

玻璃—金属复合材料界面应力 显微压痕测试方法

马 天 飞

(中国科学院长春光机所)

程 继 健

(华东化工学院)

摘要: 本文提出了玻璃—金属复合材料界面应力的显微压痕测试方法。并使用这一方法测试了玻璃—铝复合材料的界面应力。

一、引 言

在玻璃—金属复合材料的研究中,常常由于两相材料的热性能不相匹配而产生界面应力,它影响了材料的制备及其性能。因此,界面应力的测试对于玻璃—金属复合材料的研究具有十分重要的意义。

由于玻璃—金属复合材料的研究仍处于探索阶段,目前还没有一种比较完善的测试界面应力的方法。Stett等^[1]曾采用X—射线应力测试技术测定了玻璃—镍复合材料中的界面应力。在这个方法中,以金属镍晶格参数 d (即 2θ 值)的变化趋势来间接地确定界面应力状态。但是,这种方法不能确切地测出界面应力的大小,难以进行定量分析。同时,由于金属具有良好的延展性,在应力较大的情况下,晶格参数的变化不能如实地反映出实际界面应力变化情况。

本文依据玻璃的压痕断裂与应力场之间的关系,提出了用显微压痕测试玻璃—金属复合材料界面应力的方法,并测试了在不同烧结工艺下制备的玻璃—铝复合材料的界面应力,取得了较为满意的结果。

二、基本原理

显微压痕法测定玻璃—金属界面应力是根据玻璃中裂纹扩展与玻璃中应力状态之间的关系,采用显微硬度的测试方法,对界面附近的玻璃相进行压痕,测量其压痕两对角线方向裂纹长度的变化。

当硬度压头作用于玻璃表面时,压头附近的玻璃中形成一个应力场^[2]。在这个应力场的作用下,玻璃在压痕尖角处产生裂纹。如果玻璃中预先存在压应力时,裂纹在玻璃中的扩展则受到压应力的抑制作用,沿压痕两对角线方向的裂纹长度相应地发生变化。玻璃中压应力

值愈大，裂纹的长度愈小。因此通过测试玻璃表面压痕两对角线方向裂纹的长度，就可以求出玻璃中压应力的大小。

玻璃——金属复合材料中的界面应力是因两相热性能不匹配引起的。当 $\alpha_{\text{玻璃}} < \alpha_{\text{金属}}$ 时，在两相界面处玻璃处于压应力状态，而金属则处于张应力状态。两者大小相等，方向相反。因此只要测出界面附近玻璃中的应力大小，即可获得玻璃——金属复合材料中的界面应力。

三、测试方法

1. 应力计算

界面应力的测试在数字显微硬度仪上进行。测试方法与Vickers硬度的测试方法相同。压痕裂纹的形状如图1所示。

根据显微压痕断裂机理的分析^[3-5]，其应力强度因子 k 可表示为：

$$k = x p / c^{3/2} - 2m\sigma_R(c/\pi)^{1/2} \quad (1)$$

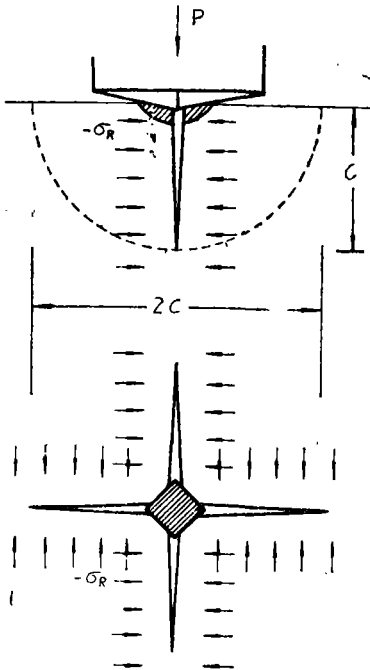


图1 压痕裂纹示意图 (维氏压头)
(阴影部分为中心变形区)

其中 x —无因次接触常数 (与试样及压头的细节有关)；

p —压头负荷；

c —裂纹长度 (如图)；

m —无因次修饰因子；

σ_R —玻璃中压应力。

式中第一项表征了压头应力场对裂纹扩展的驱动力；第二项表示了玻璃中压应力对裂纹扩展的阻力。如果所测试样为退火玻璃，则有

$$k = x p / c^{3/2} \quad (\sigma_R = 0) \quad (2)$$

当裂纹在长大过程中处于稳定的平衡状态时，其应力强度因子 $k = k_c = \text{常数}$ ，其中 k_c 为玻璃的断裂韧性。因此，公式(1)和(2)也可写成如下形式：

$$(p/c^{3/2})\sigma_R = k_c/x + 2m\sigma_R c^{1/2} / \pi^{1/2} x \quad (3)$$

$$\text{和 } (p/c^{3/2})_0 = k_c/x \quad (\sigma_R = 0) \quad (4)$$

根据上述关系，取不同的压头负荷，测其压痕裂纹长度 $2c$ ，以 $(p/c^{3/2})\sigma_R$ 对 $c^{1/2}$ 作图，便可从其直线的斜率求出界面应力 σ_R 。式中的接触常数 x 可从退火玻璃 ($\sigma_R = 0$) 的测试结果中求出。

2. 试样制备

在玻璃——金属复合材料中，金属相以颗粒形式分散于玻璃基质内，因此，无法用压痕法直接测试两相界面。在实验中，采用与复合材料相同的烧结工艺，将玻璃和金属薄片复合在一起，作为测试样品。所用玻璃和金属材料分别为高膨胀 $\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{SiO}_2$ 系统玻璃和高纯铝板，其物理性能列于表1。

表1 所用玻璃与金属铝的物理性质

材 料	热膨胀系数 $\alpha (X10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1})$	弹性模量 $E (\text{kg}/\text{mm}^2)$	泊 松 比 μ	密 度 $d (\text{g}/\text{cm}^3)$
玻 璃	160	7410	0.22	2.64
金属铝板	254	7100	0.31	2.76

玻璃薄片和金属铝板分别经过精细研磨和抛光，并依次用丙酮、乙醇和去离子水清洗干净。干燥后，将玻璃薄片置于铝板上送入电阻炉内烧结。烧结好的试样（仍称之为玻璃—铝复合材料）再经退火处理和表面抛光后，即可进行测试。试样的尺寸为 $15 \times 15 \times 1.6 \text{mm}$ ，其中玻璃的厚度为 $150 \mu\text{m}$ 。

退火玻璃试样与复合材料的玻璃组成相同，试样的尺寸为 $15 \times 15 \times 2 \text{mm}$ 。

测试所用压头负荷分别为 10g 、 25g 、 50g 、 100g 和 200g ；加载时间为5秒。

四、结果与讨论

图2给出了退火玻璃及玻璃—铝复合材料试样的测试结果。其中每个数据点为5个测点的平均值，裂纹长度 $2c$ 的数据离散度为 $\pm 0.1 \mu\text{m}$ 。

从图中可以看出，在不同压头负荷下，退火玻璃的测试值基本在直线 $p/c^{3/2} = 9.68 \text{MN} \cdot \text{m}^{-3/2}$ 上下波动。而玻璃—铝复合材料的测试值随着压头负荷的增加， $p/c^{3/2}$ 值逐渐增大，成为一条截距为 $9.68 \text{MN} \cdot \text{m}^{-3/2}$ 的直线。说明实验测得的结果与公式(3)所表示的线性关系之间具有较好的一致性。

将 $p/c^{3/2}$ 代入公式(4)，并取 k_c 值为 $0.75 \text{MN} \cdot \text{m}^{-3/2}$ (该玻璃的三点弯曲法测试值)，可求得接触常数 α 为 0.0775 。因为在整个裂纹长度内玻璃中应力梯度可以忽略不计，根据Kobayashi研究的结果，^[7] 修饰因子 m 可取值为1。因此，从图2中直线2的斜率可求出该试样的界面应力值 σ_R 为 56.70MPa 。

实验中发现，在较低的压头负荷时，裂纹发育的不完善，裂纹长度 $2c$ 只略长于压痕对角线长度，因而其相对误差较大；而在压头负荷过大时，压痕周围出现玻璃炸裂现象，给裂纹长度的精确测量带来困难。因此选择合适的加载负荷对提高测试的精度是十分必要的。对该试样较为合适的负荷为 50g 左右，其裂纹长度约为压痕对角线长度的2倍。

在实验中，应用上述测试方法测试了采用不同烧结工艺制备的玻璃—铝复合试样。所用两类试样的工艺条件为(1)在空气中 540°C 下烧结，烧结时间分别为 50 、 60 、 75 、 90 、 120 分钟；

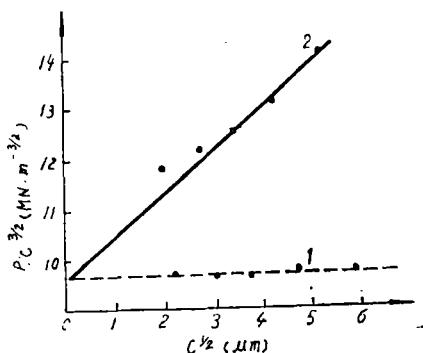


图2 压痕裂纹测试结果

- 1—退火玻璃 ($\sigma_R = 0$)
- 2—玻璃—铝复合试样 (空气中 540°C 下烧结50分钟)

(2) 分别在氮气、空气、氧气中烧结50分钟。

界面应力随烧结时间的变化示于图3。随着烧结时间的延长,两相之间的界面应力值逐渐减小。表2给出了采用不同烧结气氛制备的试样测试结果。可以看出,试样的界面应力按氮气、空气、氧气的顺序依次减小,即随着烧结气氛中氧分压的增大而减小。

表2 烧结气氛对界面应力的影响(540℃、50min)

烧结气氛	氮 气	空 气	氧 气
界面应力(MPa)	90.5±2.0	56.7±1.8	31.7±1.5

对玻璃—铝两相界面结合机理的研究结果表明^[8],玻璃与铝之间的界面结合主要是借助于金属铝的表面氧化层来实现的。在烧结过程中,铝表面的氧化层逐渐溶解于界面附近的玻璃中,并进一步向远离界面的玻璃深层扩散,与此同时,失去表面氧化层的金属铝又继续氧化。结果在基质玻璃与金属铝的界面处形成了一个中间过渡层(如图4所示),使玻璃与金属之间形成良好的界面结合。

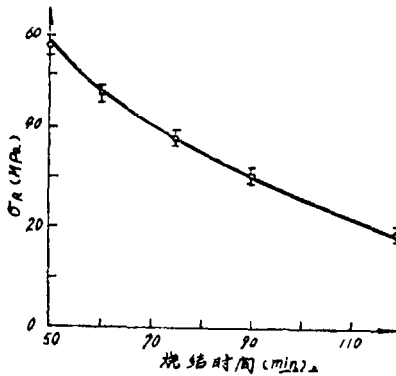


图3 不同烧结时间对界面应力的影响(空气中540℃)

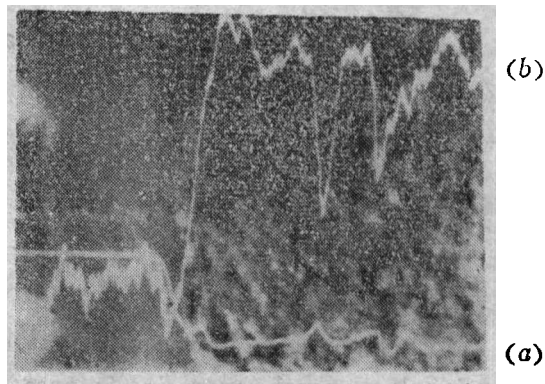


图4 玻璃铝界面电子探针分析
(a) Al分布曲线; (b) O分布曲线

由于中间过渡层的存在,减小了界面处两相材料之间的差异,从而降低了由热性能不匹配造成的界面应力。而烧结气氛中氧分压的增加,加速了金属铝氧化反应的进行;烧结时间的延长,使进入玻璃中的Al³⁺离子增多,扩散深度变大。这两个因素作用的结果,使中间过渡层的厚度进一步增加,界面处两相材料之间的差异愈加变小。因此界面应力也就随之而减小。

因此说,显微压痕法测得的结果较好地反映了玻璃—铝两相界面处的应力变化趋势。

五、结 束 语

本文探索性地提出了界面应力显微压痕测试方法,并将其应用于玻璃—铝复合材料界面应力的测试,测试结果较好地反映了玻璃—铝复合材料界面应力随烧结工艺的变化情况。该方法具有设备简单、操作方便等特点。但是,含有金属分散相的玻璃—金属复合材料中应力场的分布与测试中所用片状试样中的应力场有所不同,其中界面应力中径向应力值

被忽略。所以用上述方法测得的结果只反映了复合材料中实际界面应力的变化趋势。尽管这样,这种测试方法对玻璃—金属复合材料的研究,仍不失为一种有效的测试手段。

参 考 文 献

- [1] M.A.Stett, R.M.Fulrath, J. Am. Ceram. Soc., 53 [1] 5—13 (1970)
- [2] B.R.Lawn, T.R.Wilshaw, J. Mater. Sci., 10 [6] 1049—81 (1975)
- [3] B.R.Lawn, E.R.Fuller, *ibid* [12] 2016—24
- [4] B.R.Lawn, T.Jensen, A.Arora, *ibid* 11 [3] 573—75 (1976)
- [5] D.B.Marshall and B.R.Lawn, J. Am. Ceram. Soc., 60 [1—2] 86—87 (1977)
- [6] B.R.Lawn and T.R.Wilshaw, *Fracture of Brittle Solids*, Chapter 3, Cambridge University Press, London and New York, 1975
- [7] A.S.Kobayashi, pp4—37 in *Experimental Techniques in Fracture Mechanics*, Edited by A.S.Kobayashi, Iowa State University Press, Ames, Iowa, 1973
- [8] 马天飞,《玻璃—铝复合材料的研究》华东化工学院硕士论文,1986.

An Indentation Method for Measuring the Interface Stress in Glass-Metal Composite

Ma Tianfei Cheng Jijian

Abstract

In this paper, an indentation method for measuring the interface stress in glass-metal composite is presented. The interface stresses in the glass-aluminium composite have been measured by using this method.