

ZrO₂ 相变多晶体塑性变形局部化行为的宏观—细观实验研究*

孙庆平 赵智军 卿新林 陈渭泽 戴福隆

(清华大学工程力学系, 北京 100084)

摘 要

本文首次综合运用高密度光栅、形貌仪以及激光 Raman 微探针技术对 ZrO₂ 相变多晶体陶瓷材料的应力协助相变塑性行为进行了宏观—细观实验研究, 发现了室温下材料受单轴拉伸和单轴压缩均匀应力以及受三点弯曲载荷时的塑性变形局部化行为. 实验结果表明: 相变塑性变形局部化以体膨胀剪切带的形式发生, 宏观的变形局部化对应着微观上马氏体相变的局部化. 这为进一步深入研究相变塑性局部化和相变塑性本构关系提供了重要的实验依据.

关键词 ZrO₂ 多晶体陶瓷、相变塑性、变形局部化

以 CeO₂ 作为稳定剂的四方相 ZrO₂ 多晶体 (Ce-TZP, Ceria-Stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystal), 是一种性能优良的新型结构陶瓷材料. 由于多晶体中四方相 ZrO₂ 晶粒受应力协助 (Stress-assisted) 而发生的四方至单斜 ($t \rightarrow m$, tetragonal to monoclinic) 马氏体相变可对宏观裂纹尖端应力场形成屏蔽从而大大提高材料的断裂韧性, 使得近 10 年来国际上对 ZrO₂ 多晶体由相变引起的塑性行为进行了大量的研究并取得了很大的进展^[1-3], 其中包括陶瓷相变塑性屈服的应力敏感性, 陶瓷相变的热弹性马氏体特征以及相应的伪弹性和形状记忆行为等等. 然而有关相变塑性的一些重要性质和现象仍有待于从理论和实验上加以揭示. 1988 年 Rose 和 Swain^[4] 首先在试验温度接近 Ms (马氏体相变起始温度) 时观察到 Ce-TZP 陶瓷裂纹尖端前方树枝状相变区, 这一现象是现有的相变塑性理论和区域屏蔽理论所无法解释的, 当时曾认为此现象与相变塑性变形局部化有关. 但到目前为止, 由于实验上的困难以及测量分析手段的限制, 有关相变塑性变形局部化行为的系统研究尚未见报道. 本文首次综合运用高密度云纹、形貌仪以及激光 Raman 微区测量技术对 Ce-TZP 材料在室温下受单轴拉伸、单轴压缩以及三点弯曲载荷时的相变塑性变形局部化行为进行了系统地实验量测, 为深入研究相变多晶体细观本构理论和变形局部化行为提供了重要的实验依据.

1992-11-18 收稿, 1993-06-26 收修改稿.

* 国家自然科学基金资助项目.

1 实 验

1.1 试件

试验所用材料为 10mol%CeO₂-TZP, 经制粉、球磨、造粒、干压成型和等静压工序后得到坯体, 然后在 1400°C 下烧结 4h, 最后进行机加工再抛光成尺寸分别为 1×10×80mm³, 4×5×10mm³ 和 4×5.3×24mm³ 的单轴拉、压及三点弯曲试件, 并在特制的专用装置上进行加载. 为保证实验精度, 试件尺寸的加工误差控制在 5μm 以内.

1.2 试件表面变形场的测量

面内位移场采用云纹干涉法测量, 将 1200 线/mm 高密度正交位相型反射光栅复制在被测试件表面. 而垂直于试件表面的离面位移则采用具有高分辨率、高精度的表面形貌测量系统 (Taylor-Surf.) 进行测量. 测试前将试件表面抛成平面. 采用探头在试件表面进行扫描测量, 可获得试件的全场离面位移分布.

1.3 显微结构分析

相变塑性区内相应的材料显微结构变化采用激光 Raman 微探针技术测量. 通过对已知单斜相含量的均匀试件 X 射线衍射结果和 Raman 测试结果进行标定, 即可由实测的名义 Raman 相含量而得到相变区内真实的单斜相含量分布.

2 实验结果与讨论

2.1 面内位移

(1) 单轴拉伸试件. 当外加应力达到约 80MPa 时, 试件的载荷位移曲线经一微小载荷跌落出现一屈服平台, 相应地在云纹干涉仪上可清楚地观察到试件均匀拉伸段内首先出现两条约 0.1mm 宽的垂直于拉应力方向的相互平行的变形集中带状区域 (相变带), 进一步加载使这两条相变带增宽并迅速汇合成一个. 卸载后试件面内的轴向 (拉应力方向) 和横向 (垂直于拉应力方向) 等位移条纹图分别如图 1(a), (b) 所示, 可见带内应变远高于带外.

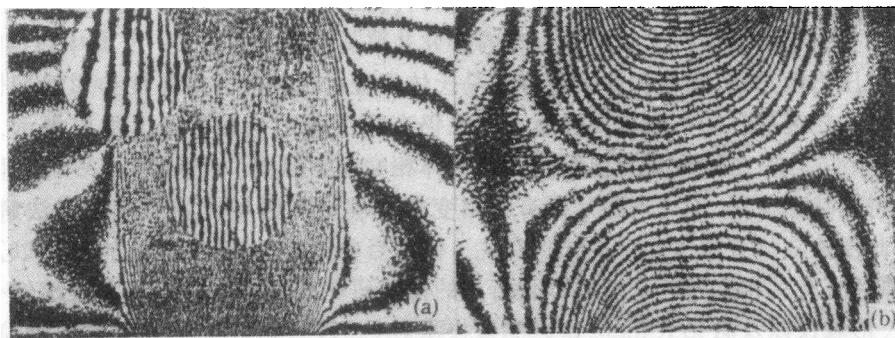


图 1 单轴拉伸试件面内等位移条纹图

(a) 轴向位移, (b) 横向位移

(2) 单轴压缩试件. 与拉伸情况类似, 当压缩应力达到约 300MPa 时 (由于相变塑性屈服的应力敏感性^[2,9], 受压屈服应力远高于受拉屈服应力), 初始的均匀的弹性等位移场云纹图迅速变为非均匀的位移场. 图 2 的照片是试件卸载后记录到的横向 (垂直于压缩应力方向) 位移等

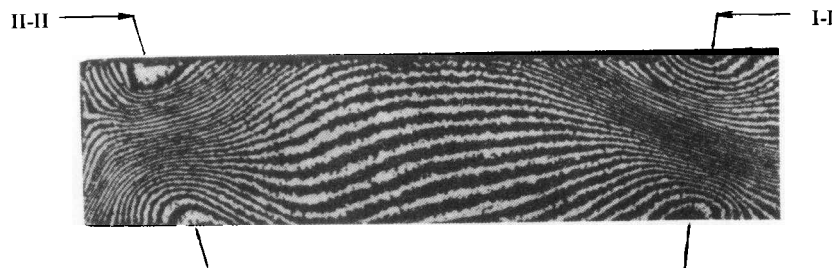


图2 单轴压缩试件横向位移等位移条纹图

位移场条纹图,可见在靠近试件两端附近形成了与轴向应力成一定夹角的变形集中区。

(3) 三点弯曲试件. 由于受拉相变屈服应力远低于受压, 因此相变首先在梁的受拉边发生. 图 3(a),(b) 分别是卸载前后所记录到的梁的侧面的面内轴向位移 (平行于梁的拉伸应力

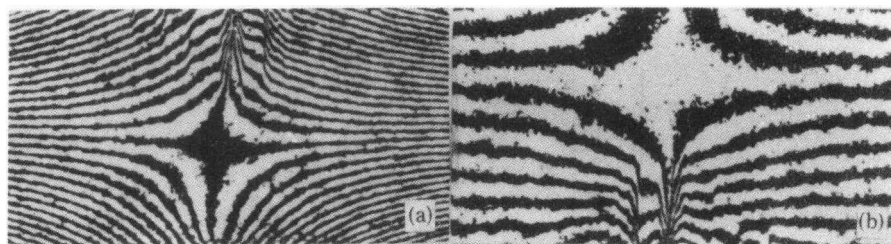


图3 三点弯曲试件轴向位移等位移条纹图

(a) 卸载前, (b) 卸载后

方向)的云纹图. 由图中可见, 不同于均匀相变准则^[9]所描绘的相变区, 此时的相变区为垂直于拉伸应力方向的窄带 (注意: 图 (a)、图 (b) 互为倒置)。

(4) 相变区内的体积应变与剪切应变分布. 图 4(a),(b),(c) 分别是由单轴拉伸试件卸载后的云纹图经过计算而获得的相变带内外的典型的轴向应变 (ϵ_x^p), 横向应变 (ϵ_y^p) 和面内剪切应变 (ϵ_{xy}^p) 分布图. 从图中可见, 轴向残余应变远高于横向应变, 这表明相变塑性远非均匀体积膨胀, 相变时的晶格剪切对宏观塑性亦有很大贡献. 图 5(a),(b) 分别是单轴拉伸试件相应的塑性体积应变和等效应变分布图. 由此可见相变塑性变形局部化是以体膨胀剪切带的形式发生的。

2.2 离面位移

由于四方至单斜相变时的晶格体积膨胀, 必将在试件表面变形局部化区域内形成表面浮凸, 本文采用表面形貌测量系统 (Taylor-Surf) 精确地测定了由相变引起的表面离面位移. 图 6 的照片是在光学显微镜下拍摄到的三点弯曲梁受拉面的与变形局部化体膨胀剪切带相对应的浮凸带, 图 8(a),(b),(c) 分别是三点弯曲试件卸载后在梁的受拉面、侧面受拉边以及受压面所记录到的典型的表面离面位移形貌图 (经数字滤波处理). 由图中可见最大浮凸离面位移为 $1.2\mu\text{m}$.

2.3 相变区单斜相含量分布

图 7 中 (a), (b) 分别是对单轴压缩试件沿位置 I-I 和 II-II 采用激光 Raman 微探针所测得

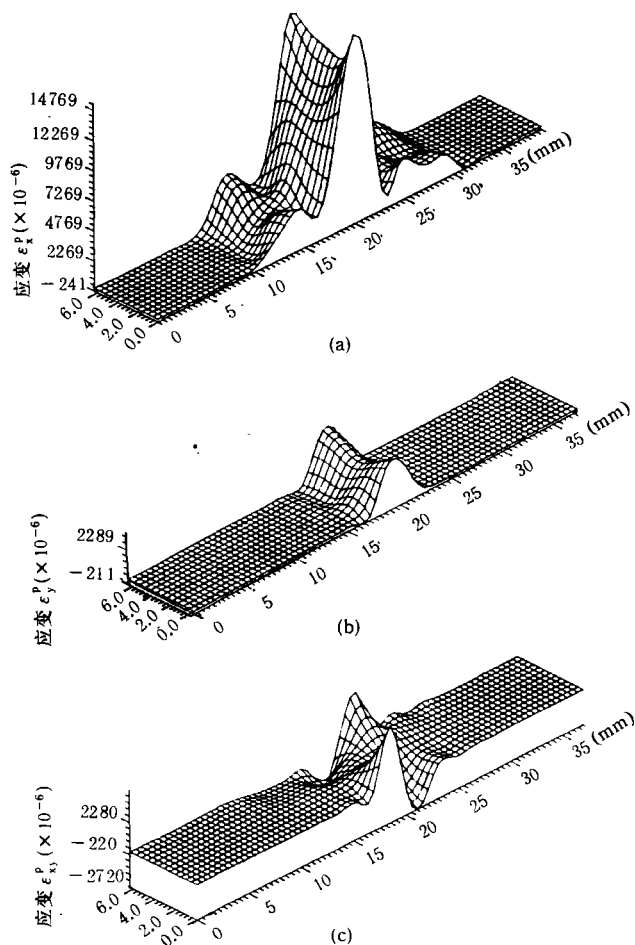


图 4 单轴拉伸试件残余应变分布

(a) ϵ_x^p , (b) ϵ_y^p , (c) ϵ_z^p

的单斜相含量分布图。可见带内的单斜相含量远高于带外,因此上述变形局部化微观上对应着相变的局部化。需要说明的是, ZrO_2 发生 $t \rightarrow m$ 相变时晶格体膨胀约为 4.5%, 因而由试件宏观的塑性体积应变亦可计算出相变带内的由于应力协助相变而导致的单斜相体积分数的增加。对三点弯曲梁受拉面相变带按多层巢状夹杂反问题模型的计算结果也证实了上述 Raman 测量结果与形貌仪及云纹法测量结果之间的一致性。本文试验中试件稳定剂 (CeO_2) 含量为 10mol%, 显然 CeO_2 稳定剂含量和试验温度对屈服应力以及变形局部化程度均有重要影响, 其影响规律有待于在今后的实验中系统地研究。

3 结 论

本文综合运用高密度云纹、形貌仪和激光 Raman 微探针技术, 对 Ce-TZP 相变多晶体在室温

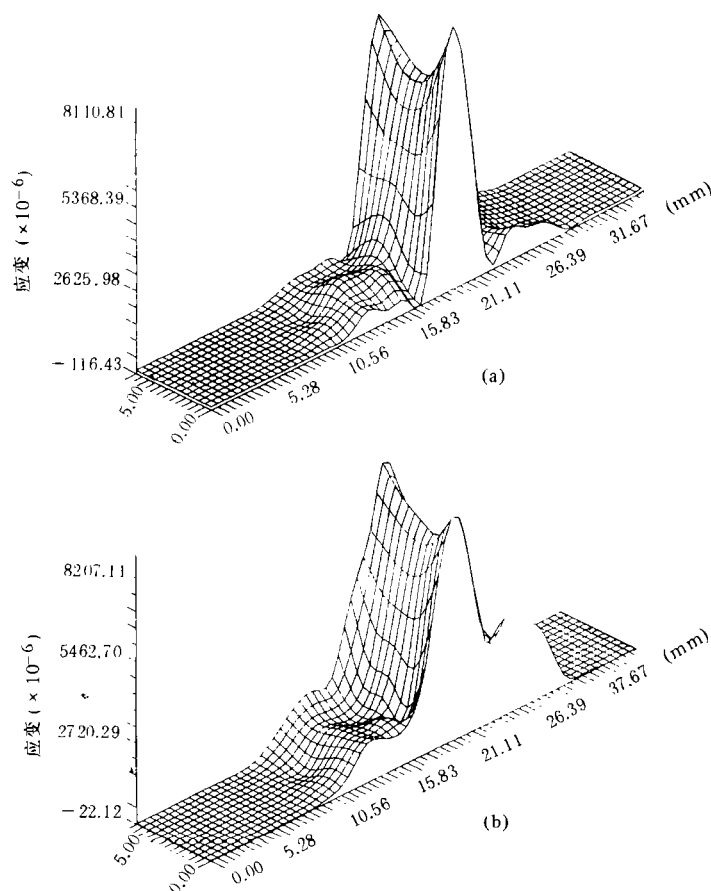


图5 单轴拉伸试件塑性体积应变和等效应变在试件表面分布

(a) 体积应变 $\varepsilon_v^p = \varepsilon_{ii}^p / 3$, (b) 等效应变 $\varepsilon_e^p = \sqrt{\frac{2}{3} \varepsilon_{ij}^p \varepsilon_{ij}^p}$

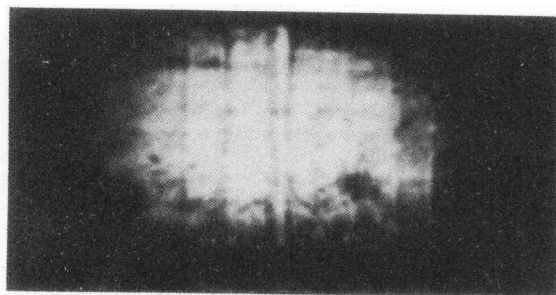


图6 三点弯曲梁受拉面的表面局部浮凸带(放大12倍)

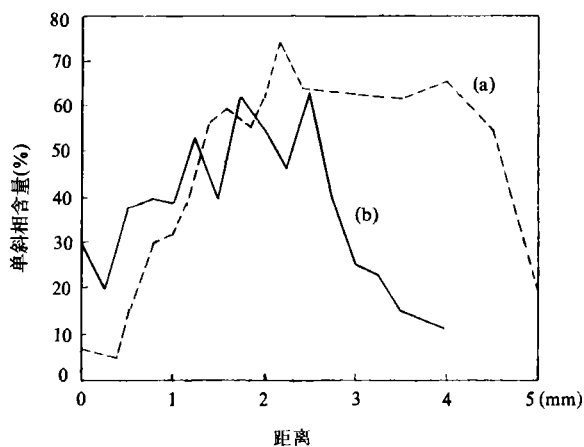


图7 单轴压缩试件相变带内外单斜相含量分布
(a)沿图2中I-I方向, (b)沿图2中II-II方向

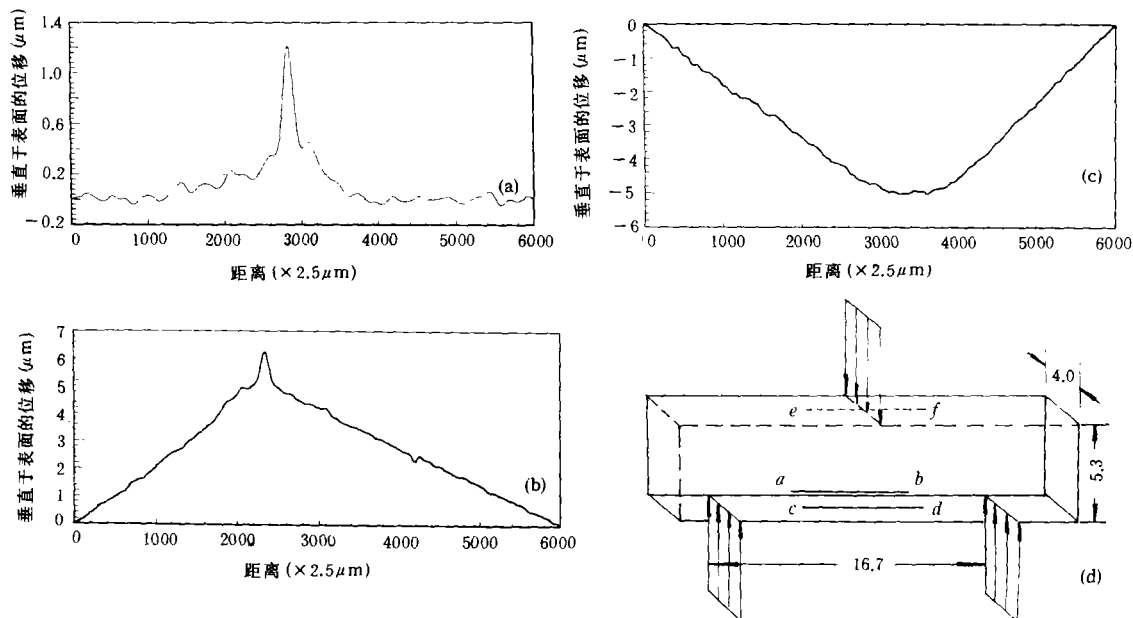


图 8 三点弯曲梁表面离面位移形貌

(a) 侧面受拉边沿直线 ab , (b) 受拉面沿直线 cd , (c) 受压面沿直线 ef , (d) 示意图

下的应力协助相变塑性行为进行了宏观相结合的实验研究, 结果一致表明:

(1) 室温下均匀受力状态试件的相变塑性可以在局部窄带内发生, 带内塑性体积膨胀与剪切变形同量级, 即变形局部化表现为宏观体膨胀剪切带。

(2) 宏观塑性变形局部化, 对应着微观上相变的局部化, 体膨胀剪切带内单斜相含量远高于带外。试件表面出现局部带状表面浮凸。

致谢 清华大学摩擦学国家重点实验室、分析中心以及材料系对本项研究给予了大力支持, 特此致谢。

参 考 文 献

- [1] Sun, Q. P., Hwang, K. C., *Advances in Applied Mechanics* (eds. Hutchinson, J. W., Wu, T. Y.), Vol.31, Academic Press, New York, 1993.
- [2] Sun, Q. P., Hwang, K. C., Yu, S. W., *J. Mech. Phys. Solids*, 1991, **39**: 507—524.
- [3] Evans, A. G., Cannon, R. M., *Acta Metall.*, 1986, **34**: 761—800.
- [4] Rose, L. R. F., Swain, M. V., *Acta Metall.*, 1988, **36**: 955—962.
- [5] Chen, I. W., Reyes-Morel, P. E., *J. Am. Ceram. Soc.*, 1986, **69**: 181—189.
- [6] Reyes-Morel, P. E., Chen, I. W., *J. Am. Ceram. Soc.*, 1988, **71**: 343—353.