外加应力较低的情况下, 气孔本身作为一种缺陷通常不能直接导致材料破坏的主要原因。也

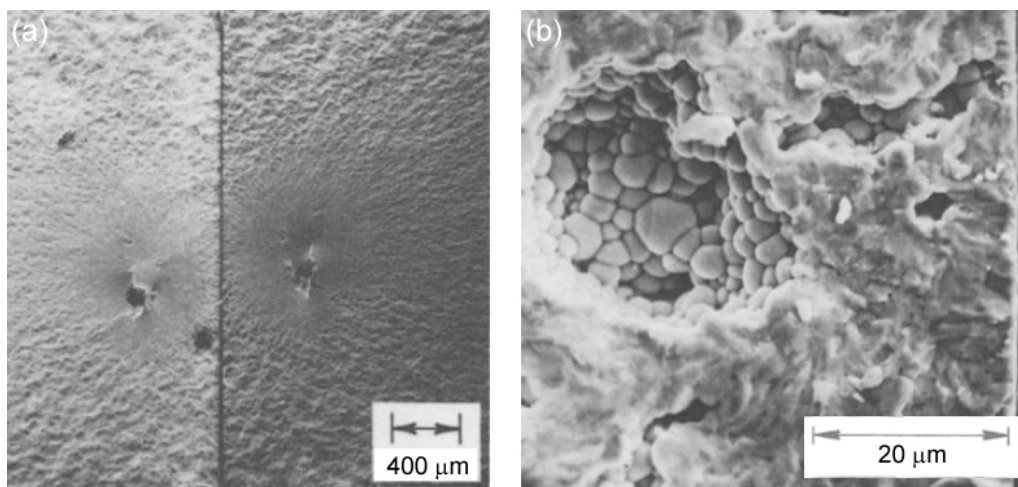


图 8 与气孔相关的断裂源^[9]: (a) 从内部大气孔处发生断裂的 ZrO_2 试样断口; (b) 断裂起始于由一个大气孔和一些小气孔构成的气孔群的 PZT 试样断口

Figure 8 SEM micrographs showing some pore-related fracture origins^[9]: (a) failure from large internal pore in ZrO_2 ; (b) failure from pore groups in PZT material

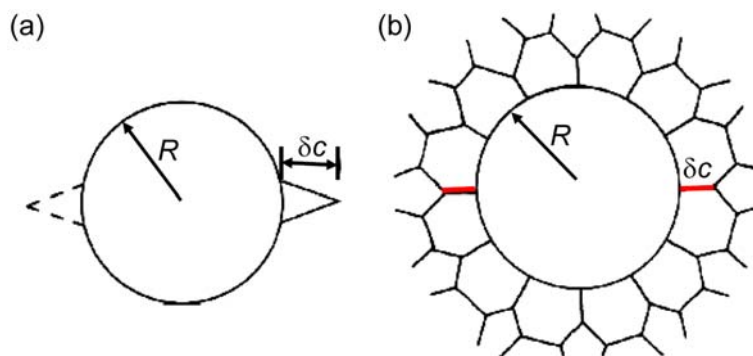


图 9 (a) Bowie 模型：一个圆形孔洞两侧出现裂纹；(b) 对应于多晶陶瓷中气孔诱发微裂纹的情况
Figure 9 (a) Bowie's model showing one or two opposing cracks radiating from a circular hole and (b) its schematic adaptation to a pore in a polycrystalline ceramic

就是说，气孔一般不能单独作为裂纹对待。

当气孔附近区域存在有其他显微结构缺陷时情况就有所不同了。一个典型的例子是：当一个球形气孔处于三交晶界处，由于相对于晶粒内部两个原子面间结合力来说，两个晶粒之间的界面结合力要弱得多，这时由气孔引起的应力集中效应就有可能导致晶界的松动，从而形成一个气孔/微裂纹系统。对多晶材料中这类气孔/微裂纹系统的研究始于上世纪 60 年代末 70 年代初^[10-12]，这些研究大都借助于 Bowie^[13]于 1956 年提出的一个模型（图 9），将裂纹尺寸大致确定为气孔半径与晶粒尺寸之和。之后，一些学者又进一步开展了相应的力学分析，确定了气孔/微裂纹系统中裂纹尖端的应力场强度^[14,15]。这些研究表明：气孔边缘处附着的微裂纹主要的来源是晶界开裂，开裂的尺寸一般与晶粒尺寸相当；因而，为了最大限度地减小气孔导致断裂发生的概率，有必要尽可能地减小晶粒尺寸。

气孔诱发固有裂纹问题是一个极其复杂的问题，关于气孔附近区域微裂纹形成的诸多机制的物理本质目前仍不是十分明确，这是阻碍我们对这一问题进行深入研究的主要原因。但是，有一点是明确的：气孔本身并不是裂纹，由气孔导致的断裂往往是因为材料在受力过程中气孔附近产生了微开裂的缘故^[16]。换句话说，在大多数情况下，气孔只是一种诱发裂纹的机制。

由于裂纹的几何形状及其力学特性将直接影响材料的断裂强度，对裂纹问题的讨论就不得不涉及到强度问题。因此，在结束本小节的讨论之前，我们再就气孔对材料强度的影响问题直接给出两个有意义的结论^[16]：(1) 由于气孔附近存在的真正主导材料断裂的缺陷有一定的随机性，因而即使是具有相同尺寸气孔的材料，其断裂强度也存在一定的离散性；(2) 由于同样的原因，材料的断裂强度对气孔尺寸的依赖性通常并不十分显著。

2.2.2 夹杂导致的本征裂纹

与气孔一样，夹杂也是陶瓷材料中常见的一类显微结构缺陷。陶瓷材料中的夹杂通常起源于粉体的制备过程及成型过程。为了防止夹杂现象，在这些工艺过程中应该严格保证环境的清洁，如空气的净化除尘、球磨介质的精选以及尽可能提高原料的纯度等。造成夹杂现象的另一个相对较为次要的因素是烧结过程中炉膛的污染。当然，为了制备高性能材料而有意识地在基体中引进的一些第二相粒子、纤维或晶须等虽然严格地说也应该属于夹杂，但由于这种人为引进的夹杂有利于材料性能的改善，因而通常并不作为夹杂现象来处理。当然，本小节中所介绍的力学分析方法对于各种有益的或有害的夹杂现象都应该是适用的。

陶瓷材料中夹杂导致的微开裂现象一般可以从两方面来认识^[17]。首先，在材料制备过程中由于夹杂物与基体间热膨胀及弹性形变的失配，夹杂物/基体界面附近将产生显著的残余内应力，如果失

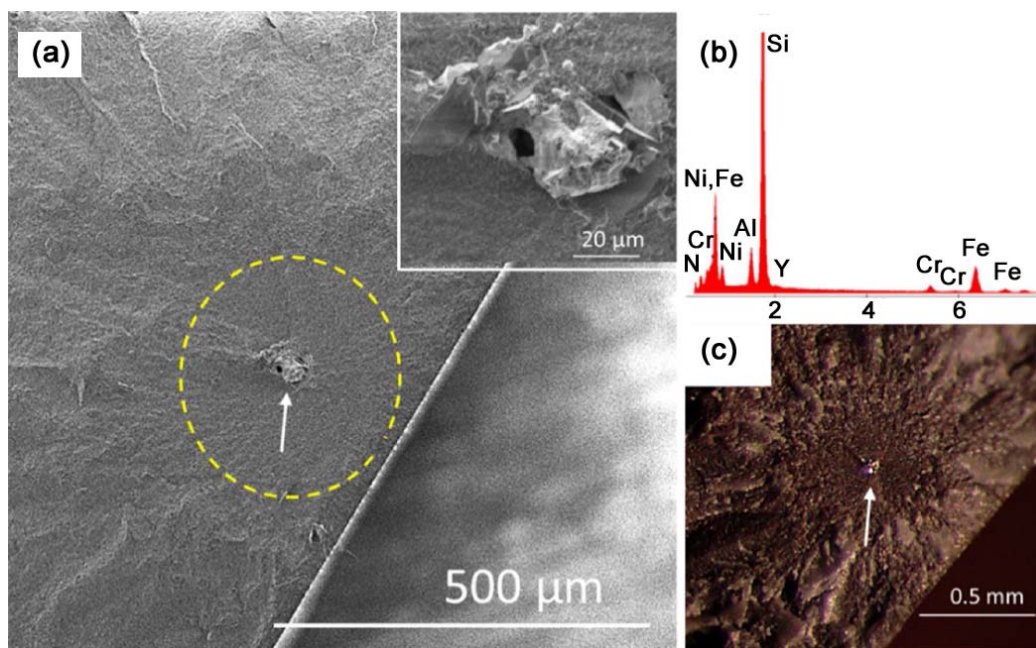


图 10 扫描电镜照片显示氮化硅材料中的断裂源及其断裂镜面边界 (虚线标出); (b) EDS 分析表明断裂源是一个富 (Fe,Cr,Ni) 夹杂物; (c) 在光学显微镜下也可以清楚地看到这个断裂源^[18]

Figure 10 (a) SEM micrograph indicating fracture origin and mirror boundary (dotted line) in Si_3N_4 ; (b) EDS showed that the flaw at fracture origin was a (Fe,Cr,Ni)-rich inclusion; (c) fracture origin can also be clearly observed from optical micrograph^[18]

配程度较大就可能导致微开裂现象。其次,即使微开裂现象在材料的制备过程中没有发生,在材料的服役过程中夹杂物/基体界面附近的残余内应力将对外加应力起到一个补充作用,从而诱发出微裂纹。图 10 给出了一个典型例子:在 Si_3N_4 陶瓷中,一个富 (Fe,Cr,Ni) 的杂质夹杂物成为了主导材料断裂过程的断裂源^[18]。

考虑如图 11 所示的一个球形夹杂物处于各向同性无限大弹性基体中的情况。由于热膨胀和弹性形变的失配,夹杂物/基体界面上将受到一个残余内应力 p_i 作用^[19]:

$$p_i = \frac{\Delta\alpha\Delta T}{\left(\frac{1+\nu_m}{2E_m} + \frac{1-\nu_p}{E_p}\right)} \quad (11)$$

式中,下标 p 和 m 分别代表夹杂物和基质材料, $\Delta\alpha = \alpha_m - \alpha_p$ 是二者间线膨胀系数的差值, ΔT 为烧结过程中冷却阶段的温度差,而 ν 和 E 则分别为材料的泊松比和弹性模量。

由式 (11) 决定的残余内应力将在基体中形成径向拉应力 σ_r 和周向拉应力 σ_t :

$$\begin{cases} \sigma_r = -p_i \left(\frac{R}{r}\right)^3 \\ \sigma_t = \frac{1}{2} p_i \left(\frac{R}{r}\right)^3 \end{cases} \quad (12)$$

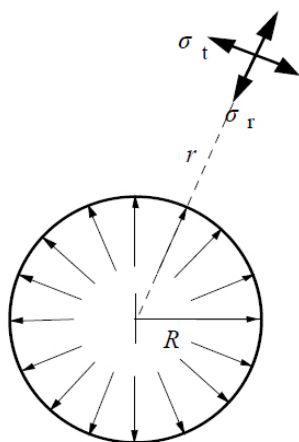


图 11 无限大弹性基体中的一个球形夹杂物
Figure 11 A spherical inclusion in an infinite elastic matrix

式中, R 为球形夹杂物的半径, r 为基体中某一点到夹杂物球心处的距离。由式 (12) 可以看出, 这个残余内应力的分布是高度局部化的: 随着与夹杂物/基体界面间距离的增大, 残余内应力将迅速减小。

借助于式 (11) 和式 (12), 我们可以简要地讨论一下在材料制备过程中可能出现的几种情况^[16]。

首先, 如果 $\alpha_p < \alpha_m$, 则 $\sigma_r < 0$ 而 $\sigma_t > 0$: 也就是说, 如果在冷却过程中基体的收缩比夹杂物的收缩更为剧烈的话, 基体在垂直于周向应力的平面上将处于拉伸状态。当夹杂物尺寸 a 超过某一临界值使得 σ_t 足够大时, 在基体与夹杂物的边界处就会诱发出如图 12 (a) 所示的径向裂纹, 从而导致材料强度的急剧降低。当然, 这种情况在陶瓷材料中是不多见的, 因为陶瓷材料一般都具有较低的热膨胀系数。

反过来, 如果 $\alpha_p > \alpha_m$, 则 $\sigma_r > 0$ 而 $\sigma_t < 0$ 。夹杂物在冷却过程中的收缩比基体剧烈, 在某一临界条件 (如 $\Delta\alpha$ 达到某一临界值) 下, 足够大的径向应力 σ_r 将使得夹杂物从基体中剥落出来而导致基体内部产生一个类似于气孔的缺陷 [图 12 (b)]。当然, 更常见的情况是虽然 $\alpha_p > \alpha_m$, 但是 $\Delta\alpha = \alpha_p - \alpha_m$ 却并不足以导致足够大的径向应力 σ_r 使得夹杂物与基体发生分离, 这时在夹杂物/基体界面附近就可能会因为内应力作用而出现一些微裂纹。如果夹杂物的断裂韧性高于基体的断裂韧性, 则径向应力作用将导致夹杂物基体界面附近的基体内部产生微裂纹 [图 12 (c)]。当然, 这些微裂纹更多的情况下可能起源于界面上或界面附近的其他显微结构缺陷。而在夹杂物断裂韧性低于基体断裂韧性的情况下, 由残余内应力诱发的微裂纹出现在夹杂物内部 [图 12 (d)]。

实验观察发现, 在材料的制备过程中, 夹杂物诱发的微裂纹形成过程一般都具有如下几个显著的特点^[16]: 首先, 在烧结的冷却阶段微开裂是自发发生的; 其次, 自发微开裂发生之后, 裂纹一般都将经历一个瞬时的稳态扩展阶段, 而后在离夹杂物/基体界面一定距离处止裂; 最后, 微开裂发生与否取决于夹杂物的尺寸。前面两个特点是可以理解的。裂纹的形成及扩展实际上都将缓解夹杂物/

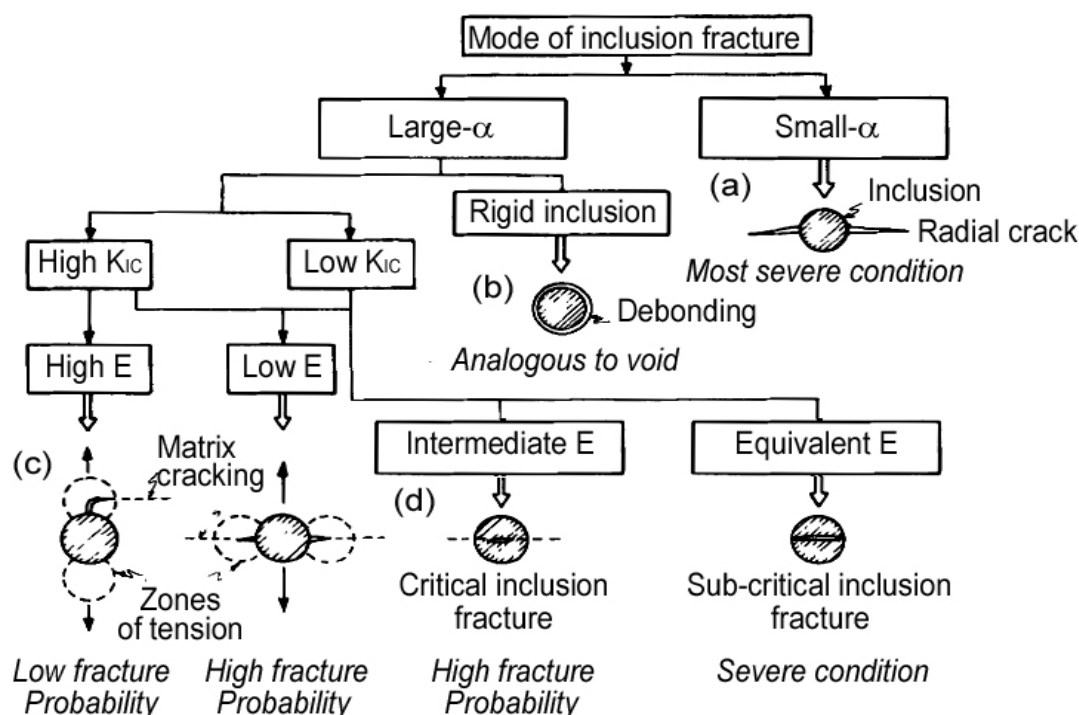


图 12 夹杂物诱发裂纹的几种典型情况^[16]

Figure 12 A Schematic indicating various types of inclusion-initiated fracture processes^[16]

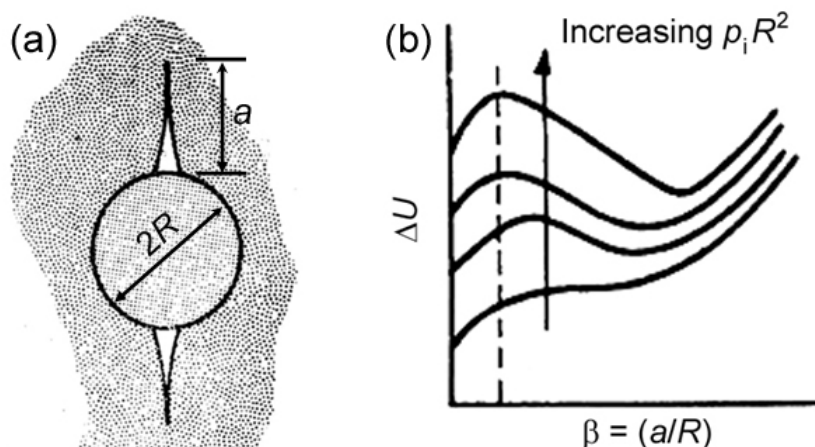
图 13 夹杂物/微裂纹系统内能变化量 ΔU 随归一化裂纹尺寸 β 的变化关系^[20]

Figure 13 Variation of free energy change of inclusion/microcrack system, ΔU , with normalized crack size β ^[20]

基体界面处的应变失配程度, 从而使得由式 (11) 确定的残余内应力随着裂纹的扩展而减小, 而裂纹扩展驱动力也就随之降低。但是, 微开裂对夹杂物尺寸的依赖性则无法从残余内应力角度得到满意解释, 因为由式 (11) 可以看出, 由应变失配导致的残余内应力与夹杂物尺寸无关, 只是与温差成线性关系。

Lange^[20]从能量平衡角度分析了夹杂物诱发微开裂现象。对于诱发出了尺寸为 a 的微裂纹的夹杂物/基体系统 [图 13 (a)], 理论分析导出的其内能变化量 ΔU 随归一化裂纹尺寸 $\beta (= a/R)$ 的变化关系曲线如图 13 (b) 所示。可以看出, 这组曲线一般都具有一个极大值点 (对应的归一化裂纹尺寸为 β^*) 和一个极小值点 (对应的归一化裂纹尺寸为 β_c): 在 $p_i R^2$ 值一定的情况下, 随着归一化裂纹尺寸 β 的增大, ΔU 首先表现出增大趋势, 在达到最大值后开始逐渐减小, 而后在达到最小值后又再次逐渐增大。因而可以预料, 如果夹杂物/基体界面处原来就存在有一条很小的裂纹 (如由于晶界松动而导致的晶界裂纹), 这条裂纹将在满足了一定条件 ($d\Delta U/d\beta \leq 0$, 即归一化裂纹尺寸不小于 β^*) 之后发生自发扩展, 并迅速达到一个极限尺寸 β_c ; 此后由于 $d\Delta U/d\beta > 0$, 裂纹将止裂。这就很好地解释了微开裂的自发过程和止裂现象。

由图 13 (b) 可以推论出的另一个重要结论是: 自发微开裂过程只有在残余内应力 p_i 达到某一临界值 p_i^* (相应地要求有大的 $\Delta\alpha$ 值) 或夹杂物半径 R 达到临界值 R^* , 使得归一化裂纹尺寸 $\beta > \beta^*$ 时才能发生。这就导致了微开裂对夹杂物尺寸的依赖关系。注意到图 13 (b) 中, 随着最大残余内应力 p_i 和 (或) 夹杂物半径 R 的减小, ΔU 极大值处所对应的归一化裂纹尺寸 β^* 逐渐增大, 而极小值处所对应的归一化裂纹尺寸 β_c 则逐渐减小。也就是说, 随着 $p_i R^2$ 值的减小, $\Delta U \sim \beta$ 曲线的极大值点和极小值点间的距离将逐渐减小, 最终会合为一点, 此后曲线就不再具有极值点, 即在整个 β 范围内均满足 $d\Delta U/d\beta > 0$ 。因此, 令:

$$\frac{d\Delta U}{d\beta} = \frac{d^2\Delta U}{d\beta^2} = 0 \quad (13)$$

就可以得到夹杂物临界半径 R^* 。显然, 当 $R < R^*$ 时, 夹杂物诱发的微开裂现象将不可能发生。也就是说, R^* 是导致自发微开裂所必需的夹杂物临界半径值。

Ito 等人对上述问题进行了详尽的讨论, 给出了在不同微开裂条件下 R^* 的具体表达式^[21,22]。

借助于上面的讨论可以很容易地对材料在实际工作过程中发生的夹杂物诱发微开裂行为进行分析

析。外力作用为系统提供了更多的弹性应变能, 这是有利于微开裂的。因此在外力作用下, 原先因为残余内应力较低或 (和) 夹杂物尺寸较小等原因而未能发生的微开裂将有可能自发发生。同样, 我们也可以类似地导出一个在外力作用下发生微开裂所必需的夹杂物临界尺寸^[17]。

2.2.3 内应力导致的本征裂纹

和外来夹杂物相似, 多晶陶瓷中非立方晶相的热膨胀^[23]及弹性各向异性^[24]也可能导致本征裂纹的产生。非立方晶相热膨胀及弹性各向异性导致的微裂纹主要集中在晶界 (尤其是三交晶界) 处^[25] (图 14)。显然, 这一类裂纹的特征尺寸也应该与晶粒尺寸大致相当。

Rice 等人在经过了近 10 年的研究之后指出:

除了具有立方晶体结构的致密多晶体之外, 几乎所有的陶瓷多晶体断裂表面能都随晶粒尺寸而变化。图 15 给出了几种典型陶瓷材料断裂表面能随晶粒尺寸的变化关系实测结果^[26]。可以看出, 随着晶粒尺寸的增大, 材料的断裂表面能首先呈现增大趋势; 当晶粒尺寸增大至一定程度之后, 断裂表面能就随着晶粒尺寸的进一步增大而急剧降低。造成这一变化规律的根本原因在于晶粒的热膨胀各向异性以及其他可能导致内应力的因素。由于相邻晶粒间的应变失配程度随着晶粒尺寸的增大而加剧, 在应变能大于形成微裂纹所需的能量时就出现自发微开裂。随着晶粒尺寸的增大, 一方面微裂纹数量增加导致能量的额外消耗, 可以提高材料的表观断裂表面能; 而另一方面, 上述的应变失配程度

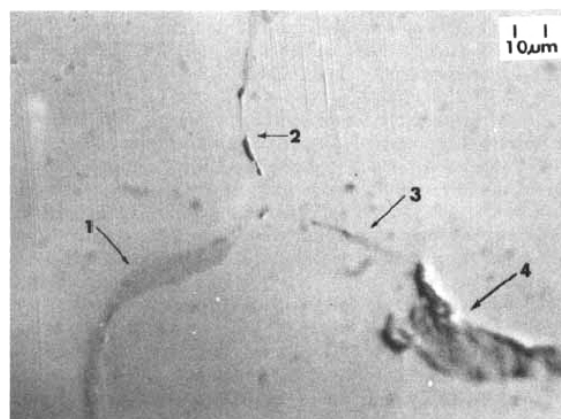


图 14 粗晶 Al_2O_3 (晶粒尺寸 $150\ \mu\text{m} \sim 400\ \mu\text{m}$) 陶瓷表面沿晶界形成的微裂纹^[25]

Figure 14 An optical micrograph showing the microcracking along grain boundaries on the surface of a large-grained Al_2O_3 ($150\ \mu\text{m} \sim 400\ \mu\text{m}$)^[25]

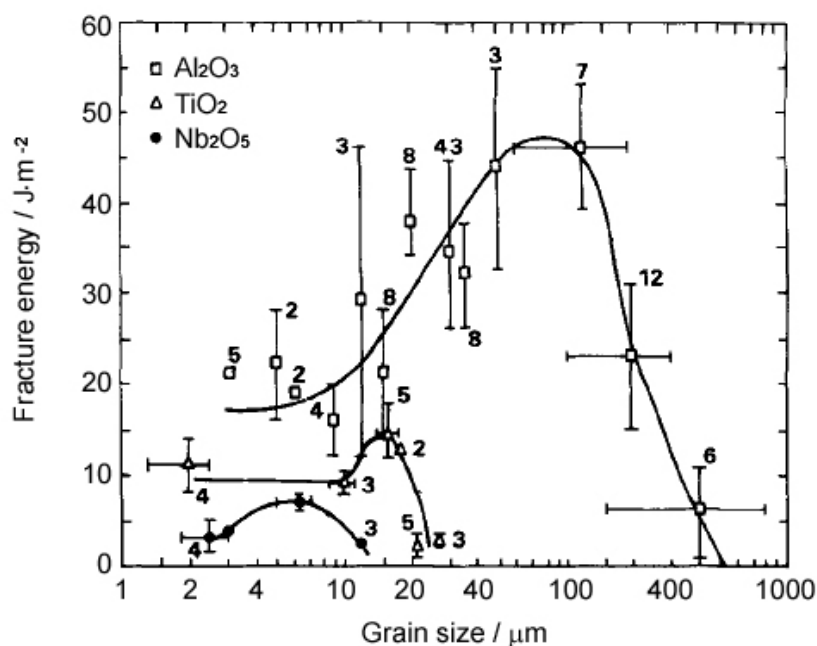


图 15 Al_2O_3 、 TiO_2 和 Nb_2O_5 材料断裂能与晶粒尺寸的关系。图中各个数据点旁的数字表示获得这个数据所使用的样品数, 每个数据点上的误差棒表示标准差^[26]

Figure 15 Fracture energy vs grain size for Al_2O_3 , TiO_2 and Nb_2O_5 . Numbers associated with data points represent the number of specimens included in the average and vertical bars give the standard deviations^[26]

延伸阅读材料 B: 断口形貌分析

断口形貌分析 (也就是断裂表面观察) 对于分析断裂过程的细节以及确定断裂源都非常有用。陶瓷的断裂表面具有独特的特征, 有经验的观察者借助于断口分析可以获得重要的信息。本文正文中已经给出了很多通过断口形貌确定断裂源的例子。

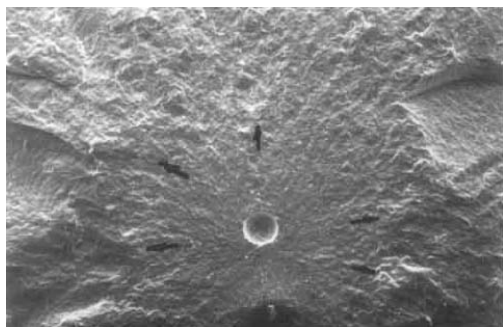


图 B1 陶瓷典型的断口形貌
Figure B1 Typical fracture feature in ceramic

图 B1 是脆性材料中断裂源的一个例子。围绕着断裂源的区域起初是非常光滑的。在玻璃中, 这一区域具有很高的反射率, 通常称为镜面区 (Mirror)。多晶材料中表面晶粒的存在降低了这一区域的反射率。随着裂纹的扩展, 断裂面的粗糙度增大, 形成了一个反射性稍差的区域, 称为雾状区 (Mist)。在多晶材料中这一区域很难辨认。最后, 随着裂纹的分叉, 断裂面变得十分粗糙, 形成了一个条纹状的区域, 称为羽毛区 (Hackle)。这些羽毛形的痕迹通常指向断裂源, 因此在确定断裂起因方面有一定的作用。这些不同区域的边界 (如镜面区-雾状区、雾状区-羽毛区或雾状区-分叉区) 也可以用于获得一些定量的信息。如果测定了断裂源到这些边界的距离, 例如分叉区距离 R_b , 就可以应用分叉区半径与断裂应力 σ_f 之间

的关系

$$M_b = \sigma_f \sqrt{R_b} \quad (B1)$$

(式中 M_b 被称为分叉常数) 估计断裂应力。对于镜面区尺寸也可以得到一个与式 (B1) 具有相似形式的公式, 同样也可以为材料定义一个镜面常数。

断裂表面通常可以用裂纹穿过晶粒 (穿晶) 或不穿过晶粒 (沿晶) 来描述。有低韧性晶界或晶界处作用有局部残余拉应力的情况下通常会发生沿晶断裂。在许多场合观察到的亚临界裂纹扩展是沿晶的, 但是当裂纹扩展进入到失稳状态后就将发生穿晶断裂。

断裂表面显微尺度上的特征也经常用于确定裂纹扩展方向。例如当裂纹扩展穿过一个晶粒时, 随着裂纹前缘从一个平面跳跃到另一个平面, 可能会形成劈裂台阶, 劈裂台阶沿裂纹扩展的方向排列。裂纹穿过晶界时方向的改变往往会导致劈裂台阶密度的增大, 这些台阶可能会相互连通而形成河流图案 (图 B2)。

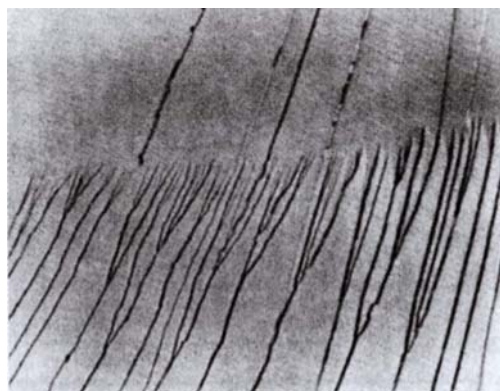
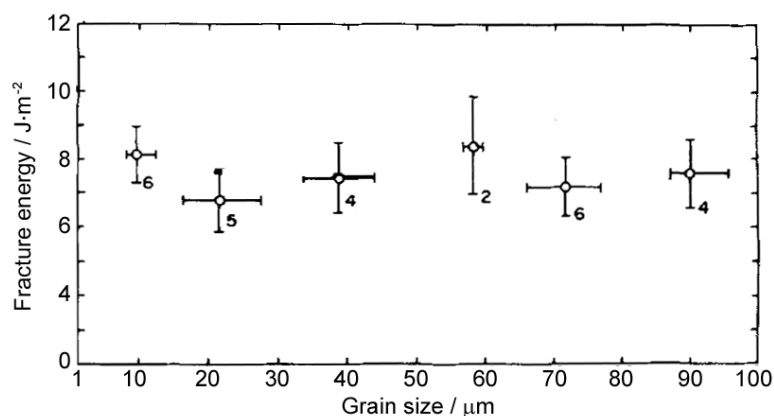


图 B2 LiF (100) 面上劈裂台阶构成的河流图案
Figure B2 "River" pattern of steps on LiF (100) cleavage surface

加剧将使得材料基体断裂表面能降低。关于这一变化趋势更深入的理论分析可以参阅 Rice 等人于 1981 年发表的一组文章^[26,27]。

断裂表面能随晶粒尺寸变化的情况在具有立方晶体结构的致密多晶体中则很不明显。图 16 给出了一种具有 NaCl 型面心立方结构的 $\text{Fe}_{0.94}\text{O}$ 材料断裂表面能随晶粒尺寸的变化关系^[28], 显然, 在所考察的晶粒尺寸范围 ($2\ \mu\text{m} \sim 100\ \mu\text{m}$) 内测得的断裂表面能基本保持为常数 ($7.5\ \text{J/m}^2 \pm 1\ \text{J/m}^2$)。对立方晶相的 Y_2O_3 进行的测试^[29]也得到了类似的结论。

由于内应力导致微开裂的情况还可能出现在具有相变特性的多晶材料^[30,31]以及含有异常长大晶粒的多晶材料^[16]中。

图 16 $\text{Fe}_{0.94}\text{O}$ 材料断裂表面能与晶粒尺寸的关系^[28]Figure 16 Fracture energy of $\text{Fe}_{0.94}\text{O}$ as a function of grain size^[28]

2.3 本征裂纹尺寸与显微结构的关系

上一节的讨论中多次提及，本征裂纹一般存在于晶界上，是由与显微结构缺陷相关的应力集中或内应力导致结合较弱的晶界松动而诱发的，因而不难理解：本征裂纹的尺寸应该强烈依赖于显微结构。

晶粒尺寸和气孔尺寸是描述陶瓷材料显微结构的两个重要特征参数，材料中本征裂纹的尺寸与这两个显微结构特征参数之间有着极为密切的关系。图 17 所示为陶瓷材料几种理想化显微结构示意图。其中，图 17 (a) 代表完全致密材料，图 17 (b) 为具有小气孔（气孔尺寸远小于晶粒尺寸）的材料，这两种材料中固有裂纹尺寸一般说来与最大晶粒尺寸相当；对于气孔尺寸与晶粒尺寸相当的材料 [图 17 (c)]，固有裂纹尺寸与最大晶粒尺寸和最大气孔尺寸之和有关；而在如图 17 (d) 所示的气

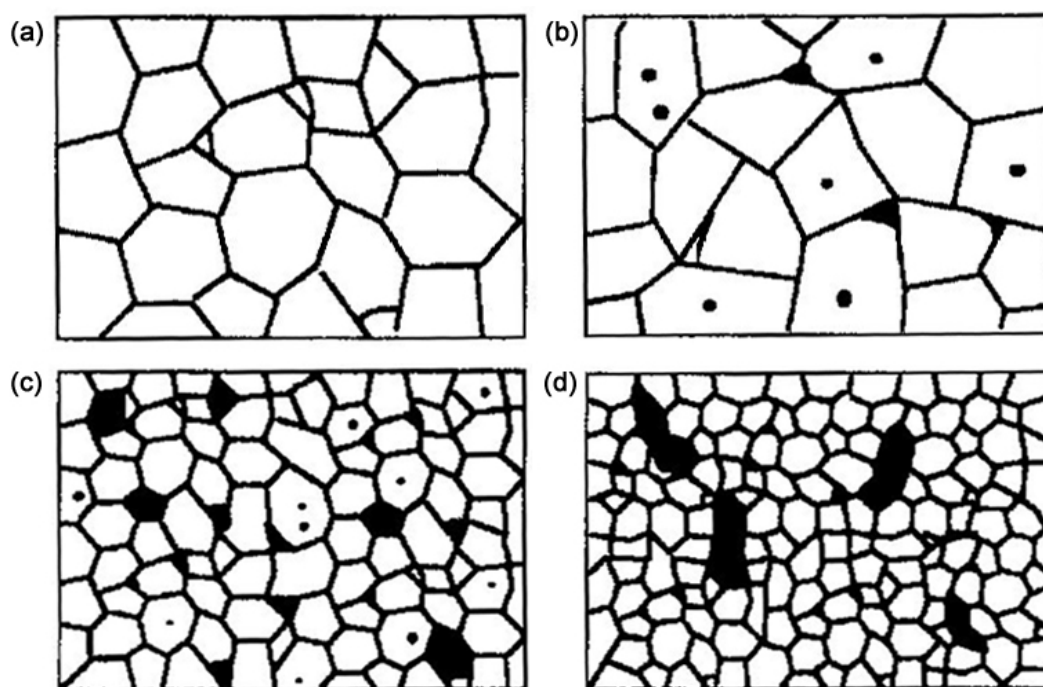
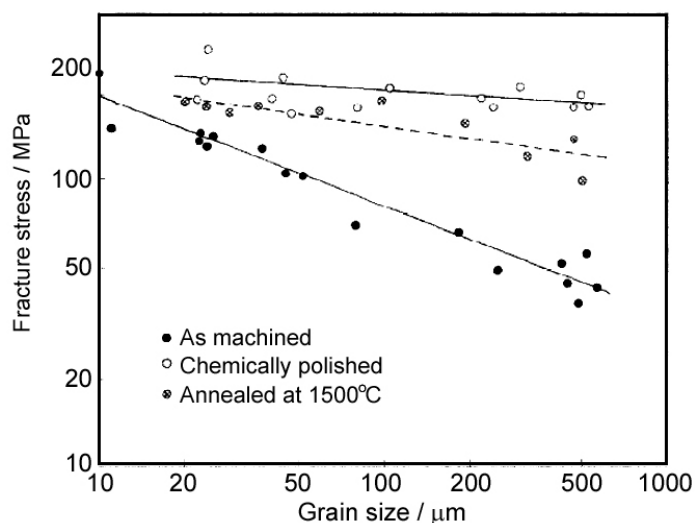


图 17 陶瓷材料几种理想化显微结构示意图

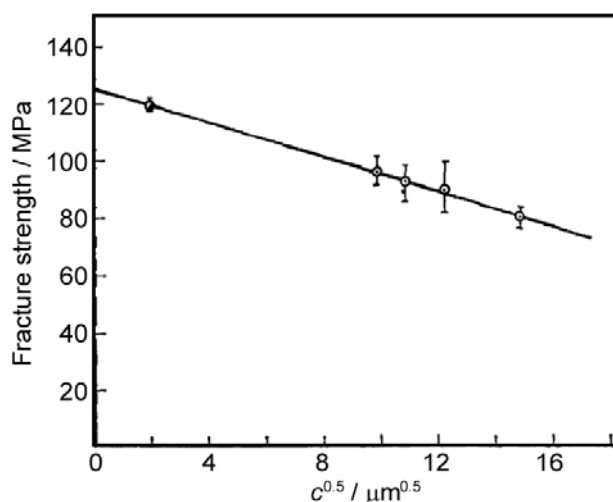
Figure 17 Schematics of some idealized microstructures of ceramics

图 18 不同表面状态的多晶 MgO 断裂强度随晶粒尺寸的变化关系^[32]Figure 18 Grain size dependence of fracture stress of polycrystalline MgO with various surface conditions^[32]

孔尺寸远大于晶粒尺寸的材料中, 固有裂纹的尺寸则近似由最大气孔的尺寸决定。

上述基本结论已经得到了大量实验的验证。一个有代表性的验证实验是由 Evans 和 Davidge^[32] 于 1969 年报道的。在这一实验中, 他们研究了经过机械加工后的试样在抛光处理及 1500°C 退火处理前后强度 σ_f 与晶粒尺寸 d 之间的关系。他们选择了多晶 MgO 作为实验材料。由于 MgO 的断裂表面能 γ_f 一般与晶粒尺寸无关 (其部分原因在于 MgO 具有各向同性的立方结构), 因而这一选择使得他们能够根据式 (9) 由强度实测结果直接估测材料中本征裂纹尺寸 c 的相对大小。实验结果示于图 18。可以看出, 在各种实验条件下, 断裂强度均随晶粒尺寸的增大而呈降低趋势, 从而表明材料的固有裂纹尺寸随晶粒尺寸的增大而呈增大趋势。

另一个更进一步的验证实验是由张清纯和林素贞^[33] 报道的。他们研究了一种 Nasicon ($\text{Na}_3\text{Zr}_2\text{Si}_2\text{PO}_{12}$) 固体电解质材料的弯曲强度 σ_f 与表面 Knoop 压痕裂纹尺寸 c 之间的关系, 结果如图 19 所示。一个很有意思的结论是: 该材料在没有压痕的前提下测得的断裂强度为 119 MPa, 相当于

图 19 磷锆硅酸钠压痕试样强度随压痕裂纹长度的变化关系^[33]Figure 19 Variation of fracture strength of indented beam with indentation crack length for Nasicon ceramic^[33]

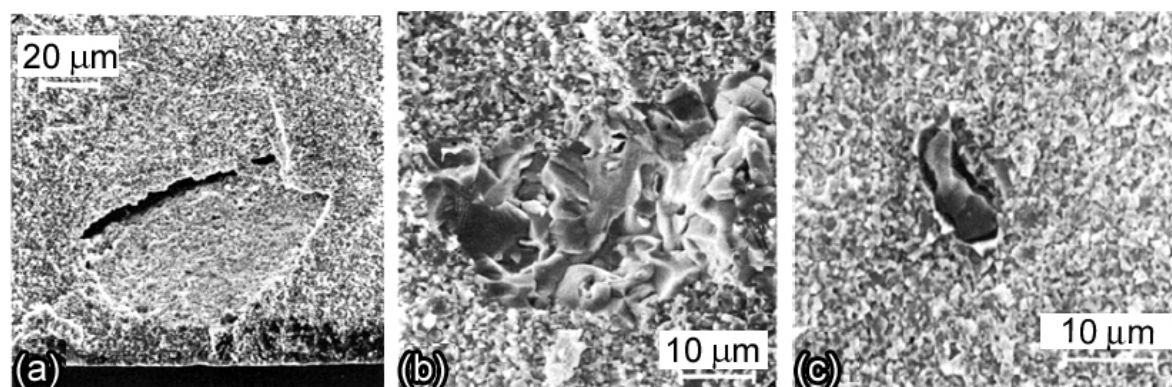


图 20 WC-Co 断口上几类典型的断裂源: (a) 气孔; (b) 团聚的 WC 大晶粒; (c) 夹杂物^[34]

Figure 20 SEM micrographs showing different fracture origins in cemented carbides: (a) pore;

(b) agglomerate of coarse WC grains; (c) inclusions^[34]

具有尺寸约为 $4\ \mu\text{m}$ 的表面 Knoop 压痕裂纹试样的断裂强度值; 而该材料晶粒尺寸则约为 $3.5\ \mu\text{m}$ 。这一事实证明了晶粒尺寸与裂纹尺寸这两个材料显微结构参数在决定材料断裂强度方面具有等效的作用。

当材料中含有更多的显微结构缺陷时, 情况也是相似的。对这一点进行说明的一个最好例子可能是 Engel 和 Hübner 于 1978 年报道的一项工作^[34]。在这一工作中, Engel 和 Hübner 对一种 WC-Co 硬质合金材料进行了不同程度的热等静压处理, 在保证材料的弹性模量及断裂表面能不发生显著变化的前提下系统地改变了材料的显微结构特征, 进而测定了材料的断裂强度。他们对试样断口进行了观察, 发现试样的断裂主要由三类缺陷导致 (图 20): 气孔、团聚的 WC 大晶粒以及外来夹杂物。Engel 和 Hübner 测量了断口上主导断裂的缺陷的位置及特征尺寸 c , 并根据材料力学公式计算了缺陷所在位置所受的最大局部拉应力; 将这个最大局部拉应力 (而不是实验测得试样的断裂强度) 作为

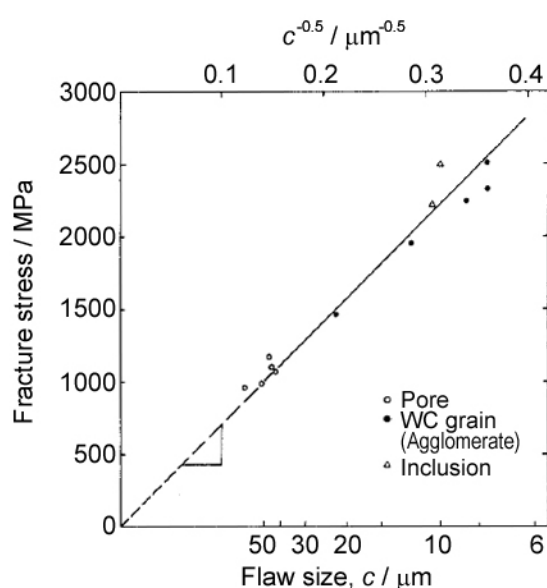


图 21 WC-Co 硬质合金材料局部断裂应力与缺陷尺寸的关系^[34]

Figure 21 Dependence of local fracture stress on the flaw size for cemented carbides^[34]

断裂应力对缺陷特征尺寸作图, 结果如图 21 所示。可以看出, 无论是气孔、团聚的 WC 大晶粒还是外来夹杂物, 它们对材料断裂强度的影响规律都满足式 (9) 所描述的 Griffith 准则, 从而说明: 在确定的条件下, 这些显微结构缺陷都可能成为一条 Griffith 裂纹, 进而在外力作用下导致材料的断裂。

这一结论在 Govila 等人对包括 Si_3N_4 ^[35,36]、 SiC ^[37] 及 ZrO_2 ^[38] 等在内的一系列材料进行的研究中也得到了进一步的证实。Govila 等人测试了这些材料压痕弯曲梁的强度, 获得了压痕弯曲梁强度与压痕裂纹尺寸的关系曲线 (图 22), 而后将改曲线外推至由未压制压痕的试样测得的强度范围 (图 22 中阴影区域) 便得到了材料中固有缺陷的尺寸范围。对强度试样断口进行分析发现, 导致试样断裂的材料本征缺陷包括气孔、夹杂等, 这些本征缺陷的尺寸确实位于图 22 阴影区域。

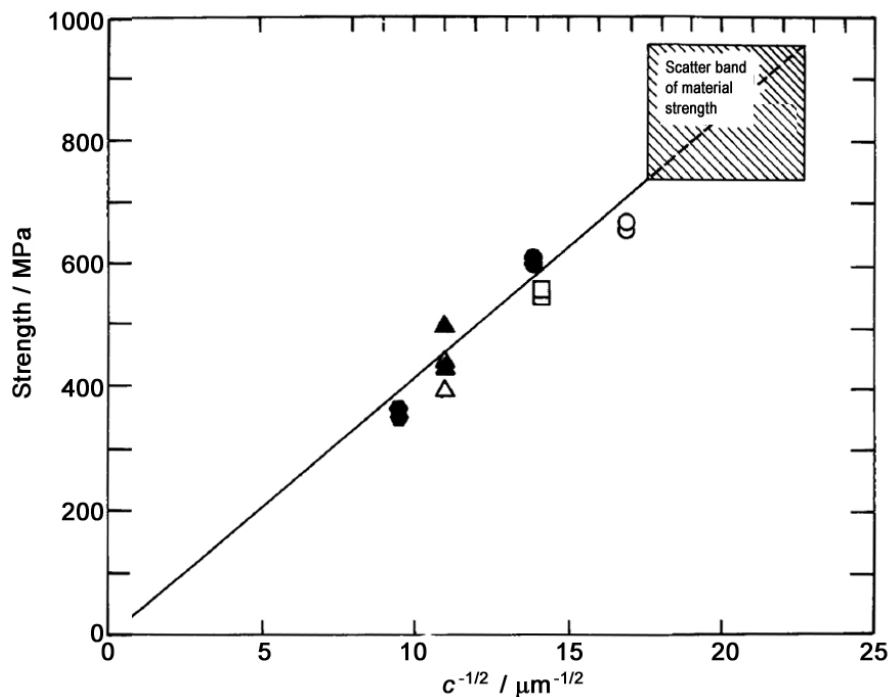


图 22 Si_3N_4 断裂强度随裂纹深度倒数平方根的变化关系^[36]

Figure 22 Variation of fracture strength as a function of inverse square root of crack depth for Si_3N_4 ^[36]

2.4 表面接触损伤

脆性陶瓷材料在与环境中存在的微颗粒之间发生接触或撞击的过程中, 其表面通常会产生局部的不可逆变形和 (或) 微开裂。这种现象称为表面接触损伤。接触损伤在陶瓷材料的切削、磨削、钻孔等机加工过程中最为常见, 在陶瓷构件的运输、装配及使用过程中也经常发生。在本节中, 我们简要介绍与接触损伤相关的一些力学理论, 并着重探讨由机加工过程引进的接触损伤问题。

2.4.1 表面接触损伤的一般性描述

首先来看一看如图 23 所示的在实际应用中经常遇到的几种典型的接触损伤情况。

在图 23 (a) 中, 一个很小的球形灰尘粒子以不断增大的荷载压入光滑的脆性材料表面。这是一种最理想化的表面接触行为, 文献中通常称之为 Hertz 接触。对这种表面接触行为的最早观察始于 1886 年^[39]: 在采用球形压头对玻璃进行硬度试验时, Hertz 发现在试样表面压痕边缘区域四周出现了环状裂纹; 随着加在压头上的荷载的逐渐增大, 环状裂纹开始向试样内部扩展, 最终发育成为一条锥形裂纹(图 24^[40])。这一时期 Hertz 在玻璃的硬度压痕试验方面所进行的工作现在已经成为弹性接触力学理论的一个重要组

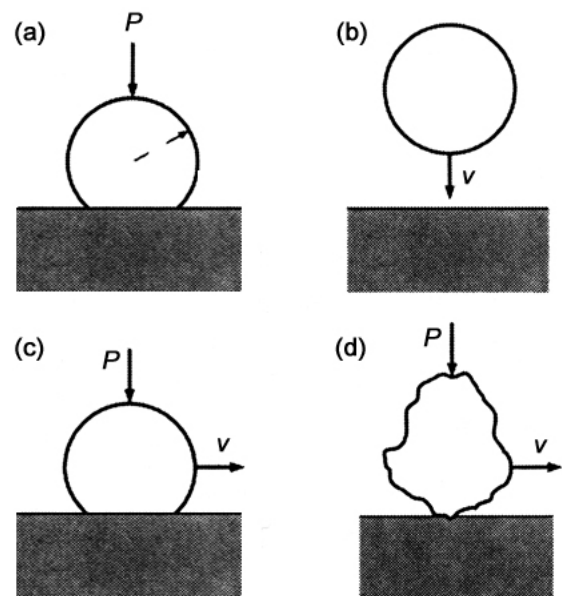


图 23 接触损伤模型

Figure 23 Contact damage models

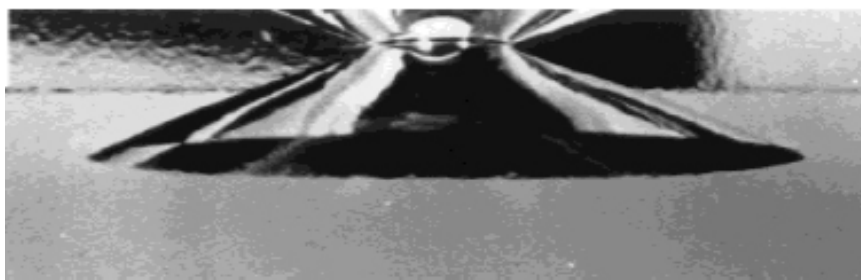


图 24 Hertz 锥形开裂：钠钙硅酸盐玻璃中的 Hertz 裂纹^[40]
Figure 24 Hertzian cone fracture: photograph of crack in soda-lime glass^[40]

成部分 (参见文献 [41])。根据弹性力学理论, 一个球形压头压入材料表面 (图 25) 时, 压头与试样表面之间的接触圆半径 a 与外加垂直荷载 P 之间的关系可以写成如下形式^[42]:

$$a = \left[\frac{4}{3} PR \left(\frac{1-\nu_m^2}{E_m} + \frac{1-\nu_p^2}{E_p} \right) \right]^{1/3} = \kappa P^{1/3} \quad (14)$$

式中, 下标 m 和 p 分别代表试样和压头, R 为压头半径。

在接触圆的边界上, 试样中产生的拉应力分量达到最大值:

$$\sigma_r^M = \frac{1}{2}(1-2\nu_m)p_0 \quad (15)$$

式中, $p_0 = P/\pi a^2$ 为接触圆投影表面上所受到的平均接触应力, σ_r^M 为作用在径向方向上且与材料表面平行的应力。

接触应力场在接触圆内部区域产生了极大的压应力, 而在接触圆外部区域, 材料表面的径向拉应力 σ_r 将随着与接触圆中心间的径向距离 r 的增大而降低:

$$\sigma_r = \sigma_r^M \left(\frac{a}{r} \right)^2 \quad (16)$$

此外, 在接触圆外部材料表层以下区域中, 拉应力分量随深度的增大而迅速消失。因此, 在紧靠接触圆的外部区域中必然存在一个表面拉应力层, 为裂纹的产生提供了非常有利的条件: 对于韧性材料, 当外加垂直荷载 P 达到某一临界值使得高度局部化的平均接触应力 p_0 超过了材料的屈服强度时, 接触圆所包含的区域内的材料就趋于发生不可逆形变; 而对于像陶瓷材料这样的脆性固体, 在不可逆形变发生之前, 由式 (15) 确定的最大径向拉应力就有可能已经导致了材料的局部开裂。

图 26 所示为半径为 3.18 mm 的碳化钨球形压头在不同晶粒尺寸的致密氧化铝表面引进的压痕损伤^[43]。可以看出, 在三种情况下, 试样

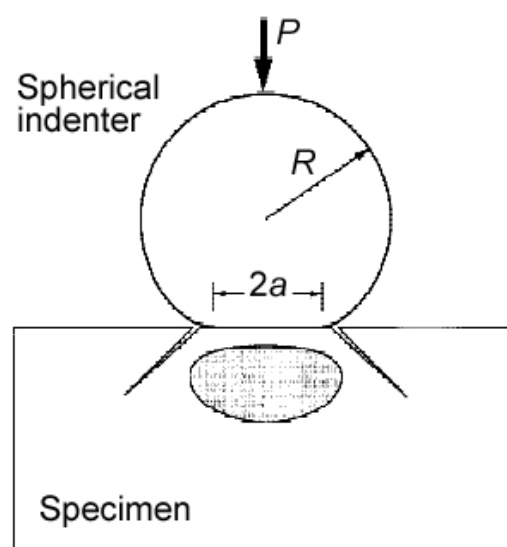


图 25 球形压头与陶瓷平板表面的 Hertz 接触
Figure 25 Hertzian contact of sphere on flat ceramic specimen

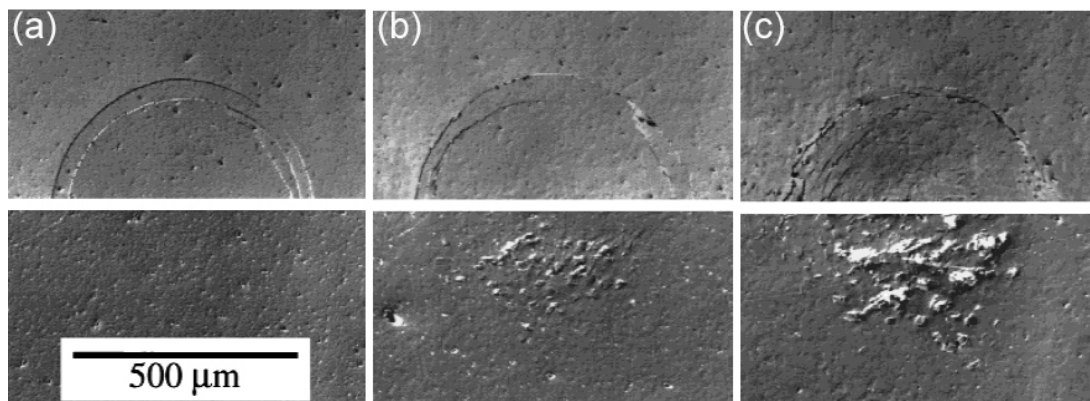


图 26 碳化钨球形压头在致密氧化铝陶瓷表面引进的 Hertz 压痕损伤 ($r = 3.18 \text{ mm}$; $P = 2000 \text{ N}$)。

氧化铝晶粒尺寸: (a) $3 \mu\text{m}$; (b) $9 \mu\text{m}$; (c) $15 \mu\text{m}$ ^[43]。上图为试样表面, 下图为试样横断面

Figure 26 Hertzian indentation damage in dense alumina from tungsten carbide sphere ($r = 3.18 \text{ mm}$ and $P = 2000 \text{ N}$), Grain size of Al_2O_3 : (a) $3 \mu\text{m}$; (b) $9 \mu\text{m}$; (c) $15 \mu\text{m}$ ^[43]. Half-surface (upper) and section (lower) views

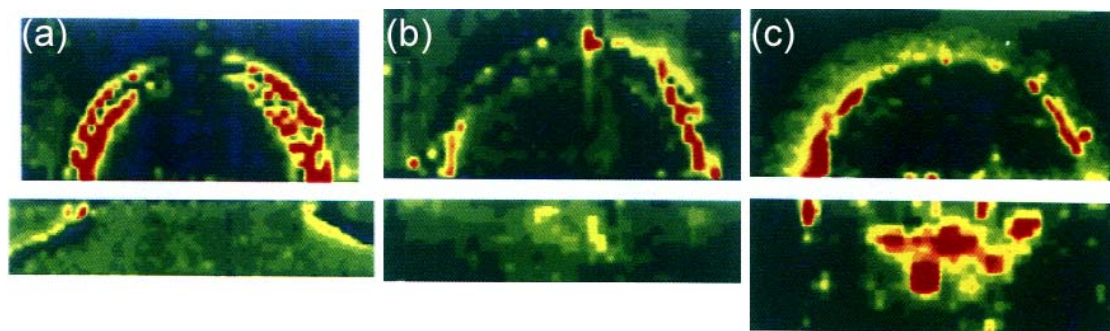


图 27 图 26 所示氧化铝试样的热波图像^[44]。

Figure 27 Thermal wave images of same alumina materials as in Figure 26.^[44]

表面均出现了明显的环状裂纹;但从横截面上看,侧向开裂并不是十分明显。为了更好地显示开裂情况,采用热波分析技术对这些试样进行了^[44]检测,结果如图 27 所示(图中那些具有浅色边缘的“孤岛”状区域即为高裂纹密度区,借助于彩色图像可以更清晰地辨识)。

图 23 (a) 所示的情况相对来说比较理想,在材料的实际应用过程中很少能观察到这种理想化的情况。一种比较相似的情况是:近似球形的石英颗粒存在于玻璃板下表面与支撑该玻璃板的水平面之间。取 $E_p = E_m = 70 \text{ GPa}$, $\nu_p = \nu_m = 0.33$,并假定玻璃的理论断裂强度 $\sigma_{th} = E/10$,由此求出 $P^* \approx 1 \text{ N}$;在玻璃板上工作时所产生的压力显然将超过 P^* ,这时,玻璃板将产生一定程度的微开裂。

事实上,空气中的灰尘粒子一般都具有一定的速度(小颗粒的布朗运动以及大颗粒由于重力作用而产生的加速降落),因而灰尘粒子与样品的接触确切地说应该是一个碰撞过程,如图 23 (b) 所示。进而考虑接触方向的影响,这一过程中所产生的接触应力通常既有垂直分量又有切向分量,如图 23 (c) 所示。这样的动态接触将在材料表面引进极为复杂的不可逆变形和微开裂。最后一种情况如图 23 (d) 所示:空气中典型颗粒的形状必然是不规则的,很有可能以锐角与样品表面接触。这种尖锐接触的形状会在接触区域造成更为显著的应力集中效应,不但加剧了微裂纹的形成,而且还将进一步诱发更可观的局部不可逆形变。

图 28 所示为钠钙硅酸盐玻璃表面经一个 Vickers 硬度压头在不同荷载作用下以 1 mm/s 速度划过之后留下的形貌^[45]。显然,玻璃表面上产生的变形和微开裂程度及其形貌的复杂程度都随加在压头上荷载的增大而加剧。

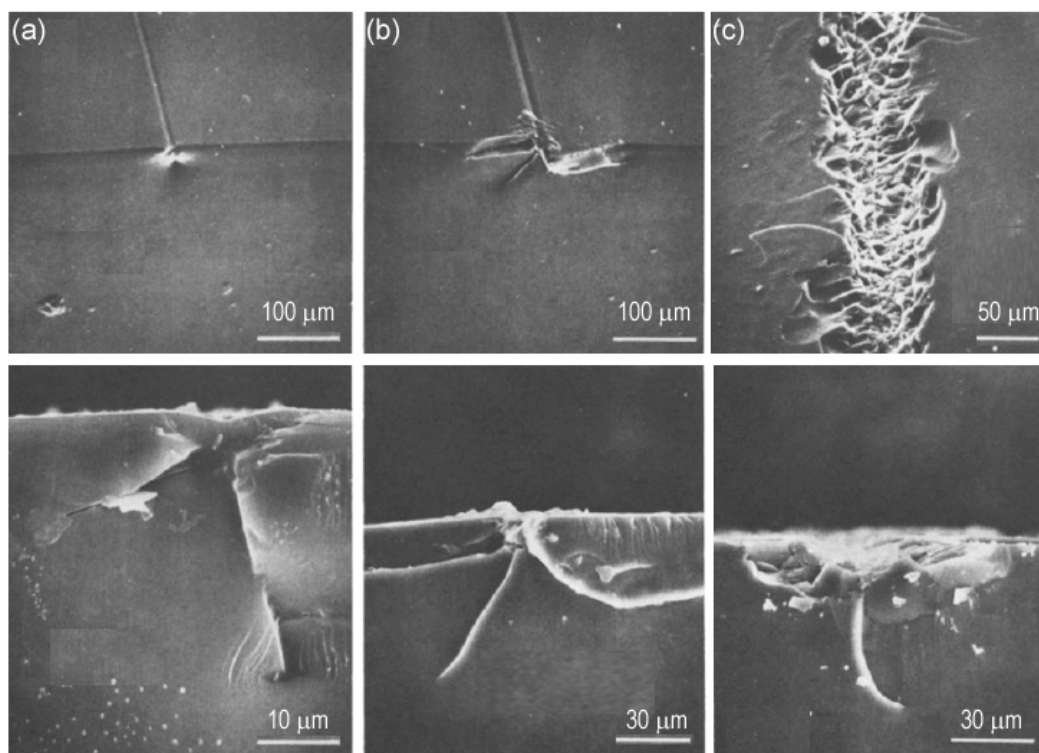


图 28 钠钙硅酸盐玻璃表面经 Vickers 硬度压头在不同荷载作用下以 1 mm/s 速度划过之后留下的形貌。加在压头上的荷载分别为：(a) 0.25 N；(b) 1.0 N；(c) 4 N^[45]

Figure 28 Surface (upper) and cross-sectional (lower) views of scratches on soda-lime glass made with a Vickers indenter, velocity of indenter in all cases was 1 mm/s. Forces on indenter were (a) 0.25 N, (b) 1.0 N, and (c) 4 N^[45]

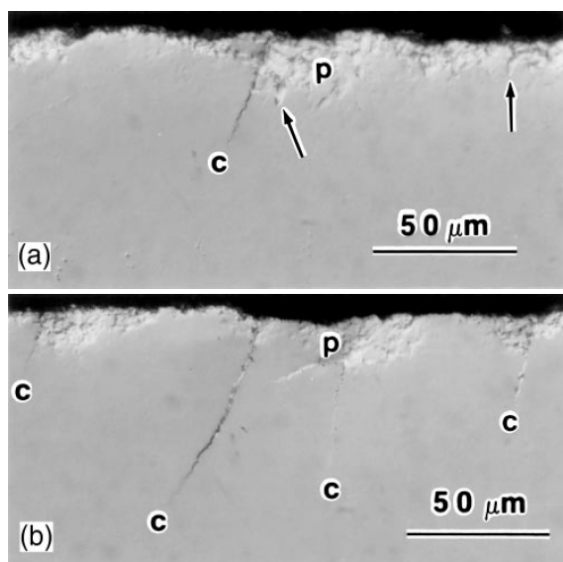


图 29 两种 Si_3N_4 陶瓷垂直于机加工表面的横截面上观察到的亚表面损伤 (C: 裂纹; P: 塑性区)。

(a) 中的箭头所指为晶界裂纹^[46]

Figure 29 Optical micrographs of section views showing subsurface grinding damages in two Si_3N_4 ceramics (C: cracks; P: plastic zone). Arrows in (a) indicate grain-boundary microcracks^[46]

2.4.2 机加工导致的表面接触损伤

陶瓷材料中形成接触损伤的最典型例子应该是机加工过程中表面损伤的形成。在机加工过程中，磨削介质——磨粒与材料表面的接触与图 23 (d) 所示的情况相似。也就是说，机加工过程将在材料表面引进两类损伤：机加工裂纹和局部的不可逆形变。

图 29 所示为对两种 Si_3N_4 陶瓷垂直于机加工表面的横截面机加工损伤进行观察所得到的结果^[46]。在大多数情况下，晶界比晶粒内部的结合要弱一些，因此机加工引进的表面或亚表面裂纹往往是晶界裂纹 [图 29 (a)]。

一般情况下，机加工过程引进的表面局部不可逆形变由于磨粒的运动而表现为一道道的划痕，划痕附近区域表现为塑性屈服区，包围着塑性屈服区的则是处于变形状态的弹性基质。机加工结束后，弹性基质的形变恢复受到塑性屈服区的约束，而在弹/塑性形变边界处引起了一个残

余压应力作用。注意到实际的机加工过程中,大量的磨粒导致了大量的划痕,这些划痕相互交错,相应的塑性屈服区也相互交错,从而使得材料的整个磨削表面成为一个完整的塑性区,处于压应力状态。这种压应力状态对于提高材料的断裂强度应该是有利的^[47,48]。

Cook 等人^[49]报道的一项工作很好地验证了这一点。在这项工作中, Cook 等人采用金刚石砂轮对一批代号为 Pycoceram C9606 的玻璃陶瓷试样进行了表面磨削加工,然后采用粒度较细的 SiC 磨料对试样进行了抛光处理以除去表面压应力层,测定了试样的断裂强度值随除去层厚度的变化关系。为了避开机加工裂纹的影响,在抛光处理之后、测定试样的断裂强度之前,采用 20 N 荷载在试样表面压制了一个 Vickers 压痕裂纹作为试样中的最危险裂纹。图 30 给出了他们的实验结果 (图中实心符号所示)。很显然,随着除去层厚度的增大,压痕试样的断裂强度降低了。这说明机加工表面塑性区导致的压应力对裂纹扩展起到了明显的阻碍作用。对于部分试样采取了另外一种测试流程:先压制压痕而后抛光,进而测试强度。在这种情况下,所得到的结果表现为强度随除去层厚度的增大而增大 (图中空心符号所示);其间的原因在于抛光不但部分去除了表面塑性区导致的压应力,也在一定程度上减小了裂纹尺寸。

Gong 等人^[50]设计的一个实验与上述的 Cook 等人的工作有异曲同工之处。他们将 Al_2O_3 陶瓷破碎成尺寸不一的颗粒,而后用环氧树脂将这些 Al_2O_3 颗粒粘结在一块面积约为 $10\text{ mm} \times 5\text{ mm}$ 的平整的钢板上,从而形成一个“多点压头”。对多点压头施加不同的荷载使之与无压烧结 Si_3N_4 三点弯曲试样受拉面接触,使后者发生一定程度的接触损伤 (图 31),而后测试了 Si_3N_4 试样的弯曲强度,结果如图 32 所示。可以看出强度曲线明显呈现出三个特征区域:在压痕荷载较低的 I 区,多点压痕

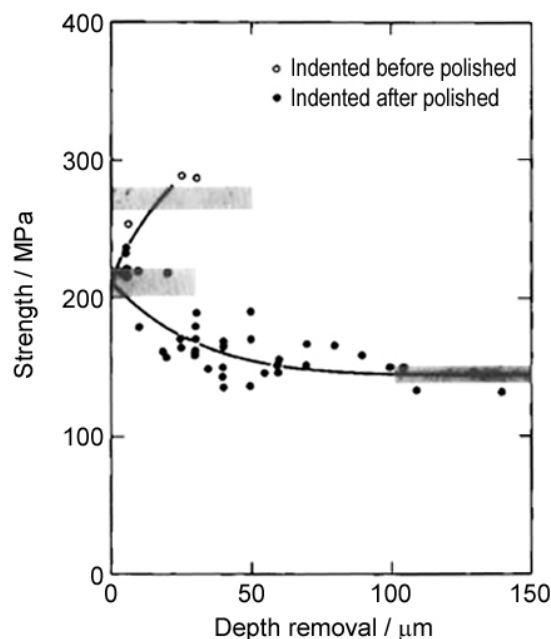


图 30 具有机加工表面的玻璃陶瓷压痕试样强度随材料表面去除厚度的关系^[49]

Figure 30 Strength variation of commercial glass-ceramic with machined surfaces containing indentation-induced cracks as function of depth of material removal^[49]

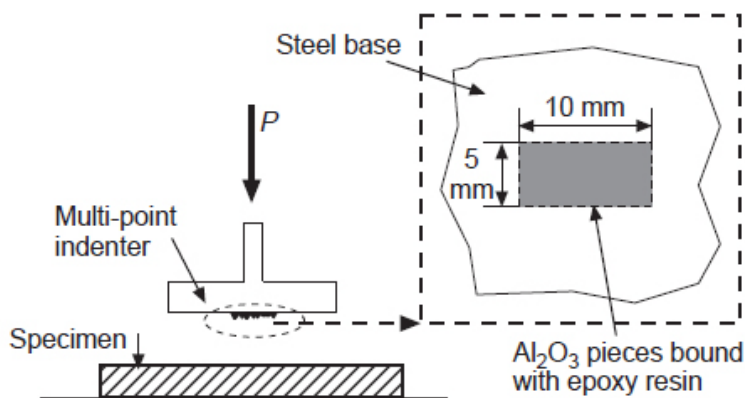


图 31 多点压头与试样接触示意图^[50]

Figure 31 Schematic of the contact between the multi-point indenter and the test specimen^[50]

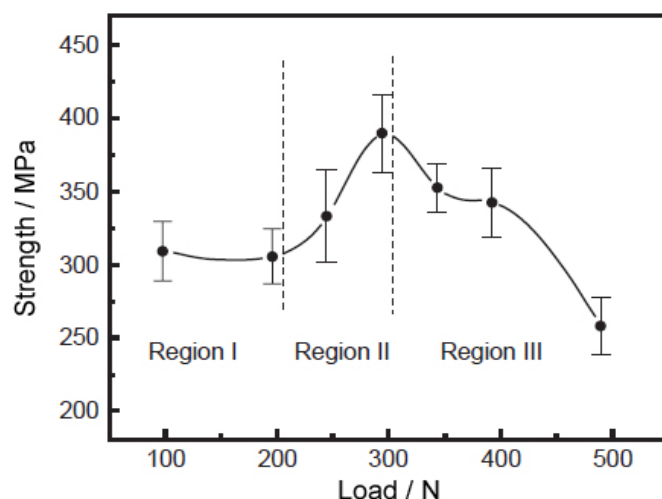


图 32 含多点压痕的 Si_3N_4 试样弯曲强度与压痕荷载之间的关系^[50]

Figure 32 Measured bending strength of multi-point indented Si_3N_4 specimen as a function of the applied indentation load^[50]

对材料强度没有明显影响, 说明这一荷载范围内材料表面的塑性变形程度和微开裂都很微弱; 在中等荷载区域 (II 区), 材料强度随压痕荷载增大而增大, 说明材料表面的塑性变形程度加剧, 残余压应力是强度提高的主要原因; 而随着荷载的进一步提高, 材料强度开始呈现逐渐降低趋势, 这一降低趋势可以归因于逐渐加剧的压痕微开裂。

再回到 Cook 等人的工作上来。包含在 Cook 等人的实验结果 (图 30) 中的另一个结论是: 机加工过程引进的残余压应力只是在材料磨削表面处很薄的一层内起作用; 在材料内部, 随着磨削表面层厚度的增大, 残余压应力将逐渐减小。Samuel 等人^[51]曾经对一系列陶瓷材料中存在的表面机加工残余应力进行过直接的测定, 测试结果不但支持了上述结论, 还进一步指出: 在离开材料磨削表面一定距离处的材料内部将由于机加工过程而引起显著的拉应力作用 (图 33)。可以预料在一定的条件

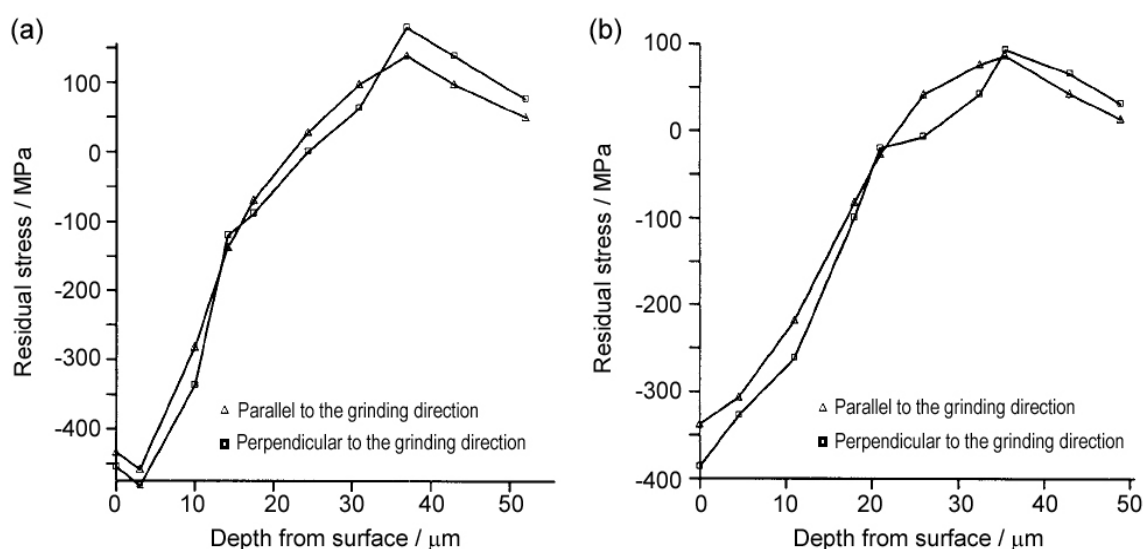


图 33 残余应力在试样机加工表面层深度方向的分布: (a) 四方氧化锆多晶体; (b) 氮化硅。

机加工参数见文献^[51]

Figure 33 Distribution of residual stress along the depth from surface of the machined sample: (a) tetragonal zirconia polycrystal; (b) silicon nitride. See Reference [51] for the details of grinding conditions

下,这种拉应力效应将引起材料在亚表面区域内发生微开裂。

机加工裂纹与材料中存在的其他类型缺陷相比更易于成为材料中的最危险裂纹。一个典型的例子是 Quinn 和 Quinn 对一种热压 Si_3N_4 材料进行的强度试验^[52]。对试样断口的观察分析发现,在所有 14 根试样中就有 8 根试样的断裂起源于表面的机加工裂纹,还有 4 根可能起源于机加工裂纹。这些机加工裂纹的深度大约在 $18\ \mu\text{m} \sim 30\ \mu\text{m}$ 之间 (图 34)。虽然绝大多数试样或者构件在机加工后一般都会进行研磨或抛光处理,但深度达到 $18\ \mu\text{m} \sim 30\ \mu\text{m}$ 的这类机加工裂纹显然很难通过研磨或抛光处理加以去除,更何况研磨或抛光处理本身还可能引进新的表面接触损伤。因而,就陶瓷材料机加工而言,机加工质量(即机加工对材料性能的影响)是一个比机加工效率更为重要的研究课题。

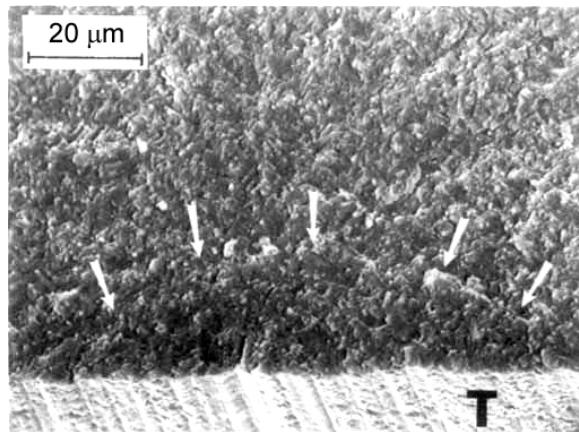


图 34 热压氮化硅弯曲试样断口上观察到的机加工裂纹^[52]

Figure 34 Machining-induced flaws in the fracture surface of a bending specimen of hot-pressed Si_3N_4 ^[52]

2.5 断裂强度的统计性质: Weibull 分布

在结束本章之前,有必要简单讨论一下断裂强度的离散性问题。作为一个实例,图 35 给出了金宗哲等人^[53]对一种 Al_2O_3 陶瓷进行三点弯曲强度试验所得到的结果,图中所示为 128 根试样测试结果的概率分布直方图。显然,这一测试结果表现出了显著的离散性。

图 35 所示的实验现象在陶瓷材料断裂强度测试结果中普遍存在。导致这一实验现象的原因可以借助于 Griffith 理论加以分析。根据 Griffith 微裂纹理论,断裂起源于材料中存在的最危险裂纹,而断裂强度则与材料中特定的受拉应力作用区域中最危险裂纹的尺寸有关 [式 (9)]。由于固有裂纹分布的随机性,不同试样中最危险裂纹的尺寸有大有小,最危险裂纹的位置也随机分布,因而材料的断裂强度也就具有了分散的统计性。

早在断裂力学进入陶瓷材料领域之前,人们就已经开始了对陶瓷材料断裂强度统计性质进行定

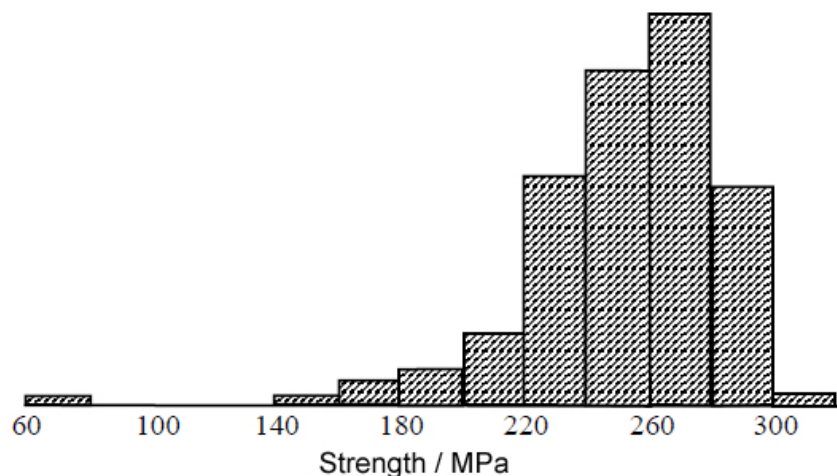


图 35 Al_2O_3 陶瓷弯曲强度概率分布直方图

Figure 35 Probability distribution histogram of the bending strength for Al_2O_3

量描述方法的探索。大量研究发现：瑞典学者 W.W. Weibull^[54]于 1951 年提出的一个统计分布函数可以很好地描述陶瓷材料断裂强度的分布规律。

2.5.1 Weibull 分布函数

Weibull 分布函数是基于最弱环概念建立起来的。在处理陶瓷材料断裂强度问题时，最弱环概念可以简单地表述为：材料内部或表面存在的各种各样的固有裂纹可以视作一个个不同性质的断裂源；材料在受到外力作用时，当其内部或表面任意一条裂纹处的应力集中程度足以导致该裂纹发生失稳扩展时，材料就将发生断裂。也就是说，材料在某一外加应力水平下发生断裂的概率将取决于各个固有裂纹所在的局部微小区域内裂纹发生失稳扩展的概率。根据上述考虑，Weibull 分布函数可以写成如下形式^[55,56]：

$$P_f = 1 - \exp \left[- \int_V \left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0} \right)^m dV \right] \quad (17)$$

式中， P_f 为材料从内部应力为 σ 的某点处发生断裂的概率； V 为试样的体积； σ_u 、 σ_0 及 m 分别为材料常数，这三个常数在统计学上分别称为 Weibull 分布的位置参数、尺度参数和形状参数。其中 m 习惯上又称为 Weibull 模数。

注意到当 $\sigma \rightarrow \sigma_u$ 时， $P_f \rightarrow 0$ ，故 σ_u 相当于材料在发生断裂的概率为零的前提下所能承受的最高应力。为简便起见，一般令 $\sigma_u = 0$ ，这样式 (17) 便可以简化为两参数形式：

$$P_f = 1 - \exp \left[- \int_V \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m dV \right] \quad (18)$$

这里需要指出的是，尽管大多数学者在研究中都习惯地假定 $\sigma_u = 0$ ，但对这一假定的合理性及可靠性并没有进行过理论或实验上的验证。另一方面，对于同一个样本，假定其服从式 (17) (三参数假定) 或假定其服从式 (18) (两参数假定)，所得到的 m 值在大多数情况下存在明显的差异^[57,58]。

对陶瓷材料断裂强度进行 Weibull 统计分析的第一步是确定式 (18) 中的分布参数 m 和 σ_0 。这在统计学上称为分布参数的估计。确定分布参数 m 和 σ_0 首先需要展开式 (18) 中的积分项。这可以通过引进试样内部出现的最大拉应力 $\sigma_{\max}$ (在绝大多数情况下应该近似等于材料的断裂强度 σ_f) 而对式 (18) 进行变换来实现：

$$P_f = 1 - \exp \left[- V_e \left(\frac{\sigma_f}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (19)$$

式中的 V_e 称为试样的有效体积：

$$V_e = \int_V \left(\frac{\sigma}{\sigma_{\max}} \right)^m dV \quad (20)$$

也就是说， V_e 相当于与承受均匀应力作用情况等效的体积。对于常规的三点弯曲及四点弯曲 ($L/l = 3$) 加载方式，可以分别导出：

$$V_{e,3\text{-pt}} = \frac{bhL}{2(m+1)^2} \quad (20a)$$

$$V_{e,4\text{-pt}} = \frac{bhL(m+3)}{6(m+1)^2} \quad (20b)$$

(式中的 L 为三点弯曲跨距或四点弯曲外跨距, l 为四点弯曲内跨距。) 对于均匀拉伸的情况, 由于试样内部的应力处处相等, 故有:

$$V_{e,\text{tension}} = V \quad (20c)$$

在 V_e 可以处理为试样常数的前提下, 可以把式 (19) 写成:

$$P_f = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma_f}{MOR_0} \right)^m \right] \quad (21)$$

式中, $MOR_0 = \sigma_0/V_e^{1/m}$ 称为试样的特征断裂模量。

这里需要强调说明一点。将式 (18) 展开成为式 (21) 的形式是在 V_e 可以处理为试样常数的前提下完成的。对于大多数试样构型来说, 这一前提条件在 $\sigma_u = 0$ 的情况下均可以得到满足。而在 $\sigma_u \neq 0$ 的情况下, 陶瓷材料断裂强度测试中常用的三点弯曲或四点弯曲试样的 V_e 不再是试样常数, 相应地, 将式 (17) 展开为一个简单的显函数形式在数学上几乎就不可能。这就是两参数形式的 Weibull 分布函数式 (21) 在陶瓷材料强度统计分析中得到广泛应用的主要原因之一。

对式 (21) 进行简单变换后可以得到:

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1 - P_f} \right) = m \ln \sigma_f - m \ln MOR_0 \quad (22)$$

该直线的斜率即为两参数 Weibull 分布的形状参数 m , 而由该直线的截距则可以方便地确定特征断裂模量 MOR_0 。

在实际应用中, 断裂概率 P_f 是无法准确确定的, 需要根据强度实验结果进行估算。一般做法是: 对所获得的 N 个强度测试值由小到大顺序排列而得到一个序列 $\sigma_1 < \sigma_2 < \cdots < \sigma_i < \cdots < \sigma_N$, 而后根据以下公式计算材料在外加应力 σ_i 作用下发生断裂的几率 P_i :

$$P_i = \frac{i - 0.5}{N} \quad (23)$$

文献中有时也采用一些其他的计算公式计算断裂几率 P_i , 这里所用的公式 (23) 是使用较多的一个且相对最为有效的一个^[59,60]。

图 36 给出了一种 Al_2O_3 陶瓷三点弯曲强度的两参数 Weibull 分布图。这是一条比较典型的 Weibull 分布曲线, 较好的线性度似乎说明各类显微结构缺陷是以基本相同的机制导致材料的破坏。然而, 在大多数情况下, 对数量较少的一些强度数据进行 Weibull 分析所得到的 $\ln \ln \left(\frac{1}{1 - P_f} \right) - \ln \sigma$ 直线线性度一般都不是十分理想。这在统计学上是可以理解的。一般说来, 对于一组 30 个强度数据而言, 相应得到的 $\ln \ln \left(\frac{1}{1 - P_f} \right) - \ln \sigma$ 直线相关系数在 0.90 以上, 我们就可以认为其线性度较为显著, 相应所得到的 Weibull 模数估计值 m 也相对较为可靠^[61,62]。

在陶瓷材料断裂强度研究中应用 Weibull 分布函数需要具备几个基本前提^[56]。首先, 材料必须具有均一性; 其次, 材料中的缺陷或裂纹的分布应该是随机的, 而且不随着时间的延续而发生变化;

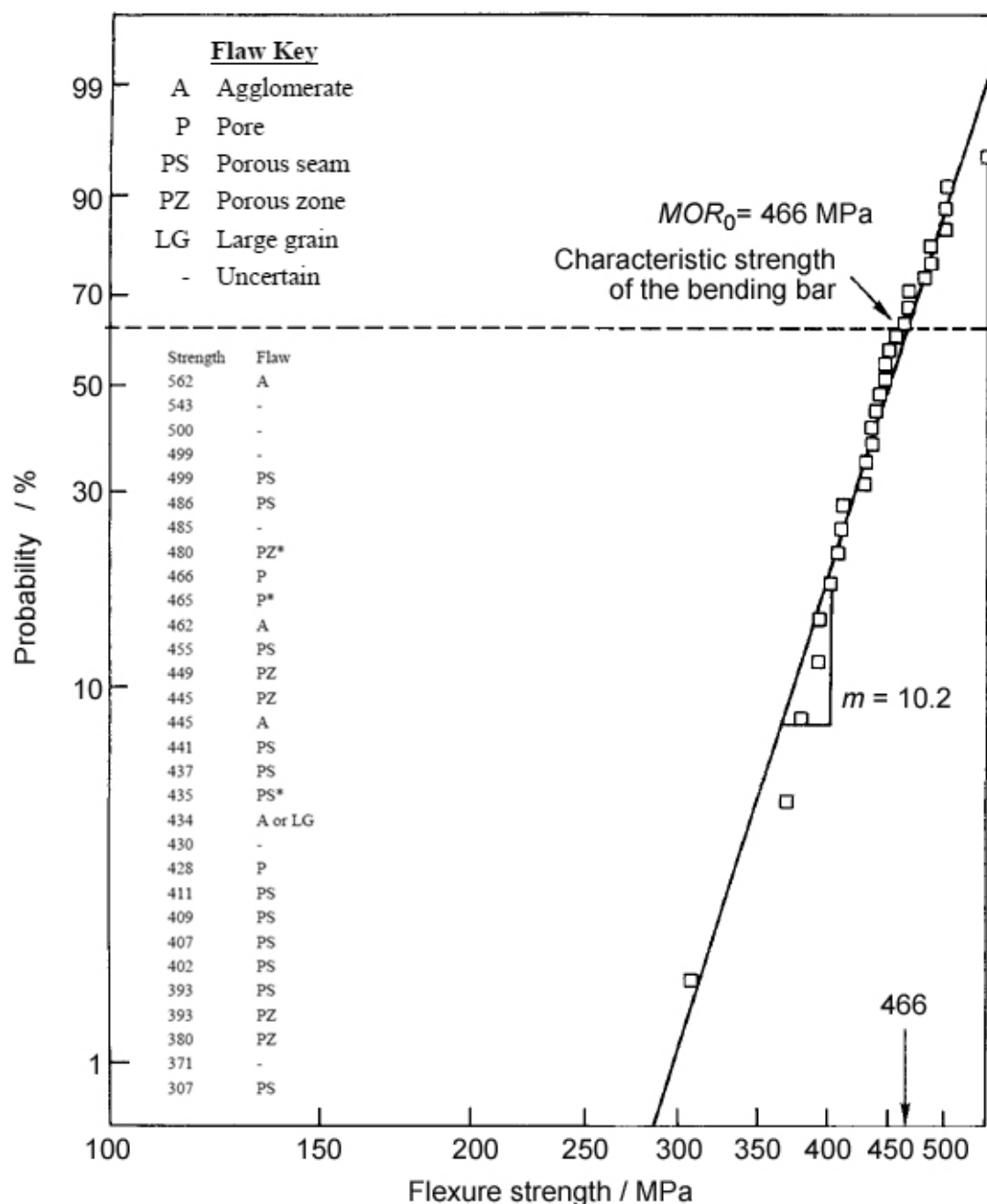


图 36 Al_2O_3 三点弯曲强度的两参数 Weibull 分布曲线。图中列出了通过光学显微镜观察确认的各试样的断裂源，其中带*号为经过扫描电镜进一步确认^[55]

Figure 36 Weibull two-parameter graph for the flexural strength of the alumina as measured in three-point bending. Fractography was by optical examination, except where * denotes SEM verification^[55]

此外，导致材料破坏的机制也应该是确定的。

2.5.2 断裂强度的统计性质

断裂强度的 Weibull 分析在很多场合都发挥出了积极作用。

前文的讨论中曾经提到了 Engel 和 Hübner 于 1978 年报道的一项工作^[34]。在这一工作中，Engel 和 Hübner 对一种 WC-Co 硬质合金材料进行了不同程度的热等静压处理，从而获得了显微结构各不相同的三种材料。图 37 给出了这三种材料的弯曲强度 Weibull 分布曲线。从图中可以看出，经热等

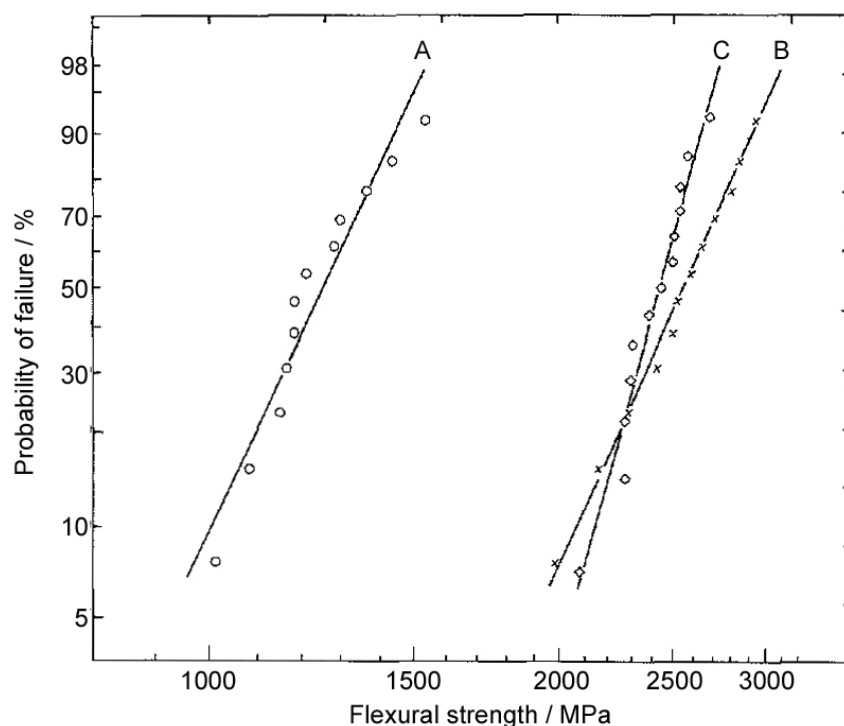


图 37 三种 WC-Co 硬质合金材料弯曲强度的 Weibull 分布曲线 (A: 烧结制品; B: 烧结制品经 1260°C、100 MPa 热等静压处理 1 h; C: 烧结制品经 1360°C、100 MPa 热等静压处理 1 h)^[34]

Figure 37 Weibull graphs of the flexural strength of three cemented carbides (Grade A: as-sintered; Grade B: isostatically densified by HIP at 1260°C and 100 MPa for 1 h; Grade C: isostatically densified by HIP at 1360°C and 100 MPa for 1 h)^[34]

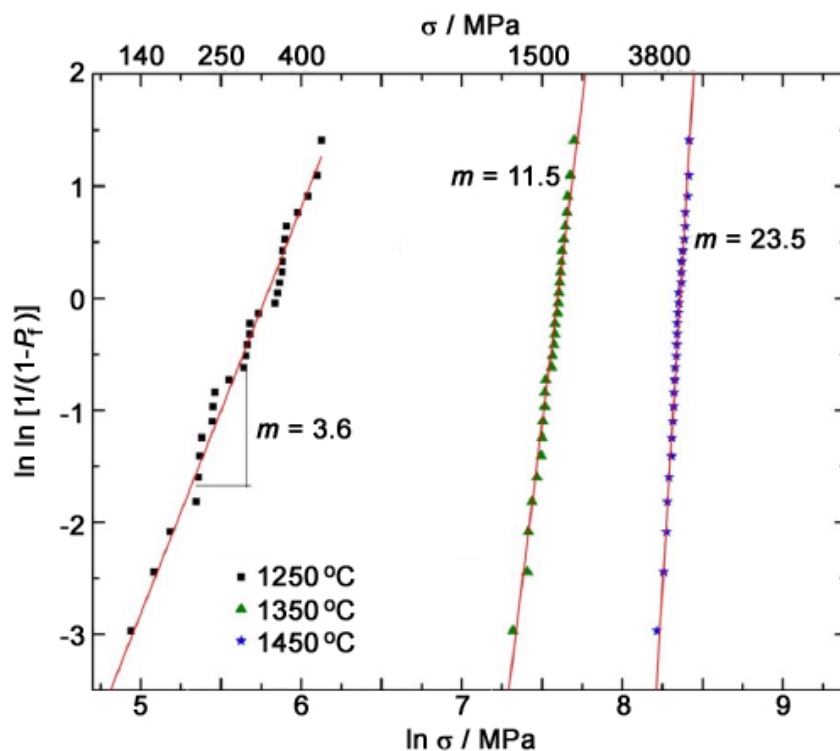


图 38 不同温度下烧结的 Y-TZP 陶瓷压缩强度 Weibull 分布曲线^[63]

Figure 38 Weibull plots for compressive strength of Y-TZP ceramics sintered at different temperatures^[63]

静压处理后,材料的断裂强度有了明显的提升;1260°C 热等静压处理后 Weibull 分布曲线的斜率 (即 Weibull 模数 m) 与热等静压处理前相比没有明显变化,说明 1260°C 热等静压处理对材料显微结构均匀性影响甚微;而 1360°C 热等静压处理后 Weibull 分布曲线的斜率明显增大,这一结果表明材料显微结构的均匀性得到了明显改善。

与 Engel-Hübner 工作相似,Chowdhury^[63]研究了烧结温度对 3% Y_2O_3 稳定的 ZrO_2 多晶陶瓷 (Y_2O_3 -Stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystalline, Y-TZP) 陶瓷断裂强度的影响,结果示于图 38:随着烧结温度的提高,材料的 Weibull 模数逐渐增大。

除了研究制备工艺之外,Weibull 分析也经常用于评价材料在服役过程中的强度变化。图 39 所示为一种热压氮化硅 (Si_3N_4) 材料在经历 1200°C 空气中氧化处理前后的室温强度及 1200°C 高温强度的分布曲线^[64]。显然,在经历了高温氧化处理之后,材料的室温强度及高温强度均有了不同程度的降低,材料的 Weibull 模数 (Weibull 分布曲线的斜率) 则有了不同程度的增大。这似乎意味着高温氧化不但改变了材料中最危险裂纹的种类,同时也调整了最危险裂纹的分布。这点可以从高温氧化过程中试样表面显微结构的变化得到初步的证实。图 40 所示为热压 Si_3N_4 在 1200°C 高温氧化过程中试样表面结构的变化情况。随着氧化时间延长,试样的表面结构发生了显著的变化。氧化 16 h 后,试样表面的机加工痕迹已经完全消除。而在氧化 2 h 时,试样表面就开始出现了板状的氧化物,这种板状氧化物的量随着氧化的延续而不断增多;氧化 100 h 后,整个试样表面已经完全被板状氧化物所覆盖。这就意味着在高温氧化前对断裂起主导作用的表面机加工缺陷在高温氧化后逐渐被去除,取而代之的是氧化导致的表面缺陷逐渐主导了材料的断裂。

类似地,Weibull 分析也可以用于讨论表面处理对材料性能的影响规律。Soares 等人^[65]研究了表面处理对齿科用长石陶瓷双轴弯曲强度的影响规律。他们采用氧化铝颗粒对一组试样进行了磨蚀 (Abrasion) 处理,采用氢氟酸对另一组试样进行了浸蚀 (Acid etch) 处理,而后分别对其中的半数试样测试了双轴弯曲强度;之后,在剩下的半数经磨蚀或浸蚀处理的试样表面涂覆了树脂基填充剂

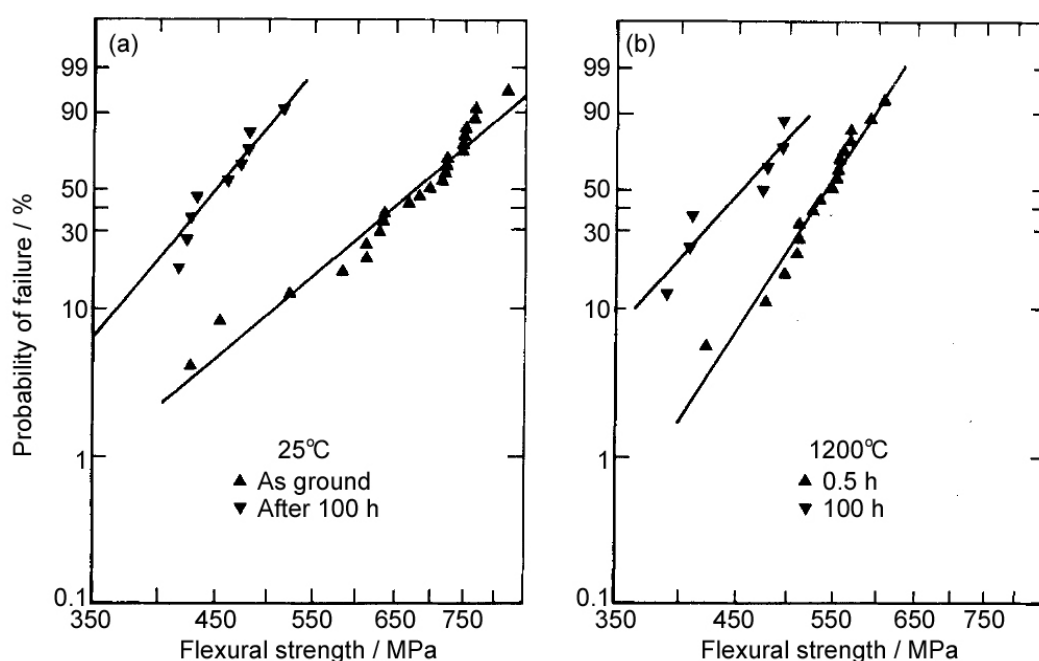


图 39 高温氧化对热压氮化硅陶瓷断裂强度的影响: (a) 室温强度; (b) 1200°C 高温强度^[64]
Figure 39 Effect of high temperature oxidation on the strength of hot-pressed silicon nitride: (a) room temperature strength; (b) strength at 1200°C^[64]

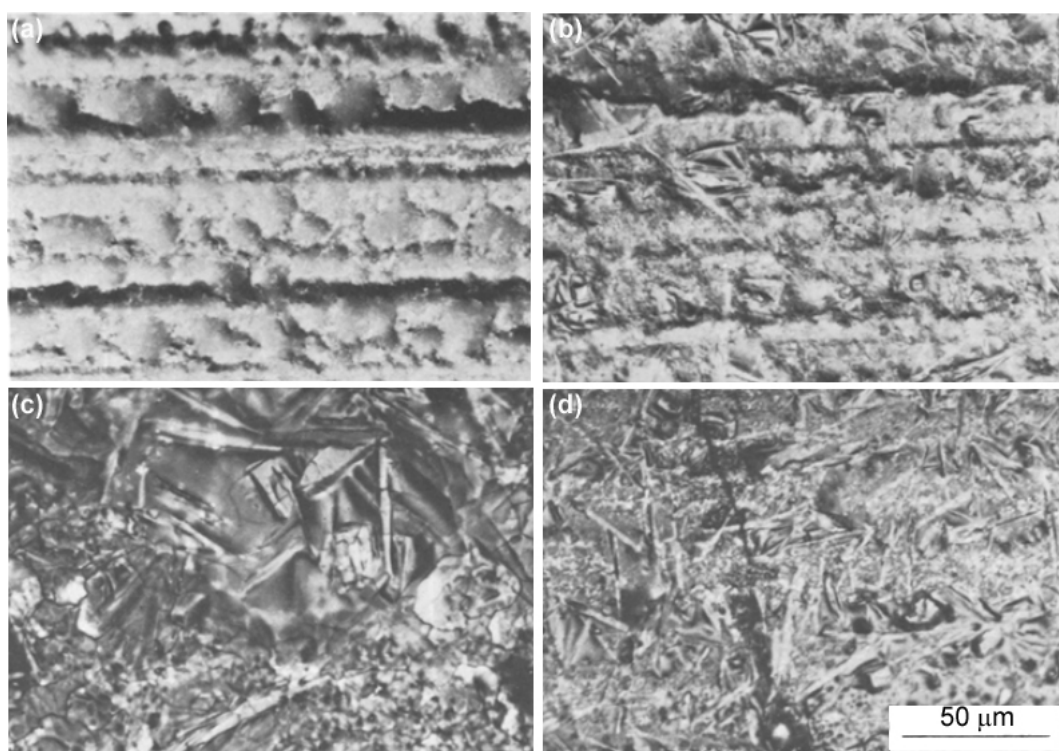


图 40 高温氧化过程中热压氮化硅陶瓷表面结构的变化^[64]

Figure 40 Effect of 1200°C oxidation on the surface structure of hot-pressed silicon nitride^[64]

(a) 0.5 h; (b) 2 h; (c) 16 h; (d) 100 h

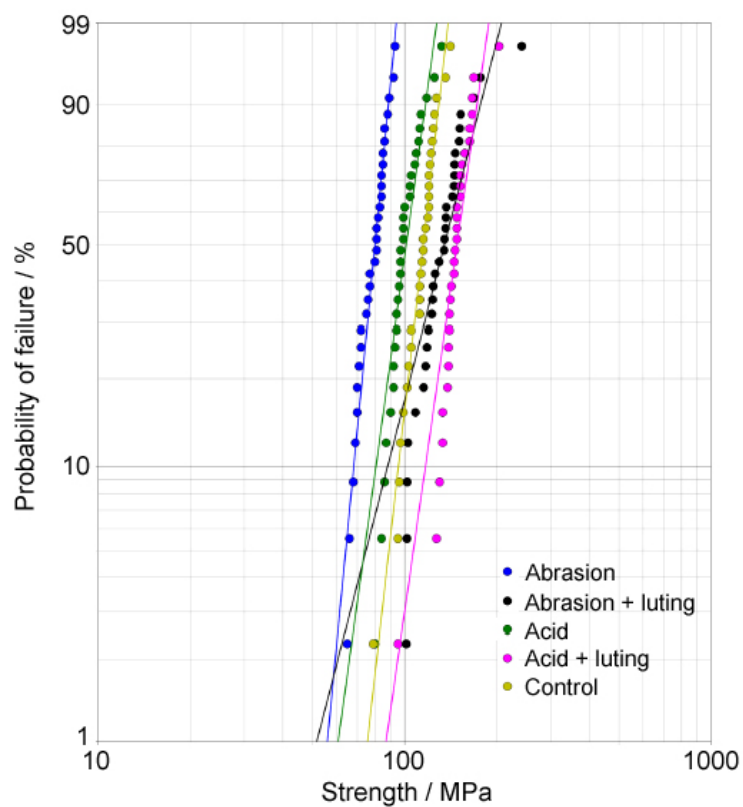


图 41 表面处理对长石陶瓷双轴弯曲强度的影响^[65]

Figure 41 Effect of surface treatment on the biaxial flexural strength of feldspar ceramic^[65]

(Luting Agent) 后再进行了双轴弯曲强度实验。图 41 给出了实验结果。与未经任何表面处理的对照组结果相比, 各种表面处理都对材料的强度分布产生了显著的影响。将这些实验结果与试样表面显微结构的观察相结合, 即可对导致强度变化的因素做出合理的解释^[65]。

前面已经指出, 固有裂纹在材料中的分布是随机的, 因而可以预料, 随着被测试样体积的增大, 试样内部含有更大裂纹的几率会相应提高。可以肯定地说, 一个实际的陶瓷部件中含有的最危险裂纹, 其尺寸必然要大于由部件上截取的一根试样中的最危险裂纹尺寸。如果试样和实际部件 (或两个不同体积的试样) 中的最危险裂纹属于同一类型, 具有相同的分布状态和相同的力学特征, 则由 Weibull 分布函数 [式 (21)] 可以得到如下关系:

$$\frac{\sigma_1}{\sigma_2} = \left(\frac{V_{e,2}}{V_{e,1}} \right)^{1/m} \quad (24)$$

式中, σ_1 和 σ_2 分别为两个不同类型试样 (或部件) 对应于相同断裂几率时的断裂应力, $V_{e,1}$ 和 $V_{e,2}$ 分别为各自的有效体积。

式 (24) 表明, 随着试样 (或部件) 体积的增大, 断裂强度实测值将降低; 也就是说, 由于固有裂纹分布的随机性, 陶瓷材料的断裂强度将表现出明显的试样尺寸效应。这一点从表 1 所列的对一种 Si_3N_4 材料进行弯曲强度测试所得到的一系列结果^[66]中得到了较好的验证: 随着试样有效体积的增大, 平均断裂强度大致呈现降低趋势。

表 1 Si_3N_4 陶瓷弯曲强度的试样尺寸效应^[66]
Table 1 Effect of specimen size on strength of silicon nitride^[66]

Sample size $b \times h$ (mm ²)	Test method	Span / mm		Number of specimens	Average strength / MPa	Effective volume V_e / mm ³
		L	l			
4 × 2	3-pt bending	10		20	638 ± 57.8	0.28
4 × 3	3-pt bending	30		20	492 ± 50.8	1.57
8 × 4	3-pt bending	20		19	461 ± 58.9	4.65
8 × 4	3-pt bending	50		20	412 ± 55.6	21.63
4 × 3	4-pt bending	30	10	19	391 ± 41.7	6.66
8 × 4	4-pt bending	30	10	20	357 ± 35.9	16.01

图 42 示出了三种不同的 Si_3N_4 陶瓷的断裂强度随试样有效体积的变化关系。其中图 42 (a) 为表 1 所列结果, 而图 42 (b) 和图 42 (c) 则取自 Matsusue 等人^[67]及 Soma 等人^[68]的工作。这些实验结果表明: 尽管材料的断裂强度随试样有效体积而变, 但不同有效体积条件下得到的 Weibull 模数基本保持不变。在对其他一些陶瓷材料的研究^[69,70]中也得到了类似的结论。

对断裂强度的试样尺寸效应进行的研究中, Bansal 等人^[71]报道的一组试验结果是令人感兴趣的。Bansal 等人对由同一种 Al_2O_3 材料在相同的机加工条件下制得的三组试样 (四点弯曲大试样、四点弯曲小试样以及三点弯曲小试样) 分别在两种不同条件 (潮湿空气中慢速加载及干燥空气中快速加载) 下进行了断裂强度测试。图 43 给出了他们的实验结果。可以看出, 在潮湿空气中慢速加载的条件下, 材料的强度随着试样有效体积的增大而平稳地降低, 但 Weibull 分布曲线的斜率 (即材料强度 Weibull 分布的形状参数 m) 并没有发生明显变化。这一结果符合式 (24) 所示规律。对试样断口进行的分析发现, 这三组实验中试样的断裂全部是由表面裂纹导致的, 试样中的最危险裂纹属于同一种类型, 具有相同的力学特征。然而, 在干燥空气中快速加载的条件下进行测试的结果却是另一种情况: 小

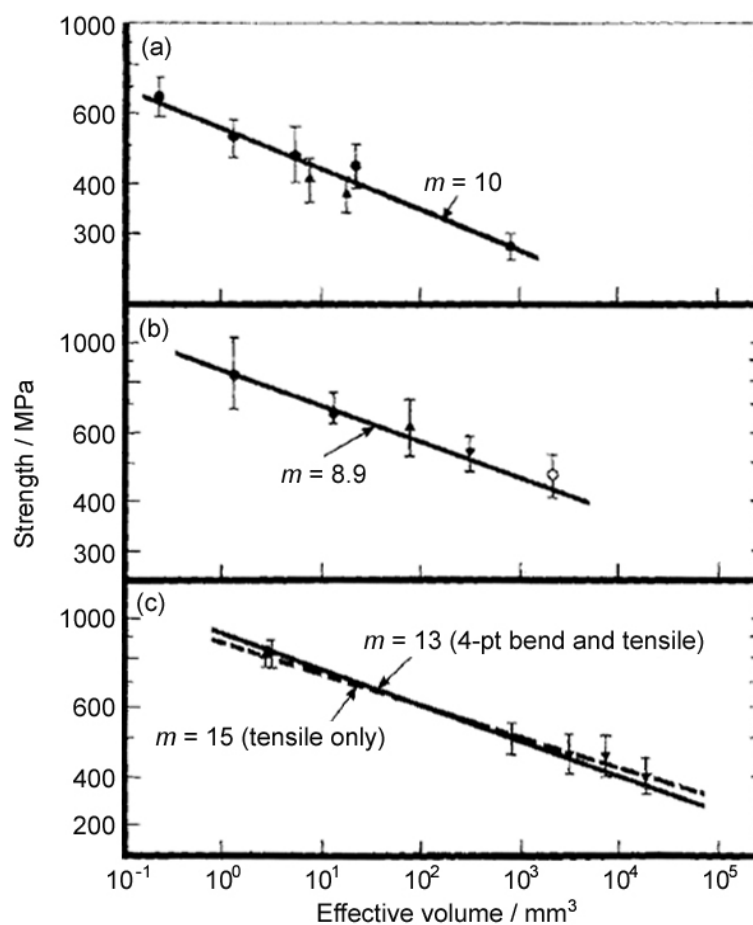
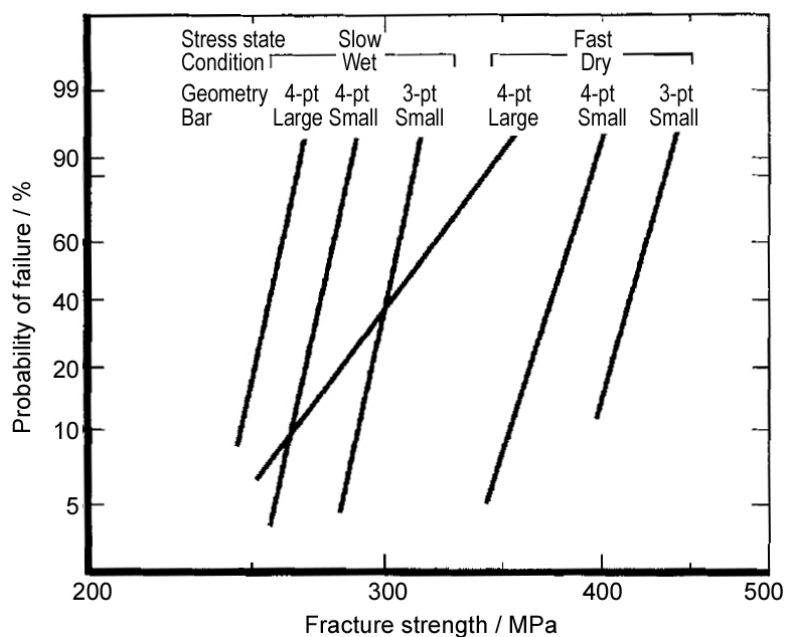
图 42 三种 Si_3N_4 陶瓷的断裂强度随有效体积的变化关系

Figure 42 Strength as a function of effective volume in three grades of silicon nitride

图 43 在不同试样尺寸、不同加载速率及不同环境条件下测得的 Al_2O_3 陶瓷断裂强度分布^[71]Figure 43 Flexure strength distributions for large and small alumina test bars tested at either a fast rate under dry conditions or a slow rate under wet conditions^[71]

试样的断裂仍然是由表面裂纹主导的, 故三点弯曲与四点弯曲得到了相近的斜率; 但试样尺寸增大后, 材料内部缺陷主导了一部分试样的断裂过程, 也就是说, 裂纹的类型及其分布状态发生了变化, 反映在测试结果上, 就是三点弯曲大试样的 Weibull 分布曲线斜率发生了显著的变化。

图 43 所示情况在工程陶瓷中是经常遇到的。试样尺寸的增大一般说来都将伴随有裂纹类型及分布状态的改变, 因而将小试样的强度统计分析结果外推到大试样、大部件的情况时需要十分谨慎。

3 断裂力学基础

本文到目前为止的所有讨论几乎都是以断裂强度为基础进行的。对于 Griffith 裂纹系统来说, 以断裂强度为基础讨论裂纹扩展是没有问题的, 因为本文第一章中就已经指出, Griffith 裂纹一个重要特征就是: 当外加应力满足式 (8) 之后, 裂纹扩展将不受限制地自发发生, 从而导致材料的断裂。但是, 以断裂强度为基础讨论裂纹扩展问题至少存在两方面的不足。首先, 断裂强度是一个宏观的物理量, 我们无法从这个宏观的物理量的变化中得知任何关于显微结构缺陷 (或固有裂纹) 扩展过程的信息。其次, 即使不同试样 (或构件) 的断裂是由不同的显微结构缺陷 (或固有裂纹) 诱发的, 在宏观上也有可能得到基本相同的断裂强度值, 这就使得我们无法直接借助于断裂强度这个物理量来实现材料制备工艺、显微结构乃至服役状态的优化。而断裂力学的出现, 则为我们研究显微结构对断裂强度影响提供了一个新的有效工具。

本章我们集中介绍相关的断裂力学理论及方法, 在后续章节中将应用这些理论和方法进一步分析脆性断裂的显微结构效应。

3.1 机械能释放率与应力场强度

虽然 Griffith 最初的论述针对的是可逆的平衡裂纹系统, 但理论上说, 能量平衡理论在所有的断裂事件中都能普遍适用: 我们只需要在裂纹系统的总能量表达式中增加一些新的能量项, 或者对原有的能量项作一些相应的修改, 就完全可以对一些复杂的断裂问题作出准确的描述。

为了方便地应用能量平衡理论研究实际的断裂问题, 以 G.R. Irwin 为首的美国海军实验室一个研究团队于上世纪 50 年代前后开展了大量工作, 并以 Griffith 能量平衡理论为基础发展出了一门以研究含裂纹体中裂纹的起源、扩展及其失稳基本规律为主要内容的专门学科 —— 断裂力学^[72]。

Irwin 和他的研究团队做出的最大贡献是提出了两个简单实用的断裂力学参数, 即机械能释放率 G ^[73] 和应力场强度 K ^[74]。这两个参数都是用于描述外力对裂纹扩展所起的推动作用, 可以称之为裂纹扩展动力。对标准断裂力学理论进行全面介绍不是本文的内容, 这里我们只简单地介绍一下这两个基本断裂力学参数。

3.1.1 机械能释放率

机械能释放率概念的提出是以 Griffith 的能量平衡关系 [式 (1)] 为基础的。将式 (1) 代入式 (3) 可以得到 Griffith 裂纹扩展判据 [(3)] 的另一种表达方式:

$$-\frac{d(U_E - W)}{dc} \geq \frac{dU_S}{dc} \quad (25)$$

前面提到, 式 (1) 中右边括号内的物理量 $(U_E - W)$ 通常称为系统的机械能。因此, 我们可以将式 (25) 左边的量定义为系统的机械能释放率, 即:

$$G = -\frac{d(U_E - W)}{dc} \quad (26)$$

相应地, 用一个临界参数 G_C 表示式 (25) 右边的量:

$$G_C = \frac{dU_S}{dc} \quad (27)$$

这样一来, Griffith 裂纹扩展判据就可以简便地写成:

$$G \geq G_C \quad (28)$$

这一看似简单的数学变换事实上为 Griffith 能量平衡理论的普遍应用奠定了基础。由式 (26) 可以看出, 机械能释放率 G 相当于外界对裂纹扩展提供的动力; 而由式 (27) 则不难发现, 临界参数 G_C 应该与外力无关, 是一个仅与裂纹系统本身 (材料) 有关的参数, 或者说是一个材料特征参数, 可以看成是裂纹系统本身所具有的抵抗裂纹扩展的能力, 即裂纹扩展阻力。在 Griffith 的理论中, 无论是确定 U_E 和 W , 还是确定 U_S , 对于很多复杂系统而言显然都会面临着不少困难。而 Irwin 等人通过详尽的力学理论分析^[73]证明了机械能释放率 G 与加载系统的具体细节无关, 这就使得我们可以借助于一些简单的裂纹系统确定任何一种指定材料的特征参数 G_C 。

需要说明的是, 上面进行的讨论所针对的是单位厚度试样中的贯穿性裂纹, 因此可以很方便地将裂纹扩展过程中的面积增量取为 $\delta c \times 1$ 。在更一般的情况下, 机械能释放率 G 应该定义为裂纹扩展过程中系统释放的机械能对开裂面积 A (而不是裂纹尺寸 c) 的导数, 即:

$$G = -\frac{d(U_E - W)}{dA} \quad (29)$$

相应地, 临界参数 G_C 应该定义为:

$$G_C = \frac{dU_S}{dA} \quad (30)$$

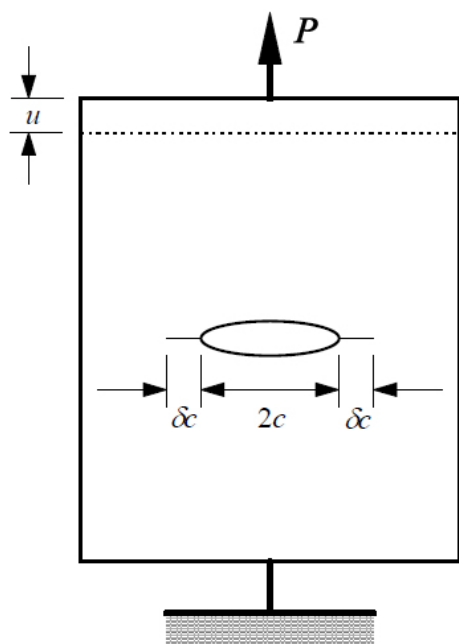


图 44 柔度标定样品

Figure 44 Sample for compliance calibration

在过去的几十年中, 各种特殊裂纹系统在各种形式外力作用下的机械能释放率 G 表达式均已建立起来^[75]。建立这些表达式所采用的基本方法是柔度标定法。

考虑如图 44 所示的一个简单的裂纹系统: 单位厚度试样中含有一条长度为 $2c$ 的贯穿裂纹, 裂纹表面不受应力作用; 试样下端被刚性固定, 而其上端则承受一个均匀拉应力作用。假想在裂纹尖端处施加了一个无功约束力作用以防止裂纹发生扩展, 则试样可以视作一条处于平衡状态的弹簧。根据虎克定律, 试样的伸长量 u 与外加荷载 P 之间存在如下关系:

$$u = \lambda P \quad (31)$$

式中的比例常数 λ 即称为试样的柔度。

根据材料力学理论, 图 44 所示系统的弹性应变能 U_E 在数值上应该等于外加荷载 P 所做的功, 即:

$$U_E = \int_0^u P(u) du = \frac{1}{2} P^2 \lambda = \frac{1}{2} \left(\frac{u^2}{\lambda} \right) \quad (32)$$

现在把“施加”在裂纹尖端处的无功约束力撤去, 允许裂纹在外力作用下发生增量为 δc 的扩展, 这时裂纹系统的机械能将发生变化。为简便起见, 这里讨论常力加载和常位移加载这两种特殊情况。

常力加载 常力加载指的是在裂纹扩展过程中外加荷载 P 始终保持不变。这时, 由式 (28) 和式 (31) 就可以很方便地确定荷载功 W 和弹性应变能 U_E 的变化情况:

$$\begin{cases} \delta W = P \delta u = P^2 \delta \lambda \\ \delta U_E = \frac{1}{2} P^2 \delta \lambda \end{cases} \quad (33)$$

而总的机械能变化量则为:

$$\delta(U_E - W)_P = -\frac{1}{2} P^2 \delta \lambda \quad (34)$$

常位移加载 常位移加载通常又称为固定边界加载, 指的是在裂纹扩展过程中加载系统本身不发生位移, 即 $\delta c = 0$ 。根据式 (31) 可以写出系统能量的变化为:

$$\begin{cases} \delta W = 0 \\ \delta U_E = \frac{1}{2} \left(\frac{u}{\lambda} \right)^2 \delta \lambda = -\frac{1}{2} P^2 \delta \lambda \end{cases} \quad (35)$$

从而得到:

$$\delta(U_E - W)_u = -\frac{1}{2} P^2 \delta \lambda \quad (36)$$

比较式 (34) 和式 (36) 可以看出, 在恒定荷载和恒定位移这两种不同的加载条件下, 裂纹扩展任一微小增量 δc 时系统所释放的机械能 $\delta(U_E - W)$ 与加载系统的具体情况无关。更严格的力学分析表明这一结论是普遍成立的。因此我们可以得到:

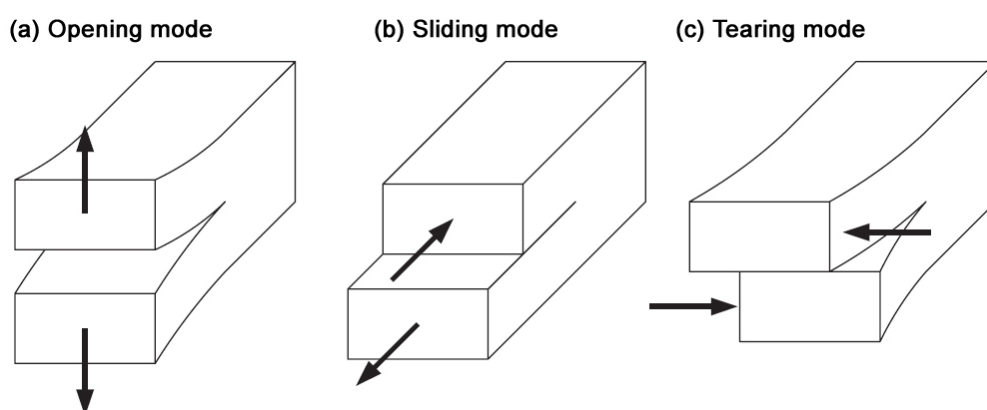


图 45 裂纹扩展的三种基本类型: (a) 张开型; (b) 滑开型; (c) 撕开型

Figure 45 Three basic modes of crack propagation: (a) opening mode; (b) sliding mode; (c) tearing mode

$$G = \begin{cases} \frac{1}{2} P^2 \left(\frac{d\lambda}{dA} \right)_P \\ \frac{1}{2} \left(\frac{u}{\lambda} \right)^2 \left(\frac{d\lambda}{dA} \right)_u \end{cases} \quad (37)$$

式 (37) 反映了机械能释放率 G 与试样柔度 λ 之间的关系, 通常称为 Irwin-Kies 公式^[73]。这一关系即为柔度标定法确定特殊裂纹系统机械能释放率 G 表达式的理论基础。

3.1.2 应力场强度

断裂力学另一个重要的、同时也是得到了更普遍应用的参数是应力场强度 K 。

在对应力场强度进行简要介绍之前, 有必要先区分一下裂纹扩展的三种基本方式。一般来说, 根据外加应力作用方式的不同, 裂纹扩展可以分为如图 45 所示三种类型^[6]:

张开型 (I 型) 在与裂纹面正交的拉应力作用下, 裂纹面沿拉应力方向产生张开位移。

滑开型 (II 型) 在平行于裂纹面与裂纹尖端线垂直的剪应力作用下, 裂纹面沿剪应力作用方向产生相对滑动。

撕开型 (III 型) 在平行于裂纹面与裂纹尖端线也平行的剪应力作用下, 裂纹面沿剪应力作用方向产生相对滑动。

三类裂纹中, I 型裂纹是工程上最为常见最为危险因而在技术上也就最为重要的一种类型。当然, 实际材料中的裂纹也可能是两种或三种基本类型裂纹的组合物, 称为复合型裂纹。如图 46 所示即为一种 I-II 复合型裂纹。图中外力沿 y 方向作用, 而裂纹则与 y 轴成一定角度 θ 。理论分析^[76]表明, 即使是这种情况下, 当 $\theta > 60^\circ$ 时裂纹尖端的应力场也仍然是以 I 型分布为主的。

应力场强度这个概念源自于 Westergaard^[77]于 20 世纪 30 年代末针对平面裂纹的应力分析而发展出的一种简便灵巧的方法。这一方法中最关键的简化是所谓的“锐缝”近似, 即假定在不受力的状态下裂纹尖端是完全锐利的, 而在承载的任何阶段裂纹表面都不受应力作用; 这样一来, 裂纹尖端附近区域的应力场解就具有十分简单的解析形式。对于如图 47 所示的长度为 $2c$ 的 I 型裂纹, 如果

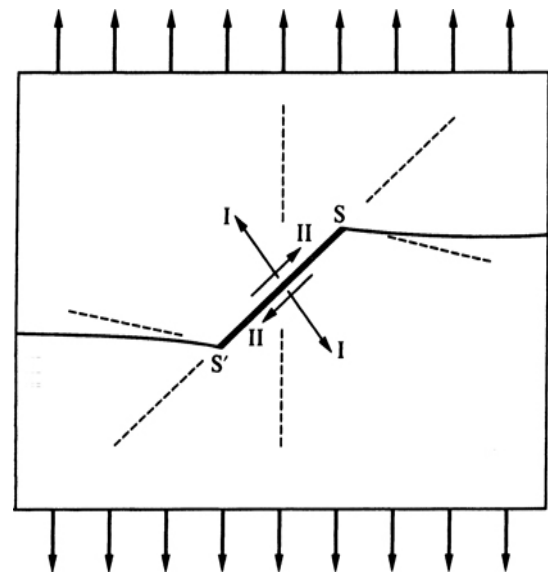


图 46 受拉应力作用薄平板中的斜裂纹
Figure 46 Inclined crack in a tensile plate

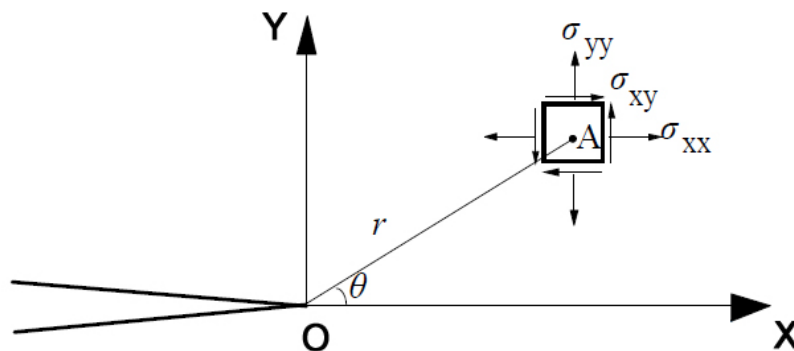


图 47 裂纹尖端应力场
Figure 47 Stress field around the crack tip

将坐标原点取在裂纹尖端 O 处, 则 Irwin 根据 Westergaard 方法导出的裂纹尖端附近区域任意一点 $A(r, \theta)$ 处的应力分量为:

$$\begin{cases} \sigma_{xx} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[1 - \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right] \\ \sigma_{yy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[1 + \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{3\theta}{2}\right)\right] \\ \sigma_{xy} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \cos\left(\frac{3\theta}{2}\right) \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \end{cases} \quad (38)$$

相应的位移分量为:

$$\begin{cases} u_x = \frac{K_I}{\mu(1+\nu')} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cos\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[(1-\nu') + (1+\nu') \sin^2\left(\frac{\theta}{2}\right)\right] \\ u_y = \frac{K_I}{\mu(1+\nu')} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin\left(\frac{\theta}{2}\right) \left[2 - (1+\nu') \cos^2\left(\frac{\theta}{2}\right)\right] \end{cases} \quad (39)$$

上面两个式子中, μ 为材料的剪切模量; K_I 称为 I 型裂纹的应力场强度; ν' 为 Poisson 比的函数: 在平面应力条件下 $\nu' = \nu$, 在平面应变条件下 $\nu' = \nu / (1 - \nu)$ 。

对于 II 型和 III 型裂纹也可以得到类似的结果, II 型裂纹和 III 型裂纹的应力场强度分别表示为 K_{II} 和 K_{III} 。因此, 对于一个特定的裂纹系统, 其裂纹尖端附近的应力场解可以写成如下的通式形式:

$$\sigma_{ij} = \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta) \quad (40)$$

式中的 i 和 j 分别代表应力张量的各个分量; $f_{ij}(\theta)$ 是极角 θ 的函数, 称为角分布函数。不难看出, 裂纹尖端附近应力场的主要特征明显是可以分离的: 应力场强度 K 仅由外加荷载及裂纹系统的几何特征决定, 它确定了局部场的强度; 而剩下的量则仅与空间坐标有关, 确定了场的分布, 而这些量又可以进一步分解为径向分量和角度分量。

从本质上说, 应力场强度 K 是一个确定裂纹尖端处应力场大小的参数, 是外加应力 σ_a 和裂纹尺寸 c 的函数, 其具体的函数形式取决于含裂纹构件的几何特征及承载方式, 而通式形式则可以表示为:

$$K = Y \sigma_a \sqrt{c} \quad (41)$$

式中的比例因子 Y 称为裂纹系统的几何形状因子。

现在我们来考虑如图 48 所示的一个具有单位厚度的 I 型裂纹系统。在裂纹延长线 (OA 轴) 上, $\theta = 0$, $r = x$ 。由式 (38) 可以得到:

$$\sigma_{yy}|_{\theta=0} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi x}} \quad (42)$$

假定在外力作用下裂纹尖端从 O 点扩展到了 A 点, $OA = \delta c$ 。此时, 假想在 OA 两点间的裂纹

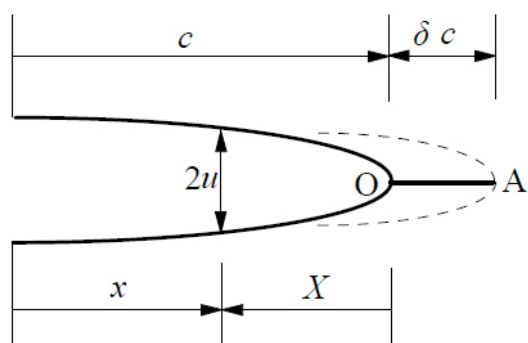


图 48 单位厚度平板中裂纹的张开与闭合
Figure 48 Opening and closure of crack increment
OA in specimen of unit thickness

面上施加了一个与 σ_{yy} 等值而反向的应力 σ'_{yy} , 使得这一段的裂纹面成为无应力的自由表面。另一方面, 由于裂纹尖端已经处于 A 点, 故在与原裂纹尖端 O 点间距离为 x 的某点处的张开位移 u'_y 可以由式 (39) 算出, 但此时裂纹长为 $c = c' + \delta c$, 相应的应力场强度用 K_I' 表示, 而 $r = \delta c - x$, $\theta = \pi$ 。将这些参数代入式 (39) 得到:

$$u'_y = \frac{2K_I}{\mu(1+\nu')} \sqrt{\frac{\delta c - x}{2\pi}} \quad (43)$$

显然, σ'_{yy} 的作用是提供了一个机械能使得 OA 段上的裂纹得以闭合。由于材料是线弹性的, σ'_{yy} 所做的功在数值上应该等于弹性应变能的改变, 即:

$$\Delta U_E = 2 \left(\frac{1}{2} \int_0^{\delta c} \sigma'_{yy} u'_y dx \right) = \int_0^{\delta c} \sigma'_{yy} u'_y dx \quad (44)$$

式中系数 2 的出现是因为裂纹两个相对表面都发生了位移的变化。

不难理解, 式 (44) 给出了裂纹闭合 δc 时所吸收的能量, 它在数值上应该等于裂纹扩展 δc 所释放的能量。根据前面的讨论, 为方便起见假定上述过程是在固定边界的条件下发生的, 由能量释放率定义式 (29) 可以得到:

$$G = - \left(\frac{dU_E}{dA} \right) = - \lim_{\delta c \rightarrow 0} \left[\frac{1}{\delta c} \int_0^{\delta c} \sigma'_{yy} u'_y dx \right] = \lim_{\delta c \rightarrow 0} \left[\frac{1}{\delta c} \int_0^{\delta c} \frac{K_I}{\sqrt{2\pi x}} \frac{2K_I'}{\mu(1+\nu')} \sqrt{\frac{\delta c - x}{2\pi}} dx \right]$$

当 $\delta c \rightarrow 0$ 时, $K_I = K_I'$, 故上式可以简化为:

$$G = \frac{2K_I^2}{\mu(1+\nu')} \lim_{\delta c \rightarrow 0} \frac{1}{2\pi\delta c} \int_0^{\delta c} \sqrt{\frac{\delta c - x}{x}} dx = \frac{2K_I^2}{\mu(1+\nu')} \lim_{\delta c \rightarrow 0} \frac{1}{2\pi\delta c} \frac{\pi\delta c}{2} = \frac{2K_I^2}{\mu(1+\nu')} = \frac{K_I^2}{E'}$$

故在平面应力条件下:

$$G = \frac{K_I^2}{E} \quad (45a)$$

而在平面应变条件下则有:

$$G = \left(\frac{1-\nu^2}{E} \right) K_I^2 \quad (45b)$$

对于 II 型裂纹和 III 型裂纹同样可以导出类似的关系。也就是说, 在线弹性条件下能量释放率 G 与应力场强度 K 是等效的。对于同时受到 I 型、II 型和 III 型荷载作用的裂纹系统, G 与 K 之间存在以下关系:

$$G = \frac{K_I^2}{E'} + \frac{K_{II}^2}{E'} + \frac{K_{III}^2}{E'} \quad (46)$$

能量释放率 G 与应力场强度 K 之间的等效性使得我们可以类似于上一小节的分析定义一个 K 的临界参数 K_C , 从而写出以应力场强度为基础的裂纹扩展判据:

$$K \geq K_C \quad (47)$$

式中的 K_C 相当于裂纹系统所能承受的应力场强度极限值: 当外力提供的应力场强度超过这一数值后,

裂纹将发生扩展。我们通常将 K_{IC} 称为裂纹系统的临界应力场强度。特别是对于 I 型裂纹，相应的临界应力场强度 K_{IC} 就是我们通常所说的断裂韧性。

3.2 断裂力学测试技术：切口试样

上文中提到，断裂力学的建立使得我们可以很方便地借助于一个特定的人工裂纹系统测定材料参数 G_C 和 K_{IC} ，从而根据式 (28) 或式 (47) 判断在指定的条件下裂纹能否发生扩展。在材料性能研究中，学者们更多关注的则是断裂韧性 K_{IC} 的测试。

随着断裂力学的发展，对金属材料断裂韧性的测试已经积累了丰富的经验。把适用于金属材料断裂韧性的测试技术原封不动地套用于陶瓷材料显然是行不通的，因为陶瓷材料的断裂韧性测试存在着一些独特性，主要包括^[78,79]：

(1) 由于陶瓷材料塑性有限，大多数陶瓷材料的 K_{IC}/σ_{ys} 是一个很小的量，所以测定断裂韧性 K_{IC} 所需要的断裂力学试样满足平面应变厚度限制条件几乎不存在什么困难。也就是说，测定陶瓷材料平面应变断裂韧性的试样可以比金属试样小得多。当然，陶瓷试样也应该具有一个合适大小的截面，以便能充分反映出材料显微结构对材料性能的影响规律。

(2) 陶瓷材料有限的塑性另一方面也使得断裂力学测试结果具有较为理想的特性，即裂纹在扩展之前几乎不会偏离线性关系，也没有突然的变化，一般可以用断裂的最大荷载代替开裂点的荷载来进行断裂韧性计算，这就可以免去在金属材料测试中常用的在裂纹根部测量张开位移的程序。

(3) 陶瓷材料的许多应用（尤其是在结构部件上的应用）都是在高温下进行的。因此，一种较为理想的断裂韧性测试技术应该在从室温到 1000℃（甚至 1400℃）这一宽阔的温度区域内均能有效地得以应用。

(4) 由于陶瓷材料中固有裂纹的尺寸较小（通常只有几十微米甚至几微米左右），加之其分布又是随机的，即使采用无损检测技术也难以准确确定材料内部最危险裂纹的位置及其尺寸，至于在测试过程中直接量测最危险裂纹的尺寸几乎就不可能。因此，通常需要在断裂力学试样表面预制出一条人工裂纹以模拟材料的固有裂纹。

在断裂力学进入到陶瓷材料领域之后不久，就陆续出现了一些用于陶瓷材料断裂韧性测试的技术。这些测试技术的一个共同点就是：在试样上切出一个机加工切口用于模拟材料中的固有裂纹。这些测试技术中所采用的试样形状及受力方式各不相同，在实际应用中也各有其优缺点。下面我们仅就其中较有代表性的几种测试技术进行讨论。

3.2.1 单边切口梁技术及切口钝化效应

最为广泛应用的一种断裂韧性测试技术就是通常所说的单边切口梁（Single-Edge Notched Beam, SENB）技术。在文献中，这一技术有时也称为直通切口梁技术。SENB 试样的几何形状如图 49 所示：弯曲试样为一具有矩形截面的长柱状；试样受拉面中部垂直于长度方向的人工裂纹通常采用机加工方法引进。由于在这一构型中存在着从拉伸到压缩的应力梯度以及边缘效应，因而相应的应力场强度没有精确的理论解，一般情况下只能通过数值方法获得其近似解。对于陶瓷材料断裂力学研究中常用的三点弯曲 SENB 试样，在试样高宽比 $W/B = 2$ 、高跨比 $W/L = 1/4$ 的条

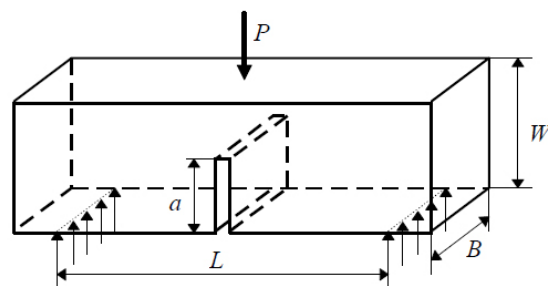


图 49 单边切口梁试样
Figure 49 Single-edge notched beam

件下, 由边界配位法得到的 K_I 近似表达式为:

$$K_I = \frac{PL}{BW^{3/2}} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (48)$$

式中, P 为试样所承受的外加荷载, L 为三点弯曲跨距, $f(a/W)$ 为试样的几何形状因子, 由下式给出:

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = 2.9\left(\frac{a}{W}\right)^{1/2} - 4.6\left(\frac{a}{W}\right)^{3/2} + 21.8\left(\frac{a}{W}\right)^{5/2} - 37.6\left(\frac{a}{W}\right)^{7/2} + 38.7\left(\frac{a}{W}\right)^{9/2} \quad (48a)$$

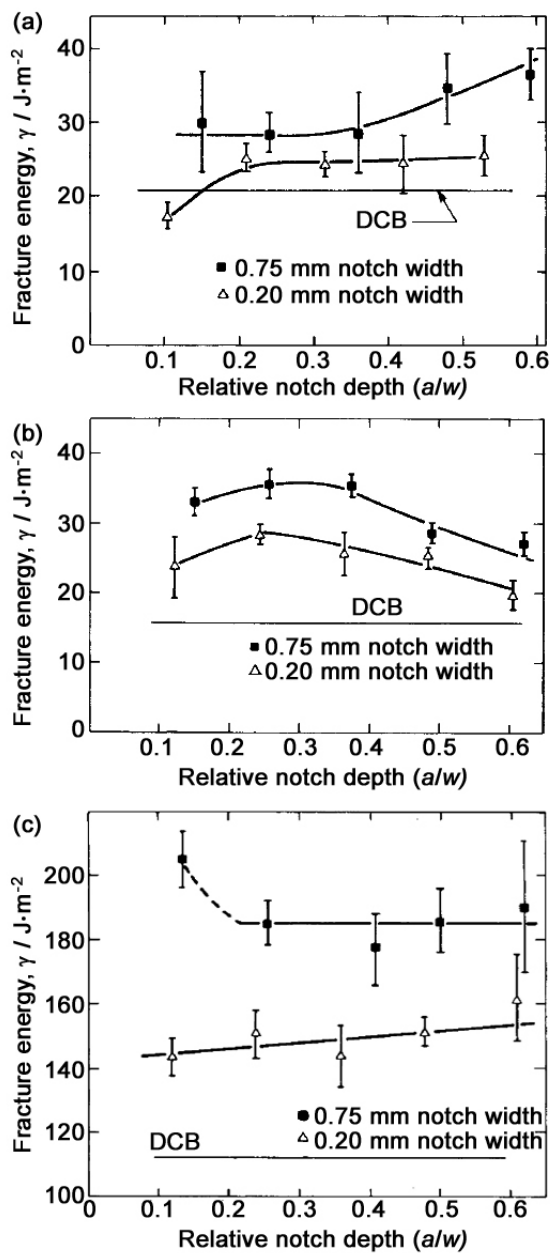


图 50 切口几何形状对断裂能测试值的影响:

(a) Al_2O_3 ; (b) SiC ; (c) 石墨^[81]

Figure 50 Effect of notch geometry on the measured fracture energy: (a) Al_2O_3 ; (b) SiC ; (c) graphite^[81]

单边切口弯曲梁法是金属材料断裂韧性测试的一种常用的标准方法, 上世纪 60 年代末 70 年代初移植到陶瓷材料领域。在采用单边切口梁法测试金属材料断裂韧性时, 几乎不同国家制定的所有标准中都明确规定^[80]: 采用机加工方法切出试样受拉面中部的切口后必须进而采用疲劳方法在机加工切口的端部引发出一条尖锐的疲劳裂纹; 而在采用式 (48) 计算 K_{IC} 时, 切口深度 a 实际上应该取切口深度与疲劳裂纹长度之和。作出这一规定的原因很简单: 式 (48) 是以线弹性力学为基础推导出来的, 在公式推导过程中一个重要的边界条件就是假设裂纹的体积为零, 即切口宽度为零。这在实际操作过程中是无法实现的; 而预制了一定长度的疲劳裂纹之后, 由于裂纹尖端离开了切口端部一定的距离, 就可以近似地满足上述边界条件。但是, 对于脆性的陶瓷材料, 采用疲劳方法预制尖锐裂纹通常是极其困难的。因而, 预制尖锐裂纹这一环节在测定陶瓷材料断裂韧性时往往就被省略了。而这一省略就不可避免地会导致测量结果产生一定的偏差。这一点早在单边切口梁法刚刚开始应用在陶瓷材料中得到应用就已经引起了学者们的普遍重视。这其中一项典型的工作是由 Simpson^[81]于 1974 年报道的。

Simpson 的工作^[81]包括实验和理论两部分。在实验部分, 他选择了三种材料为代表, 分别采用切口宽度约为 0.15 mm 和 0.50 mm 的两种单边切口梁测定了材料的断裂能 (断裂韧性), 并与下文将要提及的另一种测试技术 —— 双悬臂梁 (DCB) 法测试结果进行了对比。图 50 给出了 Simpson 工作中得到的部分实验结果。可以看出, 所有的测试结果都表明, SENB 法给出了

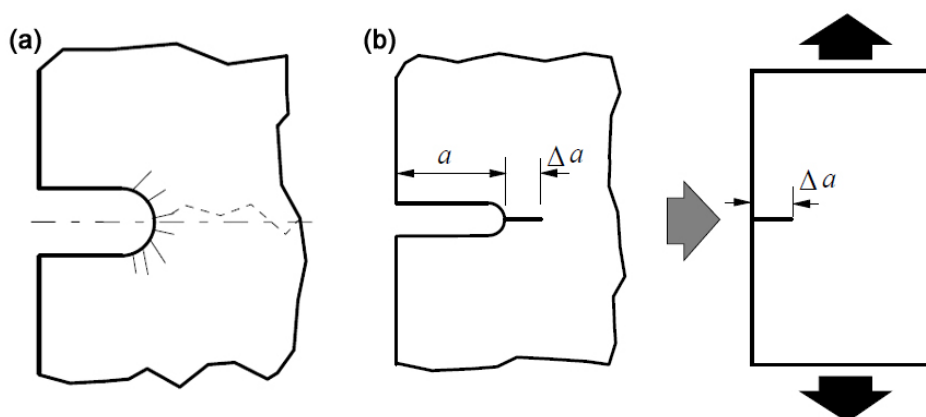


图 51 (a) 切口端部的微开裂及 (b) 断裂力学处理

Figure 51 (a) Microcracking at the notch root and (b) fracture mechanics consideration

一个相对偏高的 K_{IC} 值, 而且随着切口宽度的增大, SENB 法与 DCB 法测试结果之间的偏差增大。也就是说, SENB 法的测试精度明显受到了切口宽度的影响。这种 K_{IC} 实测值随切口宽度增大而增大的效应通常称为“切口钝化效应”。

接下来, Simpson 便试图从理论上对切口钝化效应作出合理的解释。他首先指出, 由于脆性的缘故, 当采用机加工方法在试样表面切出切口时, 切口端部处一般将产生局部微开裂, 形成一些呈放射状分布的微裂纹, 如图 51 (a) 所示。这些微裂纹的平均尺寸 Δa 约为材料平均晶粒尺寸的 1~2 倍。由式 (48) 计算 K_{IC} 时我们并没有考虑这些微裂纹的影响。事实上, 由于无法准确地测定这些微裂纹的尺寸, 我们也就无法对它们的影响作出定量的描述。但有一点是明显的, 由于微裂纹的存在, 实际裂纹尺寸将略大于切口深度, 而裂纹尖端的应力场也将会有所改变。

Simpson 在对具有相似几何特征几类特殊裂纹进行了对比之后发现: 对于如图 51 (b) 左侧所示的承受外加应力 σ_a 作用的单边切口梁试样, 如果其切口端部的微裂纹长度 Δa 远远小于切口端部曲率半径 ρ , 则可以近似简化为一个具有单边尖锐裂纹 (零体积裂纹) 的试样, 如图 51 (b) 右侧所示。后者中的尖锐裂纹长度为 Δa , 承受的外加应力为 $K_\sigma \sigma_a$ 。其中 K_σ 为切口梁试样切口端部处的应力集中因子, 与切口端部曲率半径 ρ 的倒数平方根成正比:

$$K_\sigma \propto \sqrt{\frac{1}{\rho}} \quad (49)$$

根据这一结论, 关振铎等人^[82]导出了如图 51 (b) 左侧所示的单边切口梁试样断裂韧性计算式:

$$K_{IC} = 1.12 K_\sigma \sigma_f \sqrt{\pi \Delta a} \quad (50)$$

式中, σ_f 为单边切口梁的断裂强度。

不难理解, 式 (50) 将给出一个“真实”的断裂韧性值。把由式 (50) 决定的 K_{IC} 值记为 K_{IC}^I ; 相应地把直接由式 (48) 计算得到的 K_{IC} 值称为表观断裂韧性, 记之为 K_{IC}^0 , 则由式 (48) 和式 (50) 可得:

$$\frac{K_{IC}^0}{K_{IC}^I} = 0.3356 \left[\frac{(W-a)^2}{W^{3/2}} \right] \frac{f(a/w)}{K_\sigma} \sqrt{\frac{1}{\Delta a}} \propto \sqrt{\frac{\rho}{\Delta a}} \quad (51)$$

由式 (51) 作出 $K_{IC}^0/K_{IC}^I \sim \Delta a/\rho$ 关系曲线如图 52 所示。可以看出: 在 Δa 保持不变 (即对于同一种

材料或平均晶粒尺寸相同的不同材料) 的前提下, 切口端部曲率半径 ρ 越大 (即切口越宽), 表观断裂韧性 K_{IC}^0 就越大。这与 Simpson 的实验结果^[81]是吻合的。这就从理论上对切口钝化效应作出了满意的解释。

最近, Yang 等人^[83]也对切口钝化效应进行了类似的分析, 给出了以下的近似关系式:

$$\frac{K_{IC}^0}{K_{IC}^I} = \sqrt{1 + \frac{\rho/d}{4 \times 1.12^{2\pi}}} \quad (52)$$

式中的 d 为材料的平均晶粒尺寸。

图 53 给出了采用单边切口梁技术测得的一些陶瓷材料断裂韧性随切口端部曲率半径的变化关系^[84-86], 图中的纵坐标与图 52 相同, 横坐标则为切口端部曲率半径 ρ 与材料平均晶粒尺寸 d 之比 (其倒数等效于图 52 横坐标)。显然, 这些实验数据的变化趋势与图 52 所示的理论分析结果是相似的。图 53 中的曲线即为式 (53) 的预测结果。

值得注意的是, 在 $\Delta a/\rho < 0.5$ 时, K_{IC}^0 总是高于 K_{IC}^I ; 也就是说, 由于存在切口钝化效应, 由 SENB 法测得的陶瓷材料断裂韧性值总是偏高。而且由图 52 可以看出, 在切口端部曲率半径 ρ 保持不变的前提下, Δa 越小, K_{IC}^0 与 K_{IC}^I 之间的偏差就越大。由于 Δa 与材料平均晶粒尺寸密切相关, 这一结论实际上等于指出: 单边切口梁的切口钝化效应在细晶材料中表现得更为显著。因而, SENB 法用于对不同材料的断裂韧性进行对比分析时, 材料在平均晶粒尺寸方面存在的差异可能将使得评

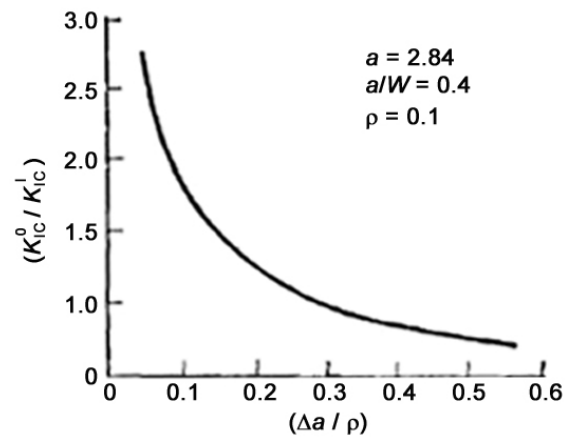


图 52 式(51) 预测的 K_{IC} 随切口端部曲率半径变化关系^[82]

Figure 52 Predicted relation between K_{IC} measured with SENB and the radius of curvature of the notch root^[82]

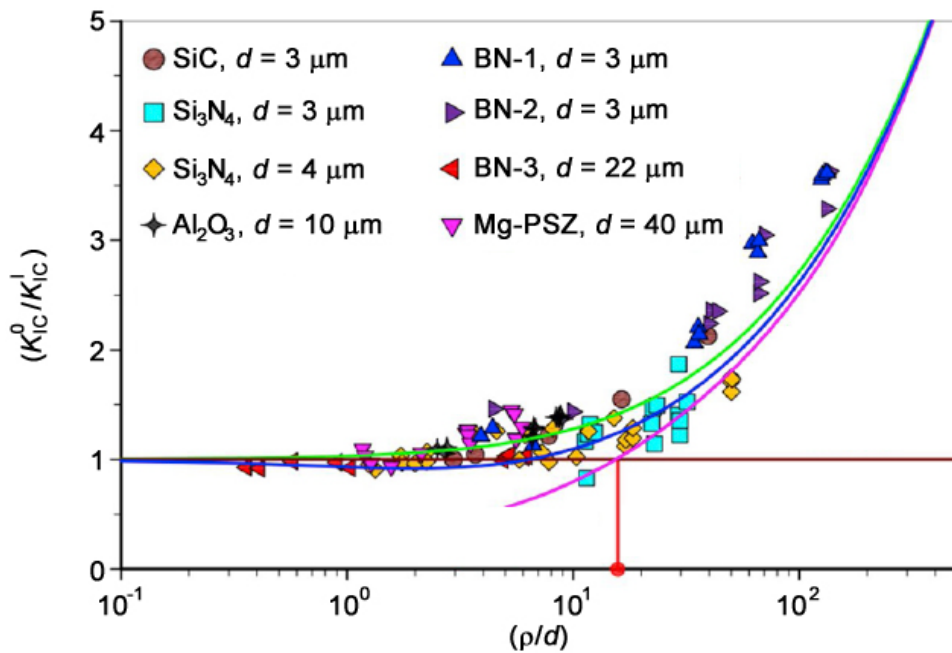


图 53 一些陶瓷材料 SENB 法 K_{IC} 测试结果随切口端部曲率半径的变化关系^[83]

Figure 53 Variation of K_{IC} values measured with SENB with the radius of curvature of the notch root for some ceramic materials^[83]

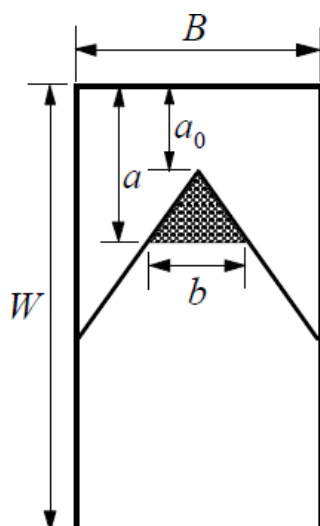


图 54 试样断面上的 V 形切口示意图
Figure 54 Schematic of the V-shaped notch on the fracture surface

价结果的可靠性受到一定程度影响。考虑到切口宽度和平均晶粒尺寸是评价切口钝化效应的两个主要参数, 建议在报道 SENB 法测试结果时应尽可能给出这两个参数的数值, 以便于对测试结果进行可靠性分析。

由于减小晶粒尺寸有利于提高陶瓷材料的断裂强度, 细晶陶瓷一直是高性能陶瓷发展方向之一, 因而克服切口钝化效应的根本途径就是尽可能地降低切口端部的曲率半径 ρ , 即减小切口宽度。这就需要从根本上改变单边切口梁的切口加工方法。传统的机加工方法在减小切口宽度方面有一定的局限性。例如对于晶粒尺寸 $d \approx 2.5 \mu\text{m}$ 的材料, 假定切口端部微裂纹平均尺寸 $\Delta a \approx d \approx 2.5 \mu\text{m}$, 则为了满足 $\Delta a/\rho < 0.5$ 以避免切口钝化效应, 切口端部的曲率半径 ρ 应不大于 $10 \mu\text{m}$; 相应地, 切口宽度就应该在 $20 \mu\text{m}$ 以内。

为此, 一些学者纷纷另辟新径, 为寻找新的人工裂纹预制技术进行了一些有益的探索, 并取得了一些有意义的成果^[87-91]。篇幅所限, 这里不展开讨论。

3.2.2 V 形切口试样

所谓 V 形切口, 指的是一种形状呈“V”字形的机加工切口。图 54 示出了试样断面上的 V 形切口形状。目前, V 形切口试样已经被广泛应用于陶瓷材料的断裂力学测试^[92]。

最早得到使用的 V 形切口试样是一种具有圆形截面的短棒试样, 如图 55 (a) 所示。这类试样在文献中通常简记为 SR (Short Bar) 试样, 是由 Barker^[93]提出的。此后又逐渐发展出了一些其他形状的 V 形切口试样, 如具有方形 (或矩形) 截面的短棒试样^[94,95] [图 55 (b)]、三点弯曲或四点弯曲梁^[96,97] [图 55 (c)] 等。其中圆形短棒和方形短棒在受力方式上是一样的, 均为在试样含切口一侧端部承受拉伸荷载作用。

图 56 所示为对热压 Si_3N_4 材料的 V 形切口方形短棒试样进行加载直至其断裂的过程中测得的荷载-位移曲线^[98]。可以看出: 含有 V 形切口的试样在加载初期, 材料整体处于弹性形变阶段; 之后 V 形切口尖端处由于局部的高度应力集中会发生早期的塑性屈服, 荷载-位移曲线斜率开始逐渐减小; 在某一极限应力下, 切口尖端处会突然产生开裂以释放能量。在试样出现裂纹之后, 由于总的形变量突然增大 (柔度增大), 加在试样上的荷载会马上降低, 从而减小了 V 形切口尖端处应力场强度,

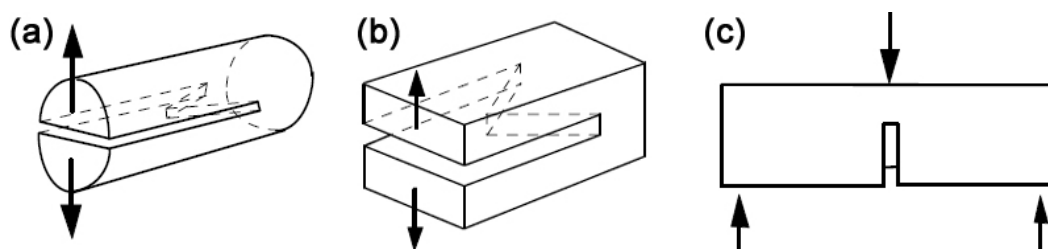
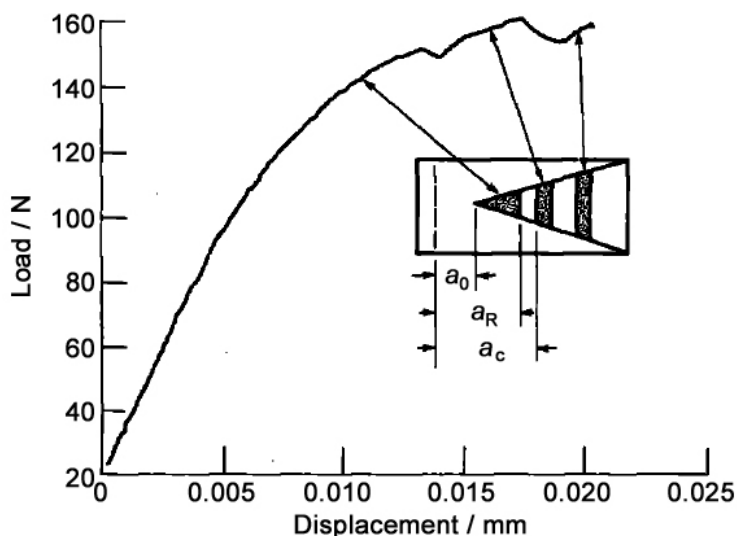


图 55 三类典型的 V 形切口试样
Figure 55 Schematics of three types of V- notched samples

图 56 V 形切口矩形短棒试样的荷载-位移曲线^[98]Figure 56 Load-displacement curve measured with a V-notched bar specimen^[98]

裂纹也就随之而止裂；进一步加大荷载又导致裂纹进一步扩展。因而整个加载过程中，裂纹一旦在 V 形切口尖端处形成后便进入到了一个稳态扩展阶段，一条尖锐裂纹逐渐形成；同时，裂纹宽度随之也逐渐增大，使得裂纹前缘逐渐由平面应力状态过渡到平面应变状态。当裂纹长度达到一个特定的临界值 a_c 时，裂纹的扩展由稳态过渡到失稳，从而导致试样断裂。将裂纹失稳时所对应的外加荷载（即最大荷载） P_C 代入相应的 K_I 表达式即可获得平面应变断裂韧性 K_{IC} 值。这就是 V 形切口试样法测定陶瓷材料断裂韧性的基本原理。

由此可以看出，V 形切口试样用于断裂力学测试的一个优点是：在试样断裂之前，V 形切口尖端处由于高度应力集中而产生的裂纹会发生一定程度的扩展而不导致试样的断裂。这种不直接导致试样破坏的裂纹扩展成为裂纹的稳态扩展。下文中我们将对裂纹稳态扩展行为进行更进一步的分析，这里我们需要强调的是：这一稳态扩展过程在某种程度上相当于在切口端部引进了一条尖锐、狭窄的裂纹。借助于式 (51) 及图 52 不难理解，这条尺寸 Δa 远远大于材料的晶粒尺寸（甚至能够达到毫米级）的尖锐裂纹的出现无疑将在很大程度上消除单边切口梁试样中出现的“切口钝化”效应。因此可以预期，借助于 V 形试样可以测得较为准确的断裂韧性值。

V 形切口试样的 K_I 表达式一般通过柔度标定实验确定^[99]。对于不同尺寸的试样， K_I 表达式有所不同。柔度标定法确定 V 形切口试样 K_I 表达式的理论基础是 Irwin-Kies 公式 [式 (37)]。对于 V 形切口试样，Irwin-Kies 公式可以写成：

$$G = \frac{P^2}{2} \left(\frac{d\lambda}{dA} \right) = \frac{P^2}{2b} \left(\frac{d\lambda}{da} \right) \quad (53)$$

式中的 λ 为试样的柔度，随裂纹尺寸而变； A 为试样的实际开裂面积：

$$A = \frac{b}{2}(a - a_0) \quad (54)$$

其中， b 为裂纹前缘宽度， a 为最大拉应力作用面到实际裂纹前缘的距离， a_0 则为最大拉应力作用面到 V 形切口尖端处的距离（参见图 54）。

令 V 形切口夹角为 θ ，则由简单的几何关系不难得到：

$$b = 2(a - a_0) \tan\left(\frac{\theta}{2}\right) \quad (55)$$

代入式 (53) 即可获得一个只包含裂纹尺寸 a 一个变量在内的 G 表达式, 这个表达式的具体形式可以通过专门设计的柔度标定实验确定。

根据断裂力学理论, 当 $G \geq G_C$ 时裂纹将发生扩展。在理想情况下, 由于承载前的 V 形切口已经具有了一个尖锐的尖端, $b \rightarrow 0$, 故试样一承载即有 $G \rightarrow \infty$, 从而引起 V 形切口尖端处开裂 (为了避免开裂时能量释放过度集中, 通常需要在 V 形切口尖端处开一小口使 b 值增大); 此后裂纹扩展的稳定性就取决于 dG/dA 与 dG_C/dA 的相对大小了。对于各向同性均质材料, $dG_C/dA = 0$, 故 V 形切口试样的断裂条件为:

$$\frac{dG}{dA} = \frac{1}{b} \left[\left(\frac{d\lambda}{da} \right) \frac{d}{da} \left(\frac{P^2}{2b} \right) + \frac{P^2}{2b} \left(\frac{d^2\lambda}{da^2} \right) \right] \geq 0 \quad (56)$$

上式等号成立时为临界状态, 即:

$$\left(\frac{d\lambda}{da} \right) \frac{d(1/2b)}{da} = - \frac{1}{2b} \left(\frac{d^2\lambda}{da^2} \right) \quad (57)$$

应用式 (55) 并令在临界状态下 $a = a_c$, 上式可进一步简化为:

$$\left(\frac{d\lambda}{da} \right)_{a=a_c} = (a_c - a_0) \left(\frac{d^2\lambda}{da^2} \right)_{a=a_c} \quad (58)$$

这就是采用柔度标定法确定 V 形切口试样断裂韧性计算式的基础, 是由 Barker^[93]首先导出的。该式说明, 对于一种几何形状确定的 V 形切口试样, 其裂纹尺寸的临界值 a_c 可以由初始值 a_0 决定。实际上, 迄今为止出现的所有有关的柔度标定实验报道都表明, V 形切口试样的 a_c 值由 a_0 唯一决定, 也就是说, 试样形状一经确定, a_c 值就已经确定了。

将式 (55) 和 (58) 代入式 (53) 得到:

$$G_C = \frac{P_C^2}{2b_c} \left(\frac{d\lambda}{da} \right)_{a=a_c} = \frac{P_C^2}{4 \tan\left(\frac{\theta}{2}\right)} \left(\frac{d^2\lambda}{da^2} \right)_{a=a_c} \quad (59)$$

则可以看出, 最终获得的 G_C 表达式中将不出现临界裂纹尺寸 a_c 。这是 V 形切口试样测定断裂韧性的优点之一。

3.2.3 其他形状切口试样

除了上述两种试样构型之外, 在陶瓷材料断裂韧性测试中还经常采用一些其他形状的切口试样, 分别介绍如下。

双扭试样 双扭 (Double Torsion, DT) 试样是 Outwater 等人^[100,101]首先设计的, 1973 年 Williams 和 Evans^[102]对这一技术进行了进一步的断裂力学分析, 从而使得这一试样构型开始在陶瓷材料断裂力学参数测试中得到应用。

典型的双扭试样的几何形状及受力方式如图 57 所示: 试样为一薄平板, 截面为长方形, 板的厚度远小于板的宽度。试样一侧采用机加工方法预制出一条长约 0.5 mm 的人工裂纹; 四点弯曲荷载施

加在试样含裂纹一侧的端点处。为保证试样在承载过程中裂纹的扩展基本与试样的长度方向平行, 通常需要在试样的下表面宽度跨中处沿切口方向开出一条贯穿整个长度方向的窄小的裂纹扩展导向槽, 槽深一般约为板厚的 $1/3 \sim 1/2$ 。双扭试样的尺寸一般为 2 mm 厚 $\times 24 \text{ mm}$ 宽 $\times (30 \text{ mm} \sim 40 \text{ mm})$ 长。

双扭试样可以近似处理为由两块左右对称、在端点处承受点力作用的弹性扭转板组成。在扭矩 $T = (P/2) \times W_m$ 作用下, 板的扭转应变 ε 为:

$$\varepsilon \approx \frac{y}{W_m} \approx \frac{6Ta}{Wb^3\mu} \quad (60)$$

式中, a 为扭转板的长度 (即双扭试样中的裂纹

长度), y 为扭转板承载点处的位移, μ 为材料的剪切模量, W 、 W_m 及 b 为试样的几何尺寸, 如图 57 所示。

由式 (60) 可以直接得到双扭试样的柔度 λ 与裂纹尺寸 a 之间关系表达式:

$$\lambda = \frac{y}{P} \approx \frac{3W_m^2 a}{Wb^3\mu} \quad (61)$$

利用 Irwin-Kies 公式 [式 (37)], 并考虑到双扭试样中实际开裂面积 $A = ab_n$ (b_n 为裂纹所在平面的厚度), 得到:

$$G = \frac{P^2}{2b_n} \left(\frac{d\lambda}{da} \right) = \frac{3P^2 W_m^2}{2Wb^3 b_n \mu} \quad (62)$$

再由式 (45) 及 $E/\mu = 2(1 + \nu)$, 便可以得到双扭试样的 K_I 表达式:

$$K_I = PW_m \left[\frac{3(1 + \nu)}{Wb^3 b_n} \right]^{1/2} \quad (63)$$

由式 (63) 可以看出, 双扭试样的一个突出的优点是: 试样的应力场强度 K_I 与裂纹尺寸无关。

需要说明的是, 上述对双扭试样进行的力学分析中包含了一些假设的前提条件 (如将双扭试样近似处理为由两块左右对称、在端点处承受点力作用的弹性扭转板), 同时也忽略了试样尺寸、切口形状等对力学响应的影响, 因此测试结果可能会存在一定程度的误差。对双扭试样优缺点的详尽分析以及应用中需要注意的问题, 可以参考 Tait 等人^[103]于 1987 年以及 Shyam 和 Lara-Curzio^[104]于 2006 年先后发表的综述。

双悬臂梁试样 常规双悬臂梁 (Double Cantilever Beam, DCB) 试样如图 58 (a) 所示: 薄板试样一端沿试样长度方向切出一机加工切口, 拉伸荷载施加在试样含切口一侧。DCB 法由 Gilman^[105]首先使用以测量各种晶体材料的断裂表面能。Gilman 在他的研究中使用的断裂表面能计算式是一个近似解, 这个近似解的推导过程中假定了试样的弹性应变能是由梁的弯曲单独引起的。研究表明: 这个假定在裂纹尺寸远大于试样厚度的情况下具有足够的精度。Wiederhorn 等人^[106]对双悬臂梁构型进

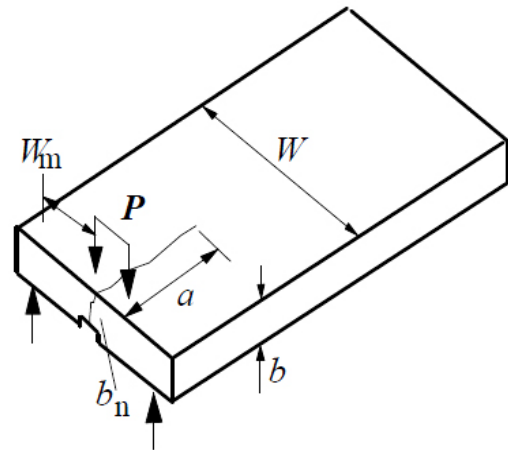


图 57 双扭试样
Figure 57 Double torsion sample

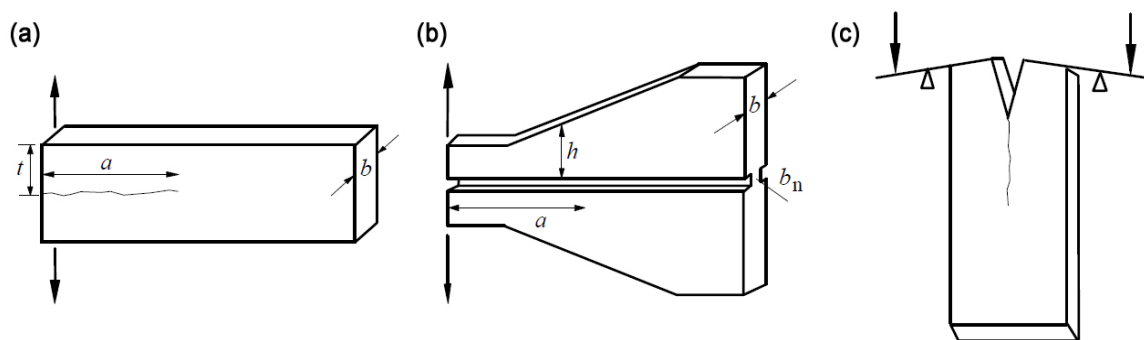


图 58 双悬臂梁试样

Figure 58 Double cantilever beam sample

行的更完整的分析指出：梁中的剪应力和裂纹尖端附近区域的应力场也对弹性应变能有一定程度的影响。

适用于 DCB 试样的较为精确的应力场强度 K_I 表达式为：

$$K_I = \frac{Pa}{bt^{3/2}} \left[3.467 + 2.315 \left(\frac{t}{a} \right) \right] \quad (64)$$

式中， P 为外加荷载， a 、 t 、 b 的定义如图 58 (a) 所示。

由式 (64) 可以看出，双悬臂梁试样的应力场强度与裂纹尺寸有关，这就使得在使用式 (64) 计算 K_I 时需对裂纹尺寸进行精确量测。为避开裂纹尺寸的量测问题，学者们先后提出了两种改进型的双悬臂梁试样构型。

图 58 (b) 所示为一种端部逐渐变细的双悬臂梁试样，是由 Mostovoy 等人^[107]提出的。注意在这一构型中，为了保证裂纹的扩展基本上平行于试样的长度方向，试样的上下表面中部沿长度方向均开出了一道裂纹扩展导向槽。这一构型的应力场强度表达式为：

$$K_I = \frac{2P\sqrt{1/h + 2a^2/h^3}}{\sqrt{bb_n}} \quad (65)$$

由于如图 58 (b) 所示的特殊试样形状保证了 $(1/h + 2a^2/h^3)$ 为一个不随裂纹尺寸 a 而变的恒值，因而这种构型的应力场强度随荷载 P 的增大而线性增大，并且始终与裂纹尺寸无关。

Freiman 等人^[108]对 DCB 技术的改进则采用了另外一种思路。他们把一个力矩（而不是一个力）施加在双悬臂梁开裂的两臂上，如图 58 (c) 所示。分析表明，这一构型的应力场强度也与裂纹尺寸无关，其具体表达式为：

$$K_I = \frac{M}{\sqrt{Ib}} \quad (66a)$$

同样，为使裂纹扩展基本平行于试样长度方向，一般也需要在试样表面中部沿长度方向开出一道裂纹扩展导向槽。此时，式 (66a) 就应该修正为：

$$K_I = \frac{M}{\sqrt{Ibb_n}} \quad (66b)$$

式中的 b_n 为裂纹所在平面的厚度。

紧凑拉伸技术 同 SENB 一样, 紧凑拉伸 (Compact Tension, CT) 技术也是金属材料平面应变断裂韧性测试的标准方法之一。图 59 示出了典型 CT 试样的几何形状 ($W_1 = 0.6W$, $W_2 = 0.25W$)。图中标注的尺寸比例是金属材料断裂韧性 K_{IC} 测试标准的要求, 对于陶瓷材料这一标准可以借鉴。用边界配位法导出的这一构型的应力场强度表达式为:

$$K_I = \frac{P}{BW^{1/2}} f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (67)$$

式中

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = 29.6\left(\frac{a}{W}\right)^{1/2} - 185.5\left(\frac{a}{W}\right)^{3/2} + 655.7\left(\frac{a}{W}\right)^{5/2} - 1017\left(\frac{a}{W}\right)^{7/2} + 639\left(\frac{a}{W}\right)^{9/2} \quad (67a)$$

3.3 压痕裂纹及其断裂力学分析

在陶瓷材料断裂力学研究中, 除了沿用金属材料中常用的机加工切口作为人工裂纹之外, 更多地也采用了常规硬度压痕实验中所产生的压痕裂纹^[109,110]。特别是在上世纪 70 年代中期到 90 年代, 随着压痕裂纹作为人工小裂纹所具有的诸多优势被逐渐认识, 对陶瓷材料压痕微开裂问题的研究已经成为了陶瓷材料断裂力学研究的重要内容之一^[111,112]。因此, 我们再简要地回顾一下与压痕微开裂相关的一些基本理论。

3.3.1 压痕裂纹的几何形貌

借助于常规硬度压痕试验在脆性陶瓷材料表面引进的压痕裂纹按几何特征大体上可分为

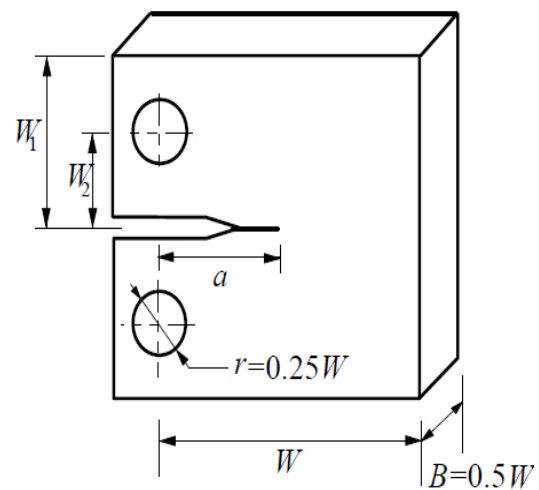


图 59 紧凑拉伸试样
Figure 59 Compact tension sample

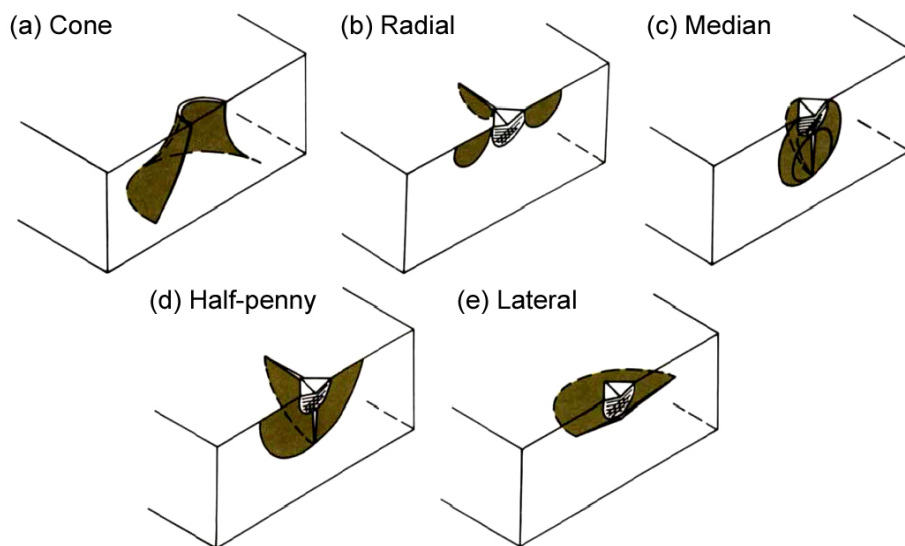


图 60 压痕接触导致的几类理想化的裂纹构型^[113]
Figure 60 Idealized crack morphologies observed at indentation contact^[113]

如图 60 所示的五种类型^[113]。

图 60 (a) 即为 Hertz 发现的锥形裂纹 (Cone crack), 也称为 Hertz 裂纹。Hertz 裂纹主要是由试样与球形压头或平板压头的接触引进的, 它在试样表面处成核, 并从试样表面沿与压头加载方向成一定角度向试样内部扩展。

将 Vickers 压头或 Knoop 压头压入试样表面则会导致如图 60 (b) 所示的表面径向裂纹 (Radial crack) 和如图 60 (c) 所示的截面中位裂纹 (Median crack) 的形成。其中, 径向裂纹也称为 Palmqvist 裂纹^[114], 通常在塑性压痕的边界 (主要是压痕的顶角) 处成核, 并沿试样表面向外扩展, 形状为一细长的半椭圆形; 中位裂纹则是在压头下方材料内部的弹/塑性变形区边界处形成, 并在平行于压头加载方向的平面内向四周扩展, 形状多为圆形或圆缺形^[115]。

从试样断口上观察到的压痕裂纹形状通常呈半圆或半椭圆形, 如图 60 (d) 所示。这类裂纹称为半饼状裂纹 (Half-Penny Crack)。对于不同的材料, 半饼状裂纹的形成机制不同: 有时是由中位裂纹扩展到试样表面的结果, 有时是由径向裂纹向试样内部扩展的结果, 更多的则可能是由于中位裂纹和径向裂纹在扩展过程发生连通而形成的。因而, 这类裂纹通常也称为中位/径向裂纹系统 (Median/Radial Crack System)^[116]。

另外, 在卸去加在压头上的荷载的同时, 压痕变形区下方有时还会形成如图 60 (e) 所示的侧向裂纹 (Lateral Crack)^[117]。侧向裂纹平行于 (或近似平行于) 试样表面扩展, 形状一般为圆形或碟形; 在压痕压制荷载较大的情况下, 侧向裂纹有可能会扩展至试样表面, 从而引起试样的表面剥落甚至崩裂。

压痕裂纹通常借助于常规的硬度压痕实验引进。常用的硬度压头主要包括三类: 球形 (Brinell) 压头、正棱锥形 (Vickers) 硬度压头以及菱形 (Knoop) 硬度压头。考虑到本文的后续讨论将较多地涉及到 Vickers 压痕裂纹及 Knoop 压痕裂纹的应用实例, 这里我们再简要介绍一下实际材料中观察到的 Vickers 压痕裂纹及 Knoop 压痕裂纹的几何形貌。

图 61 (a) 是材料表面及截面上的 Vickers 压痕及 Vickers 压痕裂纹形貌示意图。作为对比, 材料表面及截面上的 Knoop 压痕及 Knoop 压痕裂纹形貌示于图 61 (b)。在材料表面, Vickers 压痕裂纹沿正方形 Vickers 压痕两条对角线的延长线方向生长扩展, 在截面上则表现为两条相互垂直的半饼状裂纹。而对于正菱形的 Knoop 压痕来说, 由于短轴远远小于长轴, 压痕导致的最大拉应力出现在长轴

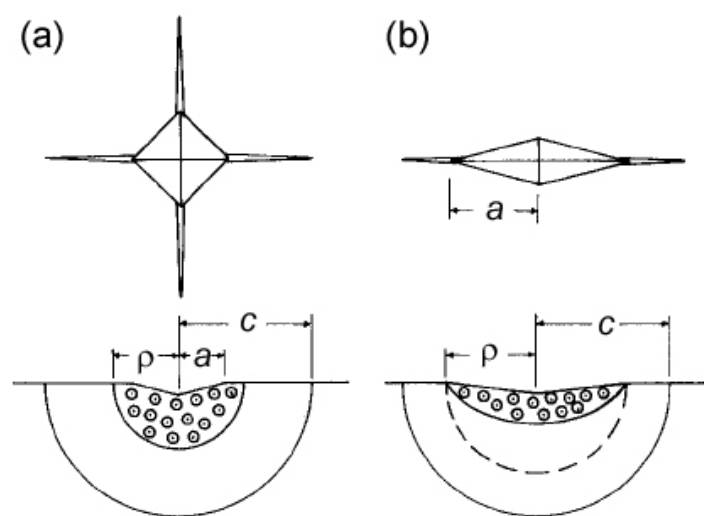


图 61 材料表面 (上) 及截面 (下) 上的 (a) Vickers 及 (b) Knoop 压痕形貌示意图
Figure 61 Surface (top) and cross-sectional (bottom) schematics of (a) Vickers and (b) Knoop indentations

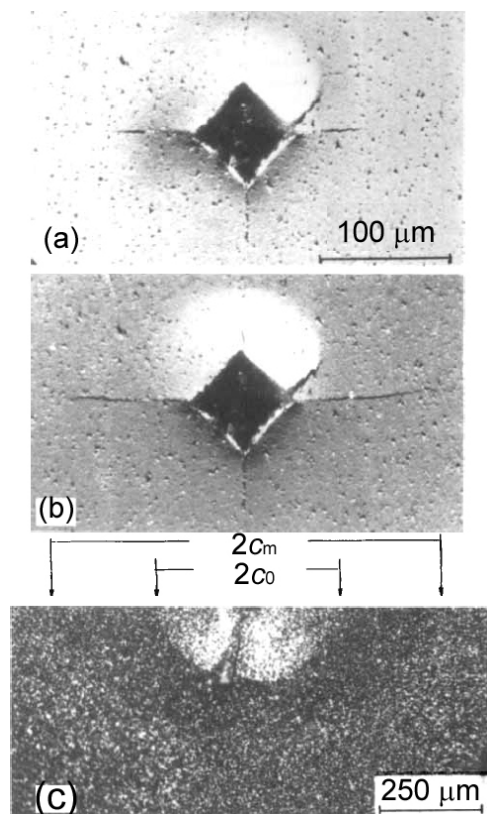


图 62 热压氮化硅 Vickers 压痕试样中径向压痕裂纹扩展的光学显微镜照片^[118]:

(a) 未承载时的试样表面形貌, 压痕荷载 50 N;
(b) 承载至 90%断裂荷载时的试样表面形貌, 压痕荷载 50 N;
(c) 试样断裂后的断口形貌, 压痕荷载 200 N

Figure 62 Optical micrographs illustrating stable radial crack extension during breaking test of hot-pressed Si_3N_4 bars indented with Vickers indenter^[118]: (a) surface view at beginning of breaking test, indenter load of 50 N; (b) surface view at 90% of fracture stress, indenter load of 50 N; (c) fracture surface after failure, indenter load of 200 N

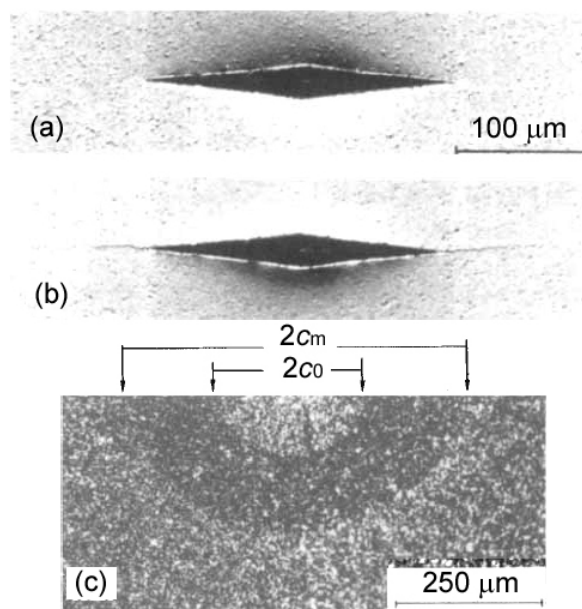


图 63 热压氮化硅材料 Knoop 压痕试样 (压痕荷载 50 N) 中径向压痕裂纹扩展的光学显微镜照片^[118]: (a) 未承载时的试样表面形貌; (b) 承载至 90%断裂荷载时的试样表面形貌; (c) 试样断裂后的断口形貌

Figure 63 Optical micrographs illustrating stable radial crack extension during breaking test of hot-pressed Si_3N_4 bars indented with 50 N Knoop indenter^[118]: (a) surface view at beginning of breaking test; (b) surface view at 90% of fracture stress; (c) fracture surface after failure

端点处, 因此只是沿着长对角线延长线方向形成一条半椭圆形裂纹。

关于 Vickers 压痕裂纹与 Knoop 压痕裂纹在力学响应方面存在的差异, Marshall^[118]和 Petrovic^[119]分别进行了较为深入的研究, 感兴趣的读者可以阅读原文。这里只简要说明几点。首先, 在合适的荷载范围内, Vickers 压痕在材料中引进的裂纹往往具有较为理想的半圆形, 相应形成的塑性区球形度也较好 (图 62), 可以较好地满足关于压痕半饼状裂纹断裂力学分析^[116]的基本假定; 相比之下, Knoop 压痕引进的塑性区和裂纹往往呈半椭圆形 (图 63), 与理论模型之间存在较大的差异, 因此在定量表征方面还存在一定的问题。其次, Vickers 压痕引进的裂纹事实上是由相互垂直的两条半饼状裂纹构成的一个裂纹系统, 裂纹之间的相互作用可能会导致其力学响应与理论预期之间产生一定程度的偏差; 而 Knoop 压痕只引进一条裂纹, 在断裂力学分析方面显然比 Vickers 压痕更为方便。当然, 无论是 Vickers 压痕裂纹还是 Knoop 压痕裂纹, 理论分析结果与具体材料中的压痕微开裂响应之间总是存在这样或那样的偏差, 还需要根据具体情况进行具体的分析和必要的修正。

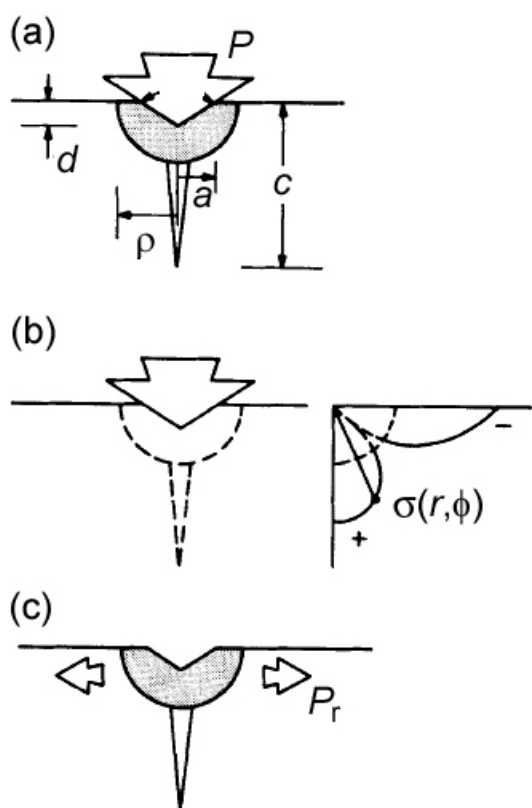


图 64 中位/径向裂纹系统: (a) 中所示的弹/塑性构型可以分解为 (b) 满荷载下的弹性组元和 (c) 完全卸载后的残余组元两部分^[116]

Figure 64 Median/redial crack system, showing (a) elastic/plastic configuration at full load subdivided into (b) elastic component at full load plus (c) residual component at complete unload^[116]

3.3.2 压痕裂纹尖端的残余应力场

将硬度压头压入材料表面,材料表面与尖锐压头端部之间的点接触都将引起高度局部化的应力集中,从而导致接触点附近区域发生塑性形变,形成一个塑性区,而塑性区外的弹性基质将发生一定程度的弹性形变。在压头离开材料表面之后,弹性形变的恢复受到塑性区的阻碍,从而在弹/塑性界面附近形成一个残余应力场。对这个残余应力场的定量描述是压痕断裂力学的中心内容之一^[116,120],也是压痕裂纹在陶瓷材料断裂行为研究中的重要基础^[109]。

考虑如图 64 (a) 所示的一个压痕过程: 锥角为 2ψ 的尖锐锥形压头在荷载 P 作用下压入材料表面,使后者在形成一个特征尺寸为 a 的塑性压痕的同时产生特征尺寸为 c 的微裂纹。在压痕荷载作用下,塑性压痕四周将发生一定程度的塑性屈服,形成一个特征尺寸为 ρ 的塑性区。图 64 (a) 所示的模型可以分解为两个组元,即如图 64 (b) 所示的弹性组元和图 64 (c) 所示的残余组元。其中弹性场作用于塑性区外,即裂纹扩展实际发生的区域,这一应力场的强度与外加荷载同时达到最大值,而后在卸载过程中逐渐减小,最终完全消失。残余应力场由弹/塑性边界处的形变失配导致,其强度与外加荷载同时达到最大值,但此后在卸载过程中及压痕结束后仍一直维

持在最大值处。因为在实际应用中,我们所考虑的大都是在压痕结束后裂纹在外力作用下的扩展问题,因此,一般情况下我们无需考虑弹性组元,只需关注残余应力场对压痕裂纹尖端处应力场强度的贡献 K_r 。

Lawn 等人^[116]采用了一个极为巧妙的思路对压痕残余应力问题进行了分析,得出了压痕裂纹尖端残余应力场强度 K_r 的表达式:

$$K_r = \frac{\chi_r P}{c^{3/2}} \quad (68)$$

式中的参数 χ_r 与材料性能 (弹性模量 E 及硬度 H)、压头形状 (压头半锥角 ψ) 以及所考虑的裂纹前缘位置 (ϕ) 有关:

$$\chi_r = \xi_r(\theta) \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} (\cot \psi)^{2/3} \quad (69)$$

对于中位裂纹和径向裂纹,分别有 $\xi_r^R > \xi_r^M > 0$ (其中的上标 R 和 M 分别代表径向裂纹和中位裂纹)。

类似地,可以把弹性应力场对压痕裂纹尖端应力场强度的贡献写成如下形式:

$$K_e = \frac{\chi_e P}{c^{3/2}} \quad (70)$$

同样, 式中的参数 χ_e 也是一个与所考虑的裂纹前缘位置 (ϕ) 有关的函数; 对于中位裂纹和径向裂纹, 分别有: $\xi_e^R > 0$, $\xi_e^M < 0$; 即: 弹性应力场对中位裂纹的扩展起推动作用, 而对径向裂纹的扩展起阻碍作用。

压痕过程中, 裂纹扩展的充分必要条件是裂纹尖端应力场强度 K_I 达到或超过材料的断裂韧性 K_{IC} 。因而, 如图 64 (a) 所示的压痕裂纹系统的平衡条件就可以表述为:

$$K_I = K_r + K_e = K_{IC} \quad (71)$$

将式 (68) 及式 (70) 代入上式, 并注意到弹性应力场的可恢复性及残余应力场的不可恢复性, 可以分别写出压痕加载阶段和卸载阶段压痕裂纹的平衡条件:

$$\begin{cases} \frac{\chi_e P}{c^{3/2}} + \frac{\chi_r P}{c^{3/2}} = K_{IC} & (P \uparrow) \\ \frac{\chi_e P}{c^{3/2}} + \frac{\chi_r P_V}{c^{3/2}} = K_{IC} & (P \downarrow) \end{cases} \quad (72)$$

式中, P_V 为压痕过程中采用的最高外加荷载, $P \uparrow$ 和 $P \downarrow$ 分别代表压痕的加载阶段和卸载阶段。当 $P \uparrow \rightarrow P_V$ 时, 相应的压痕裂纹平衡尺寸 c_V 为:

$$c_V = \left[\frac{(\chi_e + \chi_r) P_V}{K_{IC}} \right]^{2/3} \quad (73a)$$

而在完全卸载 ($P \downarrow \rightarrow 0$) 时, 相应的压痕裂纹平衡尺寸 c_Δ 则为:

$$c_\Delta = \left(\frac{\chi_r P_V}{K_{IC}} \right)^{2/3} \quad (73b)$$

对于径向裂纹, 由于 $\chi_e^R < 0$ 而 $\chi_r^R > 0$, 故 $c_\Delta^R > c_V^R$; 也就是说, 径向裂纹在压痕的卸载阶段仍将发生扩展, 其最终尺寸由式 (73b) 确定。对于中位裂纹, 情况就有所不同。因为 $\chi_e^M > 0$, 由式 (73) 得到 $c_\Delta^M < c_V^M$ 。考虑到裂纹扩展的不可逆性, 这一不等关系是不可能成立的, 这说明中位裂纹在压痕的加载阶段已经扩展到了最终尺寸 c_V^M , 在卸载阶段中位裂纹不会发生进一步扩展, 式 (73b) 对于中位裂纹不再成立。

上述分析事实上建立了一种通过材料表面径向裂纹尺寸确定材料断裂韧性的简便方法 —— 直接压痕法。在压痕结束后, 如果没有其他形式的外加应力或环境因素的影响, 材料表面的压痕径向裂纹将处于一个稳定的平衡状态, 其尖端处残余应力场强度 K_r 在数值上应该等于材料的断裂 K_{IC} , 即^[121,122]:

$$K_{IC} = K_r = \xi_r^R \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \frac{P}{c_0^{3/2}} \quad (74)$$

这就是根据试样表面压痕裂纹初始尺寸 c_0 确定材料断裂韧性 K_{IC} 的基本公式。

注意到式中的 ξ_r^R 是一个取决于压头形状而与材料无关的常数, 因此 Anstis 等人^[122]测定了一系列陶瓷材料的压痕参数 $P/c_0^{3/2}$ 随压痕压制荷载 P 的变化关系, 结果发现在他们所采用的压痕荷载范

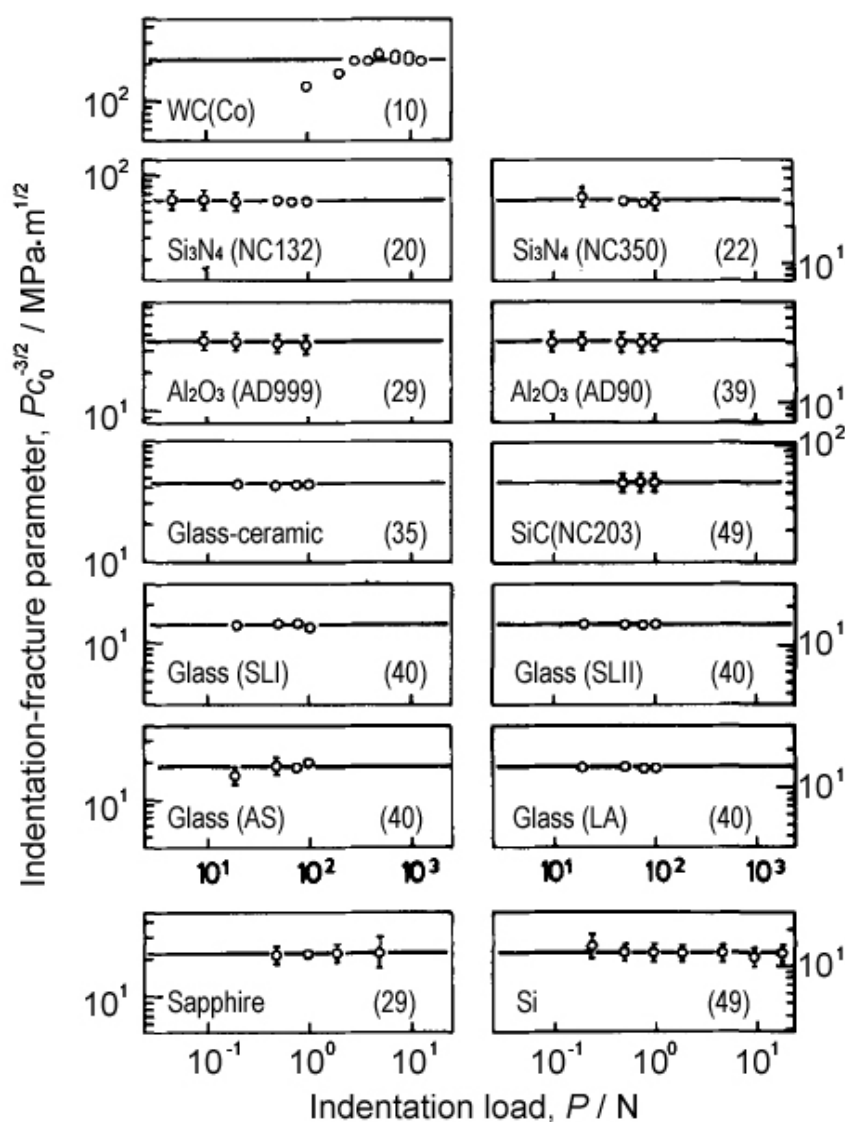


图 65 一些陶瓷材料的压痕参数 $P/c_0^{3/2}$ 随压痕荷载 P 的变化关系。确定参数平均值所用的压痕试样数量也标注于图中^[122]

Figure 65 Plots of $P/c_0^{3/2}$ over working range of load P for some ceramic materials. Number of indentations used to determine mean parameter is indicated in each case^[122]

国内, 各种材料的 $P/c_0^{3/2}$ 值基本上都表现为一个与 P 无关的常数 (图 65)。根据这些试验结果, Anstis 等人给出了 ξ_r^R 的一个经验值: $\xi_r^R = 0.016 \pm 0.004$ 。注意到这一数值本身的离散系数高达 25%, 因而采用这一数值计算得到的 K_{IC} 值一般存在有不大于 30% 的相对误差。

需要说明的是, 式 (74) 只适用于由压痕引进的近乎理想的半饼状裂纹。在某些情况下, Vickers 压痕在材料中引进的表面开裂也可能表现为如图 60 (b) 所示的 Palmqvist 裂纹。这时, 式 (74) 将不再使用。根据 Palmqvist 裂纹尺寸确定断裂韧性可以采用 Niihara 等人^[123,124]或 Lankford^[125]提出的经验公式。直接压痕法测定断裂韧性的可靠性一直是学术界争议较大的一个问题, 也有不少学者提出了另外一些经验或半经验的公式。关于直接压痕法测定断裂韧性的研究概况可以参阅 Ponton 和 Rawlings^[126]撰写的综述。这里只说明一点: 在确定所获得的压痕裂纹为半饼状裂纹的前提下, 式 (73) 可以视为一个首选的计算公式。而在使用式 (73) 进行断裂韧性计算时所需要的 (E/H) 值则可以借助于 Knoop 压痕实验^[127,128]得到 (参见延伸阅读材料 C)。最近由刘明等完成的一项工作^[129]表明: 对

延伸阅读材料 C: Knoop 压痕法估测弹性模量

由于在压头卸载后, 包围在塑性压痕外部的材料弹性基质将发生一定程度的弹性恢复, 导致压痕对角线尺寸减小。对于 Vickers 压痕, 这种弹性恢复效应主要发生在压痕的深度方向上, 在试样表面, 弹性恢复的作用一般表现为压痕的四条棱边向压痕中心发生弯曲 [图 C1 (a)], 对压痕对角线的影响几乎可以忽略不计。而对于细长形的 Knoop 压痕情况则有所不同。如图 C1 (b) 所示, 由于压痕形状的特殊性, 弹性恢复将导致压痕短对角线产生一定程度的收缩, 而长对角线则几乎不发生任何变化。

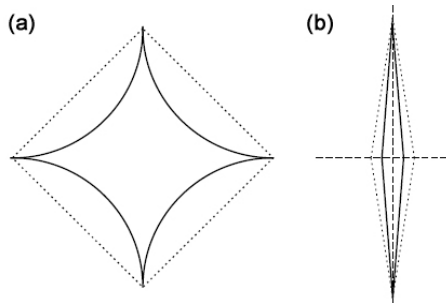


图 C1 弹性恢复对试样表面压痕形状的影响
Figure C1 Effect of elastic recovery on the shape of indentation on the specimen surface

根据 Knoop 的这一特点, Marshall 等人借助于弹性力学理论导出了 Knoop 压痕对角线收缩量与材料性能参数 E/H 之间的关系如下:

$$\frac{d_s'}{d_l'} \approx \frac{d_s'}{d_l} = \frac{d_s}{d_l} - \zeta \left(\frac{H}{E} \right) \quad (C1)$$

式中, d_s 和 d_l 分别为 Knoop 压痕短对角线和长对角线的理论值 (即不发生弹性恢复的情况下的真实值), 而 d_s' 和 d_l' 则分别为 Knoop 压痕短对角线和长对角线的实测值 (即发生弹性恢复之后的测试结果), ζ 是一个与材料无关的常数。对一系列典型材料在较宽的压痕压制荷载范围内进行测试的结果 (图 C2) 得到 $\zeta = 0.45$, 而由 Knoop 压头的标准形状则可以导出 $d_l/d_s = 7.11$ 。

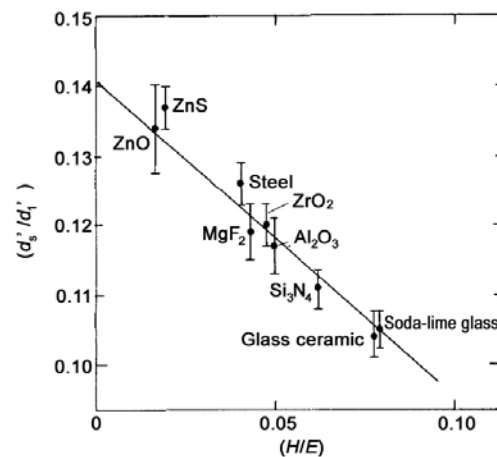


图 C2 Knoop 压痕尺寸随 E/H 的变化关系
Figure C2 Variation of residual Knoop indentation dimensions with E/H

参考文献: MARSHALL DB, NOMA T, EVANS AG. A simple method for determining elastic-modulus-to-hardness ratios using Knoop indentation measurements [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1982, 65: C-175-C-176.

于表现出了较为显著的硬度压痕尺寸效应 (即实测硬度值随压痕荷载的增大而减小的现象) 的材料, 由文献 [127] 或 [128] 所给出的参数计算得到的 E/H 值需要加以修正。

3.3.3 压痕裂纹在外力作用下的扩展

我们接下来讨论一个受拉面上压制了压痕裂纹的弯曲梁试样在外加应力作用下发生断裂的情况。

考虑如图 66 所示的一个裂纹系统^[130]: 一个特征尺寸 (裂纹半长) 为 c 的 Vickers 压痕承受外加应力 σ_a 作用。如果外加应力垂直于 Vickers 裂纹面作用, 则外加应力对裂纹尖端应力场强度的贡献 K_a 可以表述为^[2]:

$$K_a = \sigma_a \sqrt{\pi \Omega c} \quad (75)$$

式中的 Ω 为半饼状裂纹的几何形状因子。

因此, 压痕裂纹尖端的总应力场强度可以写成:

$$K_I = K_a + K_e = \frac{\chi_r P}{c^{3/2}} + \sigma_a \sqrt{\pi \Omega c} \quad (76)$$

由裂纹扩展判据式 (28b) 即可得到弯曲梁中表面裂纹发生扩展的充分必要条件为:

$$\sigma_a \geq \left(\frac{K_{IC}}{\sqrt{\pi \Omega c}} \right) \left(1 - \frac{\chi_r P}{K_{IC} c^{3/2}} \right) \quad (77)$$

然而实验发现, 在外加应力 σ_a 满足了式 (77) 的条件下, 裂纹扩展并没有直接导致压痕试样的断裂。如图 62 和图 63 所示, 在外加应力达到了断裂压力的 90% 时, 试样表面上的压痕裂纹已

经发生了极为显著的扩展, 但并未导致试样断裂。导致这一实验现象的根本原因在于: 在这个裂纹系统中, 裂纹扩展动力 K_I 并不是裂纹尺寸 c 的单调增函数。图 67 给出了在不同外加应力水平下压痕裂纹尖端处应力场强度 K_I 随裂纹尺寸 c 的变化关系曲线。可以看出: 在任意一个不太高的外加应力水平下, K_I 都是首先表现出随 c 的增大而急剧降低的趋势。因而不难想象, 当压痕裂纹在一个稍稍高于由式 (77) 等号成立时所确定的外加应力作用下发生扩展之后, 由于裂纹扩展动力的急剧降低, 裂纹会在扩展一个微小距离之后马上止裂。这时只有进一步提高外加应力水平, 裂纹才有可能发生进一步的扩展。

上面我们所考虑的是一个静态的过程。实际上对试样的加载是连续进行的, 因而试样中压痕裂纹的扩展将伴随着外力 σ_a 的逐渐增大而持续发生, 即: 当外力 σ_a 达到或超过了裂纹扩展临界应力 [由式 (77) 确定] 之后, 由于满足了扩展条件, 裂纹开始扩展; 裂纹的扩展导致了裂纹扩展动力 K_I 的降低, 使得 $K_I \leq K_{IC}$, 裂纹止裂; 随着外加应力的逐渐增大, 这一开裂-止裂过程持续进行, 裂纹尺寸也就由初始值 c_0 开始逐渐增大, 而裂纹在这一扩展过程中则始终处于一种稳定的平衡状态, 即外

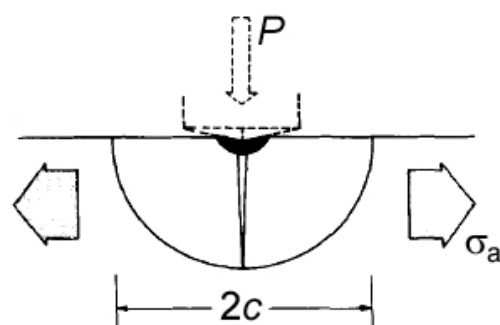


图 66 承受外加应力作用的 Vickers 压痕试样
Figure 66 Schematic of Vickers-indented specimen subjected to a tensile loading from applied load

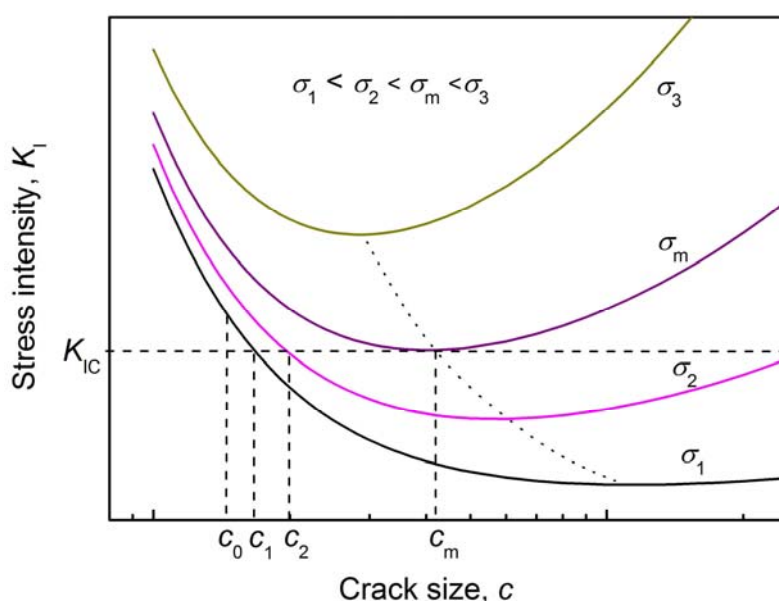


图 67 压痕裂纹的 K_I 随裂纹尺寸的变化关系

Figure 67 Variation of the stress intensity K_I of an indentation crack with the crack size c

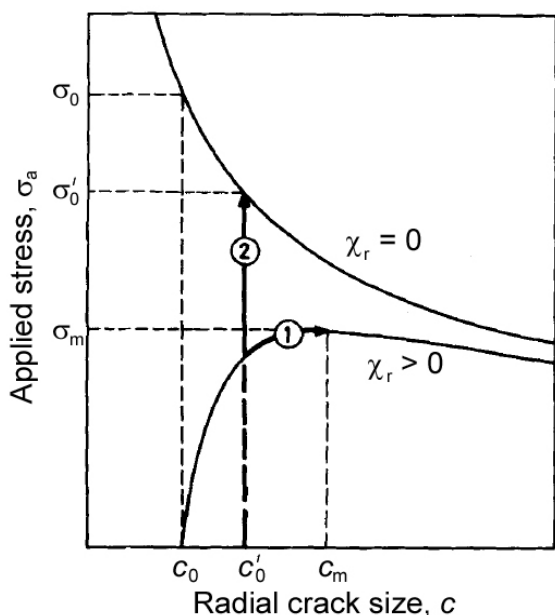


图 68 存在残余应力及不存在残余应力情况下由式 (77) 确定的 $\sigma_a(c)$ 曲线^[130]

Figure 68 Plot of function $\sigma_a(c)$ in Equation (77) for radial crack with and without residual contact stress^[130]

加应力 σ_a 与裂纹尺寸 c 始终满足式 (77) 等号成立时所对应的关系。直至外加应力 σ_a 增大至 σ_m 时, 由于裂纹尺寸的进一步增大将导致 $K_I > K_{IC}$, 故这时裂纹的平衡状态将过渡为一个不稳定的平衡状态; 也就是说在 $\sigma_a = \sigma_f$ 时, 裂纹将发生失稳扩展, σ_m 则为表面裂纹弯曲试样的断裂强度。

图 68 示出了在 $\chi_r = 0$ (不存在压痕残余应力) 及 $\chi_r > 0$ (存在压痕残余应力) 这两种情况下由式 (77) 等号成立时确定的外加应力 σ_a 随径向裂纹尺寸 c 的变化关系曲线。在 $\chi_r = 0$ 的情况下, σ_a 表现为裂纹尺寸 c 的单调减函数。这意味着裂纹一旦发生扩展就是灾难性的: 无需进一步增大外加应力, 裂纹就会自发持续扩展最终导致试样断裂。这与 Griffith 实验中所考虑的裂纹系统是相似的。然而, 在 $\chi_r > 0$ 的情况下, 当裂纹尺寸 $c = c_0$ (初始状态) 时, 无需任何外加应力, 裂纹在残余应力作用下就已经处于平衡状态 ($K_I = K_{IC}$)。随着外加应力的施加, 裂纹尖端的应力场强度将超过 K_{IC} , 裂纹发生扩展。裂纹扩展将导

致 K_r 的减小及 K_a 的增大, 因此需要进一步增大外加应力才能导致裂纹的进一步扩展, 直至 σ_a 达到曲线上的最大值 σ_m 。这样一来, 令 $d\sigma_a/dc = 0$ 即可通过式 (77) 获得图 68 下方曲线 ($\chi_r > 0$) 最大值点处的外加应力值 σ_f (即压痕试样的强度) 和裂纹尺寸 c_m (断裂时的裂纹尺寸)^[130]:

$$\sigma_f = \frac{3K_{IC}}{4\sqrt{\pi\Omega c_m}} \quad (78a)$$

$$c_m = \left(\frac{4\chi_r P}{K_{IC}} \right)^{2/3} \quad (78b)$$

结合式 (78a)、式 (78b) 及式 (69) 不难得到:

$$K_{IC} = \eta_r^R \left(\frac{E}{H} \right)^{1/8} (\sigma_f P^{1/3})^{3/4} \quad (79)$$

这就是根据压痕试样断裂强度 σ_f 确定材料断裂韧性 K_{IC} 的基本公式, 式中的参数 η_r^R 可以表示为:

$$\eta_r^R = \left[\frac{256}{27} (\pi\Omega)^{3/2} \xi_r^R \right]^{1/4} \quad (80)$$

显然, 由式 (80) 确定的 η_r^R 也是一个取决于压头形状而与材料无关的常数。Chantikul 等人^[130]测定了一系列陶瓷材料的压痕参数 $\sigma_f P^{1/3}$ 随压痕压制荷载 P 的变化关系, 结果发现在他们所采用的压痕荷载范围内, 各种材料的 $\sigma_f P^{1/3}$ 值基本上都表现为一个与 P 无关的常数 (图 69)。根据这些试验结果, Chantikul 等人给出了 η_r^R 的一个经验值: $\eta_r^R = 0.59 \pm 0.12$ 。注意到这一数值本身的离散系数也高达 25%, 因而采用这一数值计算得到的 K_{IC} 值一般也存在有不大于 30% 的相对误差。

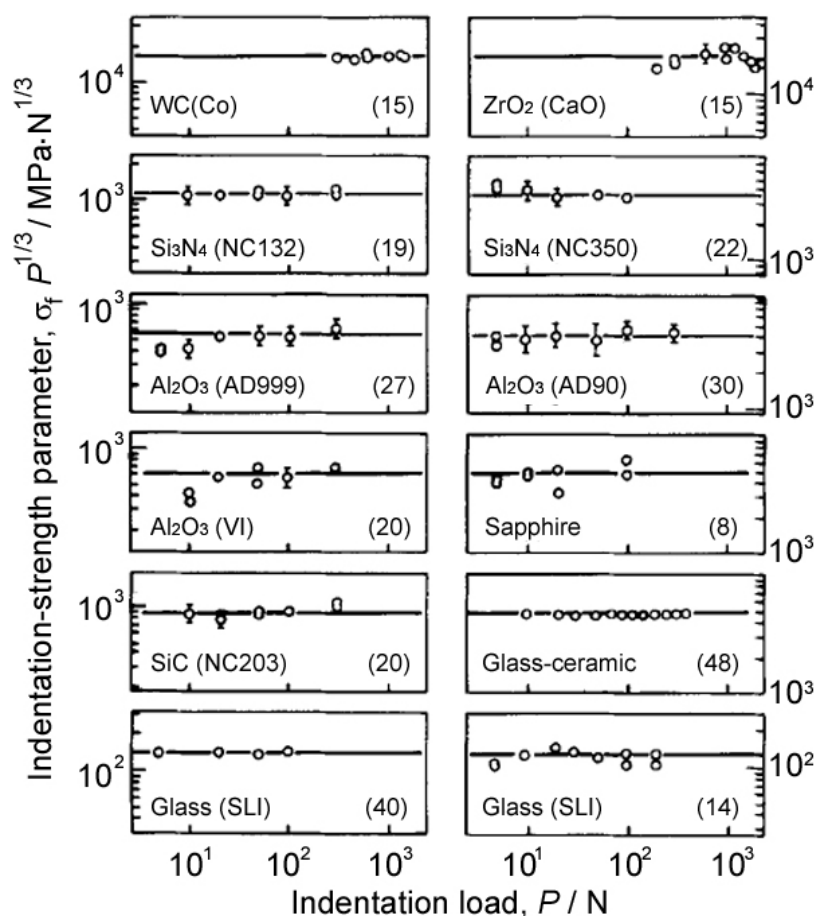


图 69 一些陶瓷材料的压痕参数 $\sigma_f P^{1/3}$ 随压痕荷载 P 的变化关系。确定参数平均值所用的压痕数量也标注于图中^[130]

Figure 69 Plots of $\sigma_f P^{1/3}$ over working range of load P for some ceramic materials. Number of indentations used to determine mean parameter is indicated in each case^[130]

3.4 裂纹的稳态扩展与断裂判据

在结束本章之前，有必要对裂纹的稳态扩展行为进行一些必要的讨论。

在第一章中曾经指出，对于如图 3 所示的 Griffith 裂纹系统，由式 (8) 所确定的 σ_a 值的下限实际上就是材料的断裂强度 σ_f 。也就是说，当外加应力满足式 (8) 之后，裂纹扩展将不受限制地自发发生，从而导致材料的断裂。这一点可以通过分析 U_B 的具体函数形式而得到进一步的说明。将式 (4) ~ (6) 代入式 (1) 得到：

$$\Delta U = -\frac{\pi \sigma_a^2 c^2}{E} + 4c\gamma_s \quad (81)$$

图 70 给出了不同外加应力水平下 Griffith 裂纹系统内能变化量 ΔU 随裂纹尺寸 c 的变化关系曲线。对应于每一个外加应力水平， ΔU 随 c 的变化关系曲线都存在一个极大值点，此极大值点处所对应的裂纹尺寸 c^* 随外加应力 σ_a 的增大而减小。考虑到对含裂纹体的加载是连续进行的，即外加应力 σ_a 由零开始逐渐增大。在 σ_a 增大至 σ_f 之前，由于 $c^* > c_0$ ，裂纹发生任何微小距离的扩展都可能导致系统总能量的增大，因而裂纹不可能发生扩展，而当 σ_a 增大至 σ_f 时， ΔU 的极大值出现在 $c^* = c_0$ 处，在这个应力水平下，裂纹的扩展会导致裂纹系统总能量的降低，故裂纹将发生扩展， σ_f 也就相

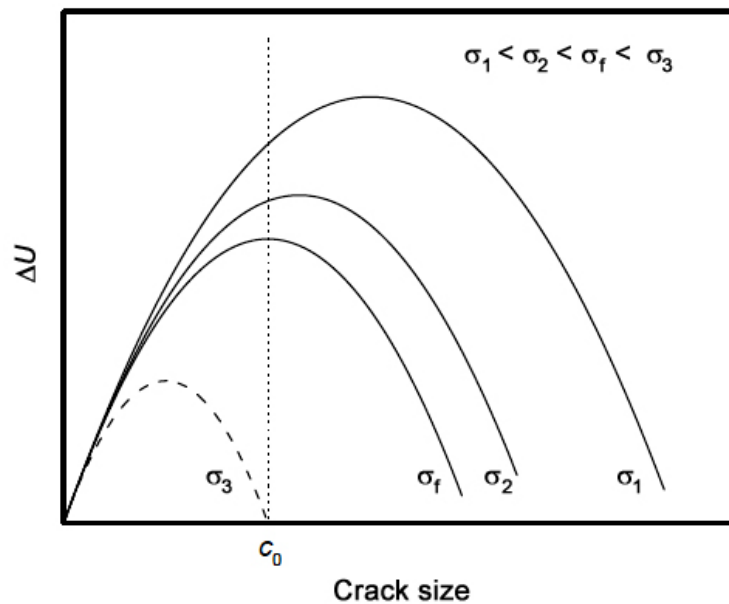


图 70 Griffith 裂纹系统总内能随裂纹尺寸的变化关系

Figure 70 Variation of the free energy of Griffith crack system with crack size

应成为裂纹扩展的临界应力。注意到对应于任意的外加应力 $\sigma_a > \sigma_f$, ΔU 随 c 的变化关系曲线在 $c \geq c_0$ 的区域内总是保持为负斜率, 因而裂纹的扩展将是灾难性的。我们把这种情况下对应的裂纹的平衡状态称为不稳定的平衡状态; 在不稳定的平衡状态下发生的裂纹扩展是一种灾难性的扩展, 我们称之为裂纹的失稳扩展。

但是, 这里必须清楚地指出一点: 并不是所有的裂纹扩展都是失稳扩展。例如 3.2.2 小节中曾经提到, V 形切口尖端处由于高度应力集中而产生的裂纹会发生一定程度的扩展而不导致试样的断裂, 这是因为 V 形裂纹的面积随裂纹尺寸的增大而增大, 因此只有在外部提供了更大的动力时裂纹才可能发生进一步的扩展。又如 3.3.3 小节中提到, 压痕裂纹在外力作用也会发生一定程度的扩展而不导致试样的断裂, 这是因为裂纹尺寸的增大导致了残余应力场强度 K_r 的减小 [式 (68)], 也就是裂纹扩展动力的降低。事实上, 在单边切口梁试样中也存在有类似的现象: 在对试样进行切口的过程中, 切口端部高度的应力集中诱发了微裂纹的形成 [图 51 (a)]; 而随着微裂纹尺寸的增大, 应力集中急剧缓解, 使得微裂纹尖端处的应力场强度迅速降低至 K_{IC} 以下导致了微裂纹的止裂。

上述几个例子中试样断裂前发生的裂纹扩展与 Griffith 验证实验中观察到的裂纹失稳扩展相比具有两个显著的基本特征。第一, 在外力持续增大的过程中, 裂纹可以发生一定程度的扩展而不至于导致含裂纹体的断裂, 即裂纹的平衡状态是一种稳定的平衡状态; 但随着裂纹扩展量的增大, 这一稳定的平衡状态将逐渐过渡到不稳定, 最终导致含裂纹体的断裂。第二, 在稳定的平衡状态下发生的裂纹扩展与裂纹的失稳扩展一样是一个瞬间完成的过程, 只是在前一种情况中裂纹的扩展量是有限的, 在满足了一定条件之后将止裂。换句话说, 前一种情况下只要外加应力不发生变化, 裂纹的尺寸就不会再持续增大。我们将具有上述两个基本特点的裂纹扩展过程称为裂纹的稳态扩展。

因为在外力一旦满足了式 (8) 所描述的裂纹扩展判据之后, Griffith 裂纹就会发生灾难性扩展从而导致含裂纹体的断裂, 所以在断裂力学刚刚进入陶瓷材料领域后较长的一段时间里, 人们往往把 Griffith 的裂纹扩展判据与含裂纹体的断裂判据混淆起来。但是, 对具有稳定平衡状态的裂纹系统, 裂纹扩展判据与断裂判据显然是不等价的。结合上面提及的几个例子, 我们可以很清楚地看到, 材料的断裂必须具备两个必要条件: 首先, 裂纹扩展动力必须大于裂纹扩展阻力以使得裂纹得以发生

扩展；其次，裂纹扩展动力随着裂纹的不断扩展必须保持增大趋势以使得裂纹扩展能够持续发生直至断裂。因此，对于任意一个指定的含裂纹体而言，断裂条件可以描述为^[131]：

$$\begin{cases} G \geq G_C \\ \frac{dG}{dc} \geq 0 \end{cases} \quad (82a)$$

式中等号成立时的状态对应于断裂发生时裂纹的平衡状态。这是一种不稳定的平衡状态，可以据此而确定含裂纹体的断裂强度。

延伸阅读材料 D：Obreimoff 实验中的裂纹稳态扩展

这里顺便提及一下 1930 年 Obreimoff 为验证 Griffith 理论适用性而进行的一项工作。

Obreimoff 实验所采用的构型如图 D1 所示：在一块云母薄层的下方楔入了一块厚度为 h 的玻璃楔块。这一构型使得裂纹能够沿着云母的解理面扩展。在这种情况下，可以把云母的解理层看成是一个在自由端承受了一个集中荷载作用的悬臂梁，其厚度为 d ，宽度为 1（即单位宽度），长度为 c （即裂纹尖端处楔块支点间的距离）。注意到在楔块位置固定不变的情况下，弯力 P 的作用方向与悬臂梁的位移方向垂直，因而作用在系统中的净荷载功为零，即 $W = 0$ 。根据简单梁的弹性理论，可以得到这一悬臂梁系统的弹性应变能 U_E 为：

$$U_E = \frac{Ed^3h^2}{8c^3} \quad (D1)$$

同均匀拉伸平面裂纹的情况相似，Obreimoff 裂纹的表面能项由下式给出：

$$U_S = 2c\gamma_f \quad (D2)$$

将上面各式代入 Griffith 能量平衡表达式并对裂纹尺寸 c 求导得到：

$$\frac{dU_B}{dc} = -\frac{3Ed^3h^2}{8c^4} + 2\gamma_f \quad (D3)$$

由裂纹扩展判断，如图 D1 所示的裂纹系统发生扩展的必要条件是：

$$c \leq \left(\frac{3Ed^3h^2}{16\gamma_f} \right)^{1/4} \quad (D4)$$

式 (D4) 表明：对于如图 D1 所示的裂纹系统，裂纹的扩展只有在裂纹尺寸小于某一个临界值 c_c 的前提下才可能发生；而在裂纹发生了扩展之后，裂纹尺寸增大到临界值 c_c 时，裂纹的扩展又将自动中止。也就是说，在这一裂纹系统中，断裂是

可以“控制”的。我们只有将玻璃楔块向前推进以减小裂纹尺寸，才能进一步诱发裂纹的扩展。这一现象与 Griffith 实验显然截然不同。

事实上，Obreimoff 实验中裂纹的稳定扩展完全是由裂纹系统的承载方式决定的，与材料本身并没有任何关系。这一点可以通过简单的力学分析加以说明。参照图 D1，根据材料力学中的简单梁理论可以写出悬臂梁的挠度方程为：

$$h = \frac{4Pc^3}{d^3} \quad (D5)$$

注意到 h 和 d 均为常数，故可以写出集中荷载 P 与梁长（即裂纹尺寸） c 之间的关系式为：

$$P = \frac{hd^3}{4c^3} \quad (D6)$$

式 (D6) 表明，随着裂纹的扩展，裂纹尺寸增大，作用在悬臂梁自由端的集中荷载 P 呈降低趋势。这与 Griffith 实验中呈单调增大趋势的加载方式有所不同。正是这一差别导致了 Obreimoff 实验中裂纹的稳定扩展而不导致最终的断裂。

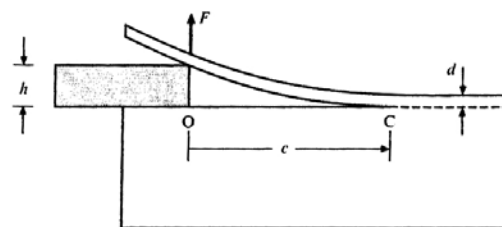


图 D1 Obreimoff 实验
Figure D1 Obreimoff's experiment

参考文献：OBREIMOFF JW. The splitting strength of mica [J]. Proceedings of the Royal Society of London A, 1930, 127: 290-297.

式 (82a) 也可以改用应力场强度概念表述成:

$$\begin{cases} K \geq K_C \\ \frac{dK}{dc} \geq 0 \end{cases} \quad (82b)$$

4 裂纹前缘的几何扰动

现在我们把注意力集中到显微结构对裂纹扩展的影响这个主题上来。本章首先在标准断裂力学理论框架下讨论显微结构对裂纹前缘的几何扰动问题。

我们所说的“显微结构”，指的是一些离散的结构“缺陷”组成的一个构型；这些结构“缺陷”一般包括：孔洞、夹杂物、第二相颗粒（体缺陷）；次生裂纹表面、晶界、堆垛层错、孪晶或相的界面（面缺陷）；位错（线缺陷）。

4.1 均匀连续介质中的裂纹偏转

暗含在第三章中关于标准断裂力学理论讨论中的一个基本假定是：裂纹扩展总是沿着其自身所在的平面进行，即裂纹前缘任意一点的轨迹均保持为直线。对于各向同性均匀连续体来说，在纯 I 型加载的情况下，这一假定是合理的；而对于 I/II 型或 I/III 型等混合加载情况，裂纹的扩展路途就有可能发生偏转（图 46）。现在我们考虑各向同性均匀连续体中一条长度为 c 的平面裂纹在扩展过程中可能遇到的两种特殊情况（图 71）：(a) 裂纹平面绕 OZ 轴发生一个角度为 θ 的转动（倾斜型）和 (b) 裂纹平面绕 OX 轴发生一个角度为 ϕ 的转动（歪扭型）。

Gell 和 Smith^[132]对混合加载模式下裂纹尖端的应力场进行了分析。他们发现，在纯 I 型加载情况下，裂纹尖端处的归一化机械能释放率 $G(\theta, \phi)/G(0)$ [$G(0)$ 为 $\theta=0$ 、 $\phi=0$ 时的机械能释放率] 随倾斜角 θ 及歪扭角 ϕ 的变化关系如图 72 (a) 所示。注意到在 $\theta=0$ 和（或） $\phi=0$ 时 G 取得最大值。这说明裂纹总是倾向于沿自身所在平面发生扩展。因此可以说，I 型平面裂纹具有“方向的稳定性”。如果在 I 型加载的基础上又叠加上了 II 型或 III 型荷载，情况就有所变化了。如图 72 (b) 和图 72 (c) 所示，剪切力的作用总是使得裂纹偏离原来的平面，也就是说使得裂纹具有了“方向的不稳定性”。但是，裂纹的偏转总是朝着剪切荷载最小的方向发生：在这个意义上可以把剪应力视为一种“修正”，它的作用就是使偏转的裂纹回到一个与外加场引起的最大主拉伸应力相垂直的一个稳定的平面上来。

显然，上述分析的基本考虑是裂纹总是会沿着阻力最小的方向扩展，因此裂纹扩展路径的这一变化通常也称为最低能量路径原则。

现在我们就可以对如图 46 所示的情况做出解释了：在图中示出的方向上，作用在裂纹上的 I 型荷载和 II 荷载大小相当。裂纹开始扩展时的方向是 $\theta \approx -50^\circ$ ，这与图 72 (b) 所示的 $G(\theta)$ 的

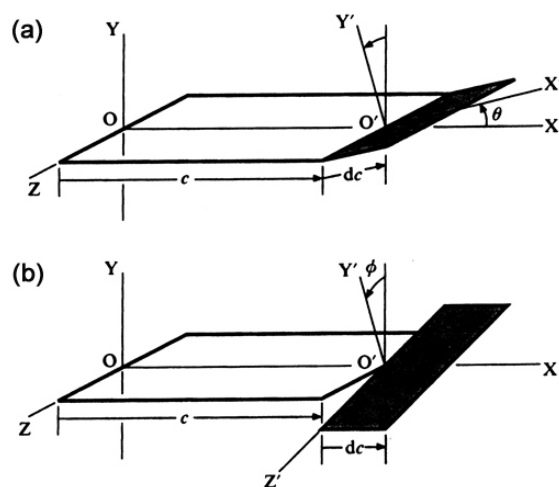


图 71 裂纹非平面扩展模型：

(a) 倾斜型；(b) 歪扭型

Figure 71 Models for out-of-plane crack propagation:
(a) tilt configuration; (b) twist configuration

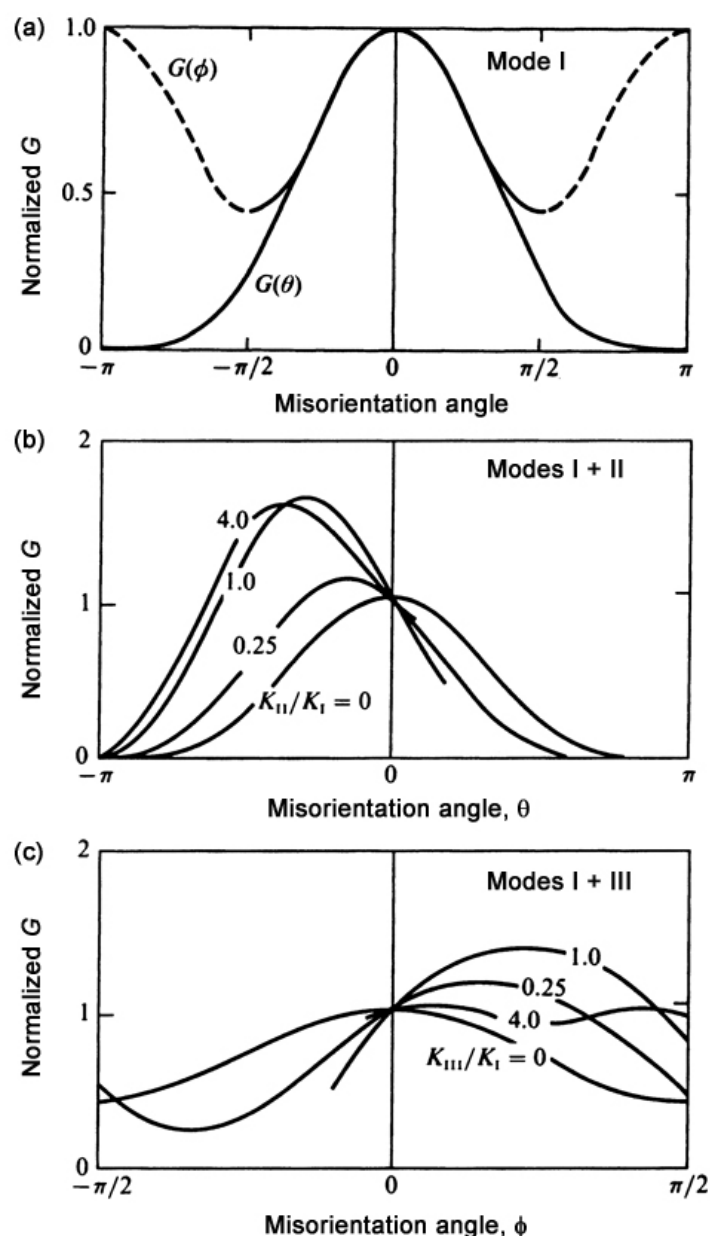


图 72 归一化机械能释放率随裂纹偏转角 θ 及 ϕ 的变化关系 (平面应变状态, $\nu = 1/3$):

(a) 纯 I 型加载; (b) I 型与 II 型叠加; (c) I 型与 III 型叠加

Figure 72 Normalized mechanical-energy-release-rate as function of the misorientation angles θ and ϕ (plane strain assumed, with $\nu = 1/3$): (a) pure mode I; (b) superposed modes I + II; (c) superposed modes I + III

最大值点是一致的。当裂纹扩展离开了近场区域 ($\Delta c \ll c$) 而进入到外加荷载的远场 ($\Delta c > c$) 时, 裂纹系统所受到的荷载则逐渐从混合型转变为纯 I 型。如果把图 46 所示情况看作是一个倾斜的缺陷发育形成实际裂纹的过程, 我们就可以得到这样的结论: 对于初始的扩展来说, 缺陷的方向确实是一个很重要的断裂力学参数; 但当裂纹扩展到缺陷的影响区以外之后, 缺陷的方向就不重要了。

在陶瓷材料力学性能测试中巧妙应用如图 46 所示原理的一个经典实例是 Knoop 压痕弯曲梁法测定断裂韧性国际标准中量测试样断面上 Knoop 压痕裂纹尺寸的技术。试样沿压痕裂纹所在平面断裂后, 在试样断口上确定裂纹尺寸时裂纹的半椭圆形轮廓线在很多情况下很难准确判断。这就在很大程度上增加了裂纹尺寸的量测误差。为解决这一问题, Quinn 等人^[133-135]在大量试验的基础上提出

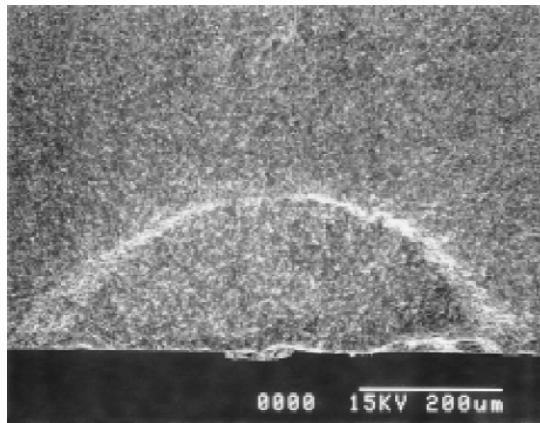


图 73 Al_2O_3 试样断面上的 Knoop 压痕裂纹。裂纹外围稍亮的区域由裂纹平面重新取向导致^[135]
Figure 73 A Knoop indentation-induced precrack in Al_2O_3 . The lighter features on the crack sides are caused by crack plane reorientation^[135]

了一种有效的经验方法:在对试样进行压痕预制裂纹时,用一块薄薄的楔子将试样沿长度方向一段稍稍垫起约 0.5° ,从而使得所预制的压痕裂纹所在平面与试样受拉面之间的夹角稍稍偏离 90° ,这样可以显著地提高试样断面上压痕裂纹轮廓的清晰度。根据上面的讨论不难理解,这样的处理仍然可以保证在后续的弯曲试验过程中压痕裂纹按 I 型方式扩展,而裂纹由混合型承载向纯 I 型承载的转变便在试样断面上导致了一个明显的裂纹轮廓 (图 73)^[135]。

4.2 穿晶裂纹扩展与沿晶裂纹扩展

上一小节中讨论的裂纹偏转现象在多晶材料中是常见的。由于相邻晶粒间的结晶学取向失配,一条裂纹与两个晶粒间的界面相交后可能直接穿过晶界,在对扩展平面的方向进行相对较小的调整之后继续在第二个晶粒内部扩展 (穿晶裂纹扩展),也可能发生偏转而沿着晶界进一步扩展 (沿晶裂纹扩展)。通常可以预期:当晶界变得更弱、失配度更高时,可能会发生从穿晶到沿晶的转变。

下面我们依次分析这两种情况。

穿晶裂纹扩展 考虑一种理想化的情况:一条平面解理裂纹与两个完整晶体之间的晶界垂直相交并扩展通过这个晶界。裂纹扩展的阻力将由解理面旋转的类型和角度决定。通常,一个晶界具有五个自由度:三个角度坐标用于确定相邻晶粒间的取向失配程度,另外两个角度坐标则用于确定晶界自身的方向。在这些取向失配角中,只有图 74 所示的两个——倾斜角 θ 和歪扭角 ϕ ——影响

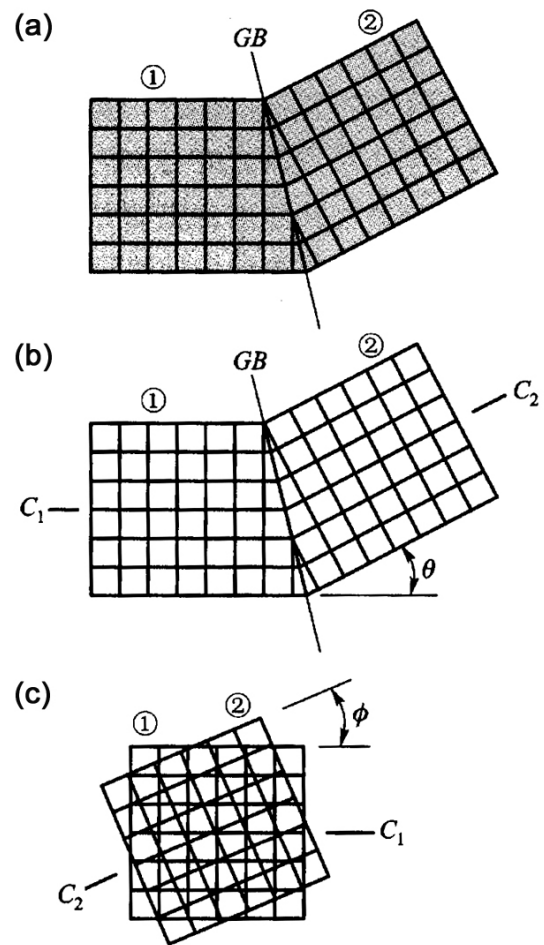


图 74 简单立方多晶体中的穿晶裂纹扩展:(a) 垂直与所示平面方向上晶粒间的取向失配,裂纹平面的俯视图;(b) 裂纹前缘线上的取向失配角 θ (倾斜边界),侧视图;(c) 裂纹扩展方向上的取向失配角 ϕ (歪扭边界),端视图。GB 表示晶界, C_1 和 C_2 表示晶粒 1 和 2 中的裂纹平面。

Figure 74 Schematic of transgranular crack propagation in simple cubic polycrystalline: (a) grain misorientation about normal to plane, plan view of crack plane; (b) misorientation angle θ about line of crack front (tilt boundary), side view; (c) misorientation angle ϕ about direction of crack advance (twist boundary), end view. GB denotes grain boundary, C_1 and C_2 the crack plane in grains 1 and 2, respectively.

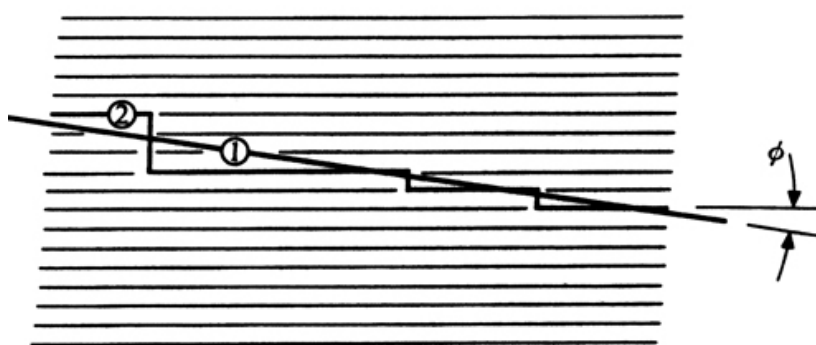


图 75 裂纹穿过歪扭晶界从晶粒 1 扩展进入晶粒 2 的过程中被分裂成分段前缘
Figure 77 Schematic of segmentation into partial fronts as crack traverses twist boundary from grain 1 to grain 2

到裂纹扩展的方向。我们可以借助于上一小节对裂纹扩展路径的讨论来分析这些构型。

对于具有强烈解理倾向的晶体来说，图 71 中的 (a) 和 (b) 分别恰当地说明了裂纹与倾斜界面及歪扭界面相交时的情况。对图 71 进行的分析^[132]表明，裂纹绕 θ 角的旋转可以通过裂纹前缘的连续调整而实现，但是绕 ϕ 角的旋转则不能如此。在后一种情况下，如果裂纹继续沿着择优的解理面扩展，裂纹前缘将分裂成由解理台阶连接起来的一些分段，如图 75 所示。这么一种裂纹前缘构型在不具有强烈解理倾向（即原子间结合力较强）的晶体中出现的可能性不大。在这样的晶体中，裂纹将穿过晶界，且裂纹面方向不发生显著的改变；也就是说，裂纹没有“感觉”到晶界的存在。

一般说来，对多晶体中发生的穿晶裂纹扩展过程可以进行这样的分析：假定在纯 I 型加载方式下，裂纹在第一个晶粒内部稳态扩展，裂纹扩展动力 $G(0) = G_{R0}$ ；当裂纹穿过晶界发生偏转遇到下一个晶粒时，裂纹开始进入一个混合承载模式，裂纹发生一定程度的偏转，导致裂纹尖端所在局部区域的裂纹扩展阻力提高至 G_R 。为使扩展继续进行，就必须增大外加荷载直至达到一个新的局部偏转平衡状态 $G(\theta, \phi) = G_R$ 。对于一条晶粒取向失配角 $\theta = 45^\circ$ 的倾斜晶界，由图 72 (b) 所示结果可以得到 $G_R/G_{R0} \approx 1.30$ （注意 G_R 曲线表现为图中 G 曲线的逆形式）。对于歪扭边界，我们也可以类似地估计出 G_R/G_{R0} 的大小。

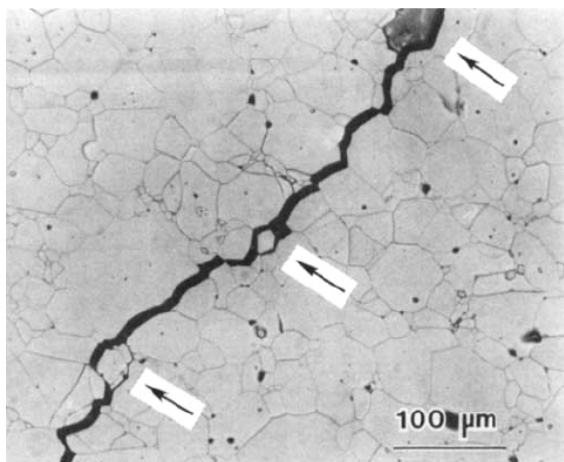


图 76 氧化铝陶瓷（平均晶粒尺寸为 25 μm）中的沿晶裂纹扩展^[2]

Figure 76 Intergranular crack propagation in alumina with average grain size of 25 μm^[2]

沿晶裂纹扩展 晶界是脆性材料中最常见的弱界面。因为共价-离子键严格的方向性和电性要求，陶瓷材料中的晶界尤其薄弱。因此，当相邻晶粒间的取向失配角增大时，裂纹趋向于绕过而不是穿越晶粒发生扩展。沿晶裂纹扩展的特征是具有曲折的裂纹路径（图 76），相应地断裂表面积也有所增大。

在多晶材料中，只有在晶界足够弱、能够补偿由于随之而发生的裂纹偏转所消耗能量的情况下，沿晶裂纹扩展才能发生。对于一条初始承受纯 I 型加载、偏转进入晶界后承受 I + II 型混合加载的直线裂纹，这一条件可以表述为：

$$\frac{G(\theta, \phi)}{G(0)} > \frac{G_{R0}^{GB}}{G_{R0}} \quad (83)$$

式中, G_{R0}^{GB} 为晶界的裂纹扩展阻力, G_{R0} 则为晶粒的裂纹扩展阻力。考虑一个 $\theta = 90^\circ$ 的倾斜晶界, 由图 72 (b) 得到 $G(\theta)/G(0) \approx 0.25$, 因此 $G_{R0}^{GB}/G_{R0} < 1/4$ 。事实上, 晶界的 90° 倾斜代表的是一种极端情况, 对于大多数常规的多晶材料来说, 满足了 $G_{R0}^{GB}/G_{R0} < 1/2$ 这一并不严格的条件就足以实现沿晶裂纹扩展。沿晶裂纹扩展对应了一个最小能量途径, 裂纹扩展净阻力的提高仅仅来自断裂表面的实际面积与投影面积之比 α 的增大。在大多数情况下 $\alpha = 2 \sim 3$, 因此, 无论如何裂纹扩展阻力都不大可能提高一倍以上。

实际材料中发生的穿晶裂纹扩展和沿晶裂纹扩展都比这里所考虑的理想状态要复杂得多。首先, 裂纹并不总是象图 71 那样沿着它的前缘发生均匀偏转; 相反, 存在一个局部偏转的分布状态 (以及如图 75 所示的分段前缘), 这就使得裂纹前缘线有可能同时与具有不同取向的不同晶粒相交。某些相交可能导致裂纹偏离其主扩展平面, 而某些相交则可能使裂纹偏转回来。其次, 在上面的讨论中, 我们实际上假定了晶粒的断裂都是发生在主裂纹前缘处, 而实验发现情况并不总是如此。在下文中我们将看到, 某些晶粒的断裂可以发生在主裂纹前缘的后面。最后, 内部残余应力的存在 (例如由相邻晶粒热膨胀的微小失配导致) 会进一步干扰裂纹的扩展 (尽管在长程概念上可以预期压缩扰动和拉伸扰动的竞争将导致这一效应消失)。

4.3 两相材料中的裂纹扩展

上面关于多晶陶瓷的大多数讨论都可以应用于两相陶瓷。两相陶瓷中第二相可以具有不同的构型, 由几何形状 (多面体、球体、圆柱体、片状等)、相对弹性刚度 (从一个刚性相的无限大到一个孔洞的零)、热膨胀各向异性失配等加以表征。和单相多晶陶瓷中的情况相似, 在两相陶瓷中, 一条裂纹也可能被迫绕着或者穿过第二相障碍物发生扩展。

Faber 和 Evans^[136,137]对裂纹偏转力学中第二相颗粒的作用进行了详细的分析, 这一分析提供了对这类增韧机制的几何特性的认识。

Faber-Evans 分析所依据的理论基础是图 72 所示的 $G(\theta, \phi)/G(0)$ 随角度的变化关系, 同时也考虑了裂纹前缘处第二相颗粒几何形状及其特定的分布。他们考虑了不同颗粒间距情况下, 基体中的裂纹扩展遇到球形、圆柱形和片状颗粒时发生的倾斜偏转和歪扭偏转, 如图 77 所示。他们发现与倾斜组元相比较, 歪扭组元在诱导裂纹发生偏转方面更为有效, 因此也提高了整体的裂纹扩展阻力。在各种不同的颗粒形貌中, 圆柱形导致了最大程度的歪扭, 在颗粒具有最大长径比和最大堆积密度的条件下, 给出了裂纹阻力的一个最大提高量 $G_{IC}/G_{R0} \approx 4$ (图 78)。效果稍差一些的是片状颗粒, 效果最差的是球形颗粒。此外, 对于所考虑的第二相颗粒三种几何形状而言, 最佳的增韧效果均出现在第二相组元体积分数为 25% 左右的区域内。第二相组元含量过高, 由于粒子间相互距离过小, 韧性增长的势头又将受到一定程度的抑制。

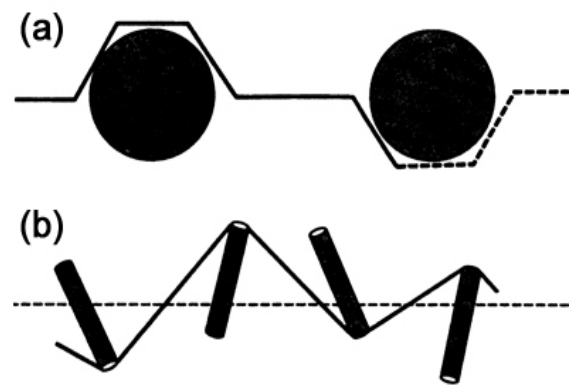


图 77 两相材料中裂纹偏转的几何构型: (a) 绕球形颗粒发生的倾斜偏转 (裂纹从左向右扩展); (b) 绕圆柱形颗粒发生的歪扭偏转 (裂纹向图面内部扩展, 虚线表示未受干扰的裂纹扩展平面)^[136]

Figure 77 Crack deflection geometries in two-phase materials: (a) tilt deflections around spheres (crack propagation left to right); (b) twist propagations around rods (crack propagation into plane of diagram, dashed line denotes undisturbed crack plane)^[136]

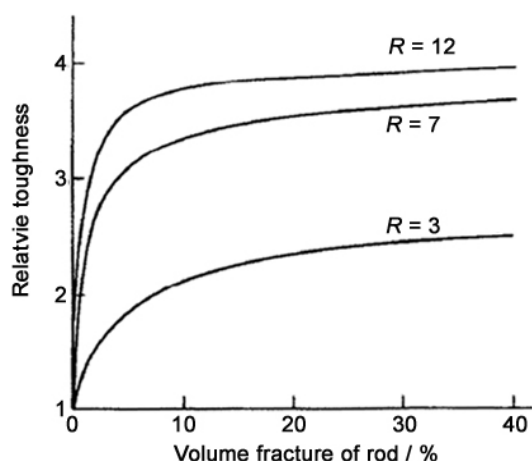


图 78 三种具有不同长径比圆柱状第二相颗粒的两相材料相对断裂韧性理论预测值^[136]

Figure 78 Relative toughness predictions from crack deflection model for two-phase materials with rod-shaped particles of different aspect ratios (R)^[136]

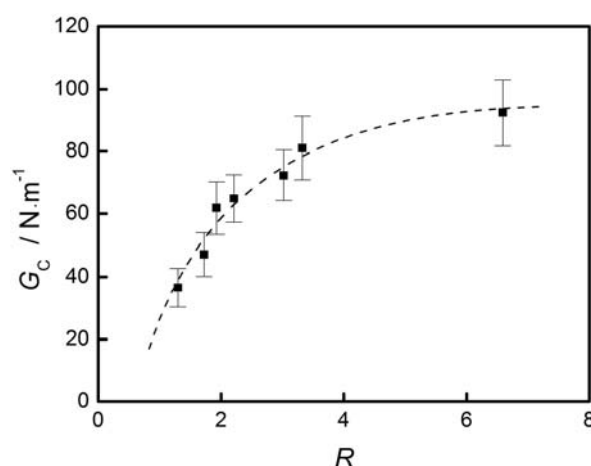


图 79 具有不同长径比柱状晶粒的 Si_3N_4 陶瓷的临界机械能释放率^[137]

Figure 79 Critical mechanical-energy-release rate measured with Si_3N_4 with columnar grains of different aspect ratios (R)^[137]

由图 78 所示结果可以很直观地推论出：如果单组分材料晶粒具有一个较大的长径比 R ，也可能获得一个较为理想的裂纹偏转增韧效果。这一点在对 Si_3N_4 陶瓷的研究中得到了证实。 Si_3N_4 陶瓷的晶粒形状与材料在烧结过程中发生的 $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4 \rightarrow \beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 相变量有关， Si_3N_4 的 $\alpha \rightarrow \beta$ 相变一般发生在液相烧结过程中，这一相变过程通常伴随有长柱状晶粒的形成，其形成机制被认为是在烧结过程中粉体中的等轴 $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 颗粒通过吞噬 $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ 而沿着特定的晶向生长^[138]。Faber 和 Evans^[137]对一组具有不同长径比晶粒 Si_3N_4 陶瓷进行的测试表明：当晶粒长径比由 1.2 增大至 7 时，材料的临界应变能释放率 G_C 增大了近 2.5 倍 (图 79)。虽然后来的研究表明，这一例子中 G_C 增大的主要原因并不是裂纹偏转 (参见 6.1.2 小节)，但长柱状晶粒导致的裂纹偏转对材料韧性显然也是有一定贡献的。

如果裂纹扩展过程中遇到的晶界具有很强的结合力，裂纹将被迫扩展进入第二相。扩展着的裂

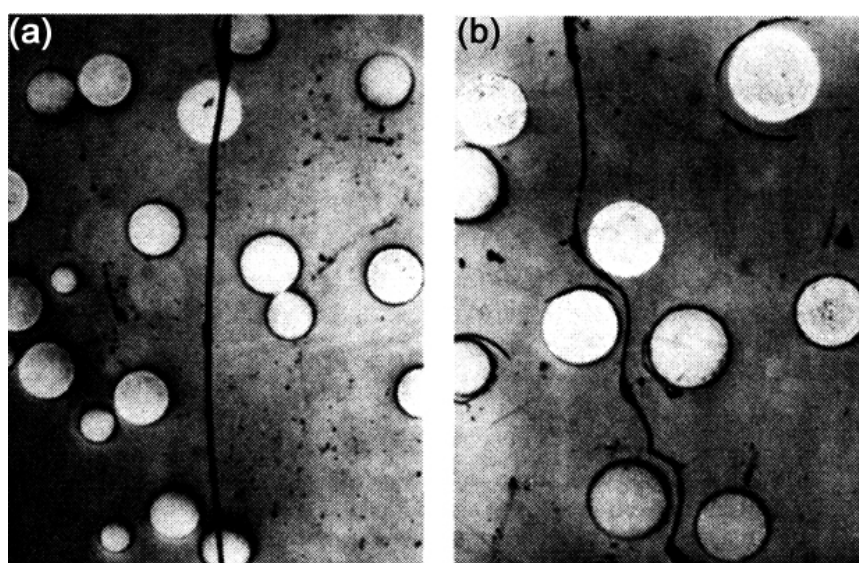


图 80 两种不同组成但都含有 10 vol% ThO_2 的玻璃复合材料中的裂纹扩展路径^[139]

Figure 80 Crack paths in two different glass composites containing 10 vol% ThO_2 particles^[139]

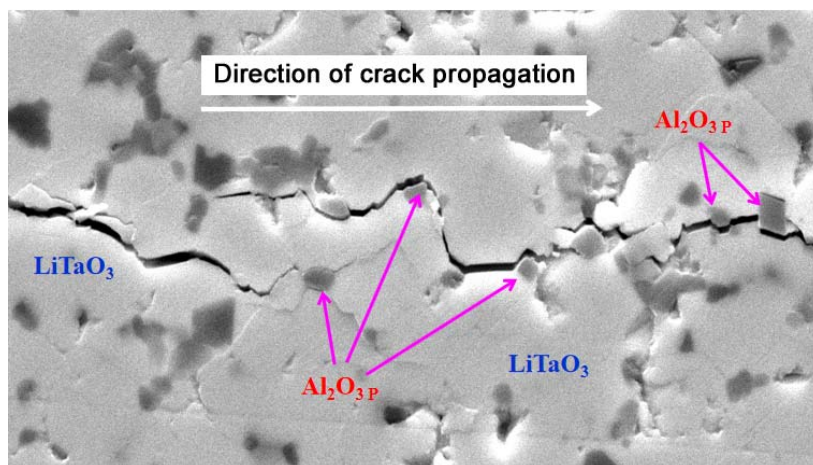


图 81 Al_2O_3 颗粒增强 LiTaO_3 基复合材料中的裂纹扩展路径^[140]
Figure 81 Crack path in Al_2O_3 particle reinforced LiTaO_3 matrix composite^[140]

纹前缘会被钉扎, 导致裂纹在弥散颗粒之间发生局部平面间分段或者弓形化 (与金属的位错硬化理论中的钉扎和分离概念非常相似)。断裂力学分析表明, 在特定的情况 (例如延性颗粒、球形气孔) 下钉扎 (Pinning) 和弓形化 (Bowing) 作为增韧机制的效果可能会超过发生在裂纹平面外的偏转。下文中将指出, 最有效的钉扎是在裂纹前缘已经越过了障碍物之后仍然保留下来的钉扎, 也即“界面桥接 (Interfacial Bridging)”。

最后我们再来分析一下热膨胀各向异性导致的内部应力对两相材料中裂纹扩展的影响。考虑一个特定的材料体系^[139]: 如图 80 所示的一种含有球形夹杂物的玻璃基体。玻璃从熔体状态冷却下来的过程中发生的微小收缩将导致颗粒-基体界面上产生一个残余内应力 (2.2.2 小节)。如果基体比颗粒收缩得更多 [式 (11) 中 $\Delta\alpha > 0$, 式 (12) 中 $\sigma_r < 0$ 而 $\sigma_t > 0$], 基体则处于一种“环形拉伸”状态, 裂纹被“吸引”到颗粒处 [图 80 (a)], 直接穿过第二相颗粒向前扩展。相反, 如果收缩条件反过来 ($\Delta\alpha < 0$, $\sigma_r > 0$ 而 $\sigma_t < 0$), 将产生一个“径向拉伸”状态, 裂纹受到“排斥”而只能绕过第二相颗粒继续向前扩展 [图 80 (b)]。

图 80 所示现象在颗粒弥散强化陶瓷基复合材料中经常出现。例如, 在 Al_2O_3 颗粒增强 LiTaO_3 铁电陶瓷材料^[140]中, 第二相颗粒 Al_2O_3 热膨胀系数 ($\sim 8.8 \times 10^{-6}/\text{K}$ ^[141]) 远高于 LiTaO_3 铁电基体 ($1.61 \times 10^{-6}/\text{K} \sim 4.1 \times 10^{-6}/\text{K}$ ^[140]), $\Delta\alpha < 0$, 因此裂纹倾向于绕过第二相颗粒向前扩展 (图 81)。而在 TiC 颗粒增强 Al_2O_3 复合材料^[142]中, 第二相颗粒 TiC 的热膨胀系数 ($\sim 7.4 \times 10^{-6}/\text{K}$ ^[141]) 稍微低于 Al_2O_3 基体, $\Delta\alpha > 0$, 因此, 裂纹扩展到两相界面处时则倾向于直接穿过第二相 TiC 颗粒 (图 82)。

这里有必要顺便讨论一下微晶玻璃 (玻璃陶瓷) 中的裂纹扩展。已经有大量研究^[143-145]发现, 通过控制制备工艺使玻璃基体中析出一定量的晶体, 可以使最终获得的玻璃陶瓷具有比玻璃基体高出许多的强度和断裂韧性。

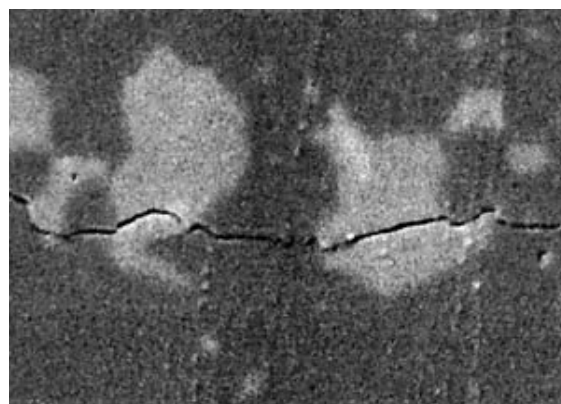


图 82 TiC 颗粒 Al_2O_3 基复合材料中的裂纹扩展路径^[142]
Figure 82 Crack path in TiC particle reinforced Al_2O_3 matrix composite^[142]

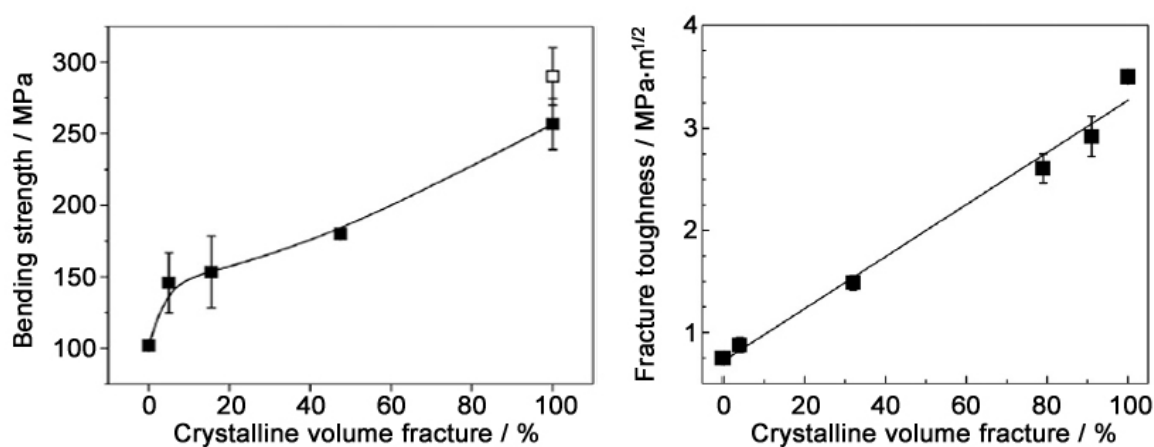


图 83 锂硅酸盐玻璃陶瓷弯曲强度和断裂韧性随结晶体积分数的变化关系^[143]

Figure 83 Variation of bending strength and fracture toughness with crystallized volume fraction for lithium disilicate glass-ceramics^[143]

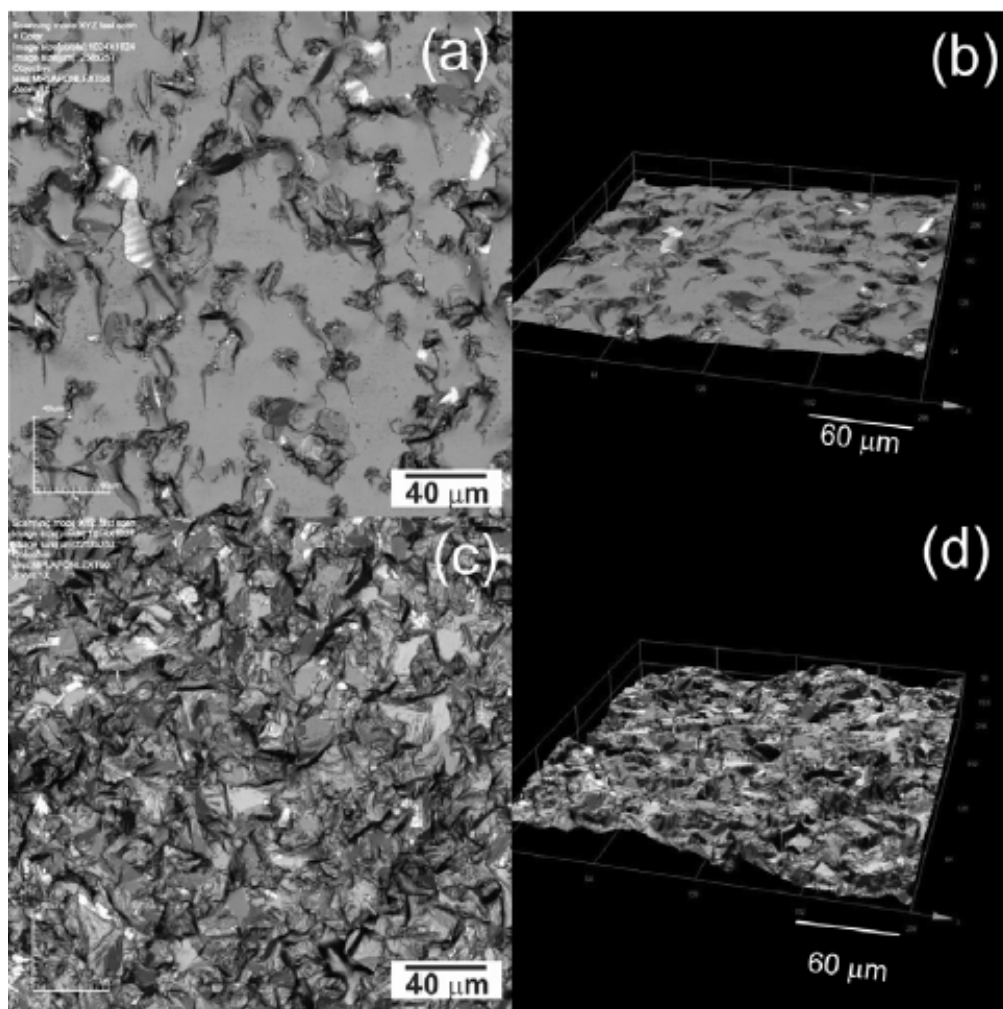


图 84 不同晶相含量 f 的锂硅酸盐材料断口激光共聚焦照片^[143]: (a) $f = 32\%$, 顶视图;

(b) $f = 32\%$, 透视图; (c) $f = 100\%$, 顶视图; (d) $f = 100\%$, 透视图

Figure 84 Laser confocal micrographs of fracture surface segments of lithium disilicate glass-ceramics. Sample with $f = 32\%$: (a) top view and (b) perspective view; and sample with $f = 100\%$: (c) top view and (d) perspective view^[143]

图 83 所示为锂硅酸盐玻璃陶瓷的弯曲强度和断裂韧性随结晶体积分数的变化关系^[143], 可以看出, 随着材料中晶相含量的提高, 弯曲强度和断裂韧性均呈现增大趋势。不同结晶度的锂硅酸盐玻璃陶瓷断裂表面形貌示于图 84, 而图 85 则示出了不同结晶度锂硅酸盐玻璃陶瓷的断口侧面轮廓。可以看出, 随着晶相含量的提高, 裂纹扩展路径发生了明显的变化: 纯玻璃材料的断口几乎表现为一个完整的平面, 而随着晶相含量的提高, 裂纹扩展程度明显加剧。因此, 裂纹偏转应该是导致材料断裂韧性提高的主要原因。

4.4 层状陶瓷中的裂纹扩展

有效利用裂纹偏转提高材料韧性的最成功尝试之一可能就是层状复合陶瓷的设计与制备。

层状复合是一种仿生结构设计, 模拟了自然界中贝壳的显微结构。贝壳内壳中珍珠层的结构如图 86 所示。这是一种与抹灰砖墙结构相似的结构, 由一层层超薄的碳酸钙通过几十纳米厚的有机物连接在一起, 其中碳酸钙约占体积的 95%, 有机物只占约 5%, 但这 5% 的有机物却引起了碳酸钙力学性能的显著变化: 纯碳酸钙很脆, 而贝壳中珍珠层韧性却很高^[146,147]。受这种结构启发, 1990 年 Clegg 等人^[148]首先报道了采用层状结构提高陶瓷材料的断裂韧性, 之后, 关于层状复合陶瓷的制备及增韧机制研究便受到了广泛的关注^[149-152]。

层状复合材料由基体材料和界面材料组成, 而界面层又可分为弱界面层和强界面层两大类。其中弱界面层设计思路就是利用裂纹偏转来提高材料的断裂韧性。一个典型的例子示于图 87^[153]: 在 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{LaPO}_4$ 层状复合陶瓷中, 裂纹在外力作用下扩展到 LaPO_4 弱层时受到下一层 Al_2O_3 基体的阻碍 [图 87 (a)], 外力进一步提高后裂纹急剧偏转进入弱层 [图 87 (b)]。从最终试样断裂的形貌 [图 87 (c)] 看, 裂纹在扩展过程中发生了多次偏转, 从而导致材料的强度和表观断裂韧性都得到显著提高。从图 88 所示材料表面压痕裂纹的扩展情况可以更清楚地了解这一机制: 裂纹遇到 LaPO_4 弱层貌似中止了扩展 [图 88 (a)], 但通过对 LaPO_4 弱层进行的扫描电镜观察则可以看到, 裂纹在弱层中发生了显著偏转并继续沿层间扩展 [图 88 (b)]。

李冬云等人^[154]采用不同的弱层组分 (BN 、 $\text{BN}+30\%\text{Al}_2\text{O}_3$ 和 $\text{BN}+50\%\text{Al}_2\text{O}_3$) 制备了 SiC 层状复

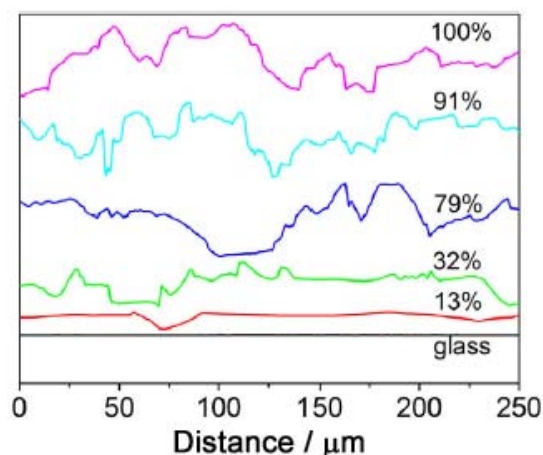


图 85 不同晶相含量 f 的锂硅酸盐的断口轮廓^[143]
Figure 85 Profiles of the fracture surfaces of lithium disilicate glass-ceramics with different crystallized volume fractions^[143]

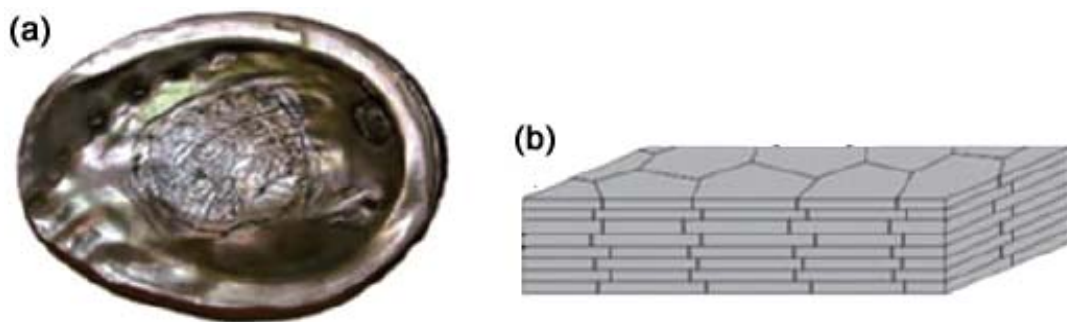


图 86 (a) 贝壳内壳珍珠层及其 (a) 类砖墙结构示意图
Figure 86 (a) Inside view of shell and (b) schematic of the brick wall-like microstructure of nacre

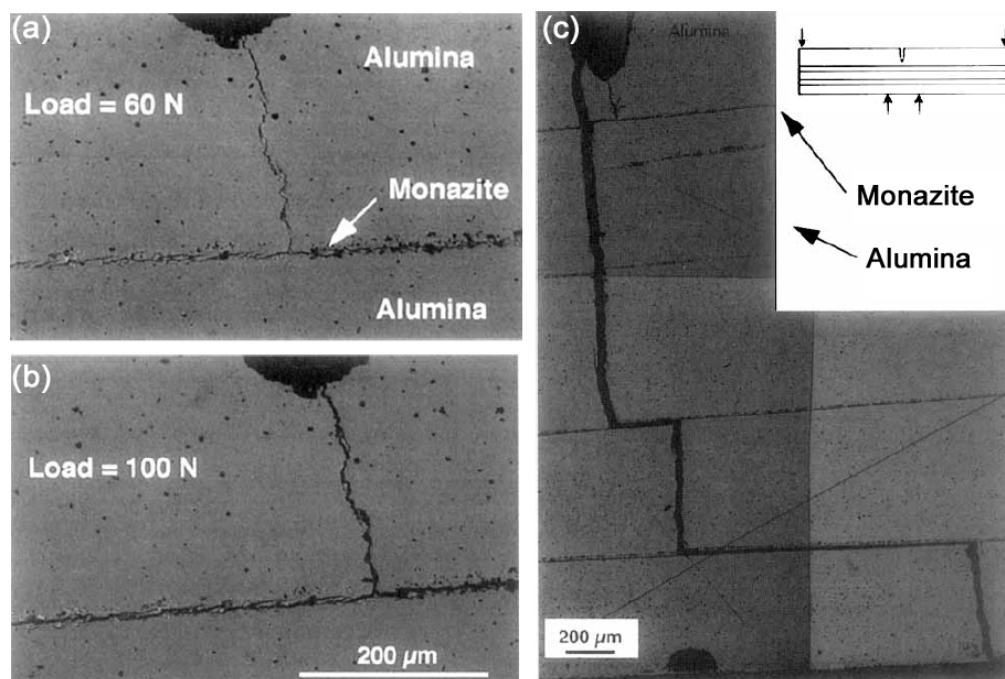


图 87 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{LaPO}_4$ 层状复合陶瓷: (a,b) 在外力作用下裂纹扩展到第一层 LaPO_4 时的裂纹路径;
(c) 试样断裂时的裂纹路径^[153]

Figure 87 Crack propagation paths observed in layered $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{LaPO}_4$ composite: (a,b) cracking of first LaPO_4 layer with increasing applied load; (c) after failure of specimen^[153]

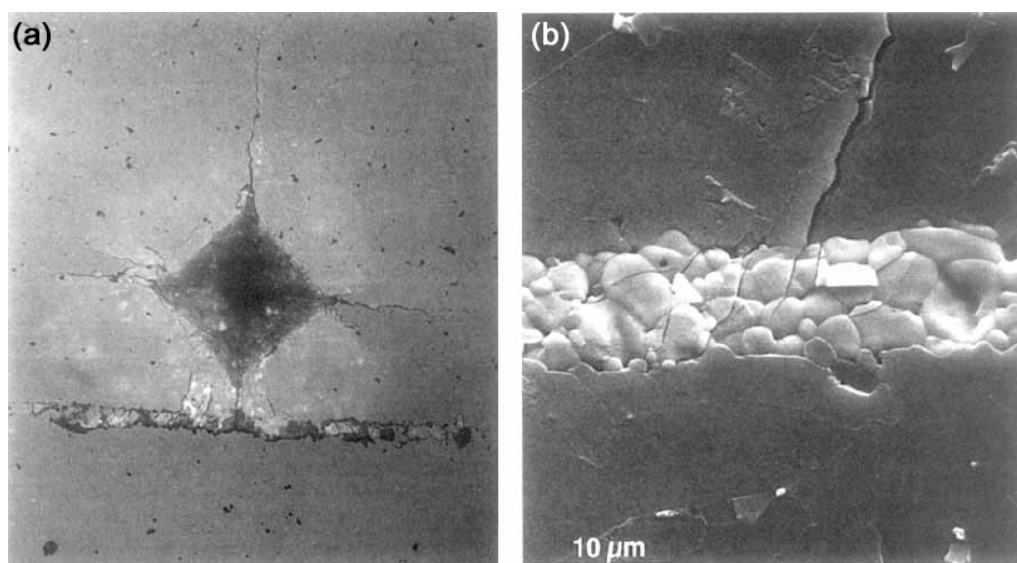


图 88 Al_2O_3 基体中的压痕裂纹扩展到 LaPO_4 层时被阻止^[153]
Figure 88 Arrest of indentation crack at LaPO_4 layer within Al_2O_3 matrix^[153]

合材料。从图 89 可以看出, 不同的弱层组分导致的裂纹偏转效果不同: 弱层中加入适当的 Al_2O_3 可以提高界面结合力, 不但能够有效地偏转裂纹, 而且还不会导致严重的脱层失效; 但是当弱层中 Al_2O_3 含量过高后, 过强的界面结合反倒对裂纹偏转不利。

如果在层状复合陶瓷中采用强界面层, 情况则是不一样的。一般来说, 强界面层通过层间材料热漂移失配或相变等使得材料内部形成较大的残余应力, 从而提高材料的强度和韧性。在具有强界面结合层的层状复合陶瓷中, 裂纹的偏转很少发生。

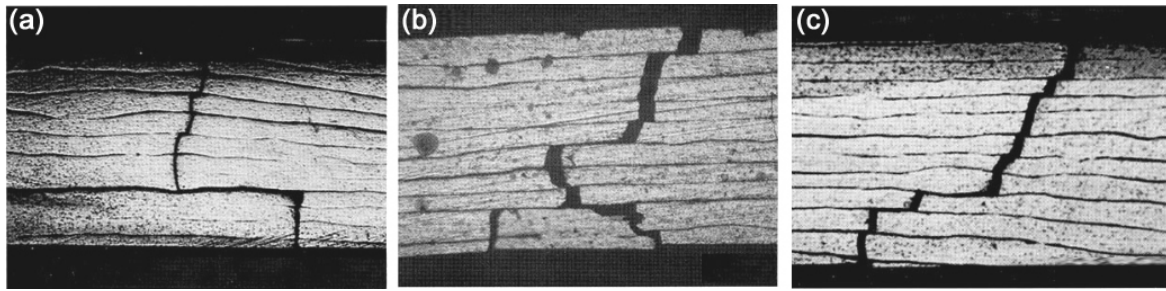


图 89 不同弱层组成的 SiC 层状复合陶瓷裂纹扩展路径^[154]: (a) SiC/BN; (b) SiC/BN+30%Al₂O₃; (c) SiC/BN+50%Al₂O₃

Figure 89 Crack propagation paths observed in (a) SiC/BN, (b) SiC/BN+30%Al₂O₃ and (c) SiC/BN+50%Al₂O₃^[154]

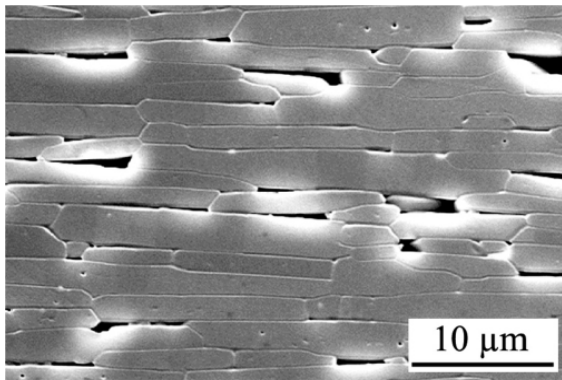


图 90 TGG 织构化 Al₂O₃ 陶瓷的显微结构 SEM 照片^[155]

Figure 90 SEM micrograph of a TGG textured alumina microstructure^[155]

利用材料晶粒自身的层状结构也可以导致类似的效果。比如采用所谓的模板晶粒生长 (Templated Grain Growth, TGG) 技术可以使多晶陶瓷具有一种类似于图 86 (b) 所示独特织构 (图 90), 从而提高材料断裂韧性^[155-158]。图 91 所示为一种织构化 Al₂O₃ 陶瓷断裂韧性及断裂强度随织构度的变化关系^[159]: 随着材料织构度提高, 断裂韧性及断裂强度基本均呈现增大趋势。

这里顺便要提及一下 1996 年开始出现的关于三元系 MAX 相层状陶瓷^[160]。MAX 相三元层状陶瓷材料是一种密排六方的碳化物或氮化物, 它通常用 M_{n+1}AX_n 表示 ($n = 1, 2, 3$), 其中, M 为过渡金属元素, A 为主族元素 (13 ~ 16), X 为 C 或 N 元素。三元层状陶瓷材料都具备一

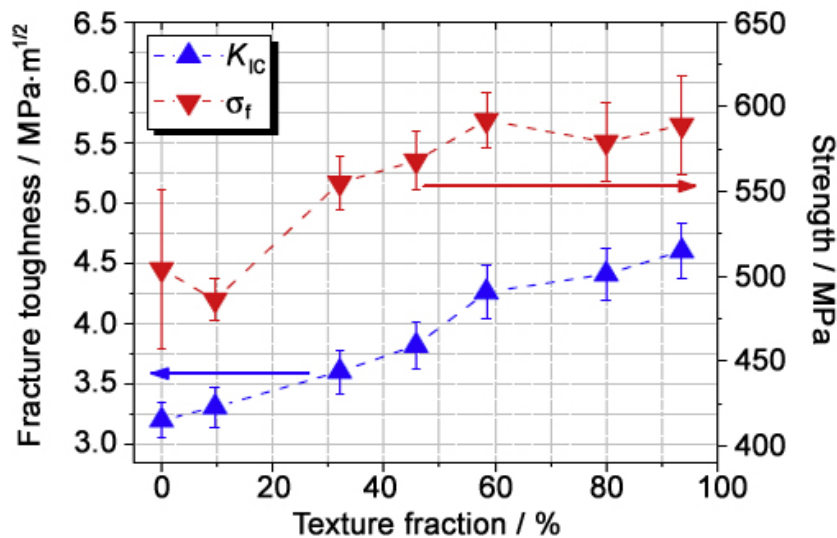


图 91 织构化 Al₂O₃ 陶瓷的断裂韧性及断裂强度随织构度的变化关系^[159]

Figure 91 Variation of fracture toughness and fracture strength of alumina ceramics as a function of texture fracture^[159]

致的结构特征^[161]: 相近邻的闭合 M 原子层由 A 原子层周期性隔开, 且 X 原子填充在 M 原子的八面体间隙中, 形成 M_6X 的结构形式。其晶胞结构如图 92 所示: 其中 M 和 A 原子层之间由较弱的 M-A 键连接, 而 M 和 X 原子层间则作用着强的 M-X 共价键; 因此也可以把 MAX 看作是紧密连接在一起的 M-X 单元层由弱化学键 M-A 连接。这一独特的晶体结构和化学键特点使得 MAX 相在力学性能方面表现出明显的各向异性和显微结构上的层状特征。这一处于晶体内部、尺度在纳米级别的层状结构是 MAX 相材料具有非凡力学性能的根本原因, 而由于弱结合面的存在导致的裂纹偏转便是其中的一个因素; 当然并不是主要因素。

图 93 所示为 Ti_2AlC 的断口形貌^[162]。可以看到, MAX 相中的弱结合 (M-A 键) 在外力作用下极易萌生裂纹并扩展, 进而发生分层破坏

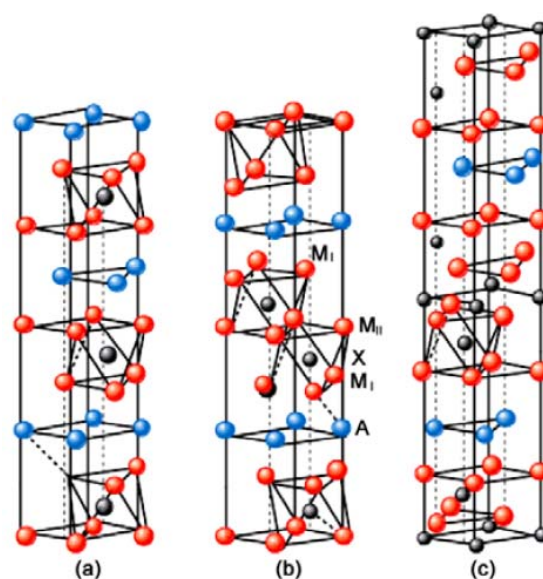


图 92 典型 MAX 相的晶胞结构:

(a) 211; (b) 312; (c) 413

Figure 92 Crystal structure of typical MAX phase:

(a) 211; (b) 312; (c) 413

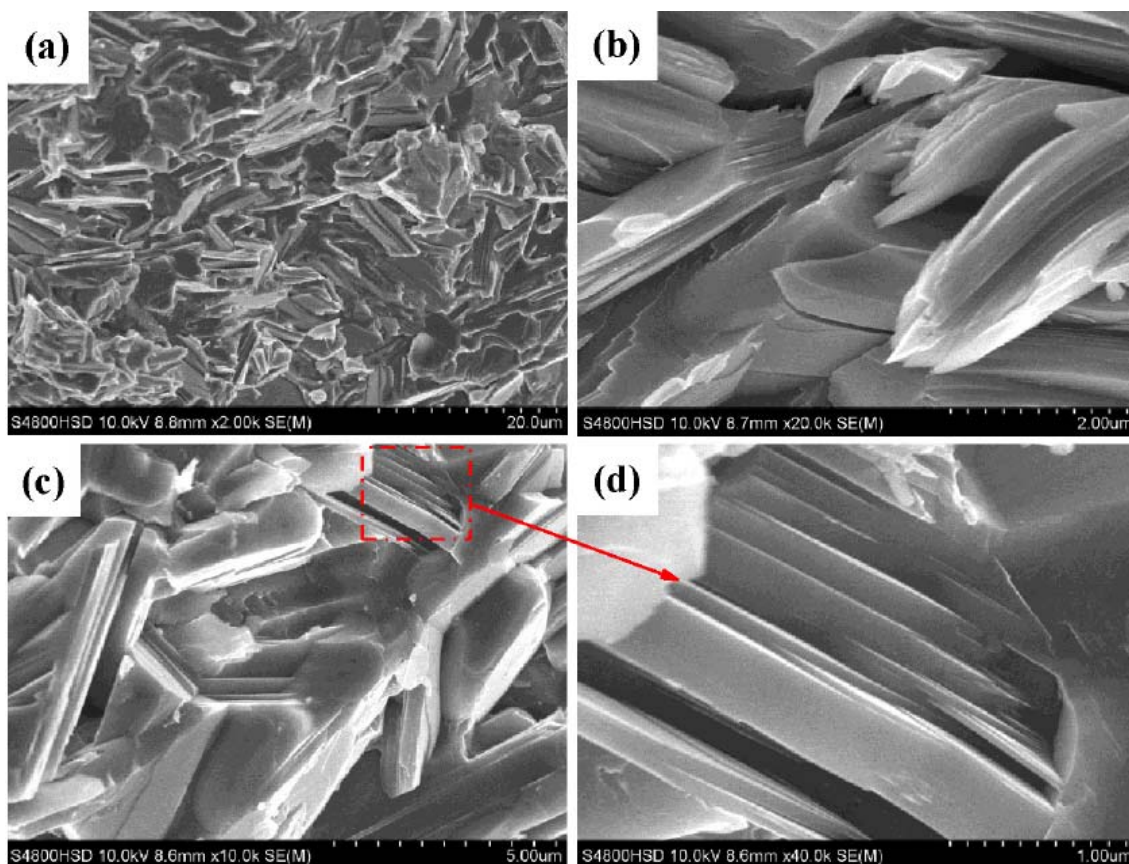


图 93 Ti_2AlC 的断口形貌: (a) 断口全貌; (b) 晶粒弯曲和扭折; (c) 层间分层; (d) 是 (c) 的局部放大图^[162]

Figure 93 Fractographies of the large-scale Ti_2AlC : (a) fracture surface; (b) kink bands; (c) delamination; (d) enlarged image of (c)^[162]

[图 93 (c)]。因此, MAX 相的层状结构对提高材料的断裂韧性极为关键, 其机理主要是主裂纹在扩展过程中遇到 MAX 晶粒中的弱结合面会发生偏转, 从而使得扩展过程所需的能量显著增大。这点与前面提及的层状复合材料类似, 只是尺度上有所差异。此外, MAX 相的基面位错在室温下即可运动, 因此 MAX 相晶粒在室温下即可通过扭折带而发生微观塑性变形^[163] [图 93 (c)]。这就意味着 MAX 相单层片之间存在塑性层, 在外力作用下也可通过塑性变形以进一步提高断裂韧性。显然, 这就意味着 MAX 相材料在某种程度上发生了延性断裂。事实上, MAX 相材料是一类兼具金属和陶瓷特性的新材料, 其断裂行为已经不再是纯粹的脆性^[164]。因此, 本文不打算对 MAX 相材料的力学性能及其增韧增强机制展开深入的分析, 这方面的内容可以参阅柏跃磊等人最近发表的一篇优秀综述^[165]。

5 当断裂力学遇到显微结构

导致裂纹前缘发生几何扰动 (裂纹偏转) 的各种相互作用虽然能够使得局部的裂纹扩展阻力提高, 但是对于大多数多晶陶瓷 (层状结构陶瓷及陶瓷基复合材料除外) 来说, 裂纹偏转发生的根本原因是裂纹沿原先方向继续扩展时将遇到阻力更大的区域, 而偏转后的扩展路径则具有更低的扩展阻力。考虑到偏转之后的裂纹总是倾向于朝着剪切荷载最小的方向继续扩展 (图 72), 并最终回到与外加场引起的最大主拉伸应力相垂直的一个稳定的平面上来, 因此从宏观上看, 标准断裂力学仍然适用。然而, 必须注意的是这种“适用”指的只是在宏观层面上: 尽管我们引用了许多照片说明了显微结构对裂纹扩展路径的影响, 但是对这一影响的评价一直是借助于断裂韧性 K_{IC} (或者临界应变能释放率 G_C) 这么一个宏观性能参数进行的。换句话说, 无论从微观层面上看裂纹扩展过程中路径发生了什么样的变化, 我们最终仍然是在宏观层面上假定裂纹在一个均匀连续体中沿一个指定路径扩展, 而在测试或者计算中采用的裂纹尺寸也是裂纹在指定路径上的投影尺寸, 而且是材料发生断裂破坏时的临界裂纹尺寸。

均匀连续体在实际材料中是极为罕见的, 而多晶陶瓷至少会因为晶界的存在就不可能成为一个均匀连续体。因此, 断裂力学中的均匀连续体在绝大多数情况下只是一个假设, 应用断裂力学理论研究实际问题时, 首先就要考虑所研究的对象是否满足“均匀连续体”这一基本假设。显然, 本文前面所有讨论都不加说明地默认了陶瓷材料满足“均匀连续体”这一基本假设, 而显微结构的不连续性在上一章中则被简单地处理为承载模式的变化: 从纯 I 型承载转变为混合型承载, 而后再根据最低能量路径原则迅速或者较为迅速地恢复到纯 I 型承载。

在裂纹尺寸远大于显微结构特征尺寸的情况下, “均匀连续体”假设无疑是成立的 (事实上, 在上一章的讨论中, 我们也基本上是依据大裂纹试样的 K_{IC} 或 G_C 测试结果来评价裂纹路径变化的影响)。然而, 如果裂纹尺寸减小到了与显微结构特征尺寸大致相当的时候, 情况就有所不同了。在本章中, 我们从两个典型的强度实验开始, 看一下当断裂力学在微观层面上遇到显微结构时到底会出现一些什么样的情况。

5.1 两个典型的强度实验

5.1.1 Hoshide 实验: 本征缺陷

1984 年, Hoshide 等人^[166]报道了一个很有趣的实验结果。在这个实验中, Hoshide 等人研究了两种 Si_3N_4 材料 (日本 NGK 公司生产的 EC-127 和 EC-1211) 的断裂强度与本征裂纹尺寸的关系。表 2 列出了这两种 Si_3N_4 材料的一些物理及力学性能参数, 其中密度、弯曲强度和弹性模量数据是 NGK 公司给出的测试结果, 断裂韧性数据则是借助于 Vickers 压痕弯曲梁测得的。这里需要说明的是, 虽然采用了 Vickers 压痕弯曲梁, 但 Hoshide 等人在计算断裂韧性时并没有采用本文前面提及的

Chantikul 等人提出的标准公式 [式 (79)], 而是直接采用了半椭圆形表面裂纹的应力场强度表达式, 因此计算得到的断裂韧性值明显偏低。为此, Hoshide 等人对压痕弯曲梁试样在 800°C 真空退火 2 h 后再次进行了测试。表 2 分别给出了由未退火试样和退火试样得到的断裂韧性测试结果。

表 2 Hoshide 等人所用材料的力学性能^[166]

Table 2 Mechanical properties of the materials examined by Hoshide *et al.*^[166]

Material	Density $\rho / \text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	Flexural strength σ_f / MPa	Young's modulus E / GPa	Fracture toughness, $K_{\text{IC}} / \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$	
				As-indentated	Annealed
EC-127	3.15	670	270	4.0	5.8
EC-1211	3.26	735	330	4.1	5.7

Hoshide 等人采用平板弯曲实验 (Plane-Bending Test) 测试了 EC-127 的断裂强度; 采用环压缩实验 (Ring-Compression Test) 测试了 EC-1211 的断裂强度。在进行了断裂实验之后, 他们进一步对试样断口进行了观察, 确定了导致试样断裂的本征缺陷位置及尺寸。图 94 和图 95 分别示出了两种材料典型断口的 SEM 照片。对所有试样进行的观察分析发现试样的破坏分别主要起源于三类本征缺陷

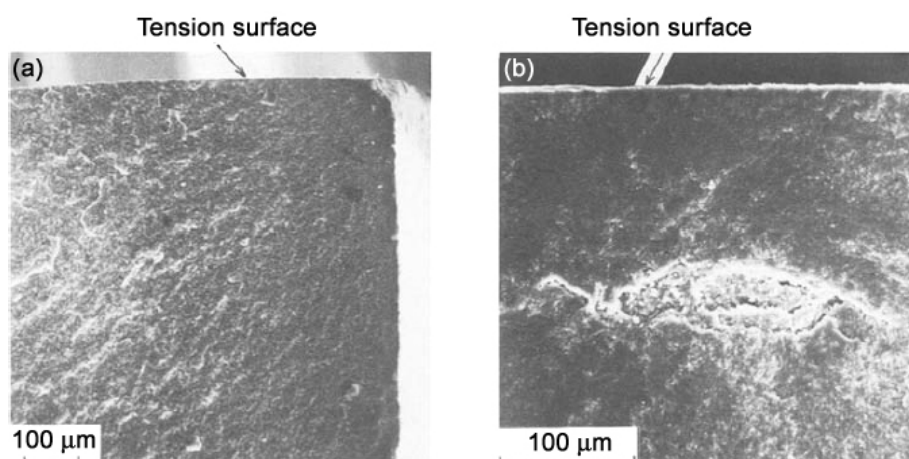


图 94 EC-127 氮化硅试样断口 SEM 照片: (a) 边缘裂纹; (b) 亚表面裂纹^[166]

Figure 94 SEM micrographs of the fracture surfaces of EC-127: (a) corner flaw; (b) subsurface flaw^[166]

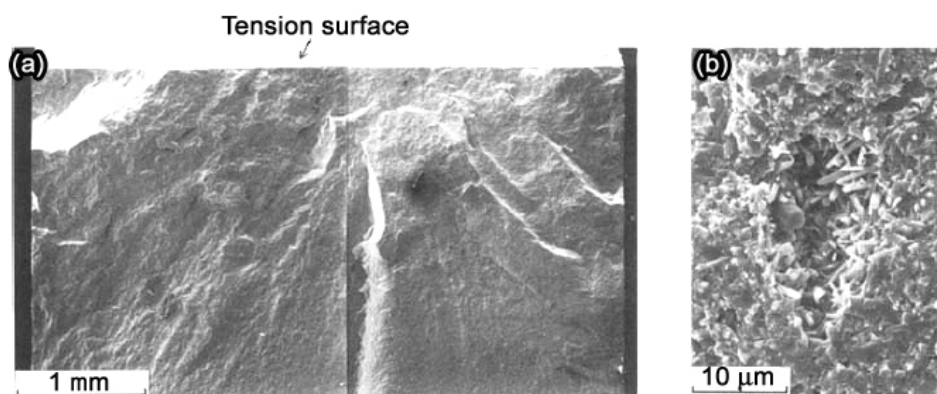


图 95 EC-1211 氮化硅试样中的本征裂纹: (a) 断面; (b) 气孔类裂纹^[166]

Figure 95 SEM micrographs showing the inherent flaw in EC-1211: (a) view of fracture surface; (b) pore type of flaw^[166]

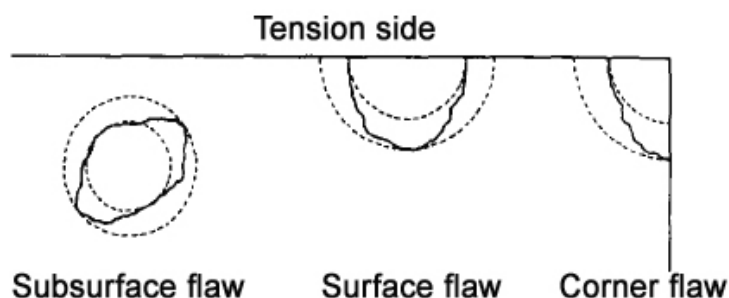


图 96 本征裂纹形状的近似处理^[166]
Figure 96 Approximations in shape of inherent flaws^[166]

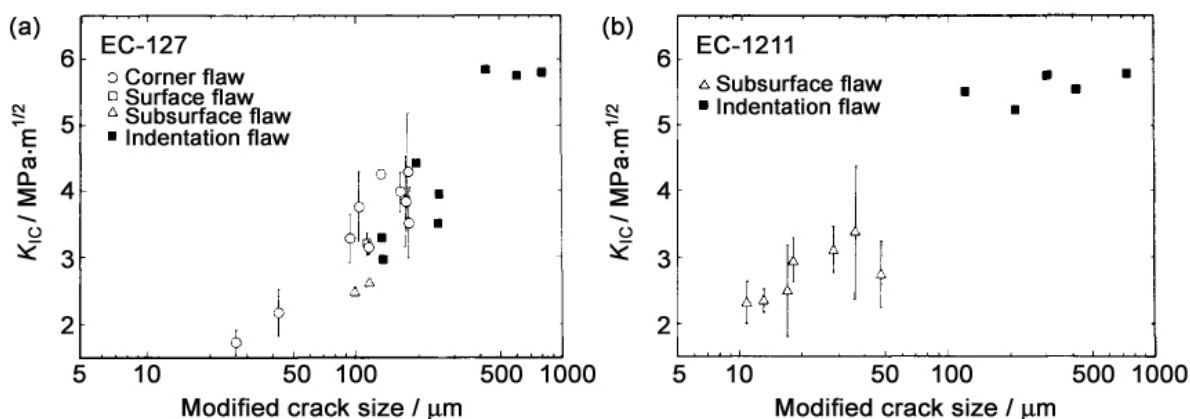


图 97 临界应力场强度随固有裂纹修正尺寸的变化关系: (a) EC-127; (b) EC-1211^[166]
Figure 97 Variation of the critical stress intensity with the modified crack size: (a) EC-127; (b) EC-1211^[166]

陷: 位于试样边棱处的机加工裂纹 [图 94 (a)]、位于试样受拉面上的机加工裂纹以及位于试样内部靠近受拉面处的亚表面内部缺陷 (如气孔、夹杂、大晶粒等) [图 94 (b)、图 95 (b)]。

接下来, Hoshide 等人进行了一些半定量的分析。首先, 他们将所观察到的三大类缺陷分别近似处理为如图 96 所示的四分之一椭圆形裂纹、半椭圆形裂纹以及椭圆形裂纹 (分别在图中用虚线绘出了相应的轮廓), 进而根据断裂力学理论计算出了每一根试样中导致破坏的缺陷前缘处在试样断裂时所具有的应力场强度 K_I 最大值作为试样的断裂韧性 K_{IC} , 最后作出了如图 97 所示的 K_{IC} 随固有裂纹修正尺寸 (Modified Crack Size) $2\sqrt{ab}$ (其中 a 和 b 分别为椭圆的半短轴和半长轴) 的变化关系曲线。为便于比较和讨论, 压痕弯曲梁断裂试验的结果也一并绘于图中。

图 97 所示结果是与之前所讨论的所有现象都完全不同的: 随着裂纹尺寸参数 $2\sqrt{ab}$ 的增大, 材料断裂韧性 K_{IC} 呈现出了一个增大的趋势; 直至 $2\sqrt{ab}$ 增大到一定程度之后, K_{IC} 才开始逐渐趋近于一个平台值。尽管 K_{IC} 的这个平台值与断裂力学试验测得的 K_{IC} 值 (表 2) 比较吻合, 但我们还是不得不在这里打上一个问号: 断裂韧性难道不再是一个材料常数了吗? 这一问题我们留待下文去回答。这里我们先来看看 Hoshide 等人接下来又作了一些怎样的分析。

注意到以上分析中所考虑的裂纹具有不同的形状、处于试样的不同位置, 且承受着不同的受力方式, Hoshide 等人进一步引进了一个等效裂纹尺寸 (Equivalent Crack Size) 概念。从断裂力学基本公式出发 (式中的 Y 为裂纹的几何形状因子):

$$K_{IC} = Y\sigma_f \sqrt{\pi c} \quad (84)$$

定义等效裂纹尺寸 c_{eq} 为:

$$c_{eq} = \frac{1}{\pi} \left(\frac{K_{IC}}{\sigma_f} \right)^2 \quad (85)$$

而后由图 97 给出的 K_{IC} 值计算得到等效裂纹尺寸 c_{eq} 与断裂强度 σ_f 之间的关系, 结果如图 98 所示。尺寸较大的压痕裂纹 (因事先经退火处理而不再受残余应力影响) 所表现出的裂纹尺寸-强度关系是符合 Griffith 准则的预测的。相比之下, 尺寸较小的固有裂纹所表现出的行为则明显地偏离了 Griffith 准则的预测。

Usami 等人^[167,168]对更多的材料进行了类似的研究, 结果示于图 99。这一结果采用了归一化裂纹尺寸 (裂纹尺寸与晶粒尺寸之比) 对归一化断裂强度的表述形式, 所研究的材料的晶粒尺寸也同时在图中给出。显然, 图 99 在更宽的材料范围内验证了 Hoshide 等人的结果。更进一步看, 图 99 所示结果表明: 只有在裂纹跨越了几十个晶粒的条件下, 实验数据才与 Griffith 理论预测结果相一致;

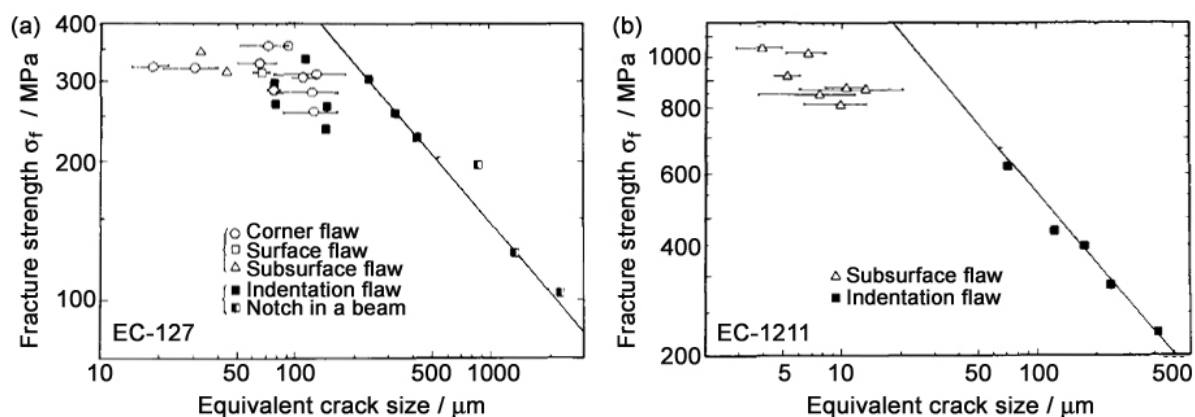


图 98 断裂强度随等效裂纹尺寸的变化关系: (a) EC-127; (b) EC-1211^[166]

Figure 98 Variation of the fracture strength with the equivalent crack size: (a) EC-127; (b) EC-1211^[166]

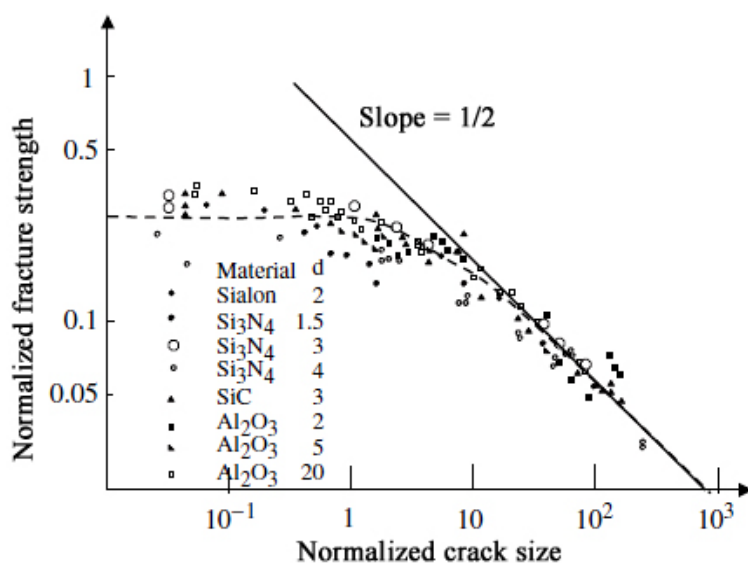


图 99 不同材料归一化断裂强度随归一化裂纹尺寸的变化关系^[166]

Figure 99 Variation of normalized fracture strength with normalized crack size^[166]

在裂纹尺寸较小的范围内, 强度-裂纹尺寸关系将偏离 Griffith 理论的预测趋势。

显然, 在上述的分析过程中, 断裂力学计算应该没有问题, 尽管计算时所采用的数据与实际情况之间多少存在一些偏差; 断裂力学理论本身似乎也应该没有问题, 毕竟在进入陶瓷材料领域之前这些理论已经在金属材料中得到了无数次的验证。那么导致 K_{IC} 随裂纹尺寸增大而增大 (图 97) 以及 Griffith 理论“失效” (图 98) 的根本原因就只能从材料方面来寻求了。在 2.2.3 小节中曾经指出, 在裂纹尺寸与材料晶粒尺寸相当的情况下, 断裂表面能将表现出一个随着裂纹尺寸的增大而增大的趋势 (图 15), 这可能是对 Hoshide 等人结果的一个合理的解释。事实上, Hoshide 等人给出的解释也是以这一点为基础的: 由于裂纹与其周围的显微结构之间的不匹配, 在裂纹尖端及其附近区域可能存在有局部的残余应力作用, 这一残余应力作用对裂纹扩展过程无疑将产生一定的影响。此外, Hoshide 等人还指出: 当裂纹尺寸与材料显微结构特征尺寸相当时, 断裂力学的基本假设之一——均匀连续介质假设就已经失效了, 此时的断裂力学似乎应该有所修正。

5.1.2 Lawn 实验: 压痕裂纹

几乎与 Hoshide 等人同时, 压痕断裂力学奠基人 Lawn 和他的同事们也报道了一个重要的实验现象^[169]。不过, Lawn 等人的工作自始至终是围绕着压痕断裂试验展开的。应用压痕断裂试验研究显微结构对强度影响问题的优势体现在三个方面。首先, 压痕裂纹具有比较理想的几何构型, 其形成机制又与陶瓷材料中的固有裂纹尤其是表面机加工损伤十分相似, 这不但有利于进行断裂力学的定量分析, 而且对材料实际断裂行为的模拟也是比较准确的; 其次, 通过调整压痕压制荷载, 压痕裂纹的尺寸可以在一个很宽的范围内变化 (Lawn 等人采用的裂纹尺寸范围大致为 $2\ \mu\text{m} \sim 100\ \mu\text{m}$), 这就使得 Lawn 等人可以采用同一种裂纹类型来研究材料的断裂行为, 从而避开了在 Hoshide 等人工作中遇到的不同类型裂纹之间的等效模拟问题; 最后, 由于压痕裂纹是试样中的最危险裂纹, 其位置、形状甚至尺寸都可以很容易地在试样断口上确定, 分析的精确度及可靠性较 Hoshide 等人的工作自然就有所改善。

Lawn 等人选择了两种 Al_2O_3 陶瓷进行研究。这两种材料的名义晶粒尺寸 d 分别为 $3\ \mu\text{m}$ 和 $20\ \mu\text{m}$, 由 DCB 法测得的断裂韧性 K_{IC} 分别为 $3.9\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 和 $6.6\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 。在试样表面分别压制了一条尺

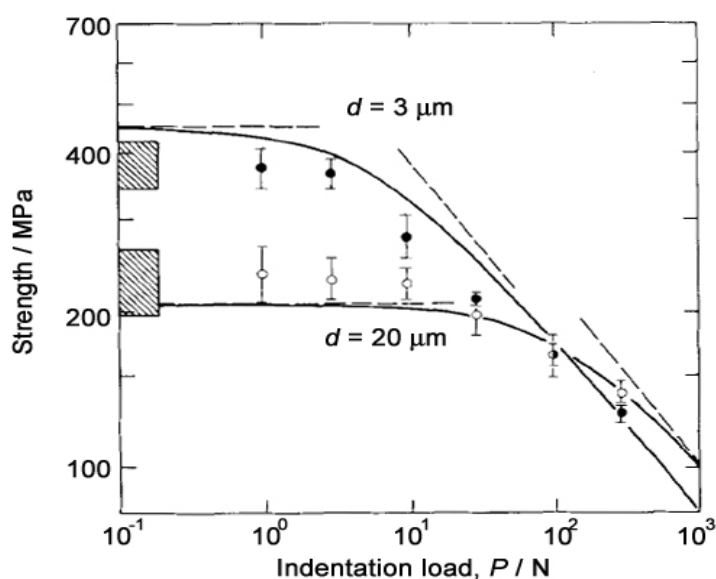


图 100 两种 Al_2O_3 陶瓷压痕弯曲梁强度随压痕荷载的变化关系^[169]

Figure 100 Fracture strength as a function of Vickers indentation load for two grades of alumina ceramics^[169]

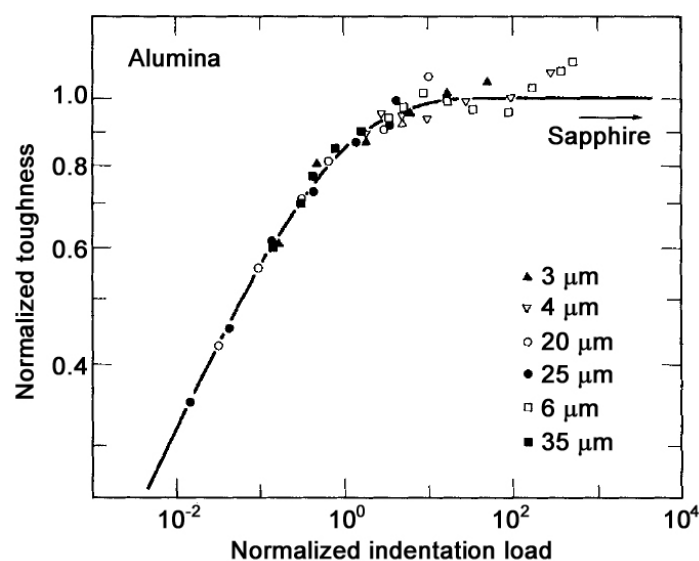


图 101 Al_2O_3 陶瓷压痕表观韧性随压痕荷载的变化关系^[170]
Figure 101 Apparent toughness as function of indentation load for alumina^[170]

寸各异的 Vickers 压痕裂纹之后进行了强度试验, 结果如图 100 所示。图中的每一个数据点均为至少 15 根试样的平均测试结果, 而且不包括那些不从压痕裂纹处破坏的试样的试验结果。很显然, 在压痕压制荷载较低 (即压痕裂纹尺寸较小) 的情况下, 两种材料的强度-压痕压制荷载 (压痕裂纹尺寸) 关系曲线都倾向于形成一个平台, 而平台区所对应的强度值则十分接近于材料的“本征强度”, 即无压痕试样的断裂强度 (图中用阴影区域表示)。这与 Hoshide 等人的实验结果 (图 98) 是相似的, 不同之处仅在于: 在 Lawn 等人的工作中, 压痕裂纹未经退火处理, 故高荷载区域中的 σ_f 与 $P^{-1/3}$ 成正比 [式 (79)]。

和 Hoshide 等人的工作类似, Cook 等人对图 100 所示实验数据进行了一些变换处理^[170]: 把图 100 中平台区域所对应的水平线延长, 使之与高荷载区域中的 $\sigma_f \sim P^{-1/3}$ 直线交于一点, 定义该交点所对应的压痕压制荷载值 P^* 为一个材料显微结构特征参数; 而后, 对图 100 所示结果以及对其他一系列平均晶粒尺寸各不相同的 Al_2O_3 材料进行类似试验所获得的数据进行整理, 得出了一条归一化断

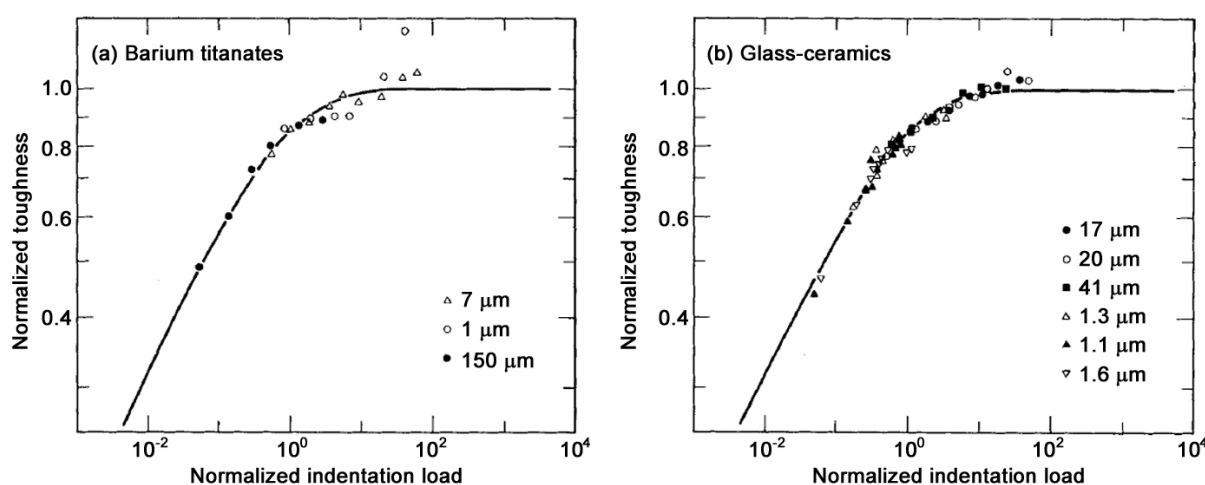


图 102 (a) 钛酸钡陶瓷及 (b) 玻璃陶瓷压痕表观韧性随压痕荷载的变化关系^[170]
Figure 102 Apparent toughness as function of indentation load: (a) barium titanates; (b) glass-ceramics^[170]

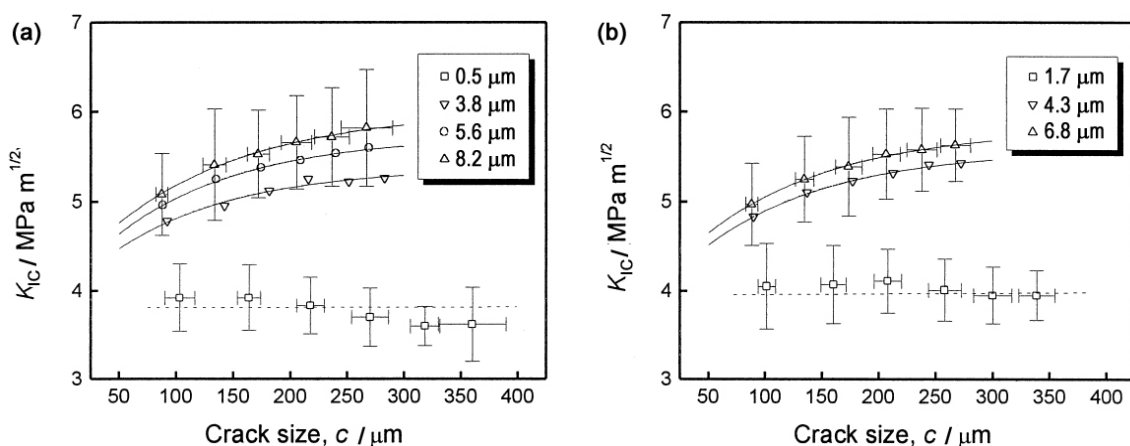


图 103 不同尺寸 TiC 颗粒增强的 Al_2O_3 陶瓷压痕韧性随压痕裂纹尺寸的变化关系^[142]
 Figure 103 Indentation toughness as functions of indentation crack size for Al_2O_3 ceramics reinforced with TiC of different particle sizes^[142]

裂韧性 $K_{\text{IC}}/K_{\text{IC}}^\infty$ (其中 K_{IC} 为由标准压痕断裂力学理论计算得到的断裂韧性值, K_{IC}^∞ 是一个归一化参数, 其含义将在下文的讨论中给出) 与归一化压痕压制荷载 P/P^* 的关系曲线, 如图 101 所示 (图中标出了各种材料的平均晶粒尺寸)。显然, 这条曲线与 Hoshide 等人测得的图 97 也是相似的: 材料的断裂韧性再一次出现了随着裂纹尺寸的增大而增大的趋势, 而在 P 较大的情况下又逐渐趋近于一个平台值。

Cook 等人^[170]还进一步对其他材料进行了类似的测试和分析, 结果示于图 102 (图中标出了各种材料的平均晶粒尺寸)。这些实验结果表明图 101 所示的现象具有普遍性。

图 101 和图 102 都是通过压痕弯曲梁强度实验得到的结果。后来的研究也发现, 采用直接压痕法测试陶瓷材料的断裂韧性, 在某些特定的情况下也能观察到类似的现象。图 103 给出了 Gong 等人^[142]报道的一组实验数据。在这项工作中, Gong 等人制备了一系列 30wt% TiC 颗粒增强的 Al_2O_3 陶瓷, 并采用不同的荷载在材料表面压制了 Vickers 压痕裂纹, 测定了裂纹尺寸, 而后根据式 (74) 计算得到了材料的断裂韧性 K_{IC} 。图中给出了各个样品中 TiC 颗粒的平均尺寸。从图中可以看出, TiC 颗粒平均尺寸显然是导致不同样品断裂韧性变化趋势不同的根本原因: TiC 颗粒平均尺寸大于 $3\text{ }\mu\text{m}$ 左右之后, 测得的断裂韧性就明显呈现出了随压痕裂纹尺寸增大而增大的趋势。

Cook 等人对图 101 和图 102 所示实验现象的分析^[170]也正是从显微结构入手的。粗略地分析一下所得到的数据, Cook 等人发现晶粒尺寸是一个关键参数: 晶粒尺寸越大, 如图 100 所示强度-荷载曲线偏离理论预测时所对应的压痕荷载值就越大。也就是说, 只有在裂纹尺寸较大或晶粒尺寸较小的情况下, 强度-荷载曲线才与理论预测结果相吻合。于是, Cook 等人得到了与 Hoshide 等人相似的结论: 当裂纹尺寸与材料显微结构特征尺寸相当时, 断裂力学的基本假设之一——均匀连续介质假设就已经失效了, 此时的断裂力学似乎应该有所修正。

5.1.3 显微结构驱动力

接下来的问题便是如何在显微结构尺度上将实验现象与标准的断裂力学理论统一起来。

从第二章对陶瓷材料固有裂纹进行的讨论不难得出一个结论: 无论是气孔诱发的裂纹、夹杂诱发的裂纹还是各向异性内应力导致的裂纹, 其形成的驱动力都是由于显微结构不均匀性导致的局部应力集中, 而裂纹的形成有利于局部应力集中的缓解; 相应地, 裂纹在形成之后由于驱动力的迅速降低而达到或接近于一个稳定的平衡状态。这有点类似于压痕裂纹的形成过程: 压痕区域的弹/塑性

形变失配引起的残余应力导致了压痕裂纹的形成。显然, 导致本征裂纹形成的局部应力集中不仅仅只对本征裂纹起作用, 对于人工引进的压痕裂纹同样也会有一定的影响。如果能够将这种影响定量地结合进压痕裂纹扩展过程的断裂力学分析, 那么就有可能获得对如图 101 和图 102 所示实验现象的一种合理解释。

据此, Cook 等人^[170]对压痕断裂的标准力学理论进行了修正。Cook 等人假想在裂纹尖端处施加上一个虚拟的“应力场”, 这个虚拟应力场的作用与显微结构对裂纹扩展的影响刚好相反, 可以相互抵消。为便于分析, Cook 等人又进一步假设这个虚拟的应力场在压痕裂纹尖端处引起的应力场强度 K_m 的表达式在形式上与压痕残余应力的应力场表达式相似, 即:

$$K_m = \frac{\mu Q}{c^{3/2}} \quad (86)$$

(式中的 μQ 是一个材料常数, 与材料显微结构的具体细节有关, Cook 等人称之为“显微结构驱动力”。) 于是, 压痕裂纹尖端处总的应力场强度 K_I 就可以表示为:

$$K_I = K_a + K_r + K_m = \psi \sigma_a \sqrt{c} + \frac{(\chi_r P + \mu Q)}{c^{3/2}} \quad (87)$$

在压痕试样发生断裂时, 取 $\sigma_a = \sigma_f$, $c = c_m$, 式 (87) 变成:

$$K_{IC}^\infty = \psi \sigma_f \sqrt{c_m} + \frac{(\chi_r P + \mu Q)}{c_m^{3/2}} \quad (88)$$

这里用 K_{IC}^∞ 表示考虑了显微结构驱动力影响的条件下得到的断裂韧性值, 以区别于未考虑显微结构驱动力影响时得到的 K_{IC} 。显然, 如果显微结构驱动力的引进确实能反映出显微结构对裂纹扩展的影响的话, 则可以预期 K_{IC}^∞ 应该表现为一个材料常数。

式 (88) 是对如图 101 和图 102 所示实验现象进行断裂力学分析的基础。试就不同的荷载区域分别讨论如下。

高荷载区域 在高荷载区域, 由于 $\chi_r P \gg \mu Q$, 式 (88) 中的 μQ 项可以忽略不计, 这样就与标准的压痕断裂力学理论取得了一致。根据 3.3.3 小节的讨论, 可以导出材料的断裂强度 σ_f 与压痕压制荷载 P 之间的关系为:

$$\sigma_f = \frac{3(K_{IC}^\infty)^{4/3}}{4^{4/3} \psi (\chi_r P)^{1/3}} = \sigma_f^P \quad (89)$$

即 σ_f 与 $P^{-1/3}$ 成正比。

低荷载区域 在低荷载区域, 由于 $\chi_r P \ll \mu Q$, 式 (88) 中的 $\chi_r P$ 项可以忽略不计, 材料的强度由显微结构项单独决定。同样可以导出:

$$\sigma_f = \frac{3(K_{IC}^\infty)^{4/3}}{4^{4/3} \psi (\mu Q)^{1/3}} = \sigma_f^Q \quad (90)$$

显然, 在低荷载区域中材料的强度将不再依赖于压痕压制荷载而表现为一个常数。

在强度-压痕荷载的双对数坐标系中, 式 (89) 和式 (90) 分别表现为两条直线, 如图 104 所示。这两条直线相交于 $P = P^*$, 将强度-压痕荷载关系分成了两个区域。注意到在两条直线的交点处 $\sigma_f^P = \sigma_f^Q$, 结合式 (89) 和式 (90) 便可以得到:

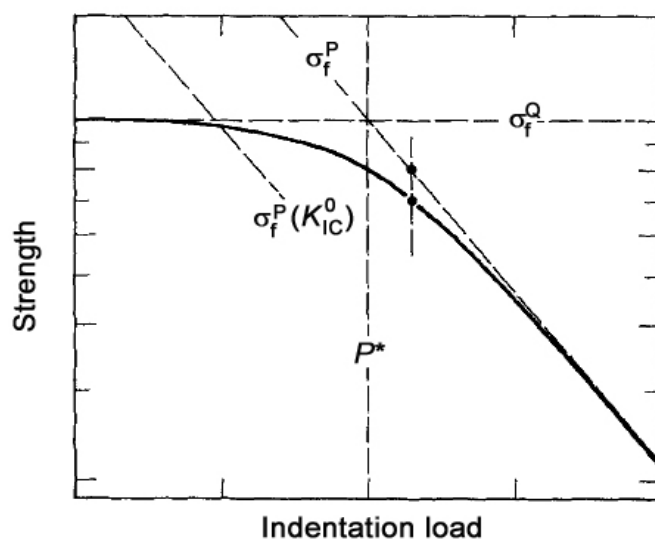


图 104 强度-压痕荷载关系曲线: 实线由式 (92) 给出, 与实线相切的两条虚线则分别由式 (89) 和式 (90) 给出

Figure 104 Plots of strength vs indentation load: solid line is general solution of Equation (92); dashed broken lines asymptotic to this curve are limiting solutions of Equations (89) and (90), respectively

$$\mu Q = \chi_r P^* \quad (91)$$

这就提供了一个确定显微结构驱动力 Q 的直接方法。

中等荷载区域 在中等荷载区域中, $\chi_r P$ 与 μQ 处于同一数量级, 材料强度将由二者共同决定:

$$\sigma_f = \frac{3(K_{IC}^\infty)^{4/3}}{4^{4/3} \psi \chi_r^{1/3} (P + P^*)^{1/3}} \quad (92)$$

即: 在 $\chi_r P$ 与 μQ 相当的情况下, 由于存在有材料显微结构驱动力作用 (式中反映为右边增加了一个 P^* 项), 压痕试样的断裂强度将比标准压痕断裂力学理论的预测结果低一些。

图 104 中的粗实线即为式 (92) 的曲线形式。这条粗实线与图 100 所示实验结果之间的相似性说明上述的理论分析似乎可以较好地解释实验结果。

当然, 我们更关心的是图 101 和图 102 所示的实验现象。借助于上面进行的理论分析, 我们现在就很容易对这一实验现象做出解释了。这两张图中的纵坐标使用的是归一化断裂韧性即 K_{IC}/K_{IC}^∞ , 其中 K_{IC} 为由标准压痕断裂力学理论计算得到的断裂韧性值, 而 K_{IC}^∞ 则可以由式 (88) 确定。因此, 将式 (79) 改写为:

$$\sigma_f = \frac{3K_{IC}^{4/3}}{4^{4/3} \psi (\chi_r P)^{1/3}} \quad (93)$$

在 $\chi_r P$ 与 μQ 处于同一数量级的条件下, 将式 (93) 代入式 (92) 并加以整理得到:

$$K_{IC} = K_{IC}^\infty \left(\frac{P}{P + P^*} \right)^{1/4} \quad (94)$$

图 105 所示为式 (94) 的曲线形式, 这条曲线在形状上与图 101 和图 102 所示的实验结果是相似的: 随着压痕荷载的增大, 表观断裂韧性 K_{IC} 呈现增大趋势。根据上面的分析, K_{IC} 这一增大趋势显

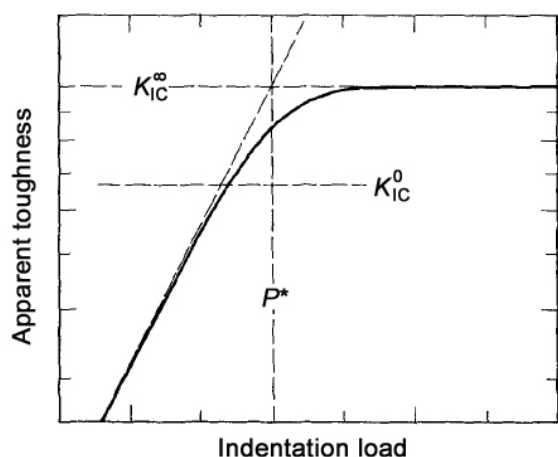


图 105 表观断裂韧性随压痕荷载的变化关系
Figure 105 Plots of apparent toughness vs indentation load

然与显微结构有关。当然，另一个重要的结论也是显而易见的：当 $P \gg P^*$ 时，式 (94) 给出 $K_{IC} \rightarrow K_{IC}^\infty$ ，图 105 显示曲线将趋向于形成一个平台。这就是说，当裂纹尺寸增大到一定程度之后，显微结构不均匀性的影响就被掩盖了。这是可以理解的。显微结构与裂纹尖端的相互作用是一个具有统计性质的问题，裂纹尺寸较小时，裂纹前缘与显微结构的各种不均匀性因素相遇的几率较小，断裂表面能相对较低；而裂纹尺寸较大时，相对于整个裂纹前缘的范围而言，不均匀的显微结构似乎也就显得相对“均匀”起来了，断裂表面能相应基本上就表现为一个材料常数。

需要注意的是，在早期关于断裂强度-晶粒尺寸关系的研究^[171,172]中也曾经得出过和图 105 所示曲线相似的结果。Singh 等人^[173]在对大量

实验结果进行总结的基础上发现，在裂纹尺寸与晶粒尺寸相当的情况下，裂纹所在局部区域的有效断裂韧性 K_{eff} 表现为随裂纹尺寸增大而增大、随晶粒尺寸增大而减小的趋势，大致规律如图 106 所示。尽管近似的分析解预期了一条平滑的曲线，但对于实际材料而言，有效断裂韧性的这种变化趋势应该对应于裂纹从一条晶界扩展到另一条晶界 (或从一个晶粒内部扩展到晶界)。直观地说，裂纹在一条晶界上的扩展所受到的阻力是基本相同的，而扩展到另一条晶界后由于晶界取向的变化以及显微结构不均匀导致的内应力等因素的差异，裂纹扩展阻力会发生变化，因此真实的曲线似乎应该呈不规则的锯齿形。此外，对于实际材料而言，表观断裂韧性一定存在有一个下限值 K_{IC}^0 。一般说来，在穿晶断裂的情况下， K_{IC}^0 应该对应于单晶的断裂韧性；而在沿晶断裂的情况下， K_{IC}^0 则应该对应于晶界的局部断裂韧性。

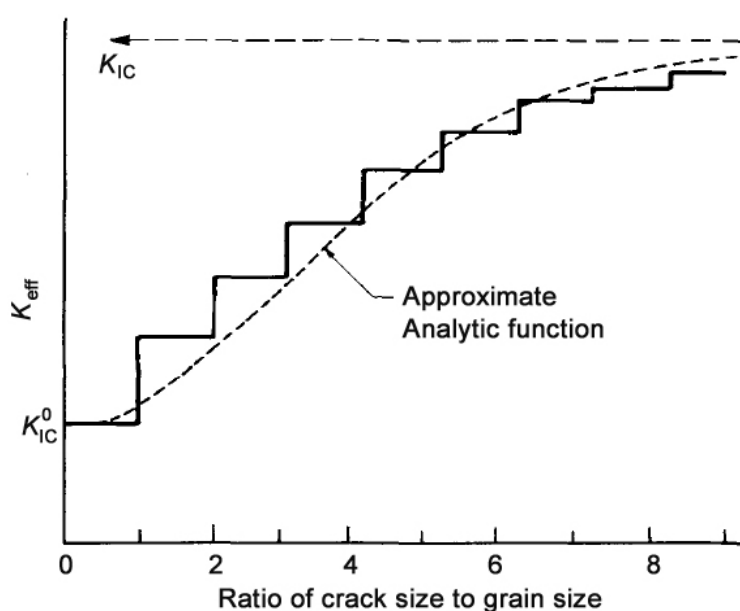


图 106 有效断裂韧性随裂纹尺寸与晶粒尺寸比值的变化关系示意图^[173]

Figure 106 Schematic of variation of effective fracture toughness with the ratio of crack size to grain size^[173]

Cook 等人的工作^[170]所预测的表观断裂韧性随裂纹尺寸的变化趋势 (图 105) 与图 106 是相似的, 但是式 (94) 却无法确定下限值 K_{IC}^0 的存在; 相反, 式 (94) 表明当 $P \rightarrow 0$ 时, $K_{IC} \rightarrow 0$ 。这显然是不合理的。这是 Cook 等人的工作中存在的一个不足之处。导致这一不足的根本原因在于 Cook 等人的工作中将显微结构对裂纹扩展的影响 (显微结构驱动力) 模拟成了一个作用于裂纹尖端处的点力 [式 (86)], 这仍然是沿用了压痕断裂力学研究中的连续介质思路; 对于尺寸与显微结构特征尺寸相当的小裂纹来说, 这样的“点力近似”应该是不成立的。

尽管如此, Cook 等人的这一工作还是很有意义的。它比 Hoshide 等人的工作^[166]更直观更深刻地揭示出了一个普遍存在于几乎所有陶瓷材料中的现象: 由于固有裂纹尺寸较小, 材料的断裂行为一般都将经历一个由离散介质主导向连续介质主导的过渡过程。另一个可以推出的结论是: 由于机加工切口的深度通常都处于毫米级, 远远超出了材料显微结构特征尺度范围, 因而采用机加工切口技术一般测不出如图 105 所示的实验规律 (当然这也不是绝对的, 下文我们将看到相应的例子)。换句话说, 机加工切口技术测得的断裂韧性值在数值上应该与材料的“本征断裂韧性” K_{IC}^∞ 相等 (当然, SENB 方法中由于存在切口钝化效应则应该是一个例外)。因此, 在实际绘制图 101 和图 102 时, Cook 等人所采用的 K_{IC}^∞ 值就是由 DCB 法或 DT 法测定的 K_{IC} 。

5.2 断裂韧性是一个材料常数吗?

通过前面关于陶瓷材料强度-显微结构关系的初步讨论, 我们可以得到一条重要的结论: 显微结构对裂纹扩展过程的影响将使得陶瓷材料的断裂韧性在一个特定的裂纹尺寸范围内表现出随裂纹尺寸的增大而增大的现象; 而在这一裂纹尺寸范围内, 材料的断裂表现为离散介质主导型。研究已经证实: 这一结论对于所有的陶瓷材料都是适用的, 只是对于某一些材料, 断裂韧性随裂纹尺寸而变化的现象显著一些, 而对于另一些材料同一现象通常难以观测而已。这时, 一个新的问题就出现了: 断裂韧性到底是不是一个材料常数?

这显然是一个令人头疼的问题, 同时它显然又是一个十分重要的问题。在开始对这一问题进行分析时, 有一点是必须首先加以肯定的: 由于 Irwin 所考虑的裂纹系统是包含在一个均匀连续体中的, 因此, 在裂纹系统几何形状确定的条件下, Irwin 所定义的断裂韧性 K_{IC} 应该是一个材料常数。这一点从图 97 或图 101 所示的实验结果中也可以看出: 当裂纹尺寸足够大时, 由于材料的断裂表现出了连续介质主导型行为, 即材料可以近似处理为均匀连续体, 断裂韧性测试值的确表现为一个常数。

既然在连续介质主导型的断裂过程中材料的断裂韧性 K_{IC} 表现为一个常数, 我们就不妨对“断裂韧性”重新下一个定义, 即: 断裂韧性 K_{IC} 是在裂纹尺寸超出了显微结构影响区域大小的条件下由常规断裂力学技术所测得的临界应力场强度。显然, 根据这一定义, 我们就完全可以获得一个恒定的 K_{IC} , 而不必担心再测出一条诸如图 97 或图 101 所示的曲线了。当然, 需要指出的是, 暗含在 K_{IC} 的这个新定义中的一个限制条件是, K_{IC} 是在裂纹发生失稳扩展时所遇到的扩展阻力。加上这一限制条件后, 断裂韧性似乎就更能反映出“断裂”这一限制性名词的含义了。

不难理解, 本章中所涉及到的参数 K_{IC}^∞ 实际上就是重新定义之后的断裂韧性; 为与前面各章的讨论相一致以避免混淆, 从现在开始我们还是把这个断裂韧性记为 K_{IC} 。而在本章中出现的参数 K_{IC} 在所讨论的大多数情况下都是在没有考虑显微结构影响的条件下而得到的, 实质上应该称之为裂纹扩展阻力; 同样为与前面各章的讨论相一致以避免混淆, 从现在开始我们把这个参数记为 K_R 。采用这样的标记形式之后, 式 (94) 则变成了以下形式:

$$K_R = K_{IC} \left(\frac{P}{P + P^*} \right)^{1/4} \quad (95)$$

在离散介质主导型裂纹扩展过程中, 裂纹扩展阻力 K_R 通常表现为随裂纹尺寸而变化。 K_R 随裂纹尺寸 c 的变化关系曲线称为裂纹扩展阻力曲线 (R -曲线)。此外根据图 106, 实际材料的 R -曲线上都存在有一个扩展阻力 K_R 的下限值, 我们把这个下限值记为 K_{R0} 。

对于机械能释放率 G 也可以进行重新定义: 在裂纹尺寸超出了显微结构影响区域大小条件下由常规断裂力学技术所测得的临界机械能释放率记为 G_C ; 在小裂纹条件下由常规断裂力学技术所测得的临界机械能释放率称为裂纹扩展阻力, 记为 G_R ; 同样, 裂纹扩展阻力 G_R 存在一个下限值 G_{R0} 。

上述关于断裂韧性 K_{IC} 的重新定义对于在研究离散介质主导型断裂行为时应用线弹性断裂力学是有利的。正如 Cook 等人所做的那样, 这时我们只需将显微结构对裂纹扩展过程的影响用一个虚拟的应力场来加以表述, 就可以如同处理均匀连续介质问题一样自如地应用 Irwin 的裂纹扩展判据式 (28) [或式 (47)] 和含裂纹体的断裂判据式 (82)。

但是必须注意的是, 在绝大多数情况下我们根本无法准确地给出“显微结构驱动力”的表达式, 这就使得我们在研究离散介质主导型断裂行为时无法直接应用裂纹扩展判据式 (28) [或式 (47)] 和含裂纹体的断裂判据式 (82)。好在我们可以应用常规的断裂力学方法测出材料的裂纹扩展阻力 K_R 随裂纹尺寸的变化关系 (R -曲线), 这样我们只需要将式 (82) 改写成:

$$\begin{cases} G \geq G_R \\ \frac{dG}{dc} \geq \frac{dG_R}{dc} \end{cases} \quad (96a)$$

或

$$\begin{cases} K \geq K_R \\ \frac{dK}{dc} \geq \frac{dK_R}{dc} \end{cases} \quad (96b)$$

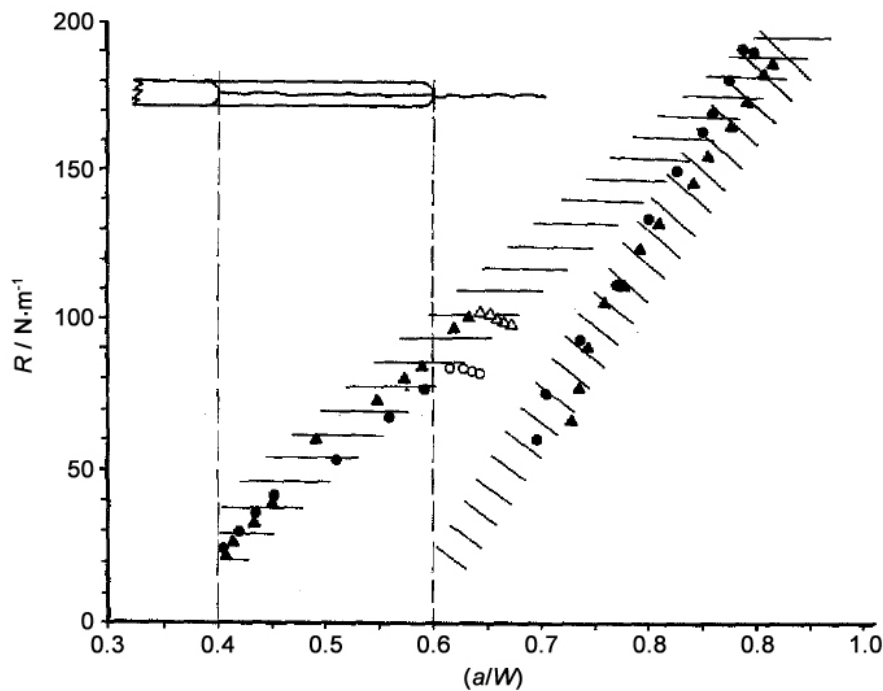
即可方便地判断在离散介质主导型断裂过程中裂纹何时将发生扩展以及材料在何时将发生断裂。也就是说, 式 (96) 即为离散介质主导型断裂过程的断裂判据, 而其中的第一个式子即为离散介质主导型断裂过程的裂纹扩展判据。

5.3 裂纹尖端的屏蔽效应

上面我们借助于两个有代表性的强度实验初步说明了显微结构对裂纹扩展的影响, 并借助于一个“显微结构驱动力”概念对标准压痕断裂力学理论进行了修正。尽管断裂力学实验数据表明显微结构可能对裂纹扩展过程产生了影响, 但是上一节中所提及的实验中并没有给我们提供任何关于裂纹扩展中显微结构与裂纹之间相互作用的细节。这就使得相关的讨论只能建立在一个合理的假想基础上, 这就是: 当裂纹尺寸与材料显微结构特征尺寸 (如晶粒尺寸) 相当的情况下, 裂纹扩展以及由裂纹扩展引发的断裂是一个离散介质主导的过程; 因为显微结构不均匀不连续性的影响, 实验结果与标准断裂力学理论预期的结果之间产生了偏差。为了证实这一假想, 作为对上一节讨论的补充, 本节我们把注意力转移到对裂纹扩展中裂纹尖端与显微结构之间相互作用的直接观察上来。也就是说, 本节中我们将提供一些实验证据以证明在裂纹尖端附近区域不均匀不连续的显微结构确实对裂纹扩展产生了显著的影响, 之后再进行一次理论分析。

5.3.1 Knehans-Steinbrech 实验

在讨论裂纹尖端与显微结构之间的相互作用问题时, Knehans 和 Steinbrech^[174]于 1982 报道的一项重要的工作是不能不提的。在这项工作中, Knehans 和 Steinbrech 选择了一种商用 Al_2O_3 材料进

图 107 Knehans-Steinbrech 实验结果^[174]Figure 107 Results of Knehans-Steinbrech experiment^[174]

行研究, 制作出 7 mm 高 × 5 mm 宽 × 62 mm 长的三点弯曲单边切口梁试样, 切口端部的曲率半径约为 150 μm; 在三点弯曲加载方式下, 采用了一个较低的加载速率 10 μm/min (单边切口梁法测试 K_{IC} 时所采用的加载速率一般为 50 μm/min) 对试样进行加载, 通过柔度标定技术测定了试样在承载过程中裂纹尺寸随外加荷载的变化关系, 相应计算出了裂纹扩展过程中相对裂纹尺寸 a/W (W 为试样高度, a 为沿切口深度方向包括切口深度在内的裂纹尺寸) 与外加的裂纹扩展驱动力 G 之间的变化关系曲线。对应于两种不同初始切口深度 ($a_0/W = 0.4$ 和 $a_0/W = 0.6$) 的试样, 测得的 $a/W \sim G$ 数据分别落在图 107 虚线所表示的范围内。很显然, 这一实验结果从本质上说与第四章中所讨论的两个典型强度实验的结果是一致的, 只是在这里实验曲线是对一条特定的裂纹在其受力扩展过程中进行测试而得到的, 而在第四章中曲线则是由不同裂纹的扩展结果导致。注意到图 107 有两个基本特征: 首先, 裂纹的起裂点处对应的裂纹扩展驱动力 G_{R0} (图中两个虚线标出区域底部所对应的 G 值) 与裂纹的初始尺寸无关, $G_{R0} \approx 20.5 \pm 3.8 \text{ N/m}$; 其次, 尽管初始切口深度的不同导致了曲线变化趋势不同, 但裂纹失稳点处所对应的裂纹扩展驱动力却是一致的, 这一结果支持了我们在 5.2 节中关于断裂韧性为材料常数问题的讨论。

如果 Knehans-Steinbrech 实验只进行到这里, 那么这一工作就显得过于一般化了。为了进一步探讨导致如图 107 所示 R -曲线行为产生的本质原因, Knehans-Steinbrech 又设计了一个别致的实验。他们将两根初始切口深度 $a_0/W = 0.4$ 的试样分别在前面测试中所采用的加载条件下加载至一定水平, 使得裂纹扩展至 $a/W \approx 0.62$; 在这个加载过程中, 测得的一系列 $a/W \sim G$ 数据对全部落在了上一次测试时由 $a_0/W = 0.4$ 的试样获得的虚框区域内 (图中实心点所示); 然后停止加载, 让试样发生一定程度的松弛, 松弛过程中观察到裂纹进一步扩展到了 $a/W \approx 0.66$ (图中空心点所示); 接着对试样卸载, 卸载过程中仍然观察到了裂纹的扩展, 卸载结束时裂纹已扩展至 $a/W \approx 0.72$ 。最后, 他们又分别在这两根试样的切口处重新进行切口处理, 使初始切口深度增大至 $a_0/W = 0.6$, 然后再行加载直至试样断裂。这时, 一个有趣的现象发生了: 裂纹的再度受力扩展过程中, 相应测得的一系列数据全

部落在了上一次测试中由 $a_0/W = 0.6$ 的试样获得的虚框区域内。

注意到在对试样进行重新切口之前,切口端部的裂纹已经扩展到了 $a/W \approx 0.72$ 的尺寸,而重新切口处理仅仅是去除了 $a/W = 0.6$ 这一范围的材料,也就是说只是改变了裂纹尖端尾部部分区域的显微结构,而对裂纹尖端前部区域的显微结构并不会产生显著影响,因此包含在 Knehans-Steinbrech 实验结果中的一个重要结论是很明显的:导致裂纹扩展阻力发生变化的主要因素可能更多地集中在处于裂纹尖端尾部的一个局部区域内。Knehans 和 Steinbrech^[174]认为至少有两种可能的机制可以用于解释他们的实验现象:一是裂纹尖端附近区域形成了大量的微裂纹;二是在裂纹扩展过程中,裂纹尖端尾部新形成的粗糙不平的开裂面与晶粒之间存在有一些相互作用,比如说摩擦等。

现在看来,Knehans-Steinbrech 实验对当代陶瓷材料断裂力学研究的一个重要贡献可能在于它的出现开始把学者们的注意力牵引到了裂纹尖端附近显微结构与裂纹间的相互作用方面。伴随着研究热点的这种转移,学者们不但以大量的实验验证了 Knehans 和 Steinbrech 为解释他们所观察到的实验现象而作出的两种推测,而且还进一步在调整裂纹尖端附近显微结构与裂纹间相互作用以提高材料韧性方面取得了显著的进展。在本文最后一章中,我们将对这些研究进展中较有代表性的一部分展开讨论。

5.3.2 Al_2O_3 陶瓷中的晶粒桥接

另一个关于裂纹尖端与显微结构间相互作用的典型实验证据由 Swanson 等人年报道的。Swanson 等人的这一实验可以看作是对 Knehans-Steinbrech 实验的补充和验证,但与 Knehans-Steinbrech 实验相比,这一实验所显示的结果则更为直观一些。

Swanson 等人^[175]对一种晶粒尺寸为 $20\ \mu\text{m}$ 的 Al_2O_3 陶瓷进行了研究。采用如图 108 所示的端部逐渐变细的双悬臂梁试样,在试样端部切口处嵌入一个金属楔子,通过控制金属楔子嵌入的深度以控制裂纹的扩展,而后通过显微镜用反射光观察在扩展的不同阶段裂纹路径上形貌,部分观察结果示于图 109。为更清楚地显示各个阶段的细节,将图中 A、B、C 三个区域分别放大后示于图 110。

在区域 A, 可以看到一个晶粒在加载的 6 个不同阶段与裂纹间相互作用的演变过程。在第 I 阶段,位于晶粒下方的主裂纹的扩展似乎遇到了阻碍,而大晶粒的另一侧则出现了一条次生裂纹。晶粒嵌于这两个开裂面之间,看上去像是两个开裂面之间架起的一座桥。进入到第 II 阶段后,尽管裂纹尖端与这个晶粒之间的距离已经增大到了约 $0.75\ \text{mm}$,这个晶粒处相互分离的两段裂纹仍然没有连通,晶粒上方的裂纹段逐渐向左扩展。直到第 III 阶段,晶粒上部的裂纹段终于在晶粒的上部与原来的主裂纹连通形成了新的

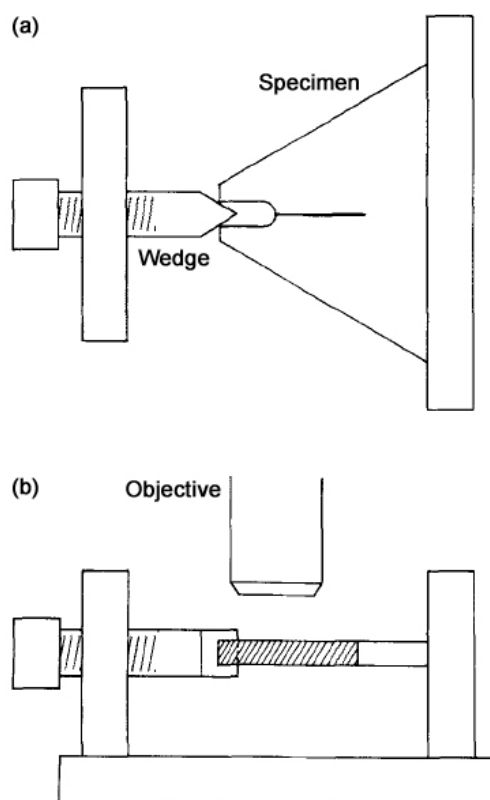


图 108 用于在加载过程中观察裂纹扩展的端部逐渐变细的双悬臂梁试样: (a) 俯视图; (b) 侧视图
Figure 108 Schematic of tapered double cantilever beam test specimen used to observe crack growth during loading: (a) top view; (b) side view

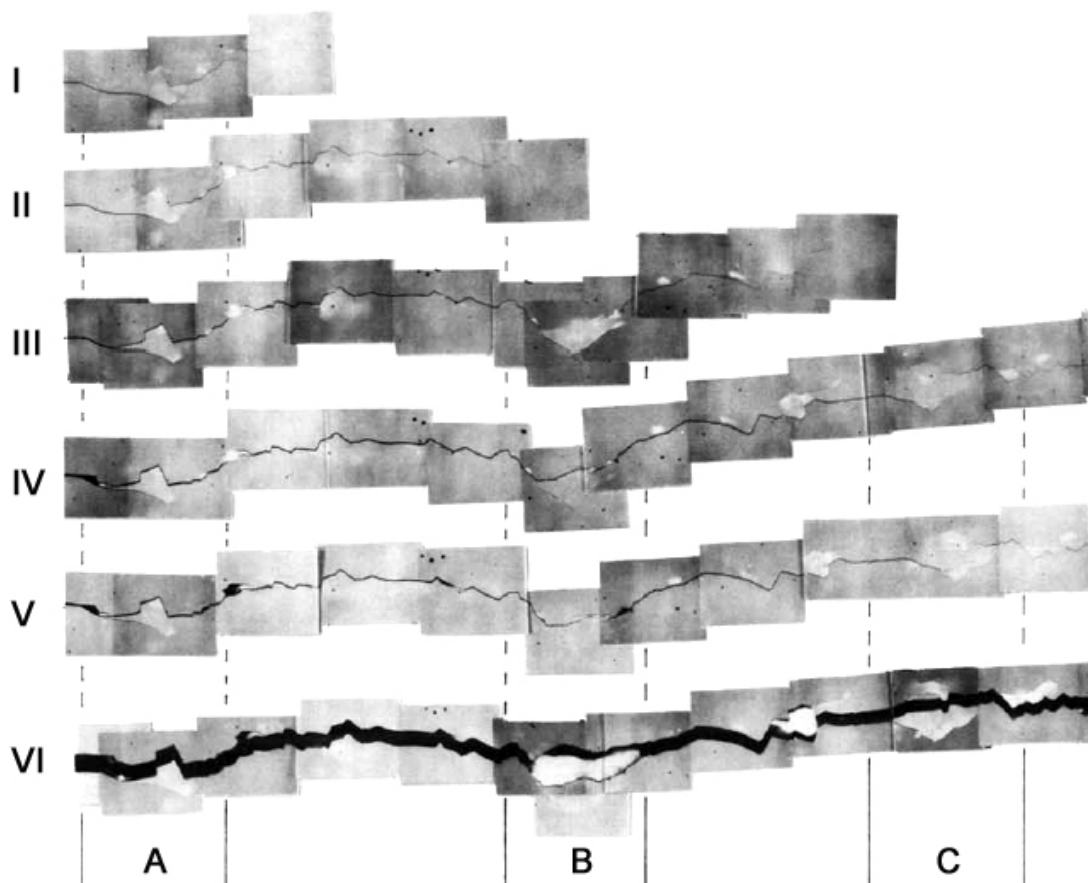


图 109 Al_2O_3 双悬臂梁试样中裂纹扩展不同阶段的显微形貌照片^[175]

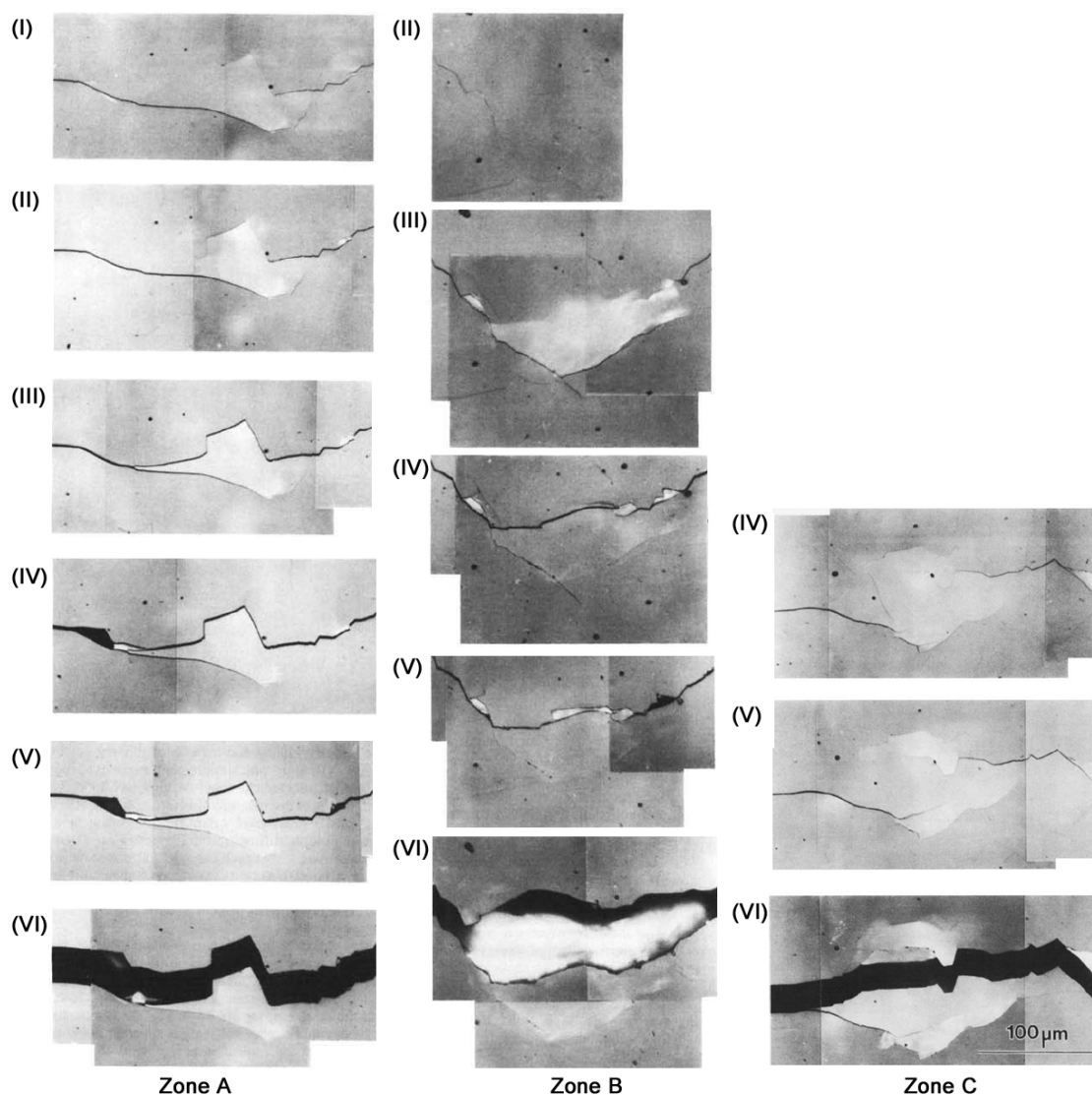
Figure 109 Micrograph mosaic of crack evolution in tapered DCB specimen of alumina, showing six stages of loading. Wedge remains inserted in notch (just out of field at left) in all stages^[175]

主裂纹, 晶粒下方原来的主裂纹则开始出现闭合。此时裂纹尖端与这个晶粒之间的距离超过了 1.2 mm。在第 IV 和第 V 阶段, 裂纹尖端已经向前延伸到了距这个晶粒 2 mm 以上的位置, 这个晶粒似乎依旧在发挥桥接作用。最后, 在第 VI 阶段, 晶粒下方的裂纹段似乎已经接近完全闭合, 而新生的主裂纹两相对开裂面间距离增大, 晶粒与上裂纹面完全脱离, 丧失了桥接作用。

区域 B 和区域 C 所显示的细节和区域 A 基本相似。只不过在区域 A, 晶粒下方的裂纹段似乎一直保持着扩展状态, 并最终导致了晶粒在两个开裂面之间脱落。在区域 C, 裂纹的分段在加载的第 IV 阶段出现, 之后导致晶粒本身的断裂。

Swanson 等人^[175]还观察了同一种材料中压痕裂纹在外力作用下的扩展路径。从试样表面上观察到的压痕裂纹扩展路径如图 76 所示。在图中箭头所标注的区域, 晶粒与裂纹之间的相互作用也十分明显。

在晶粒的桥接过程中, 晶粒间的摩擦似乎发挥了重要的作用。Rodel 等人^[176]在扫描电镜下对裂纹的桥接界面进行了仔细的观察, 他们得到的一些结果可以直观地说明这一点。他们对晶粒尺寸约 11 μm 的氧化铝陶瓷的紧凑拉伸试样进行加载, 并观察了加载不同阶段时裂纹扩展路径上的桥接现象。图 111 示出了其中一个晶粒的桥接过程, 图中的 P 和 S 标出了在这一过程中该晶粒与其他晶粒始终保持接触的两个点。在图 111 (a) 和图 111 (b) 所示的两个阶段之间, P 点处存在的晶粒间摩擦约束作用导致了次生裂纹的出现。在这种情况下, P 点处的晶粒可以视作一个端部固定的悬臂梁, 这个“悬臂梁”发生的偏斜反映了摩擦约束作用的程度。在 S 点处, 在进入 (a) 阶段之前另一条次

图 110 图 109 中区域 A、B、C 的放大图^[175]Figure 110 Enlargement of Zones A, B and C in Figure 109^[175]

生裂纹就已经在下部的大晶粒处形成，注意到这条次生裂纹在 (a) 和 (b) 所示的两个阶段之间发生了显著的闭合，这似乎说明晶粒间摩擦约束作用减弱了。

滑动的晶粒光滑界面上存在的摩擦应力在某些条件下可能会非常大。图 112 中显示的接触“碎片”证实了这一点。另外在大晶粒处，摩擦约束的累积效应还可以导致主裂纹附近的穿晶断裂 (如图 110 所示区域 C 第 VI 阶段所观察到的情况)。

至此，Swanson 等人通过确凿的实验证据证实了 Knehans 和 Steinbrech 的推测：裂纹尖端尾部新形成的粗糙不平的开裂面与晶粒之间确实存在有一些相互作用。我们可以推测，裂纹尖端尾部区域存在的这种显微结构效应应该就是上一节中介绍的材料表观断裂韧性随裂纹尺寸增大而呈现增大趋势 (图 97、图 101、图 102 和图 103) 的原因所在。

5.3.3 Mai-Lawn 晶粒桥接模型

为了定量地描述裂纹尖端尾部区域的晶粒桥接现象对裂纹扩展阻力的影响，Mai 和 Lawn^[177]提出了一个简单的理论模型。图 113 示出了这一模型在裂纹所在平面上的投影情况，图中每一个空

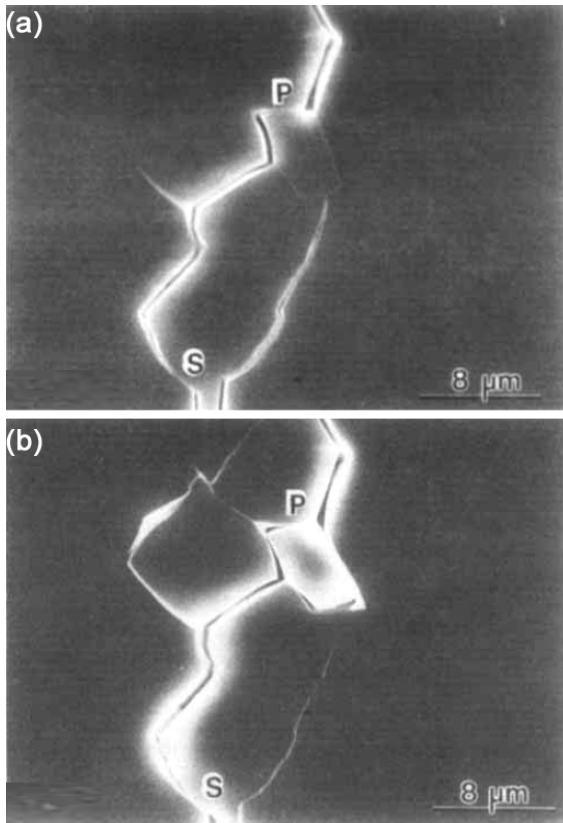


图 111 扫描电镜照片显示加载过程两个阶段处的晶粒桥接^[176]

Figure 111 SEM micrographs showing grain-bridging element at crack interface at two stages in loading: (a) 0.66 and (b) 1.19 mm behind the crack tip^[176]

心小圆圈都代表一个在裂纹面间起桥接作用的显微结构组元 (如大晶粒、夹杂等), 而每一个实心小圆圈则分别代表一个随着裂纹的扩展而将成为桥接源的显微结构组元。图中的 c 为原点 to 裂纹尖端处的距离, 即裂纹尺寸; d 为相邻两个桥接组元之间的平均距离。

根据这一模型可以看出, 当裂纹尺寸 c 小于第一个桥接组元与原点间距离 d_0 时, 桥接现象不存在; 随着裂纹的扩展, 在 $d_0 \leq c \leq c^*$ 的区域内, 桥接效应将由于桥接导致的摩擦约束以及桥接组元数量的增多而逐渐增大; 当裂纹尺寸增大到某一临界值 c^* 之后, 由于第一个发生桥接效应的组元将因为该组元处的裂纹两相对表面间距离达到临界值而失去“架桥”能力, 桥接效应将达到一个稳定状态。相应地, 参数 $(c^* - d_0)$ 便决定了桥接区的有效尺寸, 下文中将用 λ 表示这个桥接区有效尺寸。

根据上述分析不难得出, 当裂纹尺寸 c 小于第一个桥接组元与原点间距离 d_0 时, 由于此前扩展过程中裂纹没有遇到桥接现象, 裂纹扩展阻力为:

$$K_R = K_{R0} \quad (97)$$

式中的 K_{R0} 为前文中提到的材料裂纹扩展阻力的下限值, 即裂纹刚刚开始扩展时遇到的阻力。

随着裂纹的扩展, 在 $d_0 \leq c \leq c^*$ 的区域内, 桥接效应相当于在裂纹的两个相对表面间施加了一个

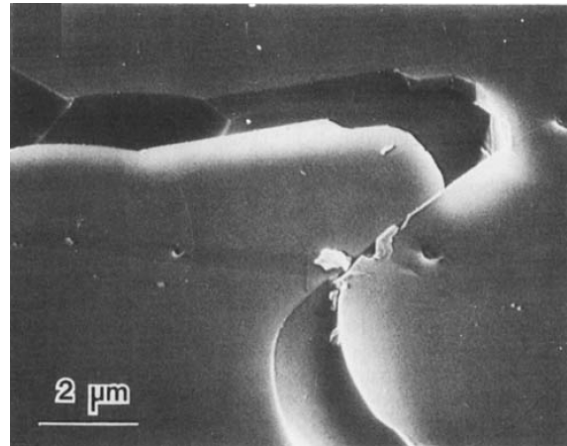


图 112 氧化铝试样中的桥接晶粒^[175]

Figure 112 Scanning electron micrographs of bridging grain in alumina^[175]

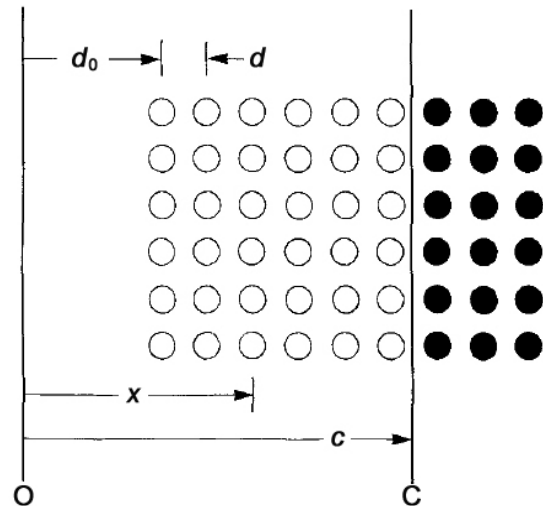


图 113 Mai-Lawn 裂纹桥接模型
Figure 113 Mai-Lawn crack bridging model

闭合应力 $[-p(x)]^*$ 。显然, 这个闭合应力在某种意义上就等效于我们在第四章中所提到的“显微结构驱动力”, 它的存在相当于提高了裂纹尖端的局部扩展阻力。借助于线性裂纹的 Green 函数解^[178,179], 可以将这个闭合应力对裂纹尖端扩展阻力的贡献 K_{RB} (也就是闭合应力对裂纹尖端应力场强度贡献的负值) 表示为:

$$K_{RB}(c) = \left(\frac{2\psi}{\pi} \right) \sqrt{c} \int_{d_0}^c \frac{p(x)dx}{\sqrt{c^2 - x^2}} \quad (98)$$

式中的 $\psi \approx \pi^{1/2}$ 为裂纹的几何形状因子。

不难理解, 在 $d_0 \leq c \leq c^*$ 的区域内, 外加应力场强度 K_I 将始终与材料的裂纹扩展阻力达到平衡, 即:

$$K_R = K_I = K_{R0} + K_{RB}(c) \quad (99)$$

显然, 因为闭合应力对材料裂纹扩展阻力的贡献 K_{RB} 随着裂纹尺寸的增大而增大, 这在宏观上就使得材料表现出一定程度的 R -曲线行为。

当裂纹尺寸达到 c^* 时, 桥接效应将达到稳定状态; 相应地, $K_{RB}(c)$ 达到最大值 K_{RB} :

$$K_{RB} = \left(\frac{2\psi}{\pi} \right) \sqrt{c} \int_{d_0}^{c^*} \frac{p(x)dx}{\sqrt{c^2 - x^2}} \quad (100)$$

此时, 材料将发生断裂, 而断裂时所对应的外加应力场强度即为材料的断裂韧性:

$$K_R = K_{IC} = K_{R0} + K_{RB} \quad (101)$$

采用上述模型定量解释实验观察到的阻力曲线行为需要首先知道闭合应力 $p(x)$ 的具体形式。这是一个十分困难甚至是无法解决的问题。为此, Mai 和 Lawn 采用了一个经验函数形式来描述闭合应力:

$$p(u) = p_{\max} \left(1 - \frac{u}{u_c} \right)^m \quad (102)$$

式中的 u 为裂纹张开位移 (Crack Opening Displacement, COD), u_c 为裂纹张开位移的临界值, $p_{\max}$ 为 $p(u)$ 的最大值, m 是一个经验常数。对于均匀连续介质中一条处于平衡状态的狭缝状裂纹, 裂纹张开位移 u 可以表示为 c 及 x 的函数 (c 和 x 的定义参见图 113)^[178]:

$$u(x, c) = \left(\frac{\sqrt{8\psi K_{R0}}}{\pi E} \right) (c - x)^{1/2} \quad (103)$$

式中 E 为弹性模量。

将式 (102) 和式 (103) 代入式 (98) 即可计算出 K_{RB} 随裂纹尺寸 c 的变化关系, 进而由式 (99) 即可确定 K_R 随裂纹尺寸 c 的变化关系。图 114 给出了 Mai-Lawn 模型的一个应用实例^[177], 可以看出: 在式 (102) 中取 $m = 0$ 似乎可以更好地描述在粗晶氧化铝中观察到的晶粒桥接效应。

* 这里加上一个负号是因为闭合应力在大多数情况下为压应力, 与导致裂纹扩展的外加应力符号相反。

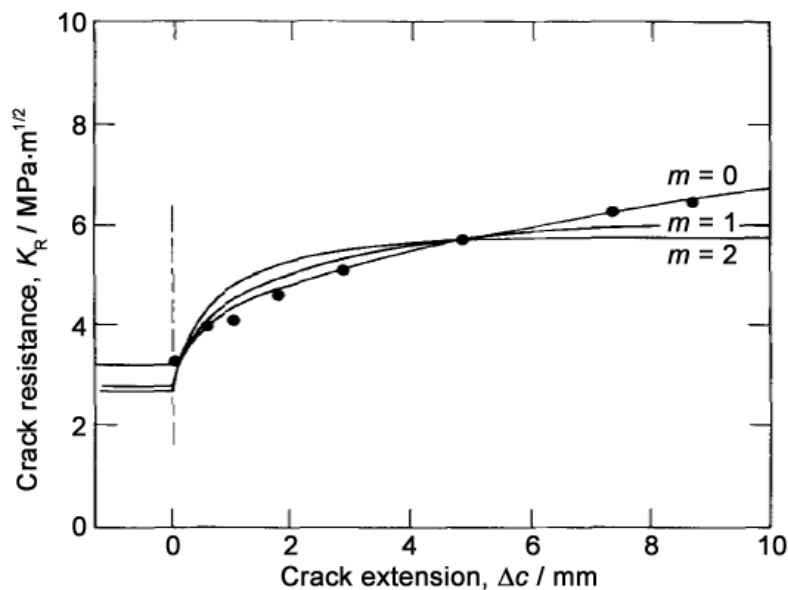


图 114 Mai-Lawn 裂纹桥接模型描述粗晶氧化铝陶瓷裂纹扩展阻力实测数据^[177]
Figure 114 Description of the measured crack resistance data of a coarse-grained alumina with Mai-Lawn model^[177]

5.3.4 裂纹尖端屏蔽效应及其实验测定

Mai-Lawn 模型考虑的是裂纹尖端尾部区域的晶粒桥接对裂纹扩展阻力的影响问题,其基本出发点就是:晶粒的桥接相当于对正在扩展着的裂纹尖端尾部两个相对表面施加了一个闭合应力,从而提高了材料的裂纹扩展阻力。事实上,能够在裂纹尖端尾部区域产生闭合应力作用的显微结构因素是多种多样的,我们在本文最后一章将对这些显微结构因素进行一些较为系统的总结。注意到裂纹尖端尾部的闭合应力在一定程度上抵消了外加应力作用,从而显著地降低了裂纹尖端处的有效应力场强度。我们把这种使裂纹尖端处有效应力场强度降低的显微结构效应称为裂纹尖端屏蔽效应,而屏蔽效应发挥作用的裂纹尖端附近局部区域则称为裂纹尖端屏蔽区。

对于几乎所有各种情况所导致的裂纹尖端屏蔽效应,Mai-Lawn 模型所提供的基本思路都是适用的。也就是说,对于任何一种情况,我们都可以把闭合应力对材料裂纹扩展阻力 K_R 的影响用一个通式形式加入描述:

$$K_R = K_{R0} + K_{RS} \quad (104)$$

式中的 K_{R0} 为材料裂纹扩展阻力的下限值,由于存在有导致增韧效果的显微结构因素存在,增韧材料裂纹尖端前缘局部区域的 K_{R0} 一般会比没有增韧机制的基体材料高一些; K_{RS} 则是由于裂纹尖端尾部区域的闭合应力导致的裂纹扩展阻力的提高量。注意在这里我们用了 K_{RS} 代替了式 (101) 中的 K_{RB} ,这是因为式 (101) 针对的仅仅是晶粒桥接 (Bridging) 现象,而式 (104) 则适用于各种因素所导致的屏蔽效应 (Shielding Effect)。

式 (104) 也可以改写为机械能释放率的形式:

$$G_{IC} = G_{R0} + G_{RS} \quad (105)$$

在借助于裂纹张开位移 u 描述裂纹尖端尾部的屏蔽应力 $p(u)$ 时,使用机械能释放率形式 [式 (105)] 更为方便一些。这时,我们可以直接将 G_{RS} 写成:

$$G_{RS} = \int_0^{u_c} p(u) du \quad (106)$$

在过去的几十年里, 已经提出了许多函数形式用于描述裂纹尖端尾部屏蔽应力 ($-p$) 与裂纹张开位移 u 之间的关系。以下给出了一些例子:

$$p(u) = p_{\max} \left(1 - \frac{u}{u_c} \right)^m \quad (107a)$$

$$p(u) = p_{\max} \left(\frac{u}{u_c} \right)^\alpha \quad (107b)$$

$$p(u) = p_{\max} \exp \left(-\frac{u}{u_c} \right) \quad (107c)$$

$$p(u) = p_{\max} \exp \left(-\frac{u}{u_c} \right) \tanh \left(-\frac{\Lambda u}{u_c} \right) \quad (107d)$$

式中, $p_{\max}$ 为 $p(u)$ 的最大值, u_c 为裂纹张开位移的临界值。

式 (107a) 即为 Mai-Lawn 模型中使用的闭合应力函数形式 [式 (102)], 在 Mai 和 Lawn 的工作中, $m = 1$ 时的式 (107a) 被发现可以用于描述晶粒桥接效应。此外, $m = 1$ 时的式 (107a) 被用于描述拔出效应^[180], $m = 2$ 时的式 (107a) 则在描述纤维增强砂浆混凝土中的裂纹尖端屏蔽效应中得到过应用^[181]。式 (107b) 也曾经被用于描述未发生断裂的桥接体所引起的屏蔽应力^[182]。如果考虑到材料晶粒尺寸分布对屏蔽应力的影响, Fett 和 Munz^[183]认为式 (107a) 在用于描述拔出效应时 ($m = 1$) 应修正为式 (107c) 所示形式。Sohn 等人^[184]也认为晶粒尺寸的分布特性会导致式 (107a) 在评价屏蔽效应时产生偏差, 他们对这一问题进行的处理结果有点类似于 Fett 和 Munz 的工作, 只是没有最终给出如式 (107c) 所示的结果。式 (107d) 则是 Fett 等人^[185]对一种 Al_2O_3 的 R -曲线实测数据进行拟合分析而得到的, 与式 (107c) 相比只是增加了一个经验性的修正项 $\tanh(-\Lambda u/u)$, 其中的 Λ 是一个经验常数。

尽管从式 (107a) 到式 (107d) 并不代表屏蔽应力分布函数研究的发展过程, 但是通过对这 4 个函数式以及其他函数式的对比分析不难看出, 对不同的增韧机制对应有不同的理论公式或经验公式, 而所有的理论公式一旦应用于具体的材料则无一不需要修正。这是由材料显微结构的复杂性和随机性所决定的。

也有一些研究致力于通过实验直接测定裂纹尖端尾部屏蔽应力。例如, Pezzotti 等人就曾经采用拉曼微探针光谱 (Raman Microprobe Spectroscopy) 测量了 Al_2O_3 ^[186]、 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mo}$ ^[187]、 Si_3N_4 ^[188,189]以及 WC/Co ^[190]等一系列材料中的桥接闭合应力。但是, 这些测量所得到的结果离散性很大, 可以说几乎没有什么实际意义。

Hay 和 White 试图通过力学实验直接测量裂纹尖端尾部屏蔽应力。他们设计了一个如图 115 所示的独特的试样构型^[191-193]: 在一根矩形截面的四点弯曲试样受拉面中部和受压面中部分别切出一个切口; 在受压面的切口处楔入一个刚性楔子 (如 Al_2O_3) 以用于在四点弯曲实验过程中起支撑作用; 之后在试样两端连接上一个拉伸装置。这个试样首先在四点弯曲条件下以极慢的速率 (约 $1.3 \mu\text{m}/\text{min}$) 加载, 同时记录加载过程的荷载-位移曲线。当受拉面上的切口端部形成尖锐裂纹并逐渐扩展至受压

面切口端部时即卸载。此时, 如果裂纹面上作用有桥接颗粒, 试样将不会断开。使用连接在试样两端的拉伸装置在极慢的速率 (约 $1.3 \mu\text{m}/\text{min}$) 下对试样进行单轴拉伸试验, 再次记录加载过程的荷载-位移曲线。显然, 拉伸实验过程中测得的荷载-位移曲线就是闭合应力函数曲线。这一技术在后来的文献中被称为 PFT (Post-Fracture Tensile) 技术, 这一技术中所使用的弯曲后开裂的试样则称为 PFT (Post-Fracture Tensile) 试样。

图 116 所示为对一组具有不同裂纹张开位移 (裂纹张开位移可以通过改变图 115 所示试样受压面切口的深度而进行调整, 图 116 箭头所示方向为裂纹张开位移逐渐增大) 的氧化铝 PFT 试样进行拉伸试验所得到的应力-位移曲线^[192]。可以看出, 这些曲线的尾流部分基本重合。Hay 和 White 认为重合的这部分曲线应该是桥接应力函数的真实体现。对这部分数据按式 (107a) 进行拟合得到 $m = 11$, 根据拟合结果将曲线外推至位移为零便得到闭合应力的最大值约为 46 MPa。虽然 Hay 和 White 对 $m = 11$ 这个远远高于理论预测值 ($m = 1$) 所做的解释并不是十分令人信服, 但 46 MPa 这个闭合应力最大值与其他人通过阻力曲线行为估算出来的结果^[177,194,195]吻合得还是比较好, 这似乎说明了这一方法在桥接应力的直接测量方面具有一定的精度。

此后, Fett 等人^[185]以及 Mori 和 Hashimura^[196]对 Hay 和 White 提出的这一方法进行了一些改进, 其中式 (107d) 就是 Fett 等人^[185]采用改进的方法测得的数据拟合得到的结果。这些改进主要是在位移的测量方面。改进后的方法可以测得裂纹张开位移低至约 $1 \mu\text{m}$ 时的应力, 从而使得这一方法可以获得关于闭合应力函数更完整的信息。

此外, 闭合应力函数也可以采用一些间接的方式进行测定。上世纪 80 年代至本世纪初, 学者们

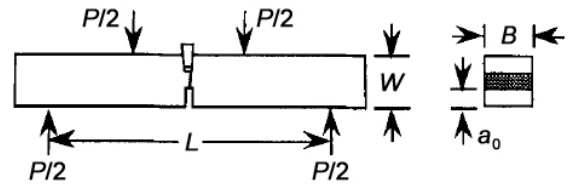


图 115 Hay 和 White 用于测定桥接应力的四点弯曲试样示意图^[191]

Figure 115 Four-point bend test configuration used by Hay and White for measuring bridging stress^[191]

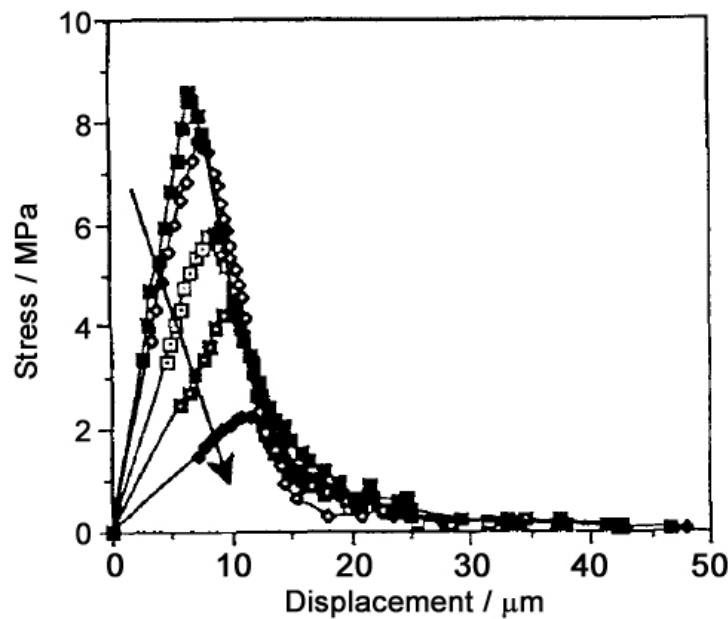


图 116 具有不同 COD 的氧化铝 PFT 试样应力-位移曲线^[192]

Figure 116 Stress-displacement curves measured with PFT specimens with different COD for alumina^[192]

在这方面做了大量的工作。Munz 在 2007 年发表的一篇综述^[197]中对这些工作有一个简短的整理总结, 这里不再重复。

6 陶瓷的增韧

到目前为止, 通过精心地调整和控制材料的显微结构, 已经设计出了一系列具有较高韧性的陶瓷材料及陶瓷基复合材料; 而在这些材料中, 韧性提高的根本原因几乎都与裂纹尖端尾部区域中的普遍效应有关。

6.1 桥接区增韧

显然, 裂纹桥接的一个最直接结果就是使得材料的断裂韧性得到提高。这对于脆性陶瓷材料来说无疑是一种“诱惑”: 如果我们通过主动的显微结构设计使得裂纹在扩展过程中与显微结构发生相互作用产生桥接效应, 则材料的断裂韧性将得到一定程度的改善。这就是所谓的增韧。在这一思想指导下, 上世纪 80 年代中后期以来出现了越来越多借助于桥接机理而具有高韧性的新材料^[198,199]。总的说来, 这些材料中的桥接大致可以分为如图 117 所示的四大类: (a) 晶粒桥接; (b) 连续纤维桥接; (c) 短晶须桥接; (d) 延性第二相颗粒桥接。

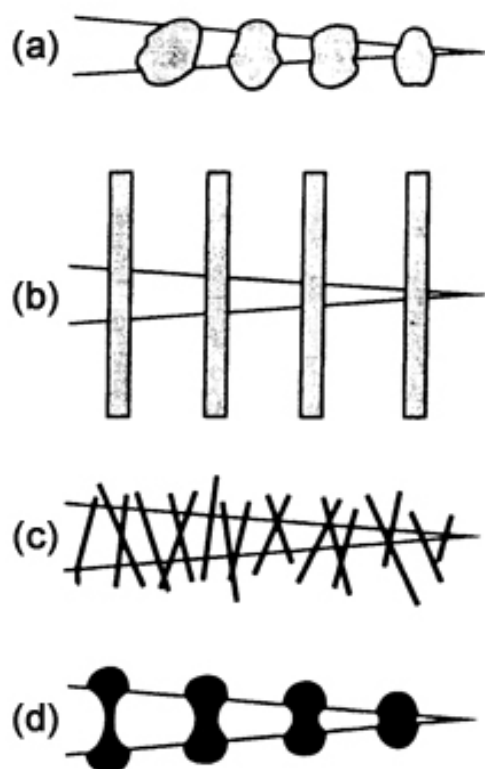


图 117 桥接区增韧机制
Figure 117 Schematics of bridging toughening mechanisms

6.1.1 纤维/晶须增韧陶瓷基复合材料

桥接区增韧机制应用最为成功的例子之一可能应该是晶须或纤维增韧陶瓷基复合材料。这一类材料的发展始于 Kelly 及其同事们的早期工作^[200], 但是后来又沉寂了大约 10 年。20 世纪 80 年代随着一批高强度纤维 (如碳化硅和氧化锆) 的出现^[201], 纤维/晶须增韧陶瓷基复合材料的研究掀起了一个新的高潮^[202,203], 直到今天仍然在蓬勃开展^[204,205]。这里我们结合一些实际的材料来讨论一下如何才能有效地发挥出纤维/晶须的桥接及拔出的综合效应。为便于讨论, 我们将把考虑的对象局限在晶须增韧陶瓷基复合材料的范围内。

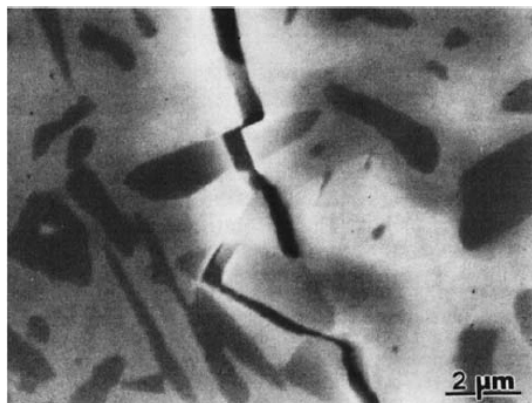


图 118 在 SiC 晶须增韧 Al_2O_3 中的晶须桥接^[206]
Figure 118 Whisker bridging observed in SiC whisker reinforced Al_2O_3 ^[206]

图 118 所示为在一种 SiC 晶须增韧 Al_2O_3 陶瓷基复合材料中观察到的晶须桥接现象^[206]。类似这样的晶须桥接情况在晶须或纤维增韧陶瓷基复合材料中极为常见, 被认为是这类复合材料中的主要增韧机制。

在纤维/晶须增韧陶瓷基复合材料中, 裂纹最初一般出现在基体内部并在基体内发生扩展。因此, 复合材料中裂纹尖端实际的扩展阻力应该与基体材料中的数值相当。但是, 由于在复合材料中, 纤维/晶须作为增强体承担了相当一部分外加荷载, 基体中的裂纹尖端处实际的应力场强度将远远低于在相同条件下单组分基体材料裂纹尖端处的应力场强度, 因此复合材料的裂纹扩展门槛值 (即裂纹开始扩展时所对应的扩展阻力 G_{R0}) 将会高于单相基体材料^[207,208]。

裂纹在复合材料基体中形成并发生扩展后, 其尖端尾部将形成一个由纤维/晶须构成的桥接区, 如图 118 所示。桥接区的出现将使得裂纹在扩展过程中消耗更多的能量。如果令克服桥接效应所消耗的能量为 G_{RB} , 则复合材料的临界机械能释放率 G_C 可以表示为:

$$G_C = G_{R0} + G_{RB} \quad (108)$$

式 (108) 实际上就是式 (101) 的机械能释放率表达形式。

桥接效应导致的能量额外消耗量 G_{RB} 与桥接区内裂纹面上作用的桥接应力 $p(u)$ 以及相应的裂纹张开位移 u 有关:

$$G_{RB} = \int_0^{u_c} p(u) du \quad (109)$$

其中, 参数 u_c 的物理意义相当于: 当裂纹面间的张开位移达到 u_c 时, 桥接组元的“架桥”能力消失。函数 $p(u)$ 则描述了桥接力随裂纹面张开位移 u 的变化规律。与式 (98) 相比较, 这里将桥接闭合应力 ($-p$) 写成了裂纹张开位移 u 的函数, 这样的变换会使得后续的理论推导变得更为方便一些。

所谓桥接组元“架桥”能力消失, 一般有两种情况。第一种情况是随着裂纹的扩展, 作用在桥接组元上的桥接应力增大, 最终达到桥接组元的断裂应力, 桥接组元发生破坏, 桥接应力相应迅速降低为零。第二种情况是桥接应力增大, 使得桥接组元与基体的结合面产生松动, 在某一临界状态下, 桥接组元从基体中拔出, 相应地桥接应力也将迅速降低为零。显然, 在第一种情况下, 桥接组元的临界变形量决定了式 (109) 中的 u_c , 而桥接组元的断裂强度则决定了 $p(u)$ 的最大值; 在第二种情况下, u_c 由桥接组元临界拔出长度决定, 而 $p(u)$ 的最大值则由临界拔出荷载决定。

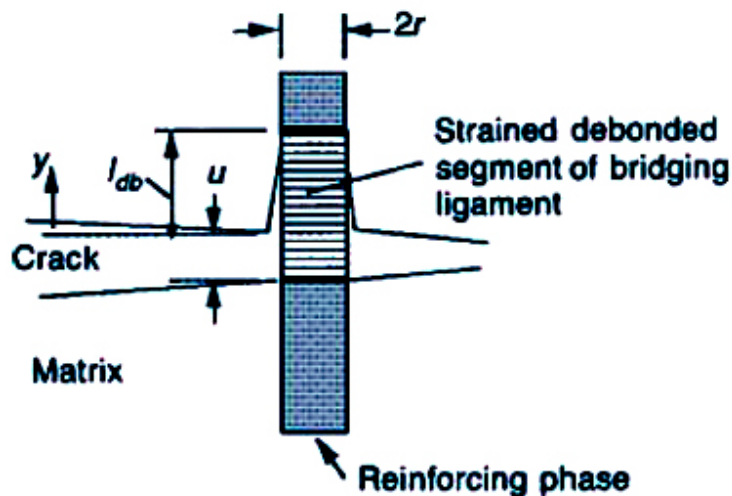


图 119 与桥接区相关的裂纹张开位移

Figure 119 Crack opening displacement associated with the bridging zone

先来考虑第一种情况。一般地, 裂纹扩展在通过增强体时, 裂纹前缘总是倾向于沿基体-增强体的界面发生一些偏转, 偏转的程度取决于基体-增强体界面的结合强度。如图 119, 裂纹偏转的结果将使得裂纹面附近的基体与增强体之间产生一定程度的界面剥落。此时, 裂纹的最大张开位移 u_c (桥接组元的临界变形量) 可以由下式决定:

$$u_c = \varepsilon_f^w l_d = \frac{\sigma_f^w}{E_w} l_d \quad (110)$$

式中, σ_f^w 和 ε_f^w 分别为增强体的断裂应力和断裂应变, l_d 为基体-增强体剥落界面的临界长度 (参见图 119)。根据 Budiansky 等人^[209]的分析, 这个临界长度与桥接组元的半径 r 、桥接组元的断裂表面能 γ_w 以及基体-增强体的界面断裂能 γ_i 有关:

$$l_d = \frac{r\gamma_w}{6\gamma_i} \quad (111)$$

在基体-增强体的剥落界面间不存在摩擦效应的条件下, 将桥接力 p 随裂纹张开位移 u 的变化关系近似地处理为一条直线 (即在 $0 \leq u \leq u_c$ 之间, p 将由零线性增大到 $p^* = \sigma_f^w$), 则由式 (109) 可以得到:

$$G_{RB} = \frac{1}{2} p^* u_c = \frac{A_b (\sigma_f^w)^2}{2E_w} l_d \quad (112)$$

式中, A_b 为桥接区裂纹面上桥接组元的面密度。在增强体完全垂直于裂纹面平行排列的理想情况下, A_b 与复合材料中增强体的体积分数 V_w 相等。在大多数复合材料 (尤其是晶须增韧复合材料) 中, 增强体的排列一般都呈现出一定的随机性, 因而 A_b 只能通过实验观察加以确定, 但很显然, 复合材料中增强体所占的体积分数 V_w 越大, A_b 将越大。

在基体-增强体的剥落界面上存在有摩擦作用时, $p(u)$ 的函数形式就变得复杂起来^[210]。这里考虑一种理想化的情况: 在整个剥落界面上摩擦阻力 τ 保持为常数。由于存在着摩擦阻力, 部分剥落的桥接组元所承受的桥接应力在整个剥落长度范围内就不再保持为常数, 而是变成:

$$\sigma_y = \frac{2(l_d - y)\tau}{r} \quad (113)$$

当 $y = 0$ 时, σ_y 取得最大值 σ_y^* :

$$\sigma_y^* = \frac{2l_d\tau}{r} \quad (113a)$$

相应地, 桥接组元的拉伸变形量 (即裂纹张开位移) 为:

$$u = \int_0^{l_d} \left(\frac{\sigma_y}{E_w} \right) dy = \frac{l_d^2 \tau}{E_w r} = \frac{r(\sigma_y^*)^2}{3E_w \tau} \quad (114)$$

当 $\sigma_y^* = \sigma_f^w$ 时, u 取得最大值 u_c :

$$u_c = \frac{r(\sigma_f^w)^2}{4E_w \tau} = \frac{1}{2} E_w l_d \quad (114a)$$

将式 (113) 及式 (114) 代入式 (109) 得到:

$$G_{RB} = A_b \int_0^{u_c} \sigma_y du = \frac{A_b (\sigma_f^w)^2 l_d}{3E_w} \quad (115)$$

在基体-增强体剥落界面间存在有摩擦效应的情况下, 另一种可能出现的现象是增强体的拔出。增强体拔出所消耗的能量同样可以由式 (109) 计算。首先, 假定增强体拔出过程中所承受的桥接力 $p(u)$ 满足下式:

$$p(u) = p_{\max} \left(1 - \frac{u}{u_c} \right) \quad (116)$$

最大桥接力 $p_{\max}$ 由下式决定:

$$p_{\max} = A_p \sigma_y^* \quad (117)$$

其中 A_p 为拔出的增强体在桥接区裂纹面中所占的面积分数, σ_y^* 由式 (113a) 决定。

注意到了为了达到拔出的目的, 纤维/晶须必须在剥落区内 ($y > 0$) 首先发生断裂 (参见图 119), 因而拔出长度 l_p 应该小于剥落长度 l_d , 而相应地拔出体所承受的桥接应力 σ_y^p 即为 [参见式 (113a)]:

$$\sigma_y^p = \frac{2l_p \tau}{r} \quad (118)$$

将式 (116) 及式 (118) 代入式 (109) 便可以得到拔出效应对复合材料机械能释放率的贡献 G_{RP} (这里的下标 P 代表拔出效应) 为:

$$G_{RP} = A_p \tau \left(\frac{l_p}{r} \right) l_p \quad (119)$$

综上所述, 纤维/晶须增韧陶瓷基复合材料的增韧效果主要反映在三个方面: (1) 由于增强体承受了相当一部分的外加荷载而使得裂纹扩展门槛值得以提高 (即荷载转移); (2) 增强体在裂纹尖端尾部形成了一个桥接区, 对裂纹尖端产生了一个屏蔽作用; (3) 增强体的拔出额外消耗了能量。

由式 (115) 和式 (119) 可以得到, 对于晶须增韧的材料, 晶须桥接和晶须拔出对材料韧性的贡献之比为:

$$\frac{G_{RB}}{G_{RP}} = 3 \left(\frac{l_p}{r} \right) \frac{l_p}{l_d} \frac{A_p}{A_b} \quad (120)$$

首先考虑 SiC 晶须增韧 Al_2O_3 材料。这是一类研究得较为深入的陶瓷基复合材料。由于 SiC 晶须的热膨胀系数为 $4.6 \sim 4.7 \times 10^{-6} K^{-1}$, 而 Al_2O_3 基体热膨胀系数则高达 $8.8 \sim 8.9 \times 10^{-6} K^{-1}$, 因此二者复合之后, 晶须/基体界面处将产生一个显著的径向压应力 (参见 2.2.2 节)。由实验测得晶须/基体界面间径向热膨胀失配应力 $\sigma_a \approx 1 \text{ GPa}^{[211]}$, 取晶须/基体界面间的摩擦系数 $\mu = 0.25$, 则晶须/基体界面间的摩擦阻力 $\tau \approx 250 \text{ MPa}$ 。另一方面, 实验观察表明, 在这类材料中, 晶须拔出长度 l_p 与晶须截面半径 r 之比 l_p/r 一般不超过 4, 因此在 $A_p/A_d^f \approx l_p/l_d \approx 0.25$ 的条件下, 由式 (120) 可以得到总的增韧效果为:

$$G = G_{RB} + G_{RP} \approx 2.5 G_{RB}$$

图 120 给出了一些实验结果。图中对应于 Al_2O_3 基体的两条实线分别为由式 (115) 和式 (120) 预

测得到的结果。如果用刚刚制备出来的 SiC 晶须直接与 Al_2O_3 基体复合, 则复合材料的断裂韧性测试结果如图中实心圆点所示。这些测试结果与理论预测结果之间的一致性说明晶须桥接和晶须拔出在这种情况下同时发挥了作用。但是, 如果将刚制备出的 SiC 晶须先在空气中静置一段时间之后再与 Al_2O_3 基体复合, 复合材料的断裂韧性便降低到了由式 (120) 所预测的水平上 (图中空心圆点所示), 即晶须拔出效应消失了。导致后一种实验现象的原因十分明显: SiC 晶须的表面氧化处理 (静置于空气中一段时间) 降低了晶须的表面光洁度, 从而提高了晶须/基体界面间的摩擦系数, 这对于晶须拔出显然是不利的。

再来看看由 SiC 晶须增韧的另外两类陶瓷基复合材料—— SiC_w /莫来石和 SiC_w /钠钙玻璃。在这两种复合材料中, 基体 (莫来石和钠钙玻璃) 的热膨胀系数 ($\sim 5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) 与 SiC_w 相当, 因此材料内部晶须/基体间的摩擦阻力与 $\text{SiC}_w/\text{Al}_2\text{O}_3$ 系统相比有了大幅度的降低; 相应地, 在这两种材料中, 晶须拔出效应将十分微弱。示于图 120 的实验结果证实了这一预测。

如图 120 所示的实验结果反映出了晶须增韧设计中的几个重要的规律。首先, 一般说来在晶须增韧复合材料中, 晶须的桥接和晶须的拔出都可能对材料韧性有所贡献, 只是对于不同的材料系统, 有时候晶须的拔出效应不太显著而已。其次, 晶须增韧的效果与复合材料中晶须的含量有关, 一般情况下, 晶须含量越高, 增韧效果就越显著。第三, 随着增强体与复合材料的弹性模量比 E_w/E_c 的减小, 增韧效果趋于显著。关于这一点可以进一步解释如下: 在晶须含量 V_w 给定的前提下, 晶须桥接对断裂韧性的贡献随着 E_m 的增大而增大, 而根据混合法则 E_c 随 E_m 的增大而呈增大趋势; 由于钠钙玻璃、莫来石、 Al_2O_3 的弹性模量分别为 80 GPa、210 GPa 和 500 GPa, 故图 120 中在 V_w 相同的条件下, 不同材料的韧性提高幅度显然与基体材料的弹性模量 E_m 有关。

上面提及的几个基本规律对于实际的复合材料设计无疑具有较为重要的指导意义。但是, 在实际应用这几条基本规律时, 还必须考虑到具体的材料制备过程中可能存在的一些具体问题。例如, 为了获得一个较好的增韧效果, 根据式 (115) 和式 (119), 就应该尽可能选择弹性模量与基体相当而强度较高的增强体, 因此在制备或选择晶须时, 应该注意保证晶须中不含有较大的缺陷, 以避免降低晶须的实际强度。又如, 尽管增大晶须的截面半径有利于增强增韧效果, 但是对于某些晶须/基体系统, 晶须尺寸过大, 晶须与基体间的热膨胀失配程度加剧, 将使得材料在制备过程中产生基体开裂现象, 反倒影响了材料的最终性能。这种情况在 $\text{SiC}_w/\text{Al}_2\text{O}_3$ 系统中较为突出。

晶须/基体界面间产生一定程度的剥落是晶须桥接和晶须拔出的前提, 而晶须/基体界面间产生剥落的条件则是界面结合强度应该低于晶须的断裂强度, 否则在界面剥落之前, 晶须就已经断裂了。因此, 在晶须增韧复合材料的设计中, 晶须/基体界面间结合强度的调整是一个关键, 而这种调整无外乎包括了两方面的内容: 一是界面间残余应力的调整, 二是晶须表面形貌的控制。

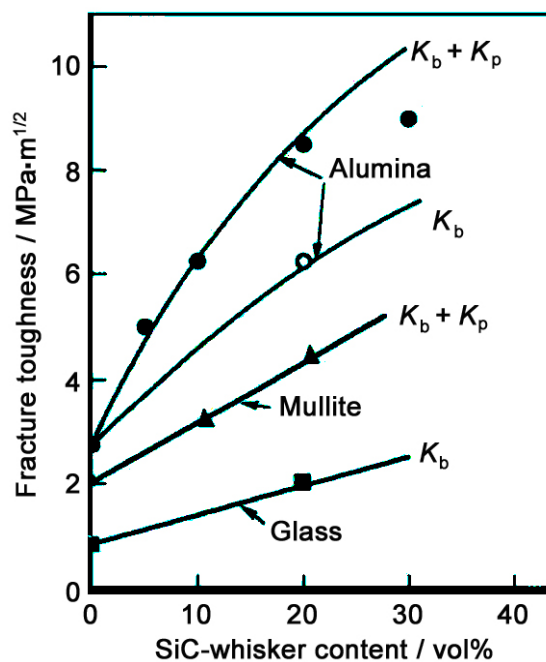


图 120 晶须桥接和晶须拔出对复合材料断裂韧性的影响^[199]

Figure 120 Toughening contributions obtained by crack-bridging processes yield substantially increased fracture toughness^[199]

晶须/基体界面间的残余应力主要源于晶须与基体间的热膨胀失配。当热膨胀系数相差太大时, 热膨胀失配而导致的极高径向压应力垂直作用于晶须/基体界面上, 将妨碍界面的剥落以及晶须的拔出。因此, 热膨胀系数与基体相当的晶须应该是材料设计中的首选对象。但是这并不等于说热膨胀系数相差太大的晶须/基体系统就不可以加以考虑。事实上, 我们在前面已经多次提及的 $\text{SiC}_w/\text{Al}_2\text{O}_3$ 系统就是一个例子。对于这个系统, 为改善晶须/基体界面间的应力状态曾经做过大量的工作, 其中较为有效的方法之一是对晶须进行表面涂覆或包裹处理。根据 Hsueh 等人^[212]的分析, 对于 $\text{SiC}_w/\text{Al}_2\text{O}_3$ 系统, 在 SiC 晶须表面涂覆一层高热膨胀系数和低弹性模量的涂层之后, 晶须/基体界面间由于热膨胀失配导致的残余应力将显著降低。在前面的讨论中, 我们曾经提及 $\text{SiC}_w/\text{Al}_2\text{O}_3$ 界面处的残余应力 $\sigma_r \approx 1 \text{ GPa}$, 这个数据就是在对 SiC_w 进行了表面涂层处理之后获得的^[211]。如果不对 SiC 晶须进行表面涂层处理, 则 σ_r 可能高达 1.6 GPa 。这时晶须拔出就显得较为困难了。Rühle 等人于 1987 年进行的一项实验^[213]表明: 对于未经表面处理的 SiC 晶须与 Al_2O_3 基体复合的情况, 从复合材料试样断口上看, 尽管有些晶须在裂纹扩展过程中发生了断裂, 但几乎没有任何晶须拔出的痕迹存在。

另外, 粗糙不平的晶须表面将使得晶须与基体的界面呈互相咬合状态, 晶须拔出阻力增大, 不利于发挥晶须的增韧效果。

6.1.2 颗粒增强陶瓷材料

非立方单组分陶瓷中晶粒的裂纹桥接与上一小节中讨论的纤维/晶须增韧陶瓷基复合材料中的情况十分相似, 对这一现象的理论分析也可以采用类似的方法进行, 即桥接区中额外消耗的能量可以表示为桥接应力与裂纹张开位移的乘积。但是, 在单组分材料中, 桥接组元大多是由于沿晶界产生微开裂而导致的, 因此桥接组元与基体界面间大都存在有一定的摩擦阻力, 而且桥接组元的拔出也是比较常见的现象。Bennison 和 Lawn^[214]对非立方单组分陶瓷中的裂纹桥接现象进行了较为详尽的断裂力学分析, 理论分析得到的结果与前面对纤维/晶须增韧复合材料进行分析所获得的结果相似; 甚至可以不严格地说, 只需将剥落长度 l_d 用晶粒尺寸作一简单替代即可。

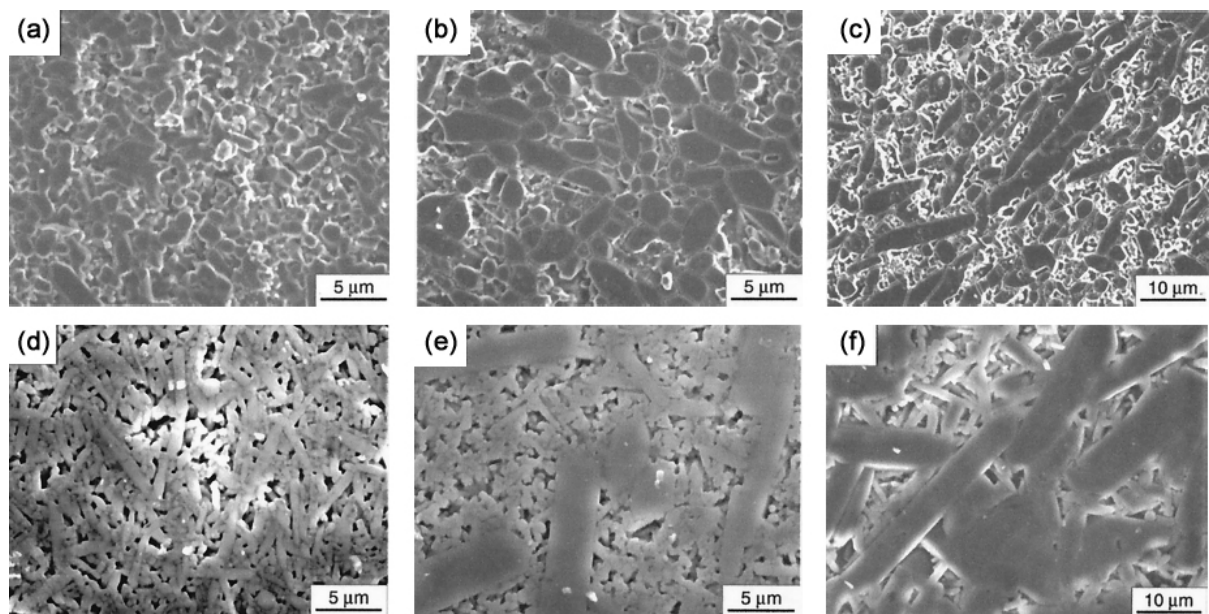


图 121 Zenotchkine 等人^[217]制备的原位增韧 α -SiAlON 陶瓷的显微结构:

(a) Y-1; (b) Y-2; (c) Y-3; (d) Ca-2; (e) Ca-3; (f) Ca-4

Figure 121 SEM micrographs showing microstructures of in-situ toughened α -SiAlON ceramics fabricated by Zenotchkine *et al.*^[217]: (a) Y-1; (b) Y-2; (c) Y-3; (d) Ca-2; (e) Ca-3; (f) Ca-4

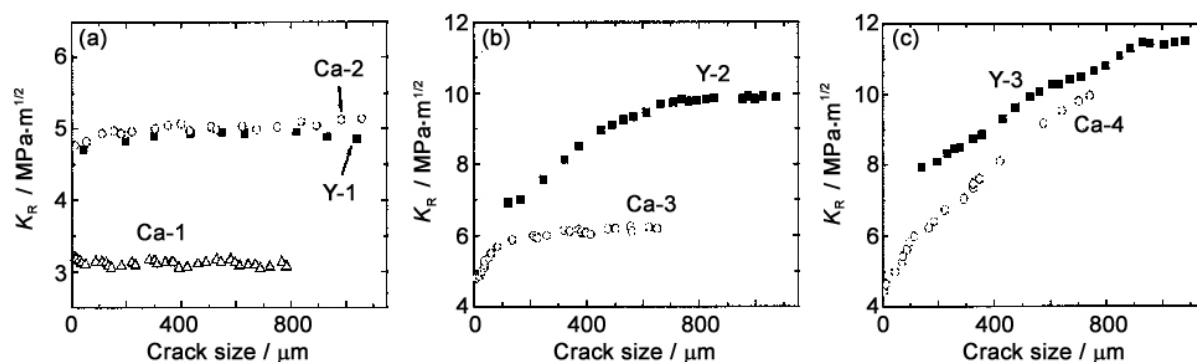


图 122 Zenotchkine 等人^[217]制备的原位增韧 α -SiAlON 陶瓷的 R -曲线^[217]

Figure 122 R -curves of in-situ toughened α -SiAlON ceramics fabricated by Zenotchkine *et al.*^[217]

前面所讨论的 Al_2O_3 陶瓷中的裂纹桥接就是晶粒桥接的一个典型例子。晶粒桥接的增韧效果一般来说与晶粒尺寸有关：晶粒尺寸越大，增韧效果就越显著。但是，当晶粒尺寸超过某一临界值之后，由于晶粒的各向异性导致的热膨胀及弹性形变失配程度加剧，大量微裂纹的产生可能又会使材料断裂强度降低。这是在材料设计过程中必须加以考虑的问题。

Si_3N_4 陶瓷以及与其密切相关的 SiAlON 族陶瓷中的原位增韧可能是在单相陶瓷中应用裂纹桥接原理最成功的一个例子^[215,216]。Faber 和 Evans 曾经用 Si_3N_4 陶瓷的断裂韧性与其晶粒的长径比来说明他们的裂纹偏转增韧模型（图 79）。但是，后来的研究^[289]发现，如图 79 所示结果主要是由于长柱状 β - Si_3N_4 晶粒产生的裂纹桥接效应导致的。Zenotchkine 等人^[217]通过调整添加剂和工艺参数，制备了一系列具有不同显微结构的原位增韧 α -SiAlON 陶瓷（图 121），并采用压痕弯曲梁技术分别测定了这些材料的 R -曲线（图 122）。这些结果表明，随着材料中长柱状晶粒的出现以及长柱状晶粒长径比的增大，材料表现出了越来越明显的 R -曲线行为。对试样表面 Vickers 压痕裂纹受力扩展路径进行的观察（图 123）证实了长柱状晶粒的桥接作用；而且，一些桥接晶粒在临界条件下发生了拔出或者断裂。此外，长柱状晶粒也确实在一定程度上导致了裂纹的偏转。

在 SiC 陶瓷和 Al_2O_3 陶瓷中也实现了原位增韧。Lee 等人^[218]采用 Al_2O_3 、 Y_2O_3 和 CaO 作为添加

剂，对不同来源、具有不同平均尺寸的 β -SiC 和 α -SiC 及其不同配比的混合粉体进行了热压烧结，制备了具有不同显微结构的 SiC 陶瓷。图 124 示出了其中一些样品表面上 Vickers 压痕裂纹的扩展路径，可以看到由板状晶粒导致的裂纹桥接和裂纹偏转在各个样品中均有不同程度的发生，在图 124 (d) 中还观察到了桥接晶粒的断裂现象。直接压痕实验证实：这些样品都或多或少地表现出了 R -曲线行为。而早在 1985 年，Tiegs 和 Becher^[219]就制备出了一种 Al_2O_3 陶瓷，其基体由尺寸约为 $5\ \mu\text{m}$ 的等轴晶构成，而一些半径约 $100\ \mu\text{m} \sim 200\ \mu\text{m}$ 的板状 Al_2O_3 颗粒则均匀地弥散在基体中；实验测得不含板状粒子的基体断裂韧性只有 $4\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2} \sim 4.5\ \text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ，而板状粒子含量为 25 vol% 的材料断裂韧性则能

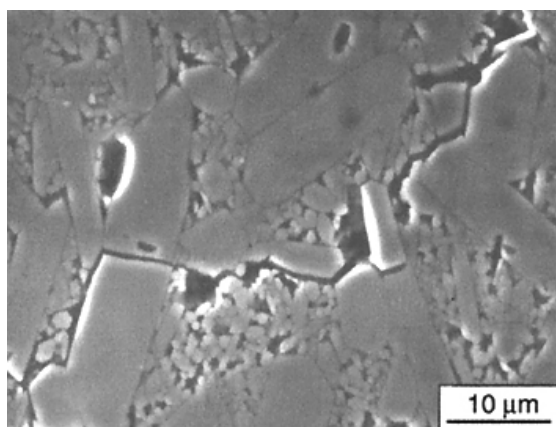


图 123 原位增韧 α -SiAlON 陶瓷表面的压痕裂纹扩展路径^[217]

Figure 123 Propagation path of indentation crack on the surface of in-situ toughened α -SiAlON ceramics^[217]

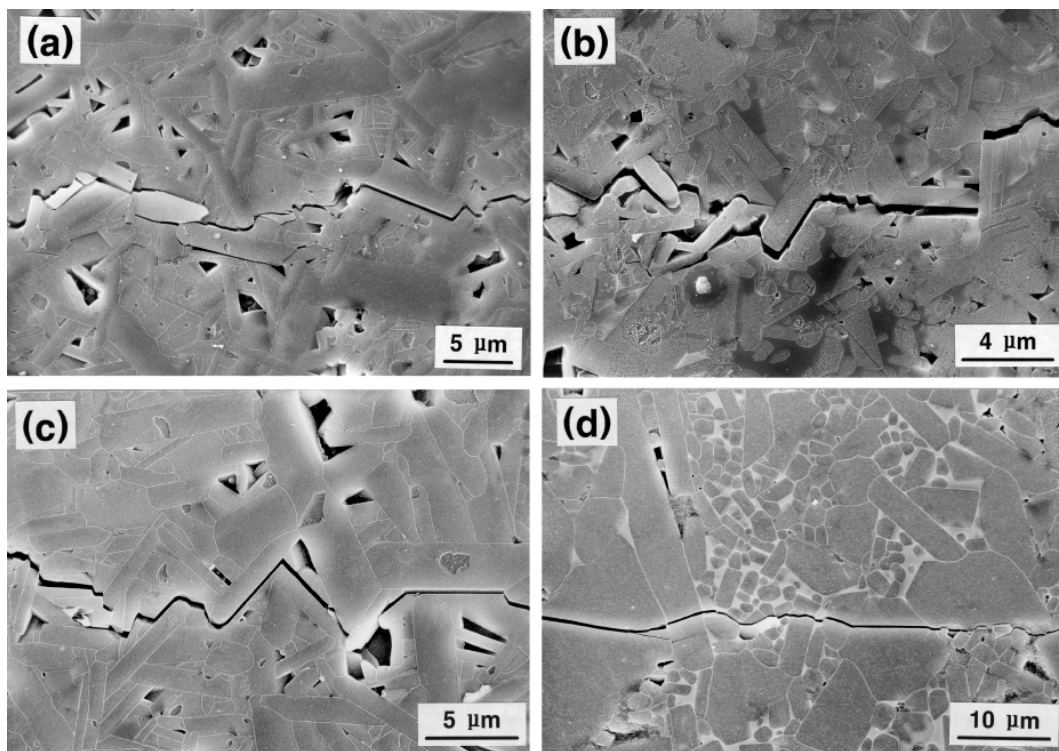


图 124 SiC 陶瓷试样表面裂纹扩展路径^[218]
Figure 124 Crack propagation paths in the surface of SiC samples^[218]

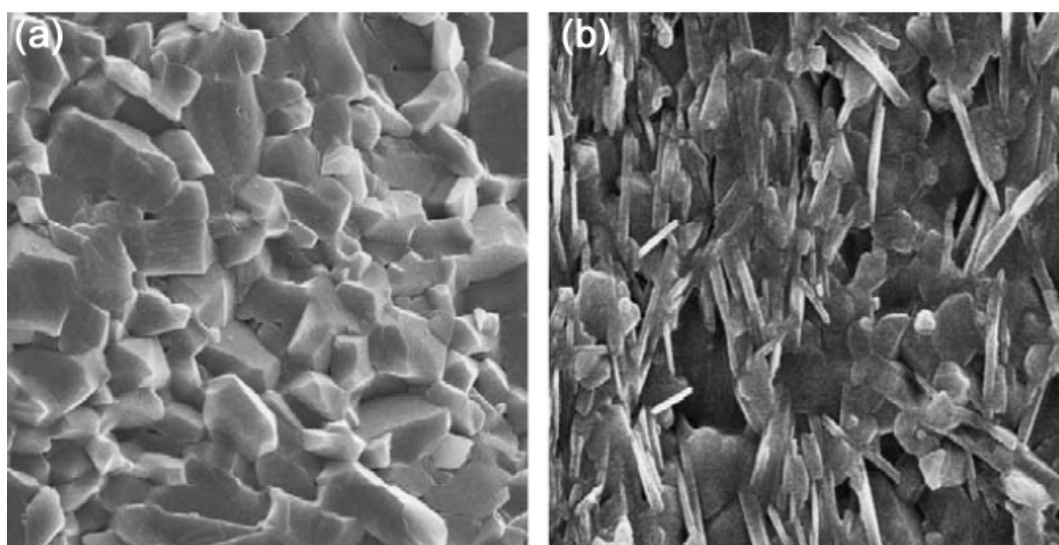


图 125 具有 (a) 等轴晶粒及 (b) 长柱状晶粒的氧化铝陶瓷显微结构^[221]
Figure 125 SEM micrographs of alumina ceramics with (a) equiaxed and (b) elongated grains^[221]

提高到 $7 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 。显微结构观察发现, 裂纹沿基体和大的板状粒子的界面发生了偏转, 板状粒子在主裂纹两相对表面间形成了“桥接”。本世纪初, Xie 等人^[220,221]制备了一系列具有长柱状晶粒的 Al_2O_3 陶瓷。与普通的等轴晶 Al_2O_3 陶瓷 [图 125 (a)] 相比, 具有长柱状晶粒的 Al_2O_3 陶瓷 [图 125 (b)] 断裂韧性显著提高。

更多的研究则是通过将第二相颗粒添加到陶瓷基体中以发挥颗粒桥接的增韧作用^[222,223]。从如图 126 所示的 Al_2O_3 -6 vol% WC 复合材料^[224]以及 Al_2O_3 -20 vol% Cr_3C_2 复合材料^[225]表面压痕裂纹扩展

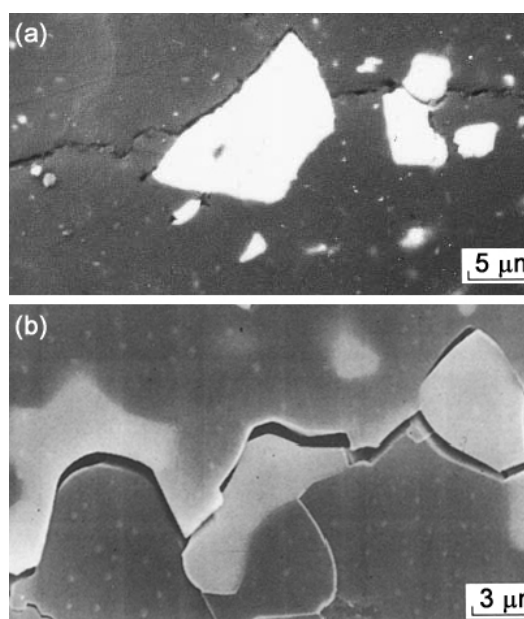


图 126 (a) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-WC}$ [224] 和 (b) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cr}_3\text{C}_2$ [225] 复合材料表面的裂纹扩展路径

Figure 126 SEM micrograph showing crack in (a) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-WC}$ [224] and (b) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cr}_3\text{C}_2$ [225]

路径可以看出, 第二相颗粒可以以偏转、桥接、断裂等之前提及的各种方式对裂纹扩展路径产生影响, 从而提高复合材料的断裂韧性。在这个例子中, 6 vol% WC 颗粒的加入使得材料断裂韧性从 $3.50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 提高到了 $5.13 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 。

Yoon 等人 [226] 通过将不同体积分数的 BN 颗粒添加到 Si_3N_4 粉体中, 采用热压烧结制备了一系列 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$ 两相陶瓷复合材料, 测定了这些材料的 R -曲线, 结果如图 127 所示。可以看出, Si_3N_4 单相陶瓷仅在裂纹扩展初期表现出了轻微的 R -曲线行为, 之后裂纹扩展阻力便迅速趋近于一个平台值。这一轻微的 R -曲线行为可以归因于材料中长柱状 Si_3N_4 晶粒导致的桥接和偏转 [图 128 (a)]。相比于 Si_3N_4 单相陶瓷, 三种 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$ 复合材料的 R -曲线行为都较为显著。从图 128 (b) 可以看出, 在复合材料中, 裂纹主要沿 Si_3N_4 与 BN 晶粒之间的弱界面扩展, 相对于 Si_3N_4 而言较大的 BN 颗粒导致了更为有效的桥接和拔出效果。

顺便指出一点, Yoon 的工作中并没有提供具体的数值对单相陶瓷和复合材料的断裂韧性进行对比, 但根据断裂判据式 (96) 从图 127 所示 R -曲线的形状估算, 所考虑的这四种材料的断裂韧性相差不大。在这里, 加入 BN 颗粒所获得的效果主要表现为增大了材料的裂纹容限 (Flaw Tolerance), 即裂纹在材料发生断裂之前通过稳态扩展所能达到的最大扩展量 (在某种意义上相当于前面提及的桥接区有效尺寸)。从图 127 可以看出, Si_3N_4 单相陶瓷中的裂纹在扩展了约 $100 \mu\text{m}$ 左右, 其扩展阻力 K_R 即迅速增大至平台值 K_{IC} , 也就是说单相陶瓷的裂纹容限大约在 $100 \mu\text{m}$ 左右。而复合材料的

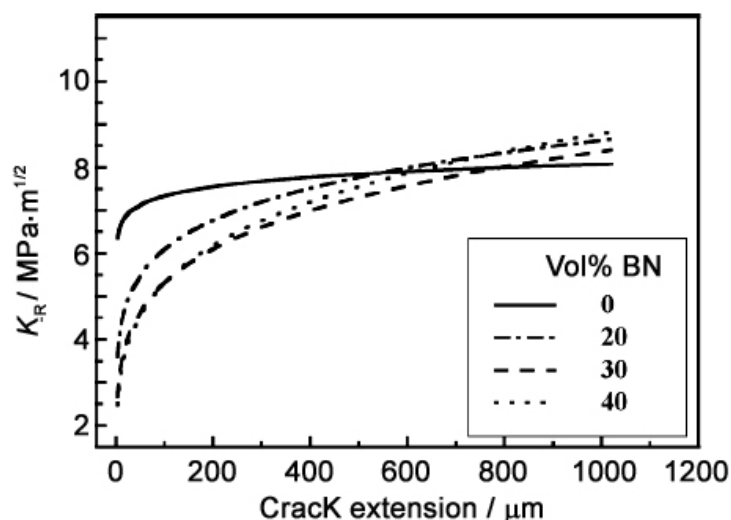


图 127 单相 Si_3N_4 及 BN 体积分数分别为 20 vol%、30 vol%、40 vol% 的 $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$ 的 R -曲线 [226]

Figure 127 R -curves for the monolithic Si_3N_4 and $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-BN}$ composites containing 20 vol%, 30 vol% and 40 vol% BN [226]

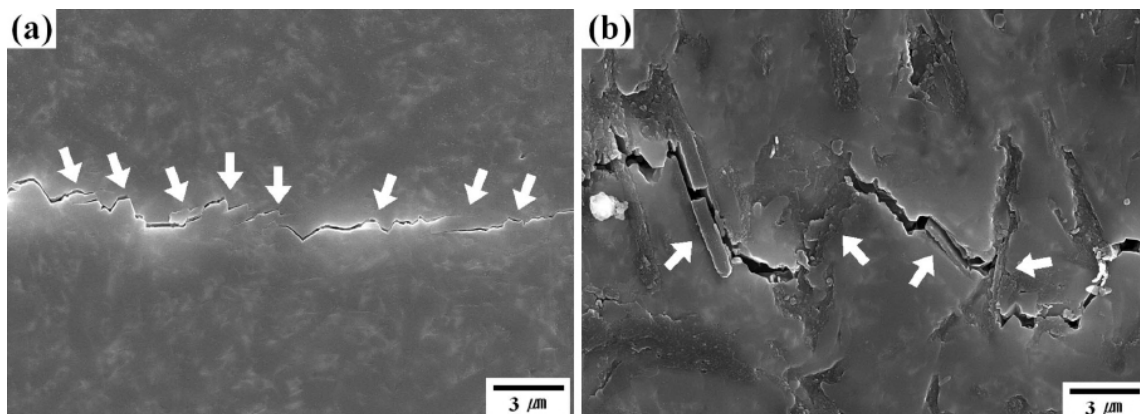


图 128 单相 Si_3N_4 及 BN 体积分数分别为 30 vol% 的 Si_3N_4 -BN 试样表面压痕裂纹扩展路径^[226]
 Figure 128 SEM micrographs of crack paths, obtained by indentation, of (a) the monolithic Si_3N_4 and (b) Si_3N_4 -BN composites containing 30 vol% BN. Arrows in (a) indicate grain bridging while those in (b) indicate BN platelets^[226]

裂纹容限值则超过了 700 μm 。

裂纹容限值的提高对于陶瓷材料来说是非常有意义的。本文第二章一开始就曾经指出, 较低的断裂韧性使得陶瓷材料内部导致断裂的临界裂纹尺寸通常为微米级, 如此小的裂纹很难通过无损检测技术加以监测。如果能通过显微结构设计使材料具有一定程度的裂纹容限, 从而使得裂纹在材料断裂之前发生一定程度的稳态扩展, 这对于直接监测裂纹尺寸进而保证材料安全服役大有好处。因此, 陶瓷材料增韧设计的目的可能不仅仅在于提高韧性, 在不降低材料使用性能的前提下, 如何通过增韧设计大幅度提高材料的裂纹容限也值得深入研究。

在提高材料裂纹容限方面, Runyan 和 Bennison 于 1991 年报道的一项工作^[227]具有一定的代表性。图 129 给出了他们测得的一种 Al_2O_3 -20 vol% Al_2TiO_5 复合材料的强度随压痕荷载的变化关系 (曲线 A)。这是一条近乎水平的曲线, 也就是说在很宽的裂纹尺寸范围内, 这种材料的强度几乎不随裂纹尺寸而变化, 即这种材料具有非常大的裂纹容限。相比之下, 粗晶 Al_2O_3 单相陶瓷 (平均晶粒尺寸

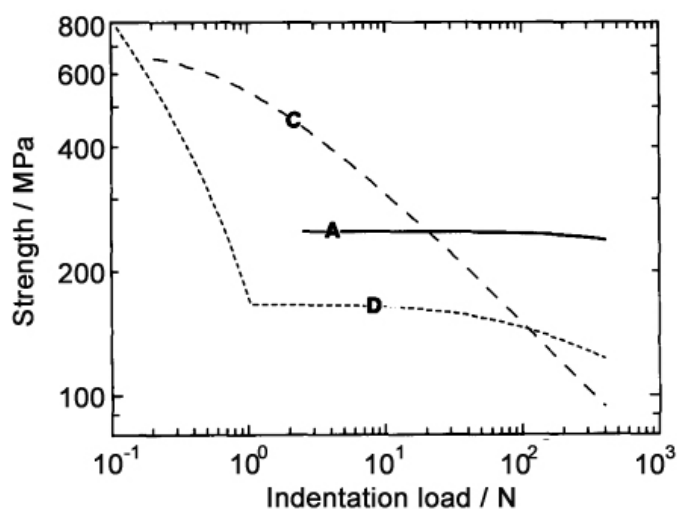


图 129 三种材料强度随压痕荷载的变化关系曲线: (曲线 A) Al_2O_3 -20 vol% Al_2TiO_5 复合材料; (曲线 C) 晶粒尺寸为 5.8 μm 的单相 Al_2O_3 ; (曲线 D) 晶粒尺寸为 79.8 μm 的单相 Al_2O_3 ^[227]
 Figure 129 Strength versus indentation load for Al_2O_3 -20 vol% Al_2TiO_5 composite (curve A) compared to trends calculated for alumina ceramics of grain sizes of 5.8 μm (curve C) and 79.8 μm (curve D)^[227]

79.8 μm) 虽然也具有较大的裂纹容限 (曲线 D), 但强度显然要比复合材料低很多; 细晶单相陶瓷 (平均晶粒尺寸 5.8 μm) 在裂纹尺寸很小的情况下具有较高的强度, 但随着裂纹尺寸的增大, 强度迅速降低, 几乎没有裂纹容限。

如果在陶瓷基体中加入的是延性颗粒, 情况就变得稍微复杂一些了。延性第二相颗粒的增韧作用主要有三个方面^[228-230]: (1) 裂纹尖端前缘延性相的塑性形变; (2) 延性相导致的裂纹偏转; (3) 裂纹尖端尾部区域内发生的桥接现象。大量的实验观察和理论分析表明: 在复合材料中陶瓷基体表现为一个连续相的情况下, 裂纹尖端前缘延性相的塑性形变在很大程度上受到周围高弹性模量基体的束缚, 由延性相在裂纹尖端尾区导致的裂纹桥接是这类材料中的主导的增韧机制。但是, 在桥接区中, 由于基体对桥接组元的塑性形变的束缚严重削弱, 桥接组元在桥接应力作用下也会发生显著的塑性形变, 从而对断裂强度产生影响。因而, 在延性相增韧的陶瓷基复合材料中, 裂纹桥接对材料断裂韧性的影响与晶须/纤维复合材料中的情况相比有明显的差异。

桥接组元的塑性形变将使得桥接力与裂纹张开位移之间的函数关系 $p(u)$ 变得复杂起来。对一个小尺度桥接现象 (即桥接区尺寸远远小于裂纹尺寸、试样尺寸以及裂纹尖端到试样边缘距离的情况下发生的裂纹桥接) 进行的分析^[231]表明: 在裂纹扩展遇到延性相并产生桥接现象的初期, 桥接力 $p(u)$ 随 u 的增大而迅速增大, 这一迅速增大的趋势主要是由于弹性基质的束缚导致的; 但随着裂纹的进一步扩展, 由于延性相的塑性形变, 桥接力 $p(u)$ 开始逐渐减小。这时, 增强体-基体界面剥落长度 d 就成为一个关键参数。界面剥落可以减轻基体对延性相塑性形变的束缚程度, 从而增大延性桥接组元在破坏之前的塑性形变量。

延性颗粒增韧脆性材料的一个最典型例子可能就是钨钴合金 (WC-Co) 了。WC-Co 复合材料严格地说并不属于陶瓷范畴, 但是由于这类材料的断裂基本上是完全脆性的, 因此在陶瓷材料断裂力学研究中, 这类材料的断裂试验结果经常被用来验证或说明一些重要的结论。本文 2.3 节曾经引用过一个 WC-Co 中显微结构缺陷对断裂强度影响的例子。很早之前, 学者们就发现在 WC 中添加金属 Co 可以大幅度地提高材料的断裂韧性 (图 130^[232])。

延性颗粒增韧 Al_2O_3 基复合材料曾经一度受到较为普遍的关注^[233-235]。图 131 所示为 Al_2O_3 -Mo

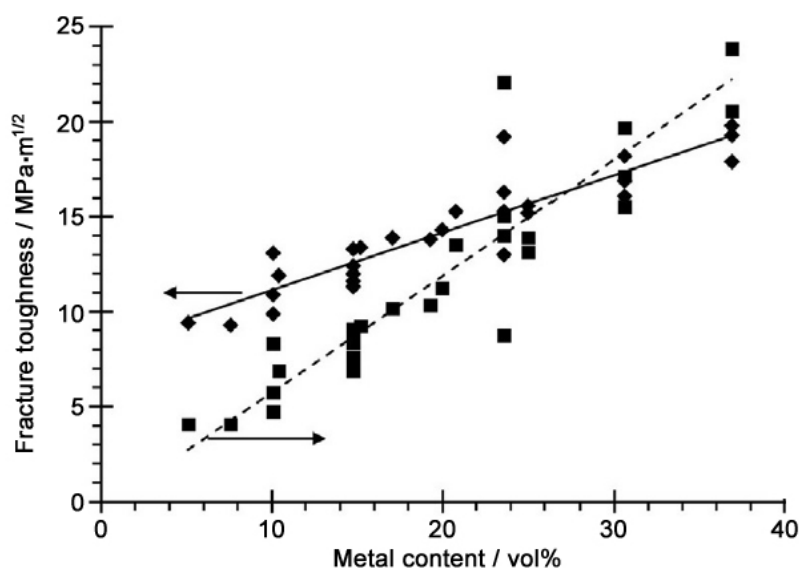


图 130 钨钴合金断裂韧性随金属含量的变化关系^[232]

Figure 130 Variation of fracture toughness with the content of metal in WC-Co cements^[232]

复合材料表面裂纹扩展路径及断口上所观察到的现象^[233]: 在表面裂纹扩展路径上, Mo 颗粒作为桥接组元发生了较为显著的塑性变形; 而从断口上则可以更清晰地看到断裂的 Mo 颗粒发生的颈缩现象。

图 132 (a) 为对含有不同体积分数 Mo 的 Al_2O_3 -Mo 复合材料切口试样进行加载所得到的荷载-位移曲线, 材料的断裂表面能可以通过荷载-位移曲线下方的面积估算得到, 结果表明材料的断裂表面能随 Mo 含量的增大而提高, 这种提高显然可以归因于 Mo 的塑性形变。图 132 (b) 给出了这些材料的 R-曲线, 可以看到只有在 Mo 含量增大到 20 vol% 时, 复合材料的 R-曲线才明显区别于基体材料。结合图 132 (a) 和 (b) 可以推测: 在 Mo 含量低于 20 vol% 时, 断裂表面能的提高可能主要源于裂纹尖端前部 Mo 颗粒的塑性形变, 而 Mo 含量为 20 vol% 时 R-曲线的变化则应该归因于 Mo 颗粒在裂纹尖端尾部区域 (桥接区) 的桥接效应。

6.2 过程区增韧

6.2.1 过程区增韧的一般性描述

图 132 所示实验现象不仅仅揭示了延性颗粒桥接在提高脆性基体韧性方面的作用, 事实上也暗含了脆性陶瓷增韧的另一种机制。前面我们提到, 在 Mo 含量低于 20 vol% 时, 断裂表面能的提高可能主要源于裂纹尖端前部 Mo 颗粒的塑性形变。可以想象的是, Mo 颗粒这种塑性形变会在

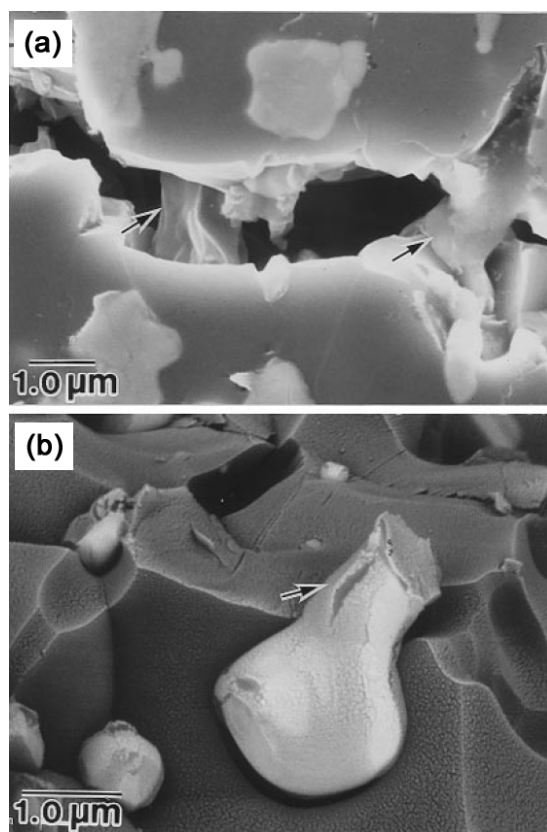


图 131 Al_2O_3 -Mo 复合材料裂纹扩展过程中被拉伸变形的桥接 Mo 颗粒:

(a) 表面裂纹路径; (b) 断口^[2323]

Figure 131 Stretched Mo ligaments (cf. arrows) bridging the crack faces as observed on (a) the crack profile and (b) found, after complete crack-face separation, on the fracture surface of a Al_2O_3 -Mo composite^[233]

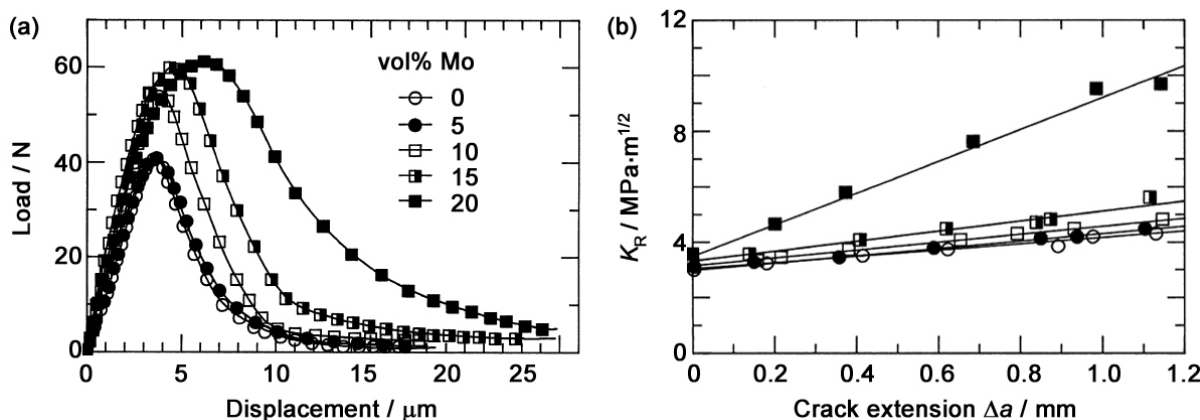


图 132 由切口试样测得的 Al_2O_3 -Mo 复合材料 (a) 荷载-位移曲线和 (b) R-曲线^[233]

Figure 132 (a) Load-displacement curves and (b) R-curves of Al_2O_3 -Mo composites measured with notched specimens^[233]

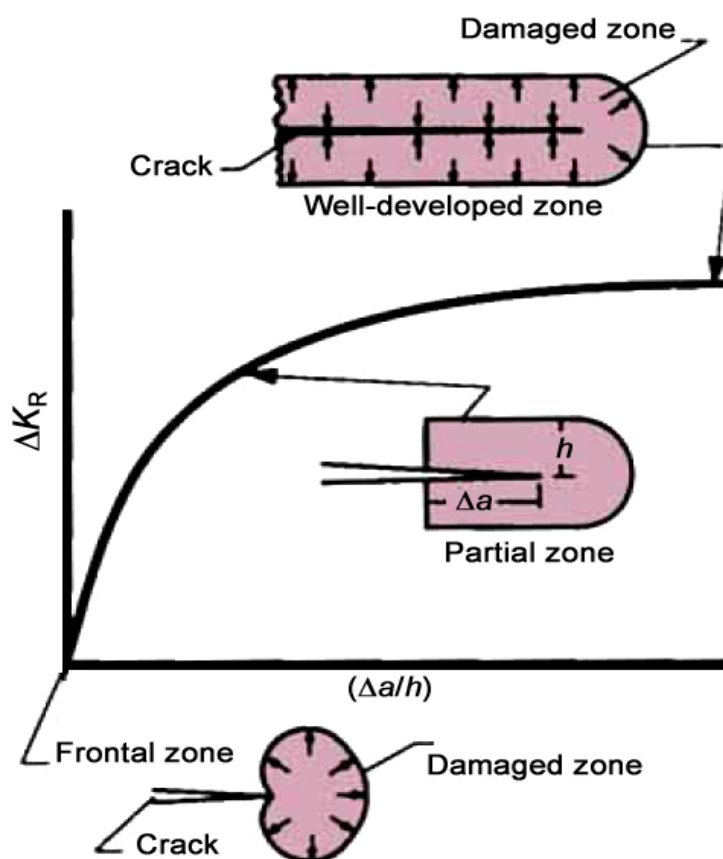


图 133 过程区增韧示意图
Figure 133 Schematic of process zone toughening

一定程度上受到周围弹性机制的约束，从而在弹/塑性界面上形成残余应力。当裂纹尖端向前延伸后，这些发生了塑性形变的延续颗粒便进入了裂纹尖端尾部区域，裂纹两相对开裂面间存在的自由空间为残余应力的释放提供了条件，这在本质上就相当于两个相对开裂面上施加了一个使裂纹闭合的应力，从而提高了裂纹尖端局部的扩展阻力。虽然这种效果在上面所讨论的 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Mo}$ 复合材料中表现得并不显著，但这一分析显然为陶瓷材料的增韧提供了一条新的思路。

这一分析可以普遍地表述为 (参见图 133): 在裂纹尖端附近区域高度集中的应力作用下，裂纹尖端前部局部区域内显微结构发生了一些变化，形成了“损伤区”。这个损伤区的特征是具有潜在的体积膨胀趋势，只是因为受到周围介质的约束，体积膨胀实际上并没有发生或者至少并没有完全发生。这样一来，这个损伤区就对周围介质产生了一个压应力作用。当裂纹尖端逐渐延伸趋近这个损伤区时，压应力作用将使得裂纹尖端局部扩展阻力增大。而当裂纹尖端进入到这个损伤区后，裂纹两相对开裂面间存在的自由空间为损伤区潜在的体积膨胀提供了发生的条件，随后发生的体积膨胀在两个相对开裂面上施加了一个使裂纹闭合的应力，使得裂纹扩展阻力继续提高。注意到随着裂纹的扩展，裂纹尖端前缘原本没有损伤的区域会因为应力集中效应而损伤，这就使得裂纹尖端尾部区域的损伤区变得越来越大。直到裂纹张开位移达到一个临界值、滞后的体积膨胀完全释放而丧失对裂纹面施加压应力的能力，这时裂纹尖端尾部的损伤区形状及大小就不再随裂纹的扩展而进一步变化。在文献中，裂纹尖端前部区域形成的损伤区通常称为前过程区 (Frontal Zone)，前过程区移到裂纹尖端尾部之后称为过程区 (Process Zone)，过程区在发育过程中称为部分过程区 (Partial Zone)，最后形成的形状及大小不再发生变化的过程区则称为发育完善的过程区 (Well-Developed Zone)。

显然, 和桥接区屏蔽效应一样, 过程区屏蔽的一个直接结果也是使材料的断裂韧性得到提高。图 133 中相应示出了过程区发育过程中裂纹扩展阻力的变化情况。可以看出, 随着过程区尺寸的增大, 裂纹扩展阻力逐渐增大, 直至过程区发育完全, 裂纹扩展阻力达到最大值。

到目前为止, 在实际材料中观察到的能够导致过程区屏蔽效应的显微结构因素大致可以分为如图 134 所示的四大类: (a) 位错云; (b) 微裂纹; (c) 相变; (d) 延性第二相颗粒。

延性第二相颗粒导致的过程区屏蔽效应我们在本小节一开始就进行了分析。在实际材料中, 弥散在脆性基体中延性第二相颗粒的桥接效应相当于过程区屏蔽效应而言一般更为显著, 因此很少有学者对延性第二相颗粒导致的过程区屏蔽效应开展研究。而对于以共价键和 (或离子键) 为主要键合类型的脆性陶瓷来说, 室温下表现出显著的位错活性是特殊情况而不是普遍情况, 因此在实际材料中很少观察到位错云屏蔽效应的实例, 只是偶尔的理论研究才会涉及到单晶中出现的一些例子^[236,237]。

陶瓷材料的断裂韧性 (或断裂表面能) 因微裂纹形成而有所提高的现象早就引起过学者们的关注 (参见 2.2.3 节), 但是这种早期的关注更多地只是集中在材料内部由于内应力而导致的微开裂现象方面^[25,238,239]。而微裂纹增韧研究的则是由于外加应力引起的局部弹性应力场导致的主裂纹尖端附近微开裂现象。为区别起见, 我们把后者称为应力诱导微开裂, 而相应地, 微裂纹增韧更严格地说就应该称为应力诱导微裂纹增韧。直到上世纪末, 真正被确认为具有微裂纹增韧机制的陶瓷材料并不多, 只有单斜相 ZrO_2 增韧 Al_2O_3 ^[240]、 SiC 增韧 TiB_2 ^[241]、 $\text{B}_4\text{C}-\text{TiB}_2$ 复合材料^[242]等寥寥可数的几种。其中, 单斜相 ZrO_2 增韧 Al_2O_3 后来被证实尽管存在有应力诱导微裂纹增韧机制存在, 但材料中占主导作用的增韧机制仍然是相变增韧^[243]。Faber 等人^[244]曾经研究过 Al_2O_3 增强硼硅酸盐玻璃的增韧行为, 高灵敏度密度测试结果表明, 在经受了外力作用之后这种玻璃的密度出现了下降趋势, 据此认为这种玻璃中存在微裂纹增韧机制, 但是这一结论的可靠性一直没有得到进一步证实。

因此, 本文将主要讨论陶瓷材料中应用过程区增韧原理较为成功的一个具体例子 —— 相变增韧。关于微裂纹增韧的理论分析则可以参阅 Evans 和 Faber^[245]于 1984 年以及 Hutchinson^[246]于 1987 年先后发表的两篇论文以及其他相关文献^[247,248]。

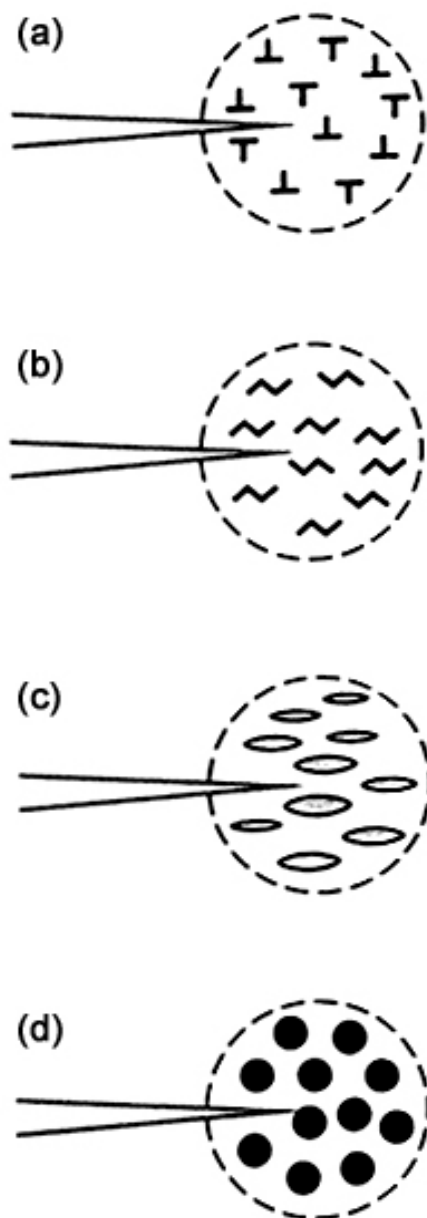


图 134 过程区增韧机制
Figure 134 Schematics of process zone toughening mechanisms

6.2.2 相变增韧

关于相变增韧的研究主要是围绕着 ZrO_2 的相变特性展开的。 ZrO_2 是一种耐高温氧化物, 其熔点高达 2680°C 。纯 ZrO_2 一般具有三种晶型, 分别为立方结构 (c)、四方结构 (t) 和单斜结构 (m)。其中, 单斜相是 ZrO_2 在常温下的稳定相, 而立方相则是高温稳定相。

ZrO_2 由四方相向单斜相的转变具有三个基本特征。首先, 这一相变过程属于马氏体型相变, 是一类无扩散型相变; 其次, 四方相转变为单斜相的过程中, 通常伴随有大约 8% 的剪切应变和约 3 ~ 5% 的体积膨胀; 第三, 四方到单斜的可逆相变温度可以通过在 ZrO_2 基体中添加适量的其他氧化物 (如 Y_2O_3 、 CaO 、 MgO 、 CeO_2 等) 而加以调整。这三个基本特征中的最后一个使得我们可以通过调整材料组成, 使一般只能在较高温度下稳定存在的四方相 ZrO_2 在烧结的冷却阶段一直稳定保持到室温而不向单斜相转变。这样, 当含有四方相 ZrO_2 的材料在受到外力作用时, 裂纹尖端前部区域内的四方相 ZrO_2 颗粒将在外力作用下发生 $t \rightarrow m$ 相变, 而相变引起的体积膨胀将对裂纹尖端产生屏蔽作用, 从而获得增韧效果。这就是借助于 ZrO_2 的相变特性对陶瓷材料进行增韧设计的基本出发点。自从 1975 年 Garvie、Hannink 和 Pascoe 三人^[249]合作用了一个极富鼓动性的标题 —— 《陶瓷钢?》—— 在《自然》杂志上发表了一篇文章首次较为完整地提出这一观点以来, 通过将四方相 ZrO_2 颗粒弥散在立方相 ZrO_2 以及其他氧化物、碳化物或氮化物中, 人们陆续制备出了一系列新型的高韧性陶瓷材料^[250-252]; 相应地, 对相变增韧机制进行的断裂力学分析也得到了迅速的发展。作为较早的一项关于相变增韧的较为系统研究, Lange 于 1982 年发表的一组文章^[253-257]具有一定的参考价值。

研究相变增韧问题时采用 Eshelby^[258]于 1957 年提出的一种处理夹杂问题的分析方法是较为有效的。Eshelby 提出的分析方法可以通过一系列假想的操作来实现: 第一步, 在基体中裂纹尖端附近区域挖出一块体积足够大的材料, 并假想在不受任何应力作用的前提下, 这块挖出体中所有的可相变粒子都发生了相变。如果挖出体中可相变粒子的体积分数为 V_t , 而相变引起的体积应变为 ε_t , 则挖出体因相变而产生的总应变体积分数为 $V_t \varepsilon_t^T$; 第二步, 由于体积膨胀的缘故, 将挖出体重新放回基体中它原来所在的位置时就必须对其施加一个等静压力 p , 使其恢复到原来的大小。根据 Hooke 定律, 这个等静压力的大小可由下式给出:

$$p = \frac{V_t \varepsilon_t^T E_z}{3(1-\nu)} \quad (121)$$

式中的 E_z 为挖出体在发生了相变之后的弹性模量, 这个弹性模量在数值上与基体的弹性模量是不一样的。

Eshelby 方法的第三步是将这个受到了等静压力 p 作用的挖出体重新放回到基体中它原来所在的位置处, 而后再将外加的等静压力卸去。这时, 挖出体与基体的界面处将产生一个相互约束的作用力。一般说来, 基体与挖出体之间的约束力的确定是十分复杂的, 它取决于多方面的因素, 包括挖出体的形状、挖出体中可相变粒子的含量、相变应变变量以及挖出体和基体的弹性性质等。如果我们能够确定这个约束力的具体形式, 就完全可以直接写出相变过程引起的过程区增韧效果 ΔK 的具体表达式。

关于相变增韧的第一个断裂力学理论模型 —— McMeeking-Evans 模型就是在上述的 Eshelby 方法基础上于 1982 年导出的^[259]。在这一模型中, 过程区在裂纹尖端尾部对两个相对开裂面施加的压应力被认为是由 Eshelby 方法所确定的基体与挖出体间的约束力提供的。对于存在一个发育完全的过程区的情况, McMeeking 和 Evans 经过严格的推导得到了相变增韧效果的具体表达式为:

$$K_{RT} = \frac{0.22 V_t \varepsilon_t^T E \sqrt{h}}{1-\nu} \quad (122)$$

这里我们用下标“RT”表示相变 (Transformation) 对裂纹扩展阻力的贡献。

这样一来, 材料最终的断裂韧性就可以表示为:

$$K_{IC} = K_{R0} + \frac{0.22V_t \varepsilon^T E \sqrt{h}}{1-\nu} \quad (123)$$

上面两式中, E 为基体的弹性模量, h 为过程区尺寸 (参见图 133)。

过程区尺寸 h 是反映显微结构对材料断裂韧性影响的一个重要参数。很显然, h 的大小应该与马氏体相变的某个临界条件有关。在 McMeeking-Evans 模型中, 这个临界条件被表示为马氏体相变的成核应力 σ_c 。假设过程区中所有的可相变粒子在 σ_c 作用下都发生了不可逆相变, 则 h 由下式给出:

$$h = \frac{\sqrt{3}(1+\nu)^2}{12\pi} \left[\frac{K_{IC}}{\sigma_c} \right]^2 \quad (124)$$

必须注意的是, McMeeking-Evans 模型只考虑了相变引起的体积膨胀对裂纹尖端的屏蔽作用, 而实际上, ZrO_2 的 $t \rightarrow m$ 相变过程同时还伴随有一定程度的剪切应变。考虑了剪切应变影响后, 式 (122) 中的系数 0.22 需要修正为 0.38^[260], 即:

$$K_{RT} = \frac{0.38V_t \varepsilon^T E \sqrt{h}}{1-\nu} \quad (125)$$

由 McMeeking-Evans 模型可以看出, 相变导致的过程区增韧效果主要取决于相变的成核应力 σ_c 和过程区尺寸 h 。而根据 Eshelby 分析方法, 以相变区与基体界面上的约束力的形式表现出来的 σ_c 实质上是与相变区的形状有关的。因此, 相变区几何形状的描述便成为评价相变增韧效果的极为重要的手段之一。

对两种部分稳定 ZrO_2 陶瓷 (Partially Stabilized Zirconia, PSZ) 进行研究所得到的结果^[260]示于图 135。图中的数据点是分别借助于 X-射线衍射技术、透射电镜以及一些常规的力学性能测试技术得到的, 而图中的两条直线则分别为由式 (122) 和式 (125) 预测得到的结果。显然, McMeeking-Evans

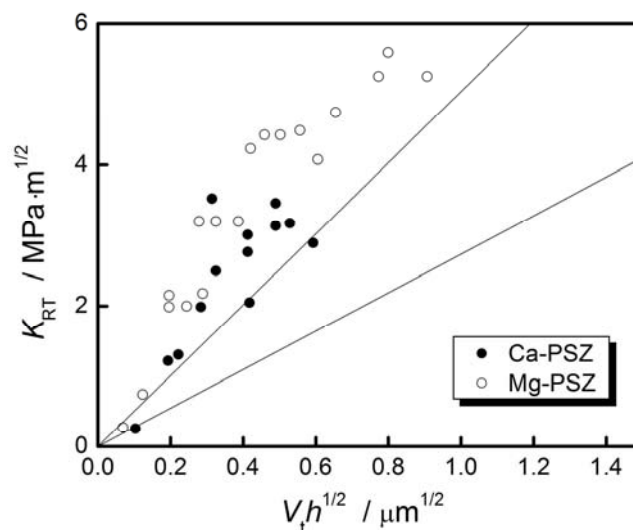


图 135 两种 PSZ 材料增韧效果实测值与理论预测结果的对比^[260]

Figure 135 Comparison between the experimental results of K_{RT} and the theoretical predictions for two kinds of PSZ ceramics^[260]

模型尽管能够较好地预测出材料韧性随相变区几何特征而变化的基本趋势，但在预测 K_{IC} 具体数值方面仍存在着较大的误差。此外，实验数据与式 (125) 预测结果之间的吻合也并不一定说明 McMeeking-Evans 模型在这一例子中产生偏差的原因肯定就在于它忽略了相变的剪切效应。事实上，裂纹尖端前部 t-ZrO₂ 颗粒的存在还有可能导致裂纹偏转、微开裂以及晶粒桥接等一系列效应，在具体分析实验数据时，这些效应也是不可忽视的。

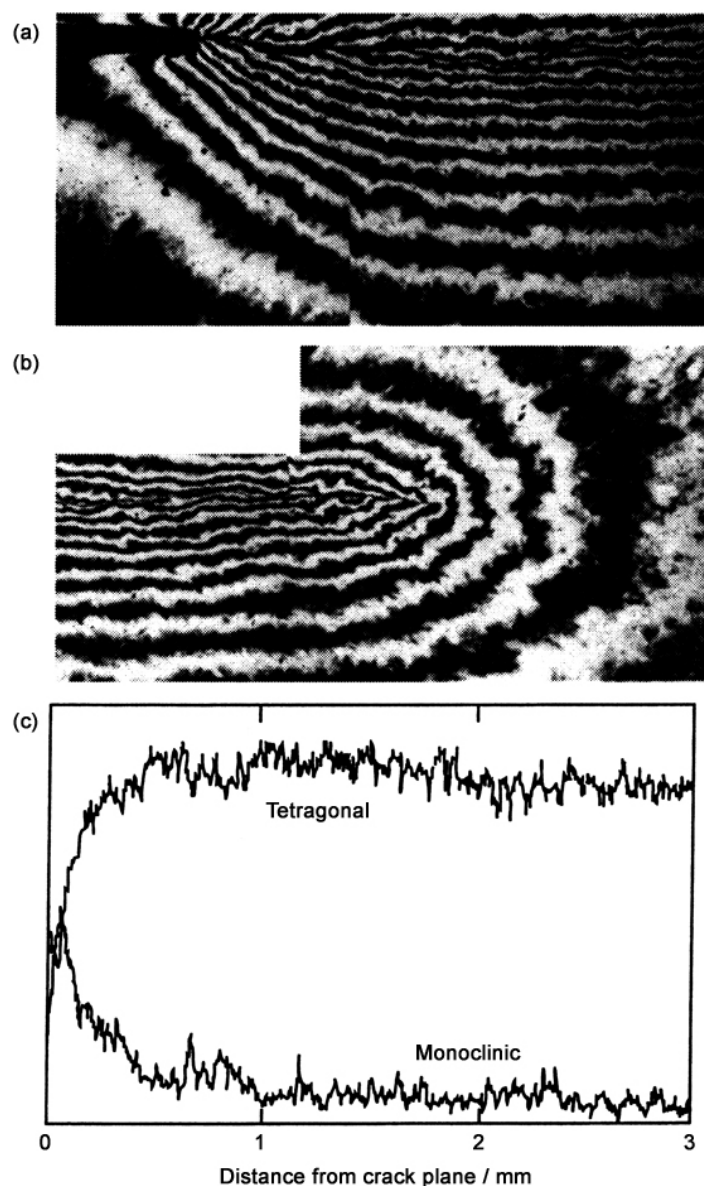


图 136 Mg-PSZ 材料 CT 试样中切口引进的裂纹表面双光干涉照片，示出了 (a) 切口和 (b) 裂纹尖端处因为相变诱发膨胀所导致的表面隆起。每一个条纹代表了相对于光的半波长 ($\approx 0.25 \mu\text{m}$) 的高度变化。在切口前面条纹轮廓图案的增宽对应于相变区的瞬变生长。视场宽度 $2500 \mu\text{m}$ 。(c) 切口与裂纹尖端之间的位置处拉曼谱信号随离开裂纹平面距离的变化曲线，表示了四方到单斜转变的强度^[261]

Figure 136 Two-beam optical interference micrographs of surface of notch-induced crack in CT specimen of Mg-PSZ showing surface uplift associated with transformation-induced dilation at (a) notch and (b) crack tip. Each fringe represents height change of half-wavelength of light ($\approx 0.25 \mu\text{m}$). Broadening fringe contour pattern ahead of notch measures transient evolution of transformation zone. Width of field $2500 \mu\text{m}$. (c) Raman spectroscopy signal as function of scan distance from crack plane at intermediate location between notch and crack tip, indicating strength of tetragonal-to-monoclinic transition^[261]

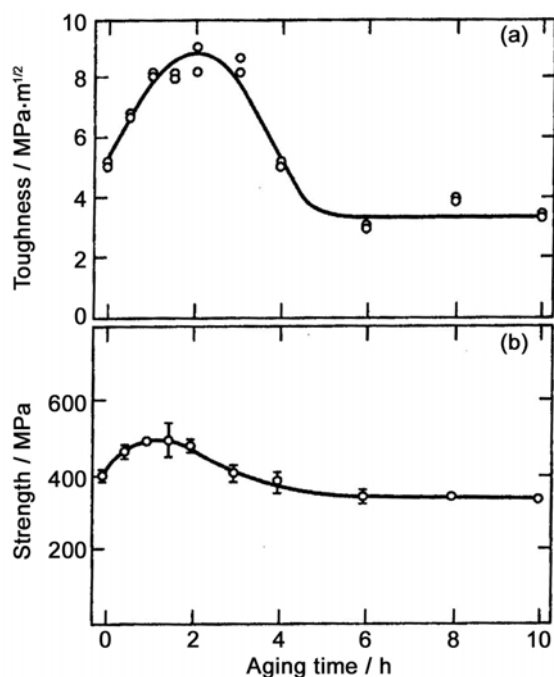


图 137 Mg-PSZ 陶瓷的 (a) 断裂韧性和 (b) 强度随 1400°C 老化时间的变化关系^[2]

Figure 137 (a) Fracture toughness and (b) strength of Mg-PSZ as functions of aging time at 1400°C^[2]

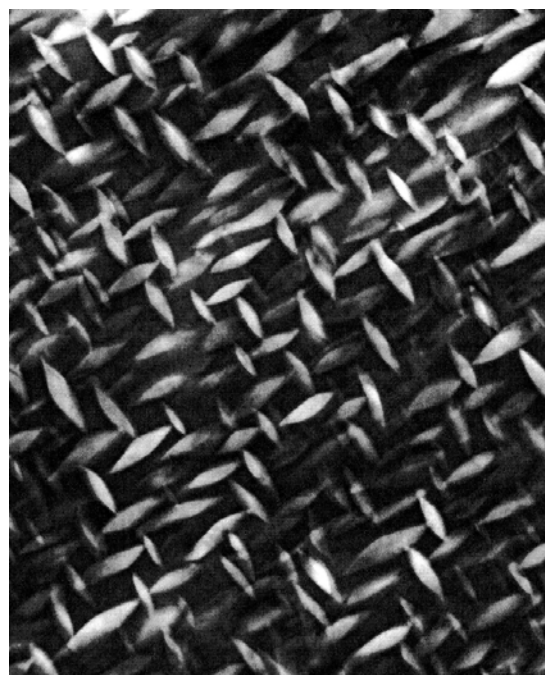


图 138 Mg-PSZ 的透射电镜照片, 显示立方基质中未相变的四方相沉淀物^[2]

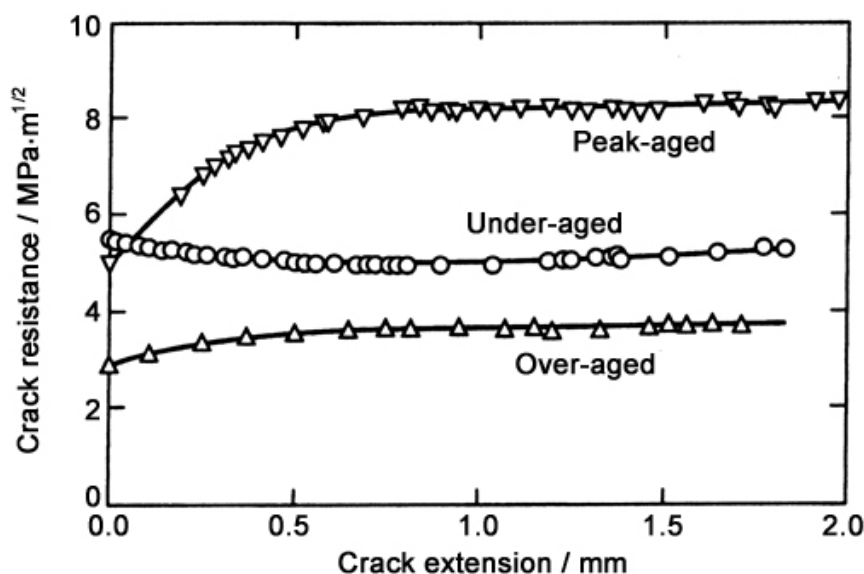
Figure 138 Transmission electron micrograph of Mg-PSZ showing untransformed tetragonal precipitates in cubic matrix^[2]

显然, 只有通过对相变区的微观特征进行观察并结合相关断裂力学测试才能确定相变增韧机制是否在裂纹扩展过程中发挥了作用。以 Mg-PSZ 为例, 图 136 较好地揭示了 Mg-PSZ 材料中滞后的 $t \rightarrow m$ 相变^[261]。照片所示为一个具有切口裂纹的试样表面, 采用双光干涉法测得, 干涉条纹对应于裂纹尖端尾部区域内残余膨胀在表面释放所导致的隆起。由这些条纹图案可以直接估算出区域的宽度和瞬变区的长度 ($\sim 1 \text{ mm}$)。图中同时示出的还有同一裂纹处四方相和单斜相的拉曼探针信号。与裂纹面相对应的这些信号的空间变化直接与干涉条纹的空间变化相关联。这些观察结果很好地证实了在裂纹尖端附近区域确实发生了 $t \rightarrow m$ 相变。

图 137 给出了与上述研究用材料相似的另一种 Mg-PSZ 陶瓷的断裂数据^[2]。随着老化时间的延长, 材料的断裂韧性和强度都是先呈现增大趋势, 在到达一个最大值后开始降低。我们把在最大值之前、在最大值处以及在最大值之后的材料老化状态分别称为欠老化 (Under-Aged) 状态、峰值老化 (Peak-Aged) 状态和过老化 (Over-Aged) 状态。采用透射电镜进行的显微结构观察 (图 138) 表明老化处理的作用是使得相变沉淀物粗化。在起始阶段, 这一粗化通过明显地降低颗粒相变的临界应力而使得材料的断裂韧性提高。但是, 当沉淀物尺寸达到一定值时, 相变会自发发生, 增韧效果就失去了。

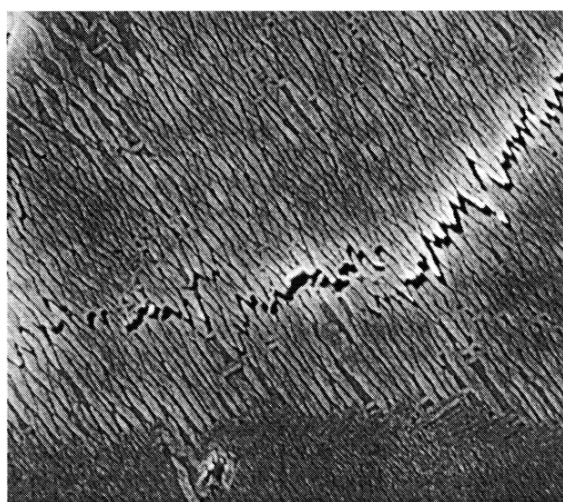
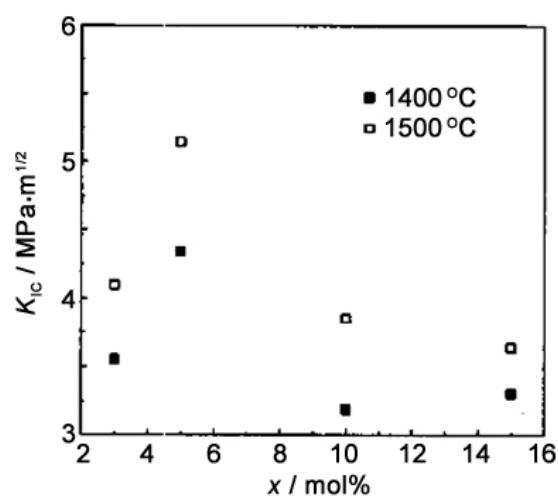
不同程度老化处理后同一材料的 R -曲线如图 139 所示。裂纹扩展阻力的提高在峰值老化状态下最为突出。这一提高趋势一直延伸到裂纹扩展量达到约 1 mm , 与从图 136 直接测得的瞬变区长度一致。即使是过老化的试样也表现出了一定程度的 R -曲线行为, 但是在这种情况下, 增韧并不仅仅是由相变导致的。如图 140 所示, 严重过老化的试样中可以看到裂纹扩展路径上粗化的颗粒导致的明显裂纹偏转和裂纹桥接。

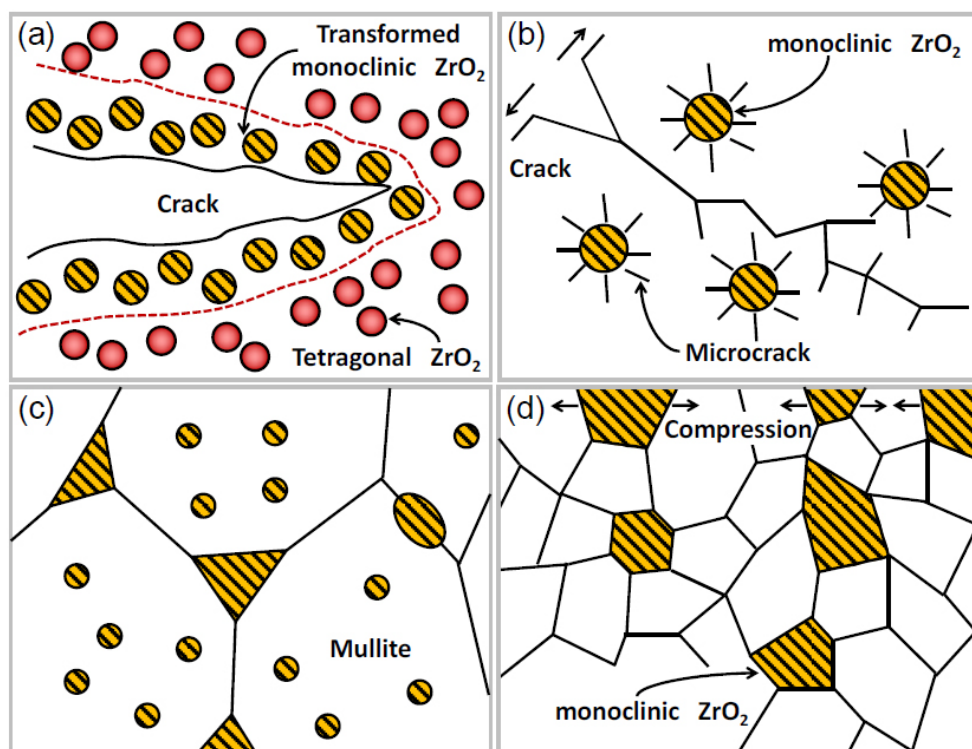
除了 ZrO_2 之外, 利用压电陶瓷颗粒的应力诱导铁电畴反转也可以获得类似的过程区增韧效果。图 141 示出了添加 BaTiO_3 颗粒对 Al_2O_3 断裂韧性的影响规律^[262], 可以看出适量 BaTiO_3 颗粒的加入

图 139 欠老化、峰值老化以及过老化的 Mg-PSZ 材料的 R-曲线^[2]Figure 139 Measured R-curves for Mg-PSZ^[2]

极大地提高了 Al_2O_3 的断裂韧性 K_{IC} 。Chen 等人^[262]认为：导致 K_{IC} 增大的根本原因可以在于裂纹尖端处的应力集中将诱发 BaTiO_3 发生电畴转向，从而引起应变失配。后续的研究发现，将 BaTiO_3 ^[262-264]、 $\text{Nd}_2\text{Ti}_2\text{O}_7$ ^[265]、 LiTaO_3 ^[266] 等分别加入 Al_2O_3 基体中均获得了较好的增韧效果。在包括 MgO ^[267]、 ZrO_2 ^[268-270]、 $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ ^[271]、锆钛酸铅压电陶瓷 (PZT)^[272]、羟基磷灰石 (Hydroxyapatite, HA)^[273] 以及玻璃^[274]等在内的其他脆性基体中添加铁电第二相颗粒也观测到了断裂韧性提高的现象。但是研究发现，在这些含有铁电第二相颗粒的材料中，电畴转向引起的应变失配往往只是众多增韧机制中的一种，诸如前面提及的裂纹偏转、裂纹桥接、裂纹分叉等对材料韧性也有比较显著的贡献。因此，应力诱导铁电畴反转在理论上虽然是一种增韧机制，但在实际应用中效果似乎有限。

关于铁电第二相颗粒增韧的机理分析及应用情况，可以参阅 Verma 等人近期发表的综述^[275]。

图 140 过老化 Mg-PSZ 中粗化的沉淀物导致了明显的裂纹偏转和桥接^[2]Figure 140 Strong crack bridging and deflection due to coarsened precipitates in over-aged Mg-PSZ^[2]图 141 $x\text{BaTiO}_3-(1-x)\text{Al}_2\text{O}_3$ 陶瓷的断裂韧性^[262]
Figure 141 Fracture toughness of $x\text{BaTiO}_3-(1-x)\text{Al}_2\text{O}_3$ ceramics^[262]

图 142 ZrO_2 颗粒对莫来石基体的增韧增强:(a) 相变增韧; (b) 微裂纹增韧; (c) 晶界强化; (d) 表面压应力强化^[262]Figure 142 Reinforcing mullite matrix by adding ZrO_2 : (a) stress-induced toughening; (b) microcracking toughening; (c) grain boundary strengthening; (d) surface compression strengthening^[262]

事实上, 对于含 ZrO_2 四方相的材料也有类似的现象发生, 并不是含 ZrO_2 四方相的材料中的主要增韧机制都是相变增韧。以 ZrO_2 -莫来石体系为例, Cui 等人^[276]在对文献报道结果进行了综合分析的基础上, 总结出在这个体系中 ZrO_2 可能会通过多种机制对材料产生增韧或增强效果 (图 142)。图 142 (a) 及图 142 (b) 所示分别为前面提及的相变增韧机制和微裂纹增韧机制。图 142 (c) 所示则为存在于晶界处的 ZrO_2 颗粒起到增强晶界作用。如果 ZrO_2 的 $t \rightarrow m$ 发生在材料表面, 则由于相变而导致的表面压应力则起到了表面强化作用 [图 142 (d)]。

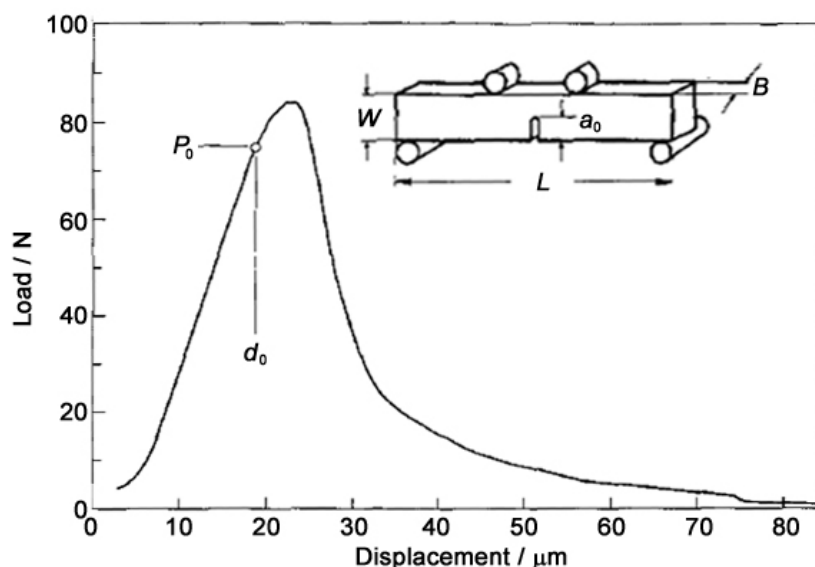
7 裂纹扩展阻力曲线

本文的最后一章讨论一下裂纹扩展阻力曲线, 或者称为 R -曲线。前面的讨论指出, 通过裂纹尖端屏蔽效应而导致的增韧将使得材料表现出 R -曲线行为, 因此 R -曲线的测定就成为了评价材料增韧效果的手段之一; 而如何通过对 R -曲线的分析直接评价增韧效果, 则是本章的讨论重点。

7.1 裂纹扩展阻力曲线的测定

7.1.1 切口技术

关于陶瓷材料 R -曲线最早的研究可能出现于 1977 年, 当时 Hubner 和 Jillek^[277]报道了在多晶氧化铝陶瓷中观察到的 R -曲线行为。如图 143 所示, 采用单边切口梁试样在极低的速率 ($5 \mu\text{m}/\text{min}$) 下对试样进行加载, 记录荷载-位移曲线。当荷载达到某一个临界值 P_0 时, 切口端部的尖锐裂纹 (参见 3.2.1 小节) 开始发生扩展, 从而导致荷载-位移曲线偏离线性, 而此时对应的裂纹尺寸则可以借

图 143 可控断裂实验获得的荷载-位移曲线^[277]Figure 143 Load-displacement curve of a controlled fracture test^[277]

助于柔度标定加以确定。通过对一系列试样在荷载不低于 P_0 但不高于断裂荷载范围内进行测试, 即可获得裂纹扩展阻力随裂纹尺寸的变化关系曲线, 即 R -曲线。

尽管 Hubner 和 Jillek 这一工作所得到的一些结论在现在看来已经过时, 但这一工作中所描述的实验细节为后来采用切口试样测定陶瓷材料 R -曲线提供了很好的指导。5.3.1 小节中提到的 Knehans-Steinbrech 实验^[174]就是采用类似的方法进行的。

之后, Steinbrech 等人^[278]对这一方法进行了一次较为全面的研究, 仔细分析了加载速率、切口深度、试样尺寸以及材料晶粒尺寸等对 Al_2O_3 陶瓷 R -曲线测试结果的影响。

图 144 (a) 所示为在加载速率为 $10 \mu\text{m}/\text{min}$ 和 $1000 \mu\text{m}/\text{min}$ 下分别测得的 R -曲线, 可以看出, 在高速加载的条件下, 裂纹扩展阻力迅速提高并很快趋近于一个平台值, 而在低速加载时, R -曲线则表现出了一个持续缓慢增大的趋势。

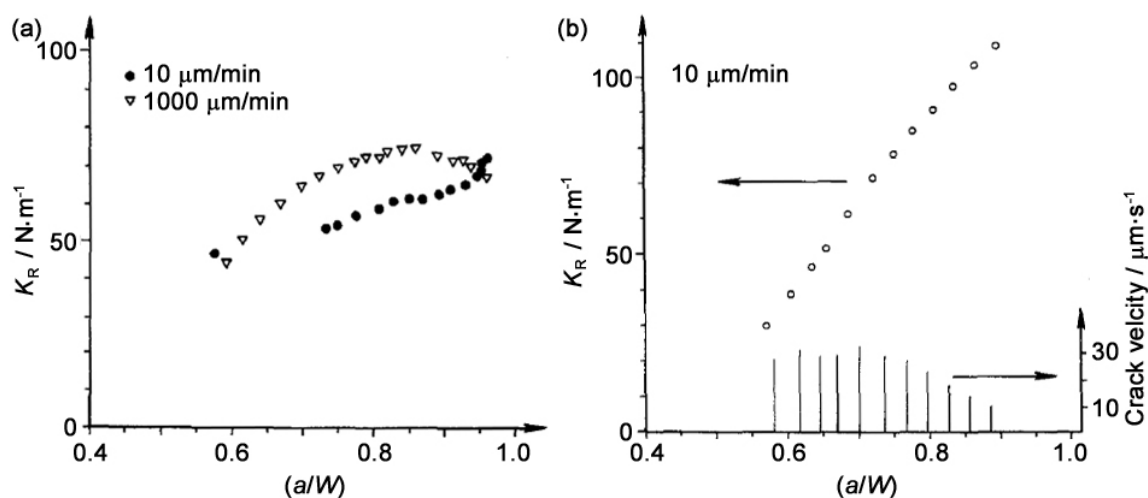
图 144 加载速率对 Al_2O_3 陶瓷实测 R -曲线的影响^[278]Figure 144 Effect of loading rate on the measured R -curves for Al_2O_3 ^[278]

图 144 (b) 则给出了在 $10 \mu\text{m}/\text{min}$ 加载速率下测得的裂纹扩展速率。值得注意的是, 在整个测试范围内裂纹扩展速率基本维持在 $3 \times 10^{-4} \text{ m/s}$ 这一水平。早在上世纪 60 年代中后期就有研究^[279,280]发现, 在外部环境作用下, 裂纹在亚临界状态 ($K_I < K_{R0}$) 下也会发生一定程度的缓慢扩展 (参见延伸阅读材料 E), 但扩展速率一般在 $10^{-5} \text{ m/s} \sim 10^{-7} \text{ m/s}$ 以下。图 144 (b) 所示的结果表明, Steinbrech 等人所观察到的裂纹扩展应该与外部环境的无关, 是一种稳态裂纹扩展。Steinbrech 等人并没有对图

延伸阅读材料 E: 裂纹的缓慢扩展

Wiederhorn 对钠钙玻璃 DCB 试样施加一个恒定荷载作用, 测定了在湿度为 50% 空气中裂纹扩展量 Δa 随试样承载时间 t 的变化关系曲线。图 E1 所示实验结果表明: 在试样断裂之前, 裂纹发生了一定程度的扩展。这一裂纹扩展不同于裂纹稳态扩展。首先, 这类裂纹扩展与时间有关, 而失稳扩展或稳态扩展都是与时间无关的; 其次, 这类裂纹扩展经历了一个加速过程, 从开始扩展时的低于 10^{-10} m/s 一直加速到断裂前 10^{-1} m/s 以上。这种加速扩展在稳态扩展过程中一般是观察不到的。这类新的裂纹扩展现象称为裂纹的缓慢扩展。裂纹缓慢扩展的最终结果也是失稳扩展, 但缓慢扩展中的裂纹并不是一种处于平衡状态下的裂纹, 其扩展的动力比稳态扩展所需的动力 K_{IC} 低, 而且一般情况下随裂纹扩展量的增大而增大, 最终达到 K_{IC} 而过渡到失稳扩展。因此, 在早期的陶瓷材料断裂力学研究中, 裂纹的缓慢扩展通常也称为“亚临界扩展”。显然, 裂纹的缓慢扩展将导致材料断裂破坏的滞后效应。对于这种滞后的断裂破坏现象, 我们称之为“延迟破坏”。

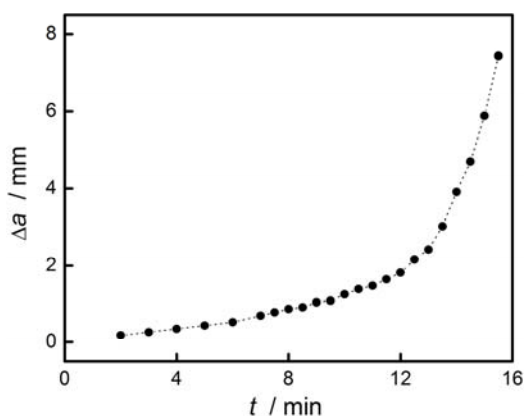


图 E1 玻璃在空气中的裂纹扩展速率
Figure E1 Crack velocity of glass in air

大多数多晶陶瓷材料在特定条件下都会表现出裂纹缓慢扩展行为, 其裂纹扩展速率 v 与裂纹尖端应力场强度 K_I 之间的关系一般表现为如图

E2 所示形式。注意到在 O 区与 I 区的交界处裂纹扩展速率 v 直线上升, 而当 K_I 略小于 K_{th} 时 v 几乎趋近于零。这说明只有当 K_I 达到或超过某一极限值 K_{th} 时裂纹才有可能发生缓慢扩展。这个极限值称为材料的裂纹缓慢扩展门槛值。

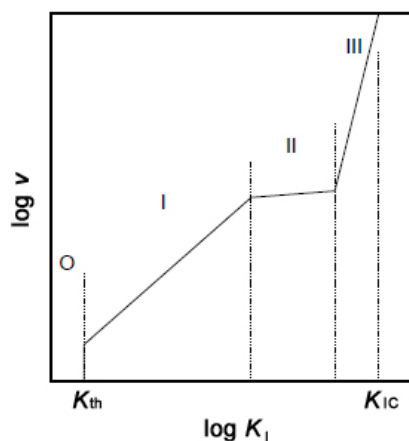


图 E2 典型裂纹扩展 $v - K_I$ 曲线
Figure E2 Typical $v - K_I$ curve

当裂纹尖端处应力场强度 K_I 处于 K_{th} 与 K_{IC} 之间时, 裂纹发生缓慢扩展。由于进入到 II、III 两区之后裂纹扩展速率较高, 裂纹由初始尺寸扩展到临界状态所需的时间基本上可以由 I 区的裂纹扩展时间决定。因而大量的工作便主要集中在对 $v - K_I$ 曲线 I 区的研究上。在这一区域, $v - K_I$ 关系可以用一个经验关系式描述如下:

$$v = AK_I^N \quad (\text{E1})$$

式中的 A 、 N 在给定的条件下均为常数, 用于描述材料中裂纹缓慢扩展的特性, 通常称为裂纹缓慢扩展参数, 其中 N 又称为裂纹缓慢扩展指数。

参考文献: WIEDERNHORN SM. Influence of water vapor on crack propagation in soda-lime glass [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1967, 50: 407-414.

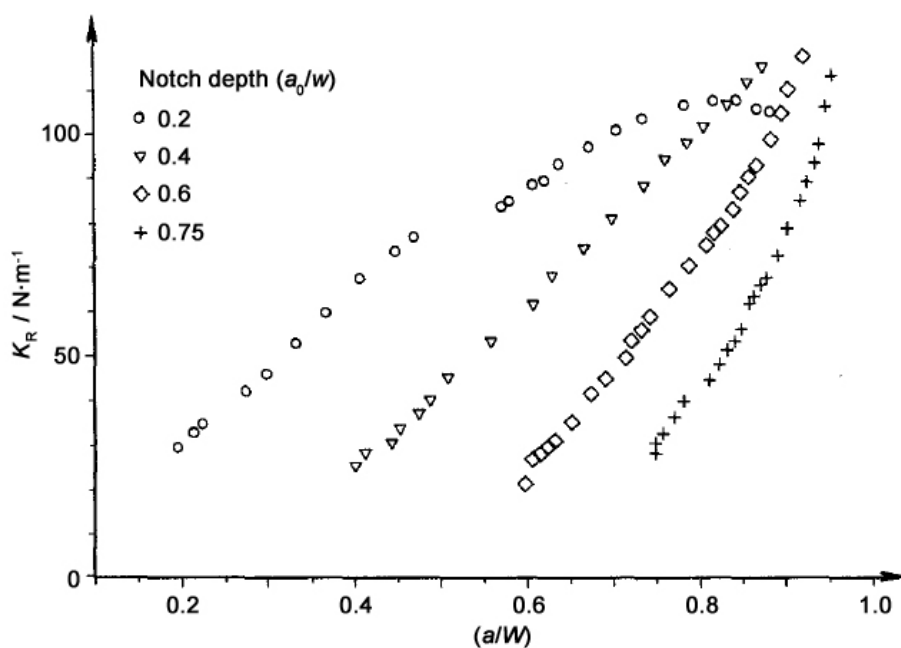


图 145 初始切口深度对 Al_2O_3 陶瓷实测 R -曲线的影响^[278]
Figure 145 Effect of initial notch depth on the measured R -curves for Al_2O_3 ^[278]

144 (a) 所示的加载速率效应进行解释, 但从裂纹扩展动力学角度考虑, 较快的加载速率可能会加速裂纹扩展, 因此在此后的研究^[191,196,281]中, 极低的加载速率几乎成为了切口试样测定阻力曲线行为的标配。但是图 144 (a) 所示结果还是值得重视的: 加载速率一定会在某种程度上影响 R -曲线的形状; 在足够高的加载速率下, 裂纹的稳态扩展可能会被抑制, 从而使得断裂力学方法测得的 R -曲线变得十分陡峭。

采用不同初始切口深度 a_0 的试样测得的 R -曲线示于图 145。可以看出, 初始切口深度对 R -曲线测定结果有很大的影响, 不同初始切口深度所对应的 R -曲线彼此分离。图 146 示出了具有不同高

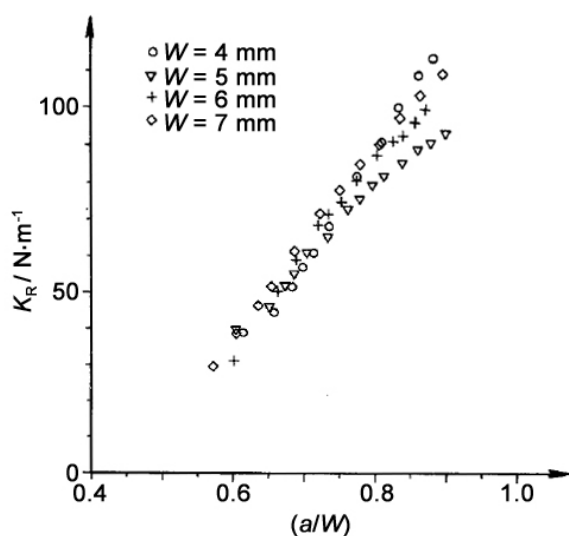


图 146 试样高度对 Al_2O_3 实测 R -曲线的影响^[278]
Figure 146 Effect of specimen height on the measured R -curves for Al_2O_3 ^[278]

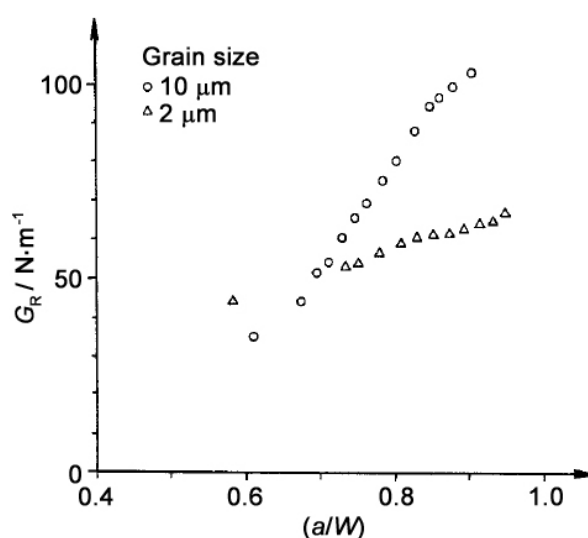


图 147 晶粒尺寸对 Al_2O_3 实测 R -曲线的影响^[278]
Figure 147 Effect of grain size on the measured R -curves for Al_2O_3 ^[278]

度 W 但 a_0/W 相同 ($a_0/W \approx 0.6$) 的情况下测得的一系列 R -曲线, 这是所有的曲线几乎都重合在了一起。结合图 145 和图 146 似乎可以认为: 裂纹扩展阻力应该与初始裂纹尺寸 a_0 无关, 而是取决于裂纹扩展量 $\Delta a (= a - a_0)$ 或相对扩展量 $\Delta a/W$ 。

Steinbrech 等人^[278]所考虑的最后一个影响因素是晶粒尺寸。如图 147 所示, 大晶粒材料显然比小晶粒材料具有更明显的阻力曲线行为。这一点在后续的研究中得到了广泛的证实, 并由此发现了大晶粒的桥接现象。

应用于断裂力学参数测定的其他一些切口试样 (如 V 形切口试样^[281]、双悬臂梁试样^[282,283]、紧凑拉伸试样^[284,285]等) 后来也陆续被证实可以用于 R -曲线测定。

7.1.2 压痕裂纹技术

相比于切口试样来说, 压痕试样在陶瓷材料 R -曲线测定中的应用似乎更为普遍。这可能与压痕裂纹本身具有稳定平衡状态这一特征 (参见 3.3.3 小节) 有关; 此外, 相比于切口试样来说, 压痕裂纹的尺寸可以直接从试样表面量测, 免去了繁琐的柔度标定程序, 因此更为简便。另外, 最为重要的一点是: 相比于切口试样中的人工裂纹来说, 压痕裂纹更小的尺寸使得我们可以测出材料中固有裂纹尺寸范围内或附近的阻力曲线, 因此可以更好地揭示材料的本征特性。

在 5.1.2 小节中提到的 Lawn 等人的实验^[169]事实上可以看做是一种借助于压痕弯曲梁强度变化间接测定 R -曲线的方法。当然, 采用这一方法间接测定 R -曲线需要一个假定的前提条件, 即“显微结构驱动力”也可以如压痕残余应力一样近似处理为一个作用在压痕中心处的点力 [式 (86)], 而这一近似处理实质上就相当于事先规定了裂纹尖端尾部闭合应力的函数形式。这显然是不合理的。

Krause^[286]通过假定材料的裂纹扩展阻力 K_R 与裂纹尺寸 c 之间存在一个幂函数关系,

$$K_R = ka^m \quad (126)$$

借助于 3.3 节中介绍的压痕断裂力学理论导出了由压痕弯曲梁强度计算幂函数中待定参数 k 和 m 的

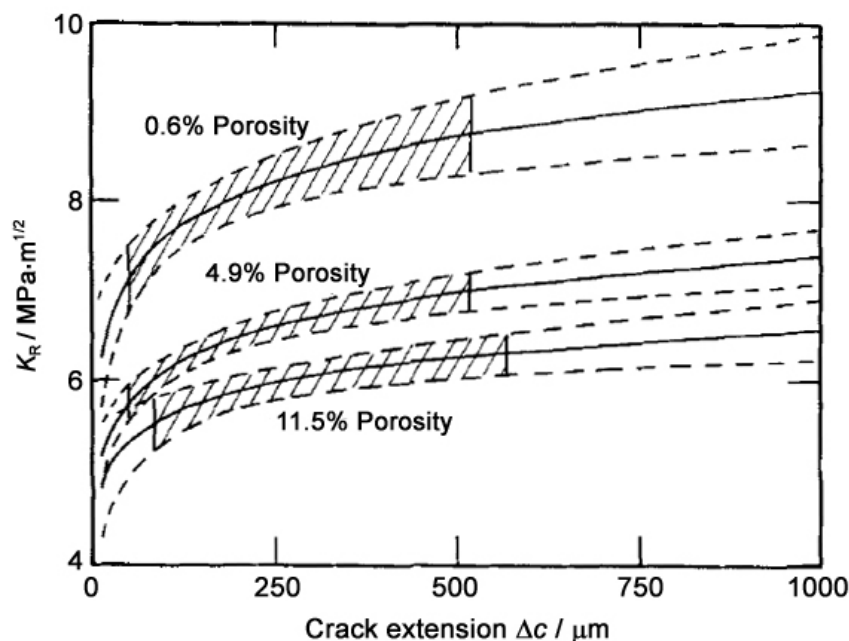


图 148 具有不同气孔率的 25 wt% SiC 晶须增韧 Al_2O_3 陶瓷的阻力曲线^[287]
Figure 148 R -curves for the 25 wt% SiC-whisker-reinforced Al_2O_3 with different porosities^[287]

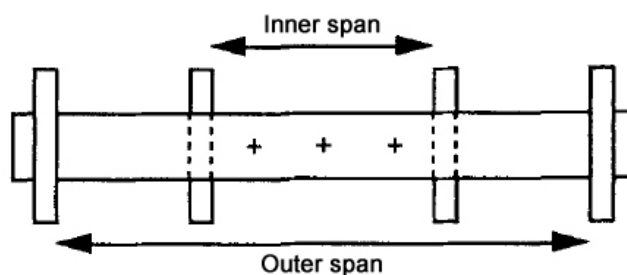


图 149 Cook-Lawn 方法用压痕试样受拉面示意图

Figure 149 Schematic of the tensile surface of the indented specimen used in Cook-Lawn method

公式,并将这一方法用于测定 Al_2O_3 ^[286]以及具有不同气孔率的几种 SiC 晶须增韧 Al_2O_3 ^[287]。这一方法也被其他学者^[288,289]分别用于研究另外一些材料的阻力曲线行为。图 148 给出了由这一改进的方法得到的 SiC 晶须增韧 Al_2O_3 陶瓷 R -曲线。可以看出,气孔率的降低使得材料的阻力曲线整体向高阻力方向移动,但对曲线斜率的影响极为微弱。

需要指出的是,尽管采用幂函数 [式(126)] 描述阻力曲线可以较好地解释压痕弯曲梁的强度特征,但是 Krause 的这一工作仍然是经验性的,因为幂函数的应用相当于预先确定了裂纹尖端尾部区域闭合应力的作用方式。

Anderson 和 Braun^[290]于 1990 年报道的一项工作则采取了另一种思路。如图 149 所示,Anderson 和 Braunc 采用相同荷载在压痕弯曲梁受拉面上压制了若干个 Vickers 压痕,并确保每一个压痕中都有一条裂纹垂直于拉应力作用方向。压痕试样在高温下退火消除残余应力后进行四点弯曲断裂实验。因为试样只从一条裂纹处发生,而试样表面上的其他压痕裂纹也相应发生了扩展。根据这些“幸存”裂纹的尺寸以及试样的断裂应力即可计算出“幸存”裂纹尖端在试样断裂时的应力场强度,进而确定 R -曲线。这里需要说明的是,如图 149 所示的构型并不是 Anderson 和 Braunc 首创,而是由 Cook 和 Lawn^[291]在 1983 年提出的,当然当时的 Cook 和 Lawn 只是希望通过这一构型间接地测定弯曲梁断裂时的压痕临界尺寸以直接计算断裂韧性。

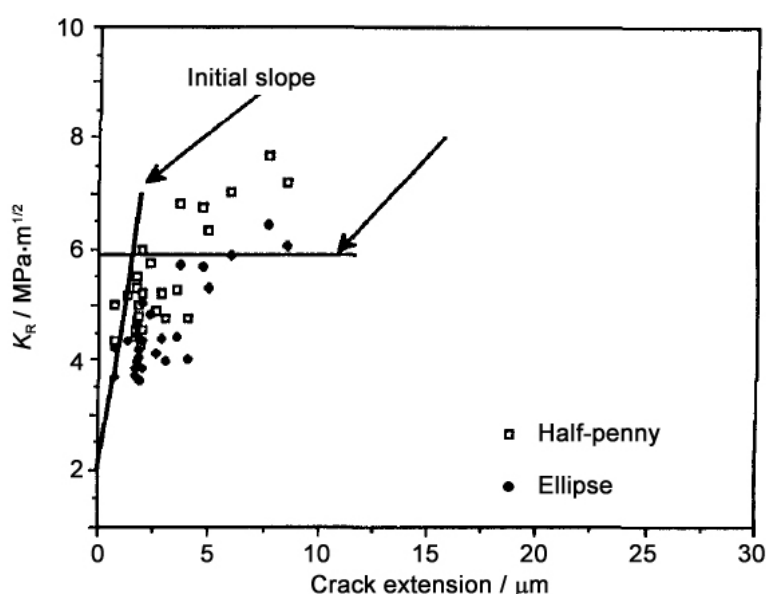
图 150 采用压痕弯曲梁测得的 Y-TZP 陶瓷阻力曲线^[290]Figure 150 R -curve measured with indentation bending method for Y-TZP ceramic^[290]

图 150 给出了 Anderson 和 Braun^[290]采用上述方法对一种 Y_2O_3 稳定的四方 ZrO_2 多晶 (Y-TZP) 陶瓷测得的 R -曲线。可以看出, 随着裂纹的扩展, 裂纹扩展阻力从起始值快速提高到失稳值 (即这一方法所测得的最大值)。这一趋势是合理的, 因为 Y-TZP 陶瓷通常具有一个较小的相变区尺寸。图 150 中的斜直线是根据 Hutchinson 模型^[292]预测得到的结果, 理论预测与实验结果之间存在一定的可比性。

由图 150 确定的该材料断裂韧性约为 $7.5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, 这一数值远高于 V 形切口技术测得的结果 ($5.9 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)。Anderson 和 Braun 认为造成这一偏高的断裂韧性测试值的根本原因可能在于对裂纹形状的假设: 在计算 K_R 时假定了 Vickers 压痕裂纹呈半饼状, 而在实际材料中这条裂纹更应该处理为一个半椭圆形。为了证实这一点, 他们对于一个用 500 N 荷载压制了压痕裂纹的试样表面进行了抛光处理, 每去除一定厚度之后量测了抛光面上压痕裂纹的尺寸, 结果如图 151 (a) 所示。显然, 这个裂纹是一个半椭圆形, 其 a/c 比约为 0.7。根据这一观察, 采用半椭圆形裂纹假设 [图 151 (b)] 重

延伸阅读材料 F: 半椭圆形表面裂纹应力场强度

外加应力 σ_a 对半椭圆形表面裂纹尖端的应力场强度的贡献可以写成:

$$K_a = M_e \sigma_a \sqrt{\frac{\pi a}{Q}} \quad (F1)$$

式中的 M_e 和 Q 分别为表面修正因子和裂纹形状因子。

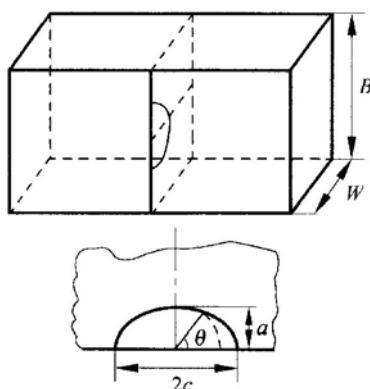


图 F1 半椭圆形表面裂纹
Figure F1 Semi-elliptical surface crack

对于脆性材料, 在断裂强度远远小于屈服强度的前提下, 裂纹形状因子 Q 近似为第二类完整椭圆积分, 即:

$$Q \approx \left[\int_0^{\pi/2} \left(\cos^2 \theta + \frac{a^2}{c^2} \sin^2 \theta \right)^{1/2} d\theta \right]^2 \quad (F2)$$

式中的 a 、 c 和 θ 的含义参见图 F1。

与裂纹形状因子 Q 相比, 表面修正因子 M_e

的计算则困难得多。对于高度为 W 、宽度为 B 的弯曲试样受拉面上的表面半椭圆形裂纹, 在 $0 < a/c \leq 1.0$ 、 $0 \leq a/W \leq 1.0$ 、 $2c/B < 0.5$ 及 $0 \leq \theta \leq \pi$ 的范围内, Newman 和 Raju 给出了 M_e 的一套近似计算公式。其中, $2c/B$ 变化导致的 M_e 变化不超过万分之一, 可以忽略不计。

根据 Newman-Raju 公式计算得到的 M_e 随 a/c 、 a/W 及 θ 的变化关系示于图 F2。可以看出, 裂纹的椭圆度 (即裂纹深度与长度之比 a/c) 的变化将直接影响到 K_I 的计算准确性。

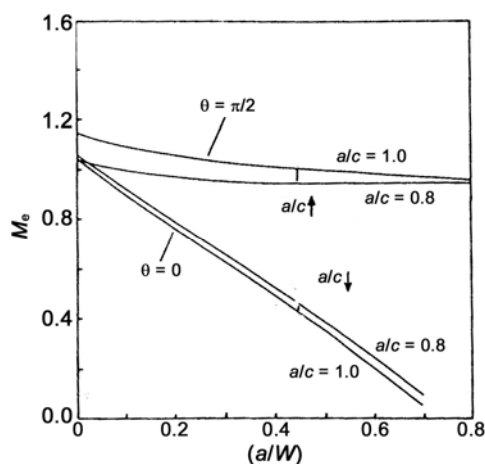


图 F2 M_e 随 a/c 、 a/W 及 θ 的变化关系
Figure F2 Variation of M_e with a/c , a/W and θ

参考文献: NEWMAN JC, RAJU IS. An empirical stress-intensity factor equation for the surface crack [J]. Engineering Fracture Mechanics, 1981, 15: 185-192.

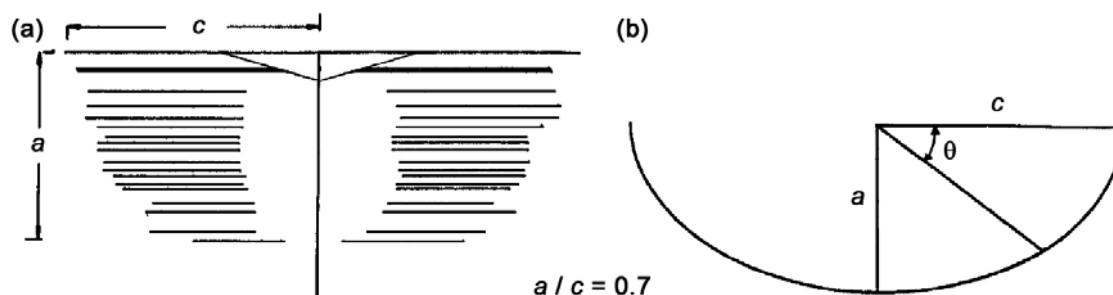


图 151 (a) 对一个 500 N 荷载压制的压痕裂纹逐级抛光后观察到的裂纹形貌，水平线代表裂纹所在位置；
(b) 半椭圆形裂纹近似^[290]

Figure 151 (a) Subsurface crack geometry obtained by stepwise polishing of a 500 N indentation. Horizontal lines represent crack traces observed during sectioning. (b) Semielliptical crack geometry approximation^[290]

新计算了 K_R ，结果同时示于图 150。这时，由阻力曲线确定的材料断裂韧性为 $6.3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ，接近于 V 形切口技术测得的结果。

压痕裂纹形状是采用压痕技术测定 R -曲线的一个关键问题。由延伸阅读材料 F 可知，裂纹扩展过程中椭圆度 (即裂纹深度与长度之比 a/c) 的变化将直接影响到 K_I 的计算准确性。因此，在应用 Anderson 和 Braun 方法以及其他借助于压痕裂纹扩展进行 R -曲线测定的过程中，一些作者^[293-295]对压痕裂纹形状给予了一定程度的重视。

事实上，我们也可以在弯曲实验过程中直接从弯曲梁受拉面上同步观察裂纹的扩展情况，进而建立 R -曲线。这一思路可以借助于图 152 加以说明：如果材料没有阻力曲线行为，则其扩展阻力行为在图中表现为一条由 $K_R = K_{IC}$ 决定的水平线；而对于具有阻力曲线行为的材料来说，裂纹扩展阻力表现为裂纹尺寸的增函数，如图中的实线所示。考虑一条位于弯曲梁受拉面上的压痕裂纹，根据标准压痕断裂力学理论，这条裂纹将同时受到外加应力和压痕残余应力的作用，其中外加应力在裂纹尖端产生的应力场强度 K_a 随裂纹尺寸 c 的增大而增大，而压痕残余应力在裂纹尖端产生的应力场强度 K_r 则随 c 的增大而减小；二者的叠加便使得总的应力场强度 $K_I (= K_a + K_r)$ 在图 152 中表现为一条具有最小值的曲线，这条 K_I - c 曲线随着外加应力的提高而整体向高 K_I 方向移动。对于没有阻力曲

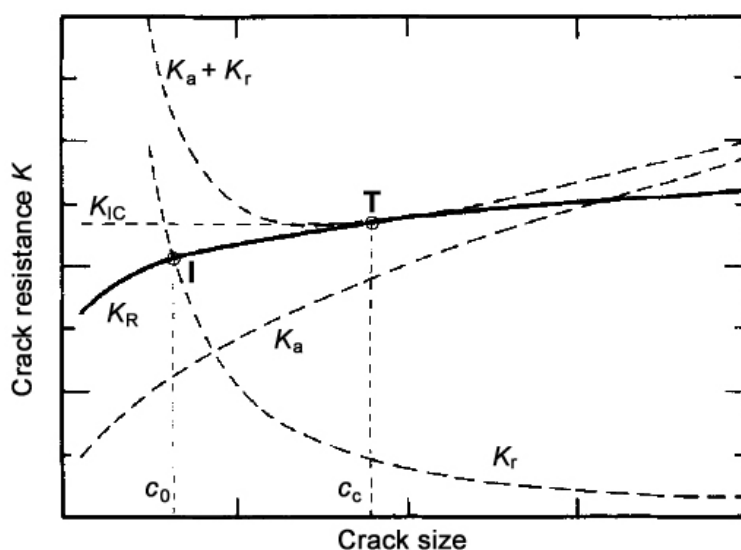


图 152 压痕裂纹系统应力场强度随裂纹尺寸的变化关系

Figure 152 Stress-field intensities as functions of crack size for indentation cracks

线行为的材料, 当外加应力达到一个临界值 σ_I 时, K_I - c 曲线将与由 $K_R = K_{IC}$ 决定的水平线相切, 此时满足断裂判据式 (82b), 试样发生断裂。此时, 压痕裂纹已经从初始尺寸 c_0 扩展到了临界尺寸 c_c 。前面的讨论已经指出, 压痕裂纹由 c_0 扩展 c_c 这一过程是一个稳态扩展过程。显然, 对于具有阻力曲线的材料来说, 这一稳态扩展过程同样也会发生。因此, 只要我们在对压痕弯曲梁进行加载的任何一个时刻量测出受拉面上压痕裂纹的尺寸, 就可以计算出对应于这一时刻的 K_R 值, 从而建立起材料的裂纹扩展阻力曲线。

Ramachandran 和 Shetty^[296]设计了如图 153 所示的一个实验装置, 测定了 SiC 晶须增韧 Al_2O_3 和烧结 Si_3N_4 两种陶瓷材料的 R -曲线, 结果如图 154 所示。两条 R -曲线都显示出了裂纹扩展阻力逐渐增大的趋势, 而且随着裂纹尺寸的增大, 裂纹扩展阻力逐渐趋于一个平台值。与前面所给出的所有 R -曲线相比, 图 154 所示结果是裂纹尺寸范围最宽、阻力曲线各种特征最为明显的, 充分显示出了这种原位观察压痕裂纹稳态扩展方法在 R -曲线测定方面的优势。这一方法在后来的许多相关研究中得到了应用^[297-300]。

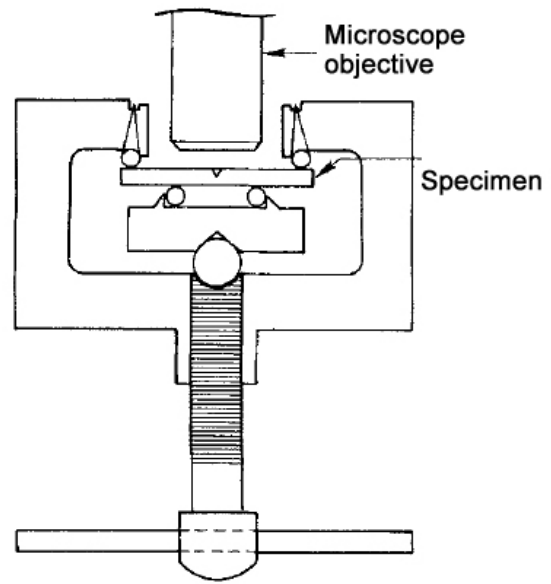


图 153 用于原位观察 Vickers 压痕裂纹稳态扩展的四点弯曲实验装置^[296]

Figure 153 Four-point bending fixture used in in-situ measurement of stable extension of Vickers indentation cracks^[296]

7.2 裂纹扩展阻力曲线的数学描述

实际材料的 R -曲线绝大多数都具有一个共同的特征: 随着裂纹的扩展, R -曲线的斜率逐渐降低并最终趋近于零, 即 K_R 最终将达到一个平台值。但是, 即便是同一种材料, 不同测试技术所测得的 R -曲线形状还是有很大的差异。这就使得对 R -曲线进行定量的数学描述变得十分困难。文献中曾经提出了一些不同的经验函数^[301-303]用于描述 R -曲线。其中, 如式 (126) 所示的幂函数形式就是早期较为普遍使用的一个^[286,287,301,304]。但是这一函数形式无法反映出实际材料 R -曲线出现渐进值这一

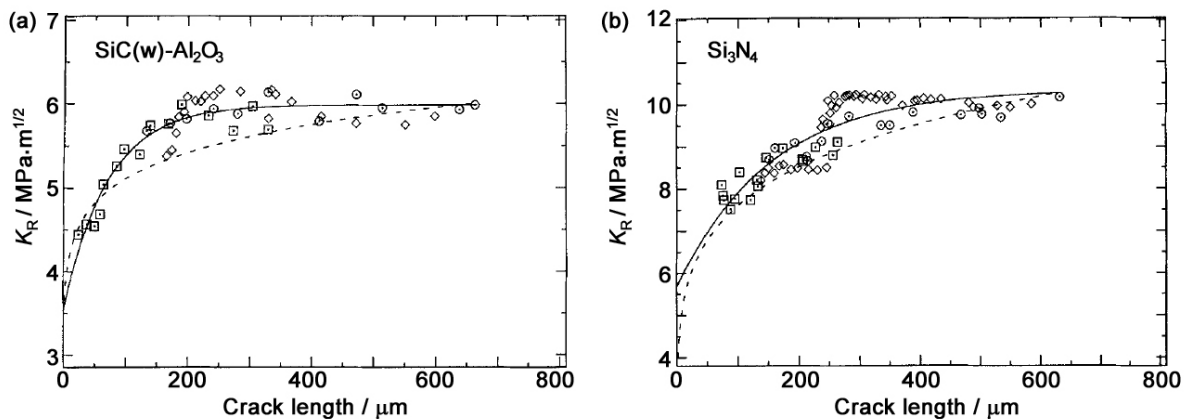
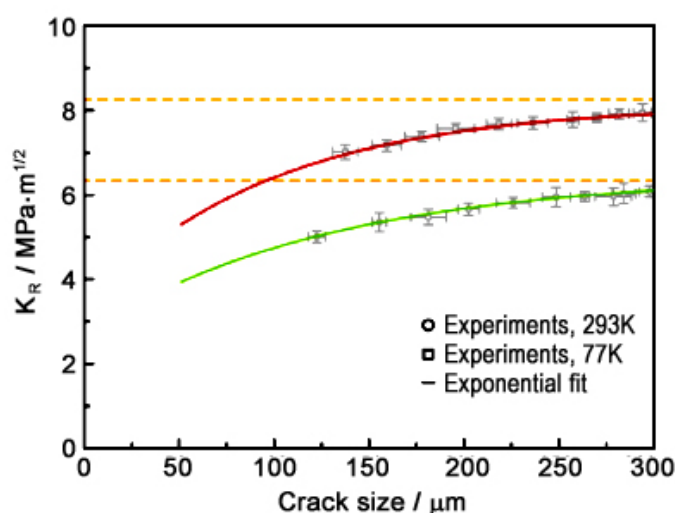


图 154 (a) SiC 晶须增韧 Al_2O_3 和 (b) 烧结 Si_3N_4 陶瓷的 R -曲线^[296]

Figure 155 R -curves of (a) SiC whisker reinforced Al_2O_3 and (b) sintered Si_3N_4 ^[296]

图 155 在不同温度下测得的 SiC 晶须增韧 Al_2O_3 陶瓷 R -曲线^[300]Figure 155 R -curves of SiC whisker reinforced Al_2O_3 measured at different temperatures^[300]

特征，后来逐渐淡出了学者们的视野。

相比之下，Ramachandran 和 Shetty^[296]提出的一个经验公式似乎具有较强的适用性，至少对于通过原位观察压痕裂纹稳态扩展建立的 R -曲线来说，这个公式似乎能给出一些与显微结构有关的信息。这个经验公式的最初形式为：

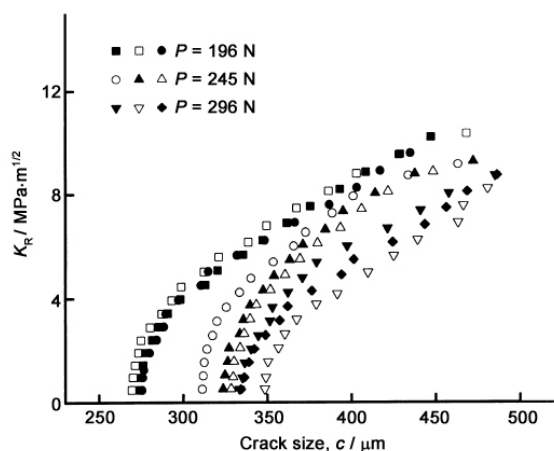
$$K_R = K_\infty - (K_\infty - K_0) \exp\left(-\frac{c}{\lambda}\right) \quad (127)$$

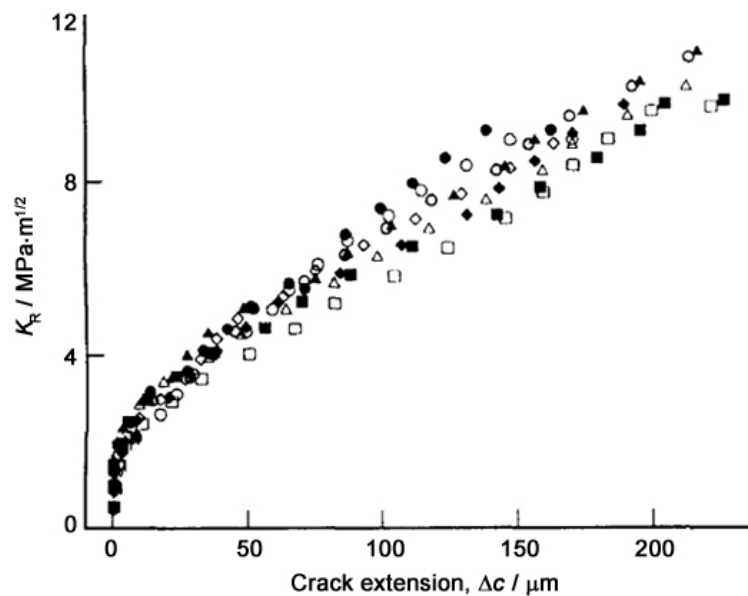
式中， K_∞ 和 K_0 分别为裂纹扩展阻力的上限值和下限值， λ 是一个裂纹尺寸归一化参数。图 154 中就给出了将实验数据按这个经验公式进行拟合所得到的曲线（图中实线所示），并于幂函数拟合结果（图中虚线所示）进行了比较。显然，这个经验公式对数据的拟合效果比幂函数要更好一些。

后来的大量研究^[297,298,300,305]进一步证实了式 (127) 的适用性。一个典型的例子示于图 155。这

是 Wu 等人^[300]采用原位观察压痕裂纹稳态扩展方法对一种 SiC 晶须增韧 Al_2O_3 陶瓷分别在 77 K 和 293 K 下进行测试所得到的 R -曲线。图中的实线即为将裂纹扩展阻力数据按式 (127) 进行拟合所得到的结果。显然，数据与拟合曲线之间吻合得很好。

Gong 等人^[294,306]采用了与 Ramachandran-Shetty 工作^[296]中相似的方法测定了一种自增韧热压 Si_3N_4 陶瓷的 R -曲线，结果如图 156 所示。与 Ramachandran-Shetty 工作所报道的 R -曲线（图 154）明显不同的是，Gong 等人的工作中发现， R -曲线的形状和位置明显依赖于初始裂纹尺寸，而在 Ramachandran-Shetty 工作中，由不同初始尺寸裂纹所获得的数据均落在拟合曲线附近。这一不同应该与这两项工作所考虑的裂纹

图 156 采用退火后的压痕裂纹测得的 Si_3N_4 陶瓷 R -曲线^[306]Figure 156 R -curves measured with annealed indentation cracks for Si_3N_4 ^[306]

图 157 图 156 所示数据改用裂纹扩展量 Δc 作为横坐标描述^[294]Figure 157 Replotting the data showing in Figure 156 using crack extension Δc as abscissa^[294]

状态有关: Ramachandran-Shetty 工作中, 压痕弯曲梁未经退火处理即直接进行实验; 而在 Gong 等人的工作中, 在进行弯曲实验之前对压痕弯曲梁进行了退火处理以消除残余应力, 以消除残余应力场强度确定中存在的 uncertainty 因素。实验前退火以消除残余应力的做法在其他一些作者的工作^[286,290]中也曾经采用过。因为退火消除了压痕残余应力, 压痕裂纹尖端的应力场强度由外加应力唯一决定, Gong 等人在这一点上更接近于单边切口梁的情况, 因此所得到的 R -曲线 (图 156) 与单边切口梁的测试结果 (图 145) 有相似之处。如果将如图 156 中的横坐标取为裂纹扩展量 $\Delta c (= c - c_0)$, 所得到的曲线 (图 157) 就和 Ramachandran-Shetty 工作中的结果相似了。这似乎说明, 残余应力存在与否对所测得的阻力曲线的表述是有影响的。

对图 157 与图 154 之间的相似性可以作这么一种解释: 考虑到压痕残余应力是由压痕过程引进的, 本质上属于外部对材料施加的应力, 因此在 Ramachandran-Shetty 工作中, 压痕裂纹的初始尺寸相当于是残余应力场作用下裂纹的扩展量; 从这个意义上说, 图 154 的横坐标也应该是裂纹扩展量。如果这个解释成立, 则式 (127) 中的裂纹尺寸 c 就应该用裂纹扩展量 Δc 来代替。据此, 可以将式 (127) 改写为:

$$K_R = K_\infty - (K_\infty - K_0) \exp\left(-\frac{c_0}{\lambda}\right) \exp\left(-\frac{\Delta c}{\lambda}\right) \quad (128)$$

进而, 注意到图 157 和图 154 所示数据都呈现出了较大的离散性, 这似乎意味着每一条压痕裂纹在扩展过程中所遇到的阻力变化情况各有不同。这是可以理解的, 因为在压痕裂纹这个尺度上, 材料显微结构不均匀性的影响肯定存在 (下一小节我们将对这个问题展开进一步的讨论), 因此对同一条裂纹所获得的数据按式 (128) 进行拟合处理更为合理。

显然, 在式 (128) 中令 $\Delta c = 0$ 即可得到裂纹扩展阻力的门槛值 K_{th} , 而借助于式 (128) 应用断裂判据式 (96b) 则可以确定材料的断裂韧性 K_{IC} 以及发生断裂时裂纹的临界尺寸 c^* 。图 158 给出了由这一分析过程确定的 K_{th} 及 K_{IC} 随初始裂纹尺寸 c_0 的变化关系。显然, 在所考察的初始裂纹尺寸范围内, K_{th} 基本保持为一个常数, 而 K_{IC} 则随着 c_0 的增大呈现出一个微弱的降低趋势。导致 K_{IC} 呈现

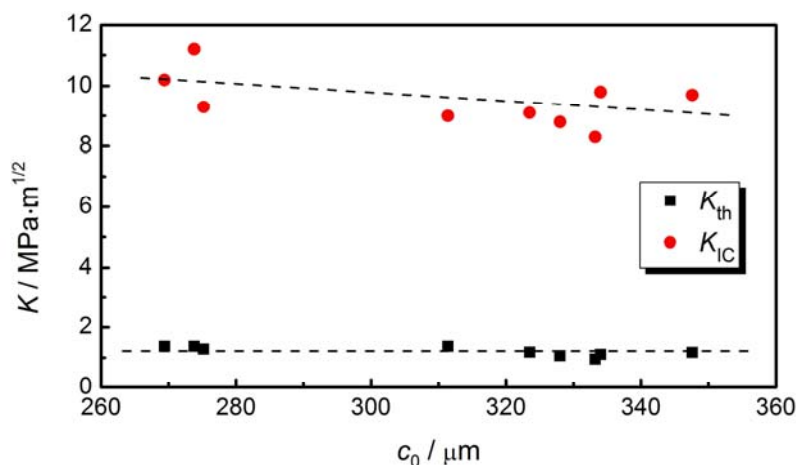


图 158 由式 (128) 导出的 Si_3N_4 陶瓷 K_{th} 和 K_{IC} 随 c_0 的变化关系^[306]

Figure 158 Variations of K_{th} and K_{IC} , yielded from Equation (128), with c_0 for Si_3N_4 ^[306]

微弱降低趋势的原因还有待进一步分析, 但有一点是确定的, 显微结构的不均匀性在这里应该是一个较为关键的因素。

在 6.1.2 小节中曾经提到, 裂纹在材料发生断裂之前通过稳态扩展所能达到的最大扩展量 ($\Delta c^* = c^* - c$) 称为材料的裂纹容限。图 159 示出了由上述分析得到 Δc^* 随参数 λ 的变化关系, 二者间显著的线性关系似乎表明参数 λ 可以作为裂纹尖端尾部屏蔽区尺寸的度量。

Gong 等人^[307]又进一步对一系列 Si_3N_4 材料 (包括 SiC 晶须增韧热压 Si_3N_4 、 TiC 和 TiN 颗粒共同增强热压 Si_3N_4 以及气压烧结自增韧 Si_3N_4) 进行了类似的实验研究, 结果很好地验证了以上结论。

7.3 裂纹扩展阻力的离散性

通过上面的讨论不难发现, 我们在第三章所提到的所有断裂力学测试技术几乎都可以用于测定材料的 R -曲线, 而本章的讨论进行到这里我们尚未涉及直接压痕法在 R -曲线测定中应用。在 5.1.2 小节中曾经提到过用直接压痕法测定一系列 30wt% TiC 颗粒增强的 Al_2O_3 陶瓷断裂韧性的例子, 图 103 所示结果实质上就是材料阻力曲线行为的反映。

图 103 中一个值得注意的细节是: 所有的数据点所附加的误差棒显示, 即便是在同一荷载下进行测试, 由直接压痕法得到的 K_R 值 (现在可以认为图 103 的纵坐标应该是 K_R 而不是 K_{IC}) 也呈现出了极大的离散性。这可能是关于直接压痕法测定 R -曲线的报道极为少见的原因之一。

事实上, K_R 呈现出离散性是可以理解的。压痕裂纹的尺寸通常为几十到几百微米。尽管在宏观上陶瓷材料可以近似处理为一个均匀连续的弹性体, 但是在一个与压痕裂纹尺寸相当的尺度范围内, 其显微结构不均匀性则有可能十分显著。因而可以想象, 在实际测试过程中, 在试样不同位置压制的压痕裂纹的尖端将有可能遇到不同的显微结构特征; 相应地, 压痕裂纹的最

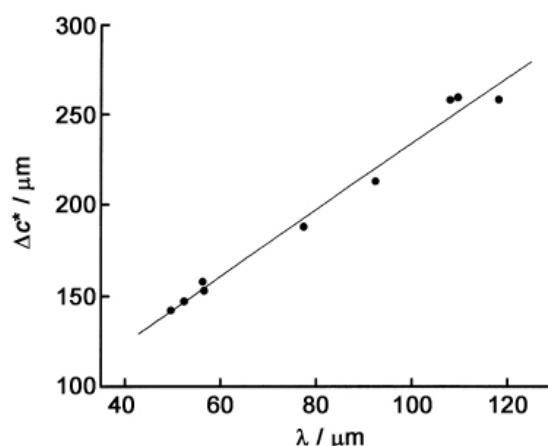


图 159 裂纹容限 Δc^* 随 λ 值的变化关系^[306]

Figure 159 Variations of the crack tolerance, Δc^* , with the experimentally determined λ ^[306]

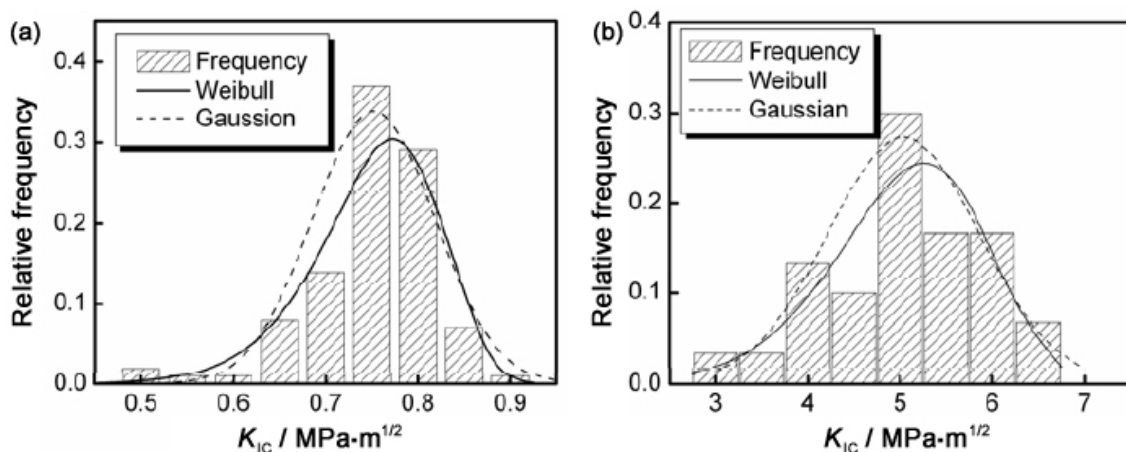


图 160 压痕韧性测试结果的概率分布直方图:

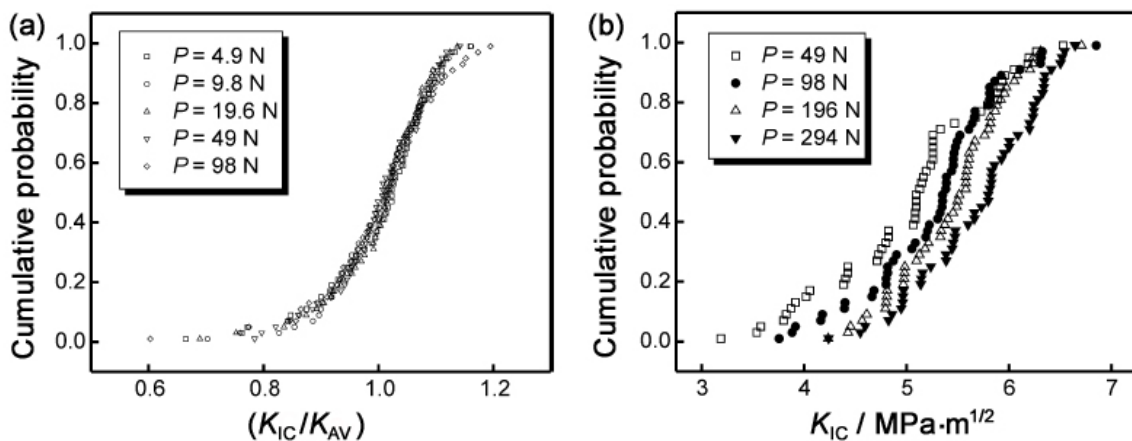
(a) 玻璃, 压痕荷载 19.6 N; (b) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$, 压痕荷载 49 N^[310]

Figure 160 Probability distribution histogram of the measured indentation toughness:

(a) soda-lime glass, indentation load of 19.6 N; (b) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$, indentation load of 49 N^[310]

终尺寸也会有所不同。这就使得所测得的压痕韧性值 (或裂纹扩展阻力值) 可能会呈现一定的离散性。在文献报道的数据中, 这种数据离散性的例子比比皆是。Ritter 等人^[308]曾经报道了对钠钙硅酸盐玻璃进行 Vickers 压痕实验所得到的结果: 对于在 9.81 N 荷载下压制的压痕裂纹, 其尺寸的变异系数 (均方差与平均值之比) 高达 14.4%。在对几种多晶 Al_2O_3 陶瓷进行的实验中, Franco 等人^[309]所得到的 Vickers 压痕裂纹尺寸的变异系数基本上也都在 10% 以上。从统计学角度考虑, 如此之大的变异系数至少会对由 5 ~ 10 个重复性实验所获得的平均值的可靠性产生显著的影响。而从材料评价角度考虑, 如此大的变异系数则可能意味着显微结构不均匀性对测试结果的影响是不容忽略的。

龚江宏和关振铎^[310]采用直接压痕法在不同荷载下对商用钠钙玻璃以及一种 TiC 颗粒增强 Al_2O_3 ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$) 陶瓷分别进行了韧性测试。对于玻璃试样, 每一个荷载下分别压制了 50 个压痕; 对于 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ 试样, 每一个荷载下分别压制了 30 个压痕。对于每一个压痕, 分别测定了两条径向裂纹的长度 c_1 和 c_2 , 而后将 c_1 和 c_2 分别代入式 (74) 计算得到 K_{IC} 值。这样对于玻璃试样, 每个荷载下得到了 100 个压痕韧性值; 对于 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ 试样, 每一个荷载下则得到了 60 个压痕荷载值。图 160

图 161 压痕韧性测试结果的累积概率分布函数: (a) 玻璃; (b) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ ^[310]Figure 161 Cumulative probability distribution function of the measured indentation toughness for (a) soda-lime glass and (b) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ ^[310]

给出了部分实验结果。可以看出, 在各种情况下测得的压痕韧性值都表现出了显著的离散性。

图 161 (a) 给出了玻璃归一化压痕韧性 (K_{IC}/K_{AV} , 其中 K_{AV} 为同一荷载下所有测试结果的平均值) 的累积概率分布函数, 图 161 (b) 给出了 Al_2O_3 -TiC 压痕韧性实测值的累积概率分布函数。可以看出, 对于玻璃, 在 5 个不同荷载下测得的归一化压痕韧性累积概率分布曲线几乎完全重合, 说明玻璃的压痕韧性测试结果对压痕荷载不敏感; 而对于 Al_2O_3 -TiC, 压痕韧性累积概率分布曲线则随着压痕荷载的增大逐渐向高韧性方向平移, 显示出了明显的压痕荷载依赖性。

表 3 图 161 所示压痕韧性测试结果的统计分析结果^[310]

Table 3 Statistical analysis results for the indentation toughness data showing in Figure 161^[310]

Indentation load, F/N	Indentation toughness, $K_{IC}/MPa \cdot m^{1/2}$			Weibull parameters	
	Minimum	Maximum	Average	$K_0/MPa \cdot m^{1/2}$	m
Soda-lime glass					
4.9	0.56	0.98	0.85	0.88	12.1
9.8	0.54	0.90	0.77	0.80	14.8
19.6	0.52	0.88	0.75	0.78	13.2
49.0	0.58	0.89	0.75	0.77	14.4
98.0	0.44	0.88	0.73	0.78	11.2
Al_2O_3 -TiC					
49	3.23	6.53	5.04	5.4	7.22
98	3.87	6.85	5.29	5.6	9.23
196	4.23	6.71	5.46	5.7	11.52
294	4.28	6.64	5.70	6.0	11.35

图 160 同时示出了对所有数据分别按正态分布和 Weibull 分布进行分析所得到的概率密度曲线。显然, 与正态分布相比, Weibull 分布似乎更能反映出数据的分布特征, 尤其是直方图两侧低概率密度区的不对称性。对在不同荷载下测得的其它数据进行的分析也得到了类似的结果。因此, 假定压痕韧性测试结果服从以下形式的 Weibull 分布:

$$P = 1 - \exp \left[- \left(\frac{K_C}{K_0} \right)^m \right] \quad (129)$$

(式中的 K_0 和 m 均为常数, 其中 m 即为 Weibull 模数), 对不同荷载下的测试结果分别进行了拟合分析, 表 3 列出了分析结果。

图 162 为在 Al_2O_3 -TiC 陶瓷表面观察到的不同压痕裂纹发育路径上的一些典型形貌, 所有照片的比例尺是一致的。从这些照片中可以看出, 弥散在复合材料中的 TiC 颗粒 (图中浅色相) 尺寸和形状都存在有较为显著的离散性。对于不同的裂纹, 甚至在同一条裂纹的不同位置, 显微结构与裂纹之间的相互作用显然也有所不同。在 Al_2O_3 基体 (图中深色相) 中, 裂纹的扩展路径比较平直, 但偶尔也会发生一定程度的偏转或分叉。这是因为 Al_2O_3 晶粒尺寸较小 (约为 $1 \mu m \sim 3 \mu m$), 对裂纹扩展路径影响相对较小。当裂纹尖端趋近于 Al_2O_3 晶粒与 TiC 颗粒边界处时, 出现了几种不同的情况, 裂纹或直接进入 TiC 颗粒内部并沿原来的方向继续向前扩展, 或直接进入 TiC 颗粒内部并发生一定程度的偏转, 或沿着 TiC 颗粒与 Al_2O_3 晶粒的边界向前扩展。不难理解, 在这几种情况下显微结构对裂纹扩展施加的阻力应该是不一样的。这一现象无疑就是所测得的韧性数据之间产生较大的差异的根本原因。

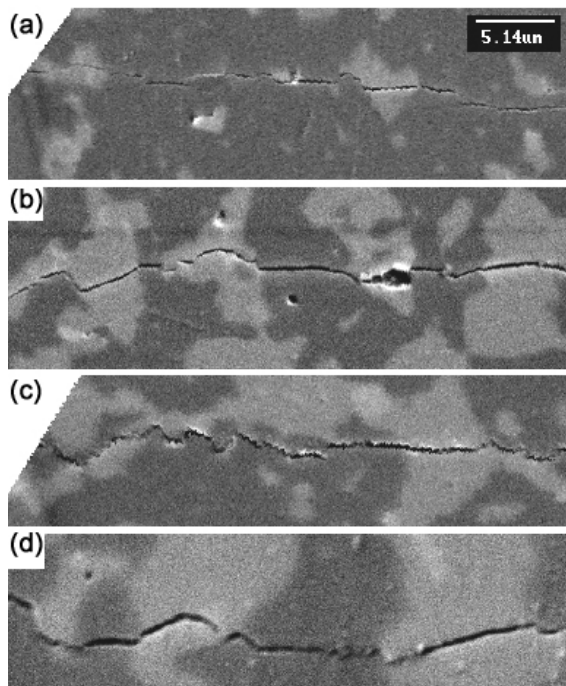


图 162 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ 表面压痕裂纹扩展途径^[310]
Figure 162 Propagation paths of indentation cracks
in the surface of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ ^[310]

钠钙硅酸盐玻璃表面压痕裂纹形貌则相对较为规则, 裂纹发育途径基本上保持为一条直线。即使如此, 显微结构不均匀性的影响也是存在的。这些影响中的一个典型因素就是玻璃在制备过程中所经历的急冷阶段必定要在制品表面及内部诱发残余热应力。这种残余热应力的分布严格地说应该是不均匀的。当裂纹尖端处于试样表面的不同位置时, 所受到的残余热应力的影响相应地也就应该有所不同。

由上述分析可以对表 3 所列出的统计分析结果作出一种合理的解释。由于钠钙硅酸盐玻璃的显微结构相对较为均匀, 因此在 5 个不同的荷载下分别获得的 Weibull 模数值大体相当, 而且数值较大 (均在 10 以上)。对于 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ 材料, Weibull 模数随压痕压制荷载的增大而呈增大趋势, 在高荷载下又逐渐趋于恒定。这是因为显微结构对压痕韧性的影响在低荷载区域 (相应的裂纹尺寸也较小) 较为显著; 随着荷载的增大, 裂纹尺寸相应增大, 裂纹前缘遭遇不同显微结构特征的几率也逐渐趋于相当。通过第五章的讨论

我们知道, 显微结构与裂纹之间的相互作用是导致陶瓷材料表现出明显阻力曲线行为 (即裂纹扩展阻力随裂纹尺寸增大而增大的现象) 的主要原因。钠钙硅酸盐玻璃具有相对较为均匀的显微结构, 因此不具有明显的阻力曲线行为; 相应地, 对压痕韧性进行统计分析所得到的 K_0 值表现为一个与压痕压制荷载基本无关的常数, 而且在数值上也接近于采用大裂纹技术 (如双扭法或双悬臂梁法) 所测得的材料断裂韧性 ($\sim 0.75 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$); 而 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ 复合材料的 K_0 值则随压痕压制荷载的增大而增大, 说明显微结构的不均匀性使得材料表现出了显著的阻力曲线行为。

压痕韧性测试呈现出一定的离散性这一现象在对其他材料进行的研究^[311-313]中也有所报道。

可以理解, 当裂纹尺寸与材料显微结构尺寸相当的情况下, 上述的显微结构不均匀性的影响是普遍存在的, 这可能就是本文中所引用的几乎所有 R -曲线测试结果存在离散性的根本原因。从这个意义上说, 对不同方法、甚至对同一方法在材料不同位置上测得的 R -曲线进行对比以期使其一致的任何尝试都是徒劳的, 而上一小节中提出的对每一条压痕裂纹的 R -曲线分别进行分析可能是研究材料 R -曲线行为的合理思路。遗憾的是, 到目前为止, 在这方面的深入研究还非常少见。

8 结束语

前言中提到, 本文试图对一个世纪以来 (尤其是上世纪最后 30 年间) 围绕脆性断裂显微结构效应问题开展的研究进行一次较为系统的回顾。之所以说“尤其是上世纪最后 30 年”, 是因为在此之前, 关于断裂现象的研究绝大多数都是针对金属展开的, 这与当时金属在各种结构部件中发挥主导作用的现实有关。断裂力学真正进入到陶瓷领域是上世纪 60 年代中后期的事情。随着较为成熟的线弹性断裂力学理论和方法在陶瓷材料中应用遇到的问题越来越多, 断裂的显微结构效应才逐渐引起学者们的关注, 从而在 1980 年之后掀起了一个研究高潮, 直至本世纪初基本上为研究脆性断裂的显

微结构效应建立起一个理论体系。而理论体系基本建立起来之后就只是应用理论解决实际问题了。可能就是这种原因,关于脆性断裂理论的研究在进入本世纪后就开始逐渐趋冷,以至于了解和关心脆性断裂理论的材料科学工作者越来越少,而由此导致的一个直接结果就是:在后来的研究工作中,熟练和灵活运用脆性断裂理论解决实际问题的研究越来越少;更有甚者,一些研究中对断裂问题的分析还稍微偏离了已有的脆性断裂理论。这就构成了作者撰写本文的目的之一。本文旨在从应用角度对脆性断裂理论进行一次系统的回顾和整理,以期为正在进行着的与断裂相关的材料研究提供一些理论上和方法上的参考。

理论研究的目的在于应用。在脆性断裂理论发展的过程中,学者们提出了很多新的概念、参数、术语、符号等等,以期将脆性断裂的独特性与原有的线弹性断裂力学理论统一起来。这些新概念新参数新术语新符号的提出无疑是有利的。但是对于材料科学工作者来说,如果能用原有的线弹性断裂力学中的概念、参数、术语、符号来对脆性断裂中的显微结构效应进行描述和分析无疑又是有利的。因此,本文自始至终一直在进行这方面的尝试。特别是在关于增韧效应的分析中,本文对断裂韧性进行的重新定义是以往文献中没有涉及到的。但作者认为,这样的重新定义有利于简化理论,同时也有利于简化对实验数据的分析讨论。

同样是因为面向的读者群是材料科学工作者,本文在理论的阐述方面进行了最大程度的简化,尽可能避免了不必要的繁琐理论推导,而把着眼点更多地集中在理论所预测出的结论方面。此外,无论是断裂力学理论研究还是材料的断裂行为研究,实验必然是一个重要的、同时也是必不可少的环节。出于这一考虑,本文也有意识地加强了对断裂力学测试技术的描述和评价,特别是在介绍一些针对具体问题巧妙设计出来的测试方法更是不惜篇幅。这么做的目的只是希望读者能从中得到一些启发:标准测试方法虽然能够测试出合乎标准的结果,但是并不是所有的场合都能借助于标准测试方法测出我们需要的参数,也并不是所有的需求都能有标准测试方法可以使用;在必要的情况下,创造出一些非标准、非常规的测试方法或许对提高研究水平、更深入了解材料本质大有好处。

致 谢

感谢哈尔滨工业大学贾德昌教授、中国科学院金属研究所吴贞博士、中国科学院过程工程研究所李英博士以及国内特种陶瓷领域众多朋友在本文的修改过程中提出的建设性意见和建议。

参考文献

- [1] GRIFFITH AA. The phenomena of rupture and flow in solids [J]. Philosophical Transactions of the Royal Society of London A, 1920, 221: 163-198.
- [2] LAWN BR. Fracture of Brittle Solids [M]. The Second Edition. UK, London: Cambridge University Press, 1993.
- [3] 龚江宏. 陶瓷材料断裂力学[M]. 北京: 清华大学出版社, 2001.
- [4] LANGE FF. Origin and use of fracture mechanics [C] // BRADT BC, HASSELMAN DPH, LANGE FF. Fracture Mechanics of Ceramics, Vol. 1. USA, New York: Plenum Press, 1974: 3-15.
- [5] INGLIS CE. Stresses in a plate due to the presence of cracks and sharp corners [J]. Transactions of the Institute of Naval Architects, 1913, 55: 219-241.
- [6] 高庆. 工程断裂力学[M]. 重庆: 重庆大学出版社, 1986.
- [7] CLARKE DR, FABER KT. Fracture of ceramics and glasses [J]. Journal of Physics and Chemistry of Solids, 1987, 41: 1115-1157.
- [8] OROWAN E. Energy criteria of fracture [J]. Welding Journal, 1955, 34: 1575-1605.

- [9] RICE RW. Fractographic identification of strength-controlling flaws and microstructures [C] // BRADT BC, HASSELMAN DPH, LANGE FF. Fracture Mechanics of Ceramics, Vol. 1. USA, New York: Plenum Press, 1974: 323–345.
- [10] EVANS AG, DAVIDGE RW. The strength and fracture of stoichiometric polycrystalline UO_2 [J]. Journal of Nuclear Materials, 1969, 33: 249–260.
- [11] EVANS AG, TAPPIN G. Effects of microstructure on the stress propagate inherent flaws [J]. Proceedings of the British Ceramic Society, 1972, 23: 275–296.
- [12] RICE RW. Pores as fracture origins in ceramics [J]. Journal of Materials Science, 1984, 19: 895–914.
- [13] BOWIE OL. Analysis of an infinite plate containing radial cracks originating at the boundary of an internal circular hole [J]. Journal of Mathematics and Physics, 1956, 35: 60–71.
- [14] EVANS AG, BISWAS DR, FULRATH RM. Some effects of cavities on the fracture of ceramics: II, spherical cavities [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1979, 62: 101–106.
- [15] GREEN DJ. Stress intensity factor estimates for annular cracks at spherical voids [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1980, 63: 342–344.
- [16] EVANS AG. Structural reliability: a processing-dependent phenomenon [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1982, 65: 127–137.
- [17] GREEN DJ. Stress-induced microcracking at second-phase inclusions [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1981, 64: 138–141.
- [18] MCGARRITY K, TUMURUGOTI P, NING K, et al. Fractography of silicon nitride based ceramics to guide process improvements [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2020, 40: 4746–4752.
- [19] SELSING J. Internal stresses in ceramics [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1961, 44: 419–419.
- [20] LANGE FF. Criteria for crack extension and arrest in residual, localized stress fields associated second phase particles [C] // BRADT BC, HASSELMAN DPH, LANGE FF. Fracture Mechanics of Ceramics, Vol. 2. USA, New York: Plenum Press, 1974: 599–609.
- [21] ITO YM, ROSENBLATT M, CHENG LY, LANGE FF, EVANS AG. Cracking in particulate composites due to thermalmechanical stress [J]. International Journal of Fracture, 1981, 17: 483–491.
- [22] ITO YM, NELSON RB. Numerical modeling of microcracking in two-phase ceramics [C] // Bradt RC, EVANS AG, HASSELMAN DPH, et al. Fracture Mechanics of Ceramics, Vol. 6. USA, New York: Plenum Press, 1983: 479–493.
- [23] EVANS AG. Microfracture from thermal-expansion anisotropy: I, single-phase system [J]. Acta Metallurgica, 1978, 26: 1845–1853.
- [24] CLARKE DR. Microfracture in brittle solids resulting from anisotropic shape changes [J]. Acta Metallurgica, 1980, 28: 913–924.
- [25] RICE RW, POHANKA RC. Grain-size dependence of spontaneous cracking in ceramics [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1979, 62: 559–562.
- [26] RICE RW, FREIMAN SW, BECHER PF. Grain-size dependence of fracture energy in ceramics: I, experiment [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1981, 64: 345–350.
- [27] RICE RW, FREIMAN SW. Grain-size dependence of fracture energy in ceramics: II, a model for noncubic materials [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1981, 64: 350–354.
- [28] MENDELSON MI, FINE ME. Fracture of Wustite and Wustite- Fe_3O_4 -5v/o Fe versus grain size [C] // BRADT BC, HASSELMAN DPH, LANGE FF. Fracture Mechanics of Ceramics, Vol. 2. USA, New York: Plenum Press, 1974: 527–539.
- [29] MONROE LD, SMYTH JR. Grain size dependence of fracture energy of Y_2O_3 [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1978, 61: 538–539.
- [30] POHANKA RC, RICE RW, WALKER BE. Effect of internal stress on the strength of BaTiO_3 [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1976, 59: 71–74.
- [31] POHANKA RC, FREIMAN SW, BENDER BA. Effect of the phase transformation on the fracture behavior of BaTiO_3 [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1978, 61: 72–75.

- [32] EVANS AG, DAVIDGE RW. Strength and fracture of full dense polycrystalline magnesium oxide [J]. Philosophical Magazine, 1969, 20: 373-388.
- [33] 张清纯, 林素贞. ZrO_2 掺杂对磷锆硅酸钠力学性能的影响[J]. 硅酸盐学报, 1982, 10 (1): 17-24.
- [34] ENGEL U, HUBNER H. Strength improvement of cemented carbides by hot isostatic pressing (HIP) [J]. Journal of Materials Science, 1978, 13: 2003-2012.
- [35] GOVILA RK, KINSMAN KR, BEARDMORE P. Phenomenology of fracture in hot-pressed silicon nitride [J]. Journal of Materials Science, 1979, 14: 1095-1102.
- [36] GOVILA RK. Fracture phenomenology of a sintered silicon nitride containing oxide additives [J]. Journal of Materials Science, 1988, 23: 1141-1150.
- [37] GOVILA RK. Phenomenology of fracture in sintered alpha silicon carbide [J]. Journal of Materials Science, 1984, 19: 2111-2120.
- [38] GOVILA RK. Strength characterization of MgO-partially stabilized zirconia [J]. Journal of Materials Science, 1991, 26: 1545-1555.
- [39] HERTZ H. Hertz's Miscellaneous Papers [M]. UK, London: Macmillan, 1896.
- [40] ROESLER FC. Brittle fracture near equilibrium [J]. Proceedings of the Physical Society of London, 1956, B69: 47-54.
- [41] LAWN BR. Indentation of ceramics with spheres: a century after Hertz [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1998, 81: 1977-1994.
- [42] JOHNSON KL. Contact Mechanics [M]. UK, London: Cambridge University Press, 1985.
- [43] GUIBERTEAU F, PADTURE NP, LAWN BR. Effect of grain size on Hertzian contact in alumina [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1994, 77: 1825-1831.
- [44] WEI L, LAWN BR. Thermal wave analysis of contact damage in ceramics: case study on alumina [J]. Journal of Materials Research, 1996, 11: 939-947.
- [45] SWAIN MV. Microcracking associated with the scratching of brittle solids [C] // Bradt RC, HASSELMAN DPH, LANGE FF. Fracture Mechanics of Ceramics, Vol. 3. USA, New York: Plenum Press, 1983: 257-272.
- [46] XU HHK, JAHANMIR S, IVES LK. Material removal and damage formation mechanisms in grinding silicon nitride [J]. Journal of Materials Research, 1996, 11: 1717-1724.
- [47] LI K, LIAO W. Surface/subsurface damage and the fracture strength of ground ceramics [J]. Journal of Materials Processing Technology, 1996, 57: 207-220.
- [48] LAMBROPOULOS JC, JACOBS SD, RUCKMAN J. Material removal mechanism from grinding to polishing [J]. Ceramic Transactions, 1999, 102: 113-128.
- [49] COOK RF, LAWN BR, DABBS TP, et al. Effect of machining damage on the strength of a glass-ceramic [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1981, 64: C-121-C-122.
- [50] GONG JH, ZHANG Km LIU S. Effect of multi-point indentation on the bending strength of silicon nitride ceramics [J]. Journal of Materials Science Letters, 1998, 17: 1107-1109.
- [51] SAMUEL R, CHANDRASEKAR S, FARRISDTN, et al. Effect of residual stresses on the fracture of ground ceramics [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1989, 72: 1960-1966.
- [52] QUINN GD, QUINN JB. Slow crack growth in hot-pressed silicon nitride [C] // Bradt RC, EVANS AG, HASSELMAN DPH, et al. Fracture Mechanics of Ceramics, Vol. 6. USA, New York: Plenum Press, 1983: 603-636.
- [53] 金宗哲, 马眷荣, 汪林生. 结构陶瓷弯曲强度的 Weibull 统计实验研究[J]. 硅酸盐学报, 1990, 18: 130-136.
- [54] WEIBULL W. A statistical distribution function of wide applicability [J]. Journal of Applied Mechanics, 1950, 18: 293-297.
- [55] QUINN GD. Flexure strength of advanced structural ceramics: a round robin [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1990, 73: 2374-2384.
- [56] QUINN GD, MORRELL R. Design data for engineering ceramics: a review of the flexural test [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1991, 74: 2037-2066.

- [57] GONG JH. Correlation between Weibull moduli for tensile and bending strength of brittle ceramics: a numerical simulation analysis based on three-parameter Weibull distribution [J]. *Journal of Materials Science*, 2003, 38: 2541–2545.
- [58] DENG B, JIANG DY, GONG JH. Is a three-parameter Weibull function really necessary for the characterization of the statistical variation of the strength of brittle ceramics? [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2018, 38: 2234–2242.
- [59] BERGMAN B. On the estimation of the Weibull modulus [J]. *Journal of Materials Science Letters*, 1984, 3: 689–692.
- [60] GONG JH. A new probability index for estimating Weibull modulus for ceramics with the least-square method [J]. *Journal of Materials Science Letters*, 2000, 19: 827–829.
- [61] KHALILI A, KROMP K. Statistical properties of Weibull estimators [J]. *Journal of Materials Science*, 1991, 26: 6741–6752.
- [62] GONG JH. Determining the confidence intervals for Weibull estimators [J]. *Journal of Materials Science Letters*, 1999, 18: 1405–1407.
- [63] CHOWDHURY A. Constitutive modelling and Weibull statistical analysis for the porosity-mechanical property correlations in 3% yttria-stabilized zirconia system [J]. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, 2018, 70: 246–252.
- [64] WIEDERHORN SM, TIGHE NJ. Proof-testing of hot-pressed silicon nitride [J]. *Journal of Materials Science*, 1978, 13: 1781–1793.
- [65] SOARES LD, BASSO GR, SPAZZIN AO, et al. Mechanical reliability of air-abraded and acid-etched bonded feldspar ceramic [J]. *Dental Materials*, 2016, 32: 433–411.
- [66] KATAYAMA Y, HATTORI Y. Effects of specimen size on strength of sintered silicon nitride [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1992, 75: C-164–C-165.
- [67] MATSUSUE K, TAKAHARA K, HASHIMOTO R. Strength evaluation of hot-pressed silicon nitride at room temperature [J]. *Yogyo Kyokaishi*, 1982, 90: 168–172.
- [68] SOMA T, MATSUI M, ODA I. Tensile strength of a sintered silicon nitride [C] // HAMPSHIRE S. *Non-Oxide Technical and Engineering Ceramics*. Dordrecht: Springer, 1986: 361–374.
- [69] TRANTINA GG, JOHNSON CA. Spin testing of ceramic materials [C] // BRADT BC, HASSELMAN DPH, LANGE FF. *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 3. USA, New York: Plenum Press, 1978: 177–188.
- [70] QUINN JB, QUINN GD. A practical and systematic review of Weibull statistics for reporting strengths of dental materials [J]. *Dental Materials*, 2010, 26: 135–147.
- [71] BANSAL GK, DUCKWORTH WH, NEISZ DE. Strength-size relations in ceramic materials: investigation of an alumina ceramic [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1976, 59: 472–478.
- [72] IRWIN GR. Fracture [C] // FLUEGGE S. *Handbuch der Physik* 6. Germany, Berlin: Springer-Verlag, 1958: 551–590.
- [73] IRWIN GR, KIES JA. Critical energy release rate analysis of fracture strength [J]. *Welding Journal Research Supplement*, 1954, 33: 193–198.
- [74] IRWIN GR. Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate [J]. *Journal of Applied Mechanics*, 1957, 24: 361–364.
- [75] SIH GC. *Handbook of Stress Intensity Factors* [M]. USA, Bethlehem: Lehigh University Press, 1973.
- [76] ERDOGAN F, SIH GC. On the crack extension in plates under plane loading and transverse shear [J]. *Journal of Basic Engineering*, 1963, 85: 519–525.
- [77] WESTERGAARD HM. Bearing pressures and cracks [J]. *Journal of Applied Mechanics*, 1939, 61: 49–53.
- [78] EVANS AG. Fracture mechanics determination [C] // BRADT BC, HASSELMAN DPH, LANGE FF. *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 1. USA, New York: Plenum Press, 1974: 3–15.
- [79] FREIMAN SW. A critical evaluation of fracture mechanics techniques for brittle materials [C] // Bradt BC, EVANS AG, HASSELMAN DPH, et al. *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 6. USA, New York:

- Plenum Press, 1983: 27-45.
- [80] GB/T 4161-1984, 金属材料平面应变断裂韧度 K_{IC} 试验方法[S].
- [81] SIMPSON LA. Use of the notched-beam test for evaluation of fracture energies of ceramics [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1974: 57: 151-154.
- [82] 关振铎, 杜新民. 陶瓷材料断裂韧性 K_{IC} 测试方法的对比及其影响因素分析[J]. 硅酸盐学报, 1982, 10: 262-271.
- [83] YANG SG, ZHANG CG, ZHANG XC. Notch radius effect on fracture toughness of ceramics pertinent to grain size [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2020, 40: 4217-4223.
- [84] DAMANI R, GSTREIN R, DANZER R. Critical notch-root radius effect in SENB=S fracture toughness testing [J]. Journal of the European Ceramic Society, 1996, 16: 695-702.
- [85] TAKAHASHI I, USAMI S, NAKAKADO K, et al. Effect of defect size and notch root radius on fracture strength of engineering ceramics [J]. Journal of the Ceramic Society of Japan, 1985, 93: 186-194.
- [86] GOGOTSI GA. Fracture toughness of ceramics and ceramic composites [J]. Ceramic International, 2003, 29: 777-784.
- [87] WARREN R, JOHANNESOB B. Creation of stable cracks in hardmetals using “bridge” indentation [J]. Powder Metallurgy, 1984, 27: 25-29.
- [88] NOSE T, FUJII T. Evaluation of fracture toughness for ceramic materials by a single-edge-precracked beam method [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1988, 71: 328-333.
- [89] NISHIDA T, SHIONO T, NISHIKAWA T. On the fracture toughness of polycrystalline alumina measured by SEPB method [J]. Journal of the European Ceramic Society, 1989: 5, 379-383.
- [90] 来亭荣, 凌健荣, 陆正兰, 等. 高性能陶瓷断裂韧性的 SEPB 评价技术[J]. 无机材料学报, 1993, 8: 347-354.
- [91] WANG AZ, ZHAO XY, HUANG MX, et al. A systematic study on the quality improving of fracture toughness measurement in structural ceramics by laser notching method [J]. Theoretical and Applied Fracture Mechanics, 2021, 114: No. 102981.
- [92] 崔金平, 赵威, 饶平根. 单边 V 切口梁法测量结构陶瓷断裂韧性的研究进展 [J]. 现代技术陶瓷, 2021, 42: 139-156.
- [93] BARKER LM. A simplified method for measuring plane strain fracture toughness [J]. Engineering Fracture Mechanics, 1977, 9: 361-369.
- [94] MUNZ DG, BUBSEY RT, SHANNOR JL. Performance of chevron-notch short bar specimen in determining the fracture toughness of silicon nitride and aluminum oxide [J]. Journal of Testing and Evaluation, 1980, 8: 103-107.
- [95] 杜新民, 关振铎. 山形切口劈裂试样的柔度标定及测定陶瓷材料的 K_{IC} 值[J]. 硅酸盐学报, 1983, (3): 314-324.
- [96] MUNZ DG, SHANNOR JL, BUBSEY RT. Fracture toughness calculation from maximum load in four point bend tests of chevron notch specimens [J]. International Journal of Fracture, 1980. 16: R137-R141.
- [97] SHIH TT. An evaluation of the chevron V-notched bend bar fracture toughness specimen [J]. Engineering Fracture Mechanics, 1981, 14: 821-823.
- [98] SALEM JA, SHANNON JL. Fracture toughness of Si_3N_4 measured with short bar chevron-notched specimens [J]. Journal of Materials Science, 1987, 22: 321-324.
- [99] BARKER LM. Compliance calibration of a family of short rod and short bar fracture toughness specimens [J]. Engineering Fracture Mechanics, 1983, 17: 289-312.
- [100] OUTWATER JO, JERRY DJ. Fracture energies of glass [R]. NONR 3219. USA, Burlington: University of Vermont, 1966.
- [101] OUTWATER JO, MURPHY MC, KUMBLE RG, et al. Double torsion technique as a universal fracture toughness test method [J]. ASTM STP 1974, 559: 127-138.
- [102] WILLIAMS DP, EVANS AG. A simple method for studying slow crack growth [J]. Journal of Testing and Evaluation, 1973, 1: 264-270.
- [103] TAIT RB, FRY PR, GARRETT GG. Review and evaluation of the double-torsion technique for fracture

- toughness and fatigue testing of brittle materials [J]. *Experimental Mechanics*, 1987, 27: 14–22.
- [104] SHYAM A, LARA-CURZIO E. The double-torsion testing technique for determination of fracture toughness and slow crack growth behavior of materials: a review [J]. *Journal of Materials Science*, 2006, 41: 4093–4104.
- [105] GILMAN JJ. Direct measurements of the surface energies of crystals [J]. *Journal of Applied Physics*, 1960, 31: 2208–2218.
- [106] WIEDERHORN SM, SHORB AM, MOSES RL. Critical analysis of the theory of the double cantilever method of measuring fracture-surface energies [J]. *Journal of Applied Physics*, 1968, 39: 1569–1572.
- [107] MOSTOVOY S, CROSLEY PB, RIPLING EJ. Use of crack-line loaded specimens for measuring plane-strain fracture toughness [J]. *Journal of Materials*, 1967, 2: 661–668.
- [108] FREIMAN SW, MULVILE DR, MAST PW. Crack propagation studies in brittle materials [J]. *Journal of Materials Science*, 1973, 8: 1527–1533.
- [109] LAWN BR. The indentation crack as a model surface flaw [C] // Bradt RC, EVANS AG, HASSELMAN DPH, et al. *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 5. USA, New York: Plenum Press, 1983: 1–25.
- [110] SAKAI M, BRADTRC. Fracture toughness testing of brittle materials [J]. *International Materials Reviews*, 1993, 38: 53–78.
- [111] LAWN BR, WILSHAW R. Indentation fracture: principles and applications [J]. *Journal of Materials Science*, 1975, 10: 1049–1081.
- [112] LAWN BR. Indentation of ceramics with spheres: a century after Hertz [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1998, 81: 1977–1994.
- [113] COOK RF, PHARR GM. Direct observation and analysis of indentation cracking in glasses and ceramics [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1990, 73: 787–817.
- [114] PALMQVIST S. A method to determine the toughness of brittle materials, especially hard metals [J]. *Jenkontorets Annual*, 1957, 141: 303–307.
- [115] LAWN BR, EVANS AG. A model for crack initiation in elastic/plastic indentation fields [J]. *Journal of Materials Science*, 1977, 12: 2195–2199.
- [116] LAWN BR, EVANS AG, MARSHALL DB. Elastic/plastic indentation damage in ceramics: I, the median/radial crack system [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1980, 63: 574–581.
- [117] MARSHALL DB, LAWN BR, EVANS AG. Elastic/plastic indentation damage in ceramics: II, the lateral crack system [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1982, 65: 561–566.
- [118] MARSHALL DB. Controlled surface flaws in ceramics: a comparison of Knoop and Vickers indentation [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1983, 66: 127–131.
- [119] PETROVIC JJ. Effect of indenter geometry on controlled-surface-flaw fracture toughness [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1983, 66: 277–283.
- [120] MARSHALL DB, LAWN BR. Residual stress effects in sharp contact cracking: I, indentation fracture mechanics [J]. *Journal of Materials Science*, 1979, 14: 2001–2012.
- [121] EVANS AG, CHARLES EA. Fracture toughness determination by indentation [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1976, 59: 371–372.
- [122] ANSTIS GR, CHANTIKUL P, LAWN BR, et al. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1981, 64: 533–538.
- [123] NIIHARA K, MORENA R, HASSELMAN DPH. Evaluation of K_{IC} of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios [J]. *Journal of Materials Science Letters*, 1982, 1: 13–16.
- [124] NIIHARA K. A fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmqvist cracks in ceramics [J]. *Journal of Materials Science Letters*, 1983, 2: 221–223.
- [125] LANKFORD J. Indentation microfracture in the Palmqvist crack regime: implications for fracture toughness evaluation by the indentation method [J]. *Journal of Materials Science Letters*, 1982, 1: 493–495.
- [126] PONTON CB, RAWLINGS RD. Vickers indentation fracture-toughness test: I, Review of literature and

- formulation of standardized indentation toughness equations [J]. *Materials Science and Technology*, 1989, 5: 865-872.
- [127] MARSHALL DB, NOMA T, EVANS AG. A simple method for determining elastic modulus to hardness ratio using Knoop indentation measurements [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1982, 65: C-175-C-176
- [128] CONWAY JC. Determination of hardness to elastic modulus ratios using Knoop indentation measurements and a model based on loading and reloading half-cycles [J]. *Journal of Materials Science*, 1986, 21: 2525-2527.
- [129] 刘明, 郑强, 高诚辉. 基于努氏硬度表征大块金属玻璃的力学性能[J]. *固体力学学报*, 2021, 42 (4): 376-392.
- [130] CHANTIKUL P, ANSTIS GR, LAWN BR, et al. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: II, strength method [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1981, 64: 539-542.
- [131] MAI YW, LAWN BR. Crack stability and toughness characteristics in brittle materials [J]. *Annual Review of Materials Science*, 1986, 16: 415-439.
- [132] GELL M, SMITH E. The propagation of cracks through grain boundaries in polycrystalline 3% silicon-iron [J]. *Acta Metallurgica*, 1967, 15: 253-258.
- [133] QUINN GD, KUBLER JJ, GETTINGS RJ. Fracture toughness of advanced ceramics by the surface crack in flexure (SCF) method: a VAMAS round robin [R]. VAMAS Reports 17. USA, Gaithersburg: National Institute of Standards and Technology, 1994.
- [134] QUINN GD, SWAB JJ, HILL MD. Fracture toughness by the surface crack in flexure (SCF) method: new test results [J]. *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, 1997, 18: 163-172.
- [135] SWAB JJ, QUINN GD. Effect of precrack "halos" on fracture toughness determined by the surface crack in flexure method [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1998, 81: 2261-2268.
- [136] FABER KT, EVANS AG. Crack deflection process: I, theory [J]. *Acta Metallurgica*, 1983, 31: 565-576.
- [137] FABER KT, EVANS AG. Crack deflection process: II, experiment [J]. *Acta Metallurgica*, 1983, 31: 577-584.
- [138] LANGE FF. Fracture toughness of Si_3N_4 as a function of initial α -phase content [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1979, 62: 428-530.
- [139] DAVIDGE RW, GREEN TJ. The strength of two-phase ceramic/glass materials [J]. *Journal of Materials Science*, 1968, 3: 629-634.
- [140] 张有凤, 周玉, 贾德昌, 等. Al_2O_3 颗粒对 LiTaO_3 压电陶瓷增强增韧机制的探讨[J]. *热加工工艺*, 2009, 38 (22): 72-74.
- [141] 关振铎, 张中太, 焦金生. 无机材料物理性能[M]. 第二版. 北京: 清华大学出版社, 2011.
- [142] GONG JH, ZHAO Z, MIAO HZ, et al. R-curve behavior of TiC particle reinforced Al_2O_3 composites [J]. *Scripta Materialia*, 2000, 43: 27-31.
- [143] SERBENA FC, MATHIS I, FOERSTER CE, et al. Crystallization toughening of a model glass-ceramic [J]. *Acta Materialia*, 2015, 86: 216-228.
- [144] 李要辉, 王晋珍, 黄幼榕. 硅碱钙石微晶玻璃的析晶特性及其增韧机理研究[J]. *无机材料学报*, 2015, 30: 977-983.
- [145] LUBAUER J, BELLI R, PETSCHLT A, et al. Concurrent kinetics of crystallization and toughening in multicomponent biomedical $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O-P}_2\text{O}_5\text{-ZrO}_2$ glass-ceramics [J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2021, 554: No. 120607.
- [146] WANG RZ, SUO Z, EVANS AG, et al. Deformation mechanisms in nacre [J]. *Journal of Materials Research*, 2001, 16: 2485-2493.
- [147] ESPINOSA HD, RIM JE, BARTHELAT F, et al. Merger of structure and material in nacre and bone: perspectives on de novo biomimetic materials [J]. *Progress in Materials Science*, 2009, 54: 1059-1100.
- [148] CLEGG WJ, KENDALL K, ALFORD NM, et al. A simple way to make tough ceramics [J]. *Nature*, 1990, 347: 455-457.

- [149] CLEGG WJ. The fabrication and failure of laminar ceramic composites [J]. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1992, 40: 3085–3093.
- [150] CHARTIER T, MERLE D, BESSON JL. Laminar ceramic composites [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 1995, 15: 101–107.
- [151] CHAN HM. Layered ceramic: processing and mechanical behavior [J]. *Annual Review of Materials Science*, 1997, 27: 249–282.
- [152] BOUVILLE F, MAIRE E, MEILLE S, et al. Strong, tough and stiff bioinspired ceramics from brittle constituents [J]. *Nature Materials*, 2014, 13: 508–514.
- [153] MORGAN PED, MARSHALL DB. Ceramic composites of monazite and alumina [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1995, 78: 1553–1563.
- [154] 李冬云, 杨辉, 乔冠军, 等. 弱层成分对 SiC/BN 层状陶瓷阻力行为的影响[J]. *复合材料学报*, 2006, 23 (2): 110–114.
- [155] LEE SH, LEE YI, KIM YW, et al. Mechanical properties of hot-forged silicon carbide ceramics [J]. *Scripta Materialia*, 2005, 52: 153–156.
- [156] PAVLACKA RJ, MESSING GL. Processing and mechanical response of highly textured Al_2O_3 [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2010, 30: 2917–2925.
- [157] BERMEJO R. "Toward seashells under stress": bioinspired concepts to design tough layered ceramic composites [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2017, 37: 3823–3839.
- [158] ZHANG Z, DUAN XM, QIU BF, et al. Preparation and anisotropic properties of textured structural ceramics: a review [J]. *Journal of Advanced Ceramics*, 2019, 8: 289–332.
- [159] ZHANG MM, CHANG YF, BERMEJO R, et al. Improved fracture behavior and mechanical properties of alumina textured ceramics [J]. *Materials Letters*, 2018, 221: 252–255.
- [160] BARSOUM MW, EL-RAGHY T. Synthesis and characterization of a remarkable ceramic Ti_3SiC_2 [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1996, 79: 1953–1956.
- [161] BARSOUM MW, RADOVIC M. Elastic and mechanical properties of the MAX Phases [J]. *Annual Review of Materials Research*, 2011, 41: 195–227.
- [162] BAI YL, HE XD, WANG RG, et al. High temperature physical and mechanical properties of large-scale Ti_2AlC bulk synthesized by self-propagating high temperature combustion synthesis with pseudo hot isostatic pressing [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2013, 33: 2435–2445.
- [163] FARBER L, BARSOUM MW, ZAVALIANGOS A, et al. Dislocations and stacking faults in Ti_3SiC_2 [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1998, 81: 1677–1681.
- [164] Radovic M, Barsoum MW. MAX phases: bridging the gap between metals and ceramics [J]. *American Ceramic Society Bulletin*, 92 (2013) 20–27.
- [165] 柏跃磊, 尹航, 宋广平, 等. 高韧性三元层状陶瓷: 从 MAX 相 MAB 相[J]. *材料工程*, 2021, 49 (5): 1–23.
- [166] HOSHIDE T, FURUYA H, YAGASE Y, et al. Fracture mechanics approach to evaluation of strength in sintered silicon nitride [J]. *International Journal of Fracture*, 1984, 26: 229–239.
- [167] USAMI S, KIMOTO H, TAKAHASHI I, et al. Strength of ceramic materials containing small flaws [J]. *Engineering Fracture Mechanics*, 1986, 23: 745–761.
- [168] USAMI S, TAKAHASHI I, MACHIDA T. Static-fatigue limit of ceramic materials containing small flaws [J]. *Engineering Fracture Mechanics*, 1986, 25: 483–495.
- [169] LAWN BR, FREIMAN SW, BAKER TL, et al. Study of microstructural effects in the strength of alumina using controlled flaws [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1984, 67: C–67–C–69.
- [170] COOK RF, LAWN BR, FAIRBANKS CJ. Microstructure-strength properties in ceramics: I, effect of crack size on toughness [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1985, 68: 604–615.
- [171] CARNIGLIA SC. Reexamination of experimental strength vs grain size data for ceramics [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1972, 55: 243–249.
- [172] EVANS AG, LANGDON TG. Structural ceramics [J]. *Progress in Materials Science*, 1976, 21: 171–441.
- [173] SINGH JP, VIRKAR AV, SHETTY, et al. Strength-grain size relations in polycrystalline ceramics [J].

- Journal of the American Ceramic Society, 1979, 62: 179-183.
- [174] KENHANS R, STEINBRECH R. Memory effect of crack resistance during slow crack growth in notched Al_2O_3 bend specimens [J]. Journal of Materials Science Letters, 1982, 1: 327-329.
- [175] SWANSON PL, FAIRBANKS CJ, LAWN BR, et al. Crack-interface grain bridging as a fracture resistance mechanism in ceramics: I, experimental study on alumina [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1987, 70: 279-289.
- [176] RODEL J, KELLY JF, LAWN BR. In situ measurements of bridged crack interfaces in the scanning electron microscope [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1990, 74: 3313-3318.
- [177] MAI YW, LAWN BR. Crack-interface grain bridging as a fracture resistance mechanism in ceramics: II, theoretical fracture mechanics model [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1987, 70: 289-294.
- [178] BARENBLATT GI. The mathematical theory of equilibrium cracks in brittle fracture [J]. Advances in Applied Mechanics, 1962, 7: 55-129.
- [179] DUGDALE DS. Yielding of steel sheets containing slits [J]. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 1960, 8: 100-104.
- [180] FOOTE RML, MAI YW, COTTERELL B. Crack growth resistance curves in strain-softening materials [J]. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 1986, 34: 593-607.
- [181] BALLANINI R, SHAH SP, KEER LM. Crack growth in cement-based composites [J]. Engineering Fracture Mechanics, 1984, 20: 433-445.
- [182] COX BN. Scaling for bridged cracks [J]. Mechanics of Materials, 1993, 15: 87-98.
- [183] FETT T, MUNZ D. Evaluation of *R*-Curve effects in ceramics [J]. Journal of Materials Science, 1993, 28: 742-752.
- [184] SOHN KS, LEE S, BAIK S. Analytical modeling for bridging stress function involving grain size distribution in a polycrystalline alumina [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1995, 78: 1401-1405.
- [185] FETT T, MUNZ D, DAI X, et al. Bridging stress relation from a combined evaluation of the *R*-curve and post-fracture tensile tests [J]. International Journal of Fracture, 2000, 104: 375-385.
- [186] PEZZOTTI G, SBAIZERO O, SERGO V, et al. In situ measurements of frictional bridging stresses in alumina using fluorescence spectroscopy [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1998, 81: 187-192.
- [187] PEZZOTTI G, SUENOBU H, NISHIDA T. Measurement of microscopic bridging stresses in an alumina/molybdenum composite by in situ fluorescence spectroscopy [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1999, 82: 1257-1262.
- [188] PEZZOTTI G, MURAKI N, MAEDA N, et al. In situ measurement of bridging stresses in toughened silicon nitride using Raman micro-probe spectroscopy [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1999, 82: 1249-1256.
- [189] PEZZOTTI G, ICHIMARU H, FERRONI P, et al. Raman microprobe evaluation of bridging stresses in highly anisotropic silicon nitride [J]. Journal of the American Ceramic Society, 2001, 84: 1785-1790.
- [190] PEZZOTTI G, HUEBNER H, SUENOBU H, et al. Analysis of near-tip crack bridging in WC/Co cermet [J]. Journal of the European Ceramic Society, 1999, 19: 119-123.
- [191] HAY JC, WHITE KW. Crack face bridging mechanisms in monolithic MgAl_2O_4 spinel microstructures [J]. Acta Metallurgica et Materialia, 1992, 40: 3017-3025.
- [192] HAY JC, WHITE KW. Grain-bridging mechanisms in monolithic alumina and spinel [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1993, 76: 1849-1854.
- [193] HAY JC, WHITE KW. Grain boundary phases and wake zone characterization in monolithic alumina [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1995, 78: 1025-1032.
- [194] REICHL A, STEINBRECH. Determination of crack-bridging forces in alumina [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1988, 71: C-299-C-301.
- [195] HU XZ, LUTZ EH, SWAIN M. Crack-tip-bridging stresses in ceramic materials [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1991, 74: 1828-1832.

- [196] MORI K, HASHIMURA S. A direct method of measuring bridging stresses [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1998, 81: 738–740.
- [197] MUNZ D. What can we learn from *R*-curve measurements? [J]. Journal of the American Ceramic Society, 2007, 90: 1–15.
- [198] EVANS AG. Perspective on the development of high-toughness ceramics [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1990, 73: 187–206.
- [199] BECHER PF. Microstructural design of toughened ceramics [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1991, 74: 255–269.
- [200] KELLY A. Strong Solids [M]. UK, Oxford: Clarendon, 1966.
- [201] 陈代荣, 韩伟健, 李思维, 等. 连续陶瓷纤维的制备、结构、性能和应用: 研究现状及发展方向[J]. 现代技术陶瓷, 2018, 39: 151–222.
- [202] WEI GC, BECHER PF. Development of SiC-whisker-reinforced ceramics [J]. American Ceramic Society Bulletin, 1985, 64: 298–304.
- [203] COX BN, ZOK FW. Advances in ceramic composites reinforced by continuous fibers [J]. Current Opinion in Solid State & Materials Science, 1996, 1: 666–673.
- [204] 陈玉峰, 洪长青, 胡成龙, 等. 空天飞行器用热防护陶瓷材料[J]. 现代技术陶瓷, 2017, 38: 311–390.
- [205] 刘海韬, 杨玲伟, 韩爽. 连续纤维增强陶瓷基复合材料微观力学研究进展[J]. 无机材料学报, 2018, 33: 711–720.
- [206] RODEL J, FULLER ER, LAWN BR. In situ observations of toughening processes in alumina reinforced with silicon carbide whiskers [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1991, 74: 3154–3157.
- [207] MARSHALL DB, COX BN, EVANS AG. The mechanics of matrix cracking in brittle-matrix fiber composites [J]. Acta Metallurgica, 1984, 33: 2013–2021.
- [208] MACARTNEY LN. Mechanics of matrix cracking in brittle-matrix fiber-reinforced composites. [J] Proceedings of the Royal Society of London A, 1987, 409: 329–350.
- [209] BUDIANSKY B, HUTCHINSON JW, EVANS AG. Matrix fracture in fiber-reinforced ceramics [J]. Journal of Mechanics and Physics of Solids, 1986, 34: 167–189.
- [210] BECHER PF, HSUCH CH, ANGELINI P, et al. Toughening behavior in whisker-reinforced ceramic matrix composites [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1988, 71: 1050–1061.
- [211] ANGELINI P, MADER W, BECHER PF. Strain and fracture in whisker-reinforced ceramics [C] // BECHER PF, SWAIN MV, SOMIYA. Advanced Structural Ceramics 78. USA, Pittsburgh: Materials Research Society of American, 1987: 241–260.
- [212] HUESH CH, BECHER PF, ANGELINI P. Effects of interfacial films on thermal stresses on whisker-reinforced ceramics [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1988, 71: 929–933.
- [213] RUHLE M, DALGLEISH BJ, EVANS AG. On the toughening of ceramics by whisker [J]. Scripta Metallurgica, 1987, 21: 681–686.
- [214] BENNISON ST, LAWN BR. Role of interfacial grain-bridging sliding friction in the crack resistance and strength properties of non-transforming ceramics [J]. Acta Metallurgica, 1989, 37: 2659–2671.
- [215] CHEN IW, ROSENFELTZ A. A tough SiAlON ceramic based on α -Si₃N₄ with a whisker-like microstructure [J]. Nature, 1997, 389 (6652): 701–704.
- [216] RILEY FL. Silicon nitride and related materials [J]. Journal of the American Ceramic Society, 2000, 83: 245–265.
- [217] ZENOTCHKINE M, SHUBA R, KIM JS, et al. *R*-curve behavior of in situ toughened α -SiAlON ceramics [J]. Journal of the American Ceramic Society, 2001, 84: 884–886.
- [218] LEE SG, KIM YW. Relationship between microstructure and fracture toughness of toughened silicon carbon ceramics [J]. Journal of the American Ceramic Society, 2001, 84: 1347–1353.
- [219] TIGES TN, BECHER PF. Particulate and whisker toughened alumina composites [R]. P-155. USA, Warrendale: 22nd Automotive Technology Development Contractor's Coordination Meeting, 1985.
- [220] XIE ZP, LU JW, GAO LC, et al. Influence of different seeds on transformation of aluminum hydroxides and morphology of alumina grains by hot pressing [J]. Materials & Design, 2003, 24: 209–214.

- [221] XU LH, XIE ZP, GAO LC, et al. Synthesis, evaluation and characterization of alumina ceramics with elongated grains [J]. *Ceramics International*, 2005, 31: 953-958.
- [222] LAWN BR, PADTURE NP, BRAUN LM, et al. Model for toughness curves in 2-phase ceramics: I, basic fracture mechanics [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1993, 76: 2235-2240.
- [223] OHJI T, JEONG YK, CHOA YH, et al. Strengthening and toughening mechanisms of ceramic nanocomposites [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1998, 81: 1453-1460.
- [224] WANG L, SHI JL, HUA ZL, et al. The influence of addition of WC particles on mechanical properties of alumina-matrix composite [J]. *Materials Letters*, 2001, 50: 179-182.
- [225] FU CT, WU JM. Microstructure and mechanical properties of Cr_3C_2 particulate reinforced Al_2O_3 matrix composites [J]. *Journal of Materials Science*, 1994, 29: 2671-2677.
- [226] YOON YS, NA SW, LEE J. *R*-curve behavior of Si_3N_4 -BN composites [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2004, 87: 1374-1377.
- [227] RUNYAN JL, BENNISON SJ. Fabrication of flaw-tolerant aluminum-titanate-reinforced alumina [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 1991, 7: 93-99.
- [228] RAVICHANDRAN KS. The mechanics of toughness development in ductile phase reinforced brittle matrix composites [J]. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1992, 40: 1009-1022.
- [229] TVERGAARD V. Effect of ductile particle debonding during crack bridging in ceramics [J]. *International of Mechanical Sciences*, 1992, 34: 635-649.
- [230] BAO G, ZOK F. On the strength of ductile particle-reinforced brittle-matrix composites [J]. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1993, 41: 3515-3524.
- [231] BUDIANSKY B, AMAZIGO JC. Toughening by aligned, frictionally constrained fibers [J]. *Journal of the Mechanics and Physics Solids*, 1989, 37: 93-109.
- [232] PICKENS JR, GURLAND J. The fracture toughness of WC-Co alloys measured on single-edge notched beam specimens precracked by electron discharge machining [J]. *Materials Science and Engineering*, 1978, 33: 135-142.
- [233] SBAIZERO O, PEZZOTI G, NISHIDA T. Fracture energy and *R*-curve behavior of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mo}$ composites [J]. *Acta Materialia*, 1998, 46: 681-687.
- [234] TAI WP, WATANABE T. Preparation and mechanical properties of Al_2O_3 reinforced by submicrometer Co particles [J]. *Journal of Materials Science*, 1998, 33: 5795-5801.
- [235] MARCIN C, KATARZYNA P. Processing, microstructure and mechanical properties of Al_2O_3 -Cr nanocomposites [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2007, 27: 1273-1279.
- [236] BURNS SJ, WEBB WW. Plastic deformation during cleavage of LiF [J]. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 1966, 236: 1165-1168.
- [237] BURNS SJ, WEBB WW. Fracture surface energies and dislocation processes during dynamic cleavage of LiF: I, theory [J]. *Journal of Applied Physics*, 1970, 2078-2085.
- [238] CLEVELAND JJ, BRADT RC. Grain size / microcracking relations for pseudobrookite oxides [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1978, 61: 478-481.
- [239] FU Y, EVANS AG. Microcrack zone formation in single phase polycrystals [J]. *Acta Metallurgica*, 1982, 30: 1619-1625.
- [240] RUGLE M, CLAUSSEN N, HEUER AH. Transformation and microcrack toughening as complementary processes in ZrO_2 -toughened Al_2O_3 [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1986, 69: 195-197.
- [241] GU WH, FABER KT, STEINBRECH RW. Microcracking and *R*-curve behavior in SiC-TiB_2 composites [J]. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1992, 40: 3121-3128.
- [242] SIGL LS, KLEEBE HJ. Microcracking in $\text{B}_4\text{C-TiB}_2$ composites [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1995, 78: 2374-2380.
- [243] SHIN YS, PHEE YW, KANG SJL. Experimental evaluation of toughening mechanisms in alumina-zirconia composites [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1999, 82: 1229-1232.
- [244] FABER KT, IWAGOSHI T, GHOSH A. Toughening by stress-induced microcracking in two-phase ceramics [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1988, 71: C-399-C-401.

- [245] EVANS AG, FABER KT. Crack-growth resistance of microcracking brittle materials [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1984, 67: 255–260.
- [246] HUTCHINSON JW. Crack tip shielding by microcracking in brittle solids. *Acta Metallurgica*, 1987, 35: 1605–1619.
- [247] ROSE RF. Effective fracture toughness of microcracked materials [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1986, 69: 212–214.
- [248] CHARALAMBIDES G, MEMEERING RM. Near-tip mechanics of stress-induced microcracking in brittle materials [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 71: 465–472.
- [249] GARVIE RC, HANNINK RH, PASCOE RT. Ceramic steel [J]. *Nature*, 1975, 258 (5537): 703–704.
- [250] HANNINK RHJ, KELLY PM, MUDDLE BC. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2002, 85: 461–487.
- [251] KELLY PM, ROSE LRF. The martensitic transformation in ceramics: its role in transformation toughening [J]. *Progress in Materials Science*, 2002, 47: 463–557.
- [252] CHEVALIER J, GREMILLARD L, VIRKAR AV, et al. The tetragonal-monoclinic transformation in zirconia: lessons learned and future trends [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2009, 92: 1901–1920.
- [253] LANGE FF. Transformation toughening: I, size effects associated with the thermodynamics of constrained transformations [J]. *Journal of Materials Science*, 1982, 17: 225–234.
- [254] LANGE FF. Transformation toughening: II, contribution to fracture toughness [J]. *Journal of Materials Science*, 1982, 17: 235–239.
- [255] LANGE FF. Transformation toughening: III, experimental observations in the $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ system [J]. *Journal of Materials Science*, 1982, 17: 240–246.
- [256] LANGE FF. Transformation toughening: IV, Fabrication, fracture toughness and strength of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ composites [J]. *Journal of Materials Science*, 1982, 17: 247–254.
- [257] LANGE FF. Transformation toughening: V, Effect of temperature and alloy on fracture toughness [J]. *Journal of Materials Science*, 1982, 17: 255–262.
- [258] ESHELBY JD. Determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion and related problems [J]. *Proceedings of the Royal Society of London A*, 1957, 241: 376–396.
- [259] MCMEERING RM, EVANS AG. Mechanics of transformation-toughening in brittle materials [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1982, 65: 242–246.
- [260] EVANS AG, CANNON RM. Toughening of brittle solids by martensitic transformations. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1986, 34: 761–800.
- [261] MARSHALL DB, SHAW MC, DAUSKARDT RH, et al. Crack-tip transformation zones in toughened zirconia [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1992, 75: 2659–2666.
- [262] CHEN XM, YANG B. A new approach for toughening of ceramics [J]. *Materials Letters*, 1997, 33: 237–240.
- [263] ZHAN GD, KUNTZ J, WAN JL, et al. Spark-plasma-sintered $\text{BaTiO}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$ nanocomposites [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2003, 356: 443–446.
- [264] RATTABACHAN S, MIYASHITA Y, MUTOH Y. Effect of polarization on fracture toughness of $\text{BaTiO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ composites [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2004, 24: 775–783.
- [265] YANG B, CHEN CM. Alumina ceramics toughened by a piezoelectric second phase [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2000, 20: 1687–1690.
- [266] LIU YG, JIA DC, ZHOU Y. Microstructure and mechanical properties of a lithium tantalate-dispersed-alumina ceramic composite [J]. *Ceramics International*, 2002, 28: 111–114.
- [267] RATTANACHAN S, MIYASHITA Y, MUTOH Y, et al. Fracture toughness of $\text{BaTiO}_3\text{-MgO}$ composites sintered by spark plasma sintering [C] // BRADT RC, MUNZ D, SAKAI M, et al. *Fracture Mechanics of Ceramics*, Vol. 14. USA, Boston: Springer, 2005: 287–295.
- [268] CHEN XM, LIU XQ, LIU F, et al. 3Y-TZP ceramics toughened by $\text{Sr}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ secondary phase [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2001, 21: 477–481.

- [269] LIU XQ, CHEN XM. Toughening of 8Y-FSZ ceramics by neodymium titanate second phase [J]. Journal of the American Ceramic Society, 2005, 88: 456-458.
- [270] LI J, CUI BC, WANG HN, et al. The effects of spark-plasma sintering (SPS) on the microstructure and mechanical properties of BaTiO₃/3Y-TZP composites [J]. Materials, 2016, 9: No. 320.
- [271] LI JY, DAI H, ZHONG XH, et al. Lanthanum zirconate ceramic toughened by BaTiO₃ secondary phase [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2008, 452: 406-409.
- [272] JIANSIRISOMBOON S, SONGSIRI K, WATCHARAPASORN A, et al. Mechanical properties and crack growth behavior in poled ferroelectric PMN-PZT ceramics [J]. Current Applied Physics, 2006, 6: 299-302.
- [273] DUBEY AK, ANUMOL EA, BALANI K, et al. Multifunctional properties of multistage spark plasma sintered HA-BaTiO₃-based piezobiocomposites for bone replacement applications [J]. Journal of the American Ceramic Society, 2013, 96: 3753-3759.
- [274] BOCCACCINI AR, PEARCE DH. Toughening of glass by a piezoelectric secondary phase [J]. Journal of the American Ceramic Society, 2003, 86: 180-182.
- [275] VERMA AS, KUMAR D, DUBEY AK. A review of an innovative concept to increase the toughness of the ceramics by piezoelectric secondary phase [J]. Ceramics International, 2018, 44: 16119-16127.
- [276] CUI KK, ZHANG YY, FU T, et al. Toughening mechanism of mullite matrix composites: a review [J]. Coatings, 2020, 10: No. 672.
- [277] HUBNER H, JILLEK W. Subcritical crack extension and crack resistance in polycrystalline alumina [J]. Journal of Materials Science, 1977, 12: 117-125.
- [278] STEINBRECH RW, KNEHANS R, SCHAARWACHTER W. Increase of crack resistance during slow crack growth in Al₂O₃ bend specimens [J]. Journal of Materials Science, 1983, 18: 265-270.
- [279] WIEDERHORN SM, BOLZ LH. Stress corrosion and static fatigue of glass [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1970, 53: 543-548.
- [280] WIEDERHORN SM. Subcritical crack growth in ceramics [C] // in BRADT BC, HASSELMAN DPH, LANGE FF. Fracture Mechanics of Ceramics, Vol. 2. USA, New York: Plenum Press, 1974: 613-646.
- [281] GRIMES RE, KELKAR GP, GUAZZONE L, et al. Elevated-temperature *R*-curve behavior of a polycrystalline alumina [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1990, 73: 1399-1404.
- [282] STEINBRECH RW, REICHL A, SCHAARWACHTER W. *R*-curve behavior of long cracks in alumina [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1990, 73: 2009-2015.
- [283] LLORCA J, STEINBRECH RW. Fracture of alumina: an experimental and numerical study [J]. Journal of Materials Science, 1991, 26: 6383-6390.
- [284] FETT T, MUNZ D, SEIDEL J, et al. Correlation between long and short crack *R*-curves in alumina using crack opening displacement and fracture mechanical weight function approach [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1996, 79: 1189-1196.
- [285] MESCHKE M, RADDATZ O, KOLLECK A, et al. *R*-curve and crack-closure stresses in barium titanate and (Mg,Y)-PSZ [J]. Journal of the American Ceramic Society, 2000, 83: 353-361.
- [286] KRAUSE RF. Rising fracture toughness from the bending strength of indented alumina beams [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1988, 71: 338-43.
- [287] KRAUSE RF, FULLER ER, RHODES JF. Fracture resistance behavior of silicon carbide whisker-reinforced alumina composites with different porosities [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1990, 73: 559-566.
- [288] HOMENY J, BAUGHN WL. *R*-curve behavior in silicon carbide whisker-alumina matrix composite [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1990, 73: 2060-2062.
- [289] LI CW, YAMANIS J. Super-tough silicon nitride with *R*-curve behavior [J]. Ceramics Engineering and Science Proceedings, 1989, 10: 632-645.
- [290] ANDERSON RM, BRAUN LM. Technique for the *R*-curve determination of Y-TZP using indentation technique [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1990, 73: 3059-3062.
- [291] COOK RF, LAWN BR. A modified indentation toughness technique [J]. Journal of the American

- Ceramic Society, 1983, 66: C-200-C-201.
- [292] HUTCHINSON JW. Initial crack growth tearing resistance in transformation-toughening ceramics [C] // IIDA K, MCEVILY. Advanced Materials for Severe Service Applications. UK, London: Elsevier, 1987: 77-89.
- [293] LI CW, LEE DJ, Lui SC. *R*-curve and strength for in-situ reinforced silicon nitrides with different microstructures [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1992, 75: 1777-1785.
- [294] GONG JH, GUAN ZD. *R*-curve behavior of indentation cracks in silicon nitride based ceramic composite [J]. Journal of Non-Crystalline Solids, 1994, 177: 46-53.
- [295] SMITH SM, SCATTERGOOD RO. Determination of short-crack toughness curves [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1996, 79: 129-136.
- [296] RAMACHANDRAN N, SHETTY DK. Rising crack-growth-resistance (*R*-curve) behavior of toughened alumina and silicon nitride [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1991, 74: 2634-2641.
- [297] PASUPULETI S, PEDDETTI R, SANTHANAM S, et al. Toughening behavior in a carbon nanotube reinforced silicon nitride composites [J]. Materials Science and Engineering A, 2008, 491: 224-229.
- [298] PASUPULETI S, PEDDETTI R, SANTHANAM S, et al. The effect of nano-sized sintering aids on toughening behavior of silicon nitride [J]. Journal of Materials Science, 2008, 43: 2799-2805.
- [299] MENG SH, LIU GQ, AN J, et al. Effect of different additives on microstructure and crack resistance for an ultra-high temperature ceramic [J]. International Journal of Refractory Metals & Hard Materials, 2009, 27: 813-816.
- [300] WU WW, GUI JY, ZHU TB, et al. The effect of residual stress on whisker reinforcements in $\text{SiC}_w\text{-Al}_2\text{O}_3$ composites during cooling [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017, 639-643.
- [301] EVANS AG. Toughening mechanisms in zirconia alloys [C] // CLAUSSEN N, RUEHLE M, HEUER AH. Advances in Ceramics, Vol. 12, USA, Columbus: American Ceramic Society, 1984: 193-212.
- [302] KENDALL K, ALFORD MN, TAN SR, et al. Influence of toughness on Weibull modulus of ceramic bending strength [J]. Journal of Materials Research, 1986, 1: 120-123.
- [303] TANAKA K, SUZUKI K, TANAKA H. Evaluation of critical defect size of ceramics [C] // BRADT RC, HASSELMAN DPH, MUNZ D, et al. Fracture Mechanics of Ceramics, Vol. 9. USA, New York: Plenum Press, 1992: 289-303.
- [304] SHETTY DK, WANG JS. Crack stability and strength distribution of ceramics that exhibit rising crack-growth-resistance (*R*-curve) behavior [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1989, 72: 1158-1162.
- [305] TARRGO JM, COUREAUX D, TORRES Y, et al. Microstructural effects on the *R*-curve behavior of WC-Co cemented carbides [J]. Materials & Design, 2016, 97: 492-501.
- [306] GONG JH, GUAN ZD. Crack-location-dependent *R*-curve behavior in Si_3N_4 [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2000, 20: 1339-1344.
- [307] GONG JH, GUAN ZD. Characterization of *R*-curve behaviors in Si_3N_4 -based ceramics [J]. Materials Science and Engineering A, 2001, 318: 42-49.
- [308] RITTER JE, MAHONEY FM, JAKUS K. A comparison of Vickers and Knoop indentation in soda-lime glass [C] // BRADT RC, EVANS AG, HASSELMAN DPH, et al. Fracture Mechanics of Ceramics, Vol. 8. USA, New York: Plenum, 1986: 213-223.
- [309] FRANCO A, ROBERYS SG, WARREN PD. Fracture toughness, surface flaw sizes and flaw densities in Al_2O_3 [J]. Acta Materialia, 1997, 45: 1009-1015.
- [310] 龚江宏, 关振铎. 陶瓷材料压痕韧性的统计性质[J]. 无机材料学报, 2002, 17: 96-104.
- [311] WANG JQ, GONG JH, GUAN ZD. Variation of the indentation toughness of silicon nitride [J]. Materials Letters, 2002, 57: 643-646.
- [312] PADMANABHAN SK, BALAKRISHNAN A, CHU MC, et al. Micro-indentation fracture behavior of human enamel [J]. Dental Materials, 2010, 26: 100-104.
- [313] NAM HS. Statistical analysis of Vickers hardness and toughness of repeated crack-healing SiC composite ceramics considering economics [J]. Journal of Ceramic Processing Research, 2019, 20: 379-387.