文章编号：1000-5773(2005)03-0219-06

氮化硅陶瓷层裂强度的研究*

肖桂凤[1]，唐志平[2]，周昌国[1]，胡晓军[2]，蔡 建[2]

(1. 解放军炮兵学院基础部实验中心，安徽合肥 230031；
2. 中国科学技术大学，中国科学院材料力学行为和设计重点实验室，安徽合肥 230026)

摘要：用一级轻气炮冲击加载装置，对氮化硅陶瓷进行了冲击性能实验研究。发展了一种新的方法用于研究层裂特性，即通过在样品中埋设电磁粒子速度计来记录氮化硅陶瓷内部的层裂特性。该方法不同于常用的VISAR激光干涉法和锰铜计法，记录的是样品内部粒子速度的变化特征，位于层裂面后方的粒子速度计能清晰地表征材料的层裂特性。通过实验，得到了密度为3.12 g/cm^{3}的氮化硅陶瓷的层裂强度为0.73 GPa，和Nahme等得到的强度较为接近，对称碰撞得到的裂片厚度与该次实验的飞片厚度相当。实验表明，电磁粒子速度计的方法可以用于研究非磁屏蔽材料的层裂特性。由于采用多个计进行记录，还得到了材料在弹性区内(1.8～3.6 GPa)的Hugoniot冲击绝热线。

关键词：氮化硅；层裂；粒子速度计；Hugoniot冲击绝热线
中图分类号：O347.3 **文献标识码**：A

1 引 言

氮化硅陶瓷以其低密度、高硬度、耐腐蚀、耐热冲击等性能，在国防、机械、航空航天等领域具有广阔的应用前景。在这些领域中，材料不仅受静载荷的作用，更受动载荷的作用，其动态力学性能在应用中显得尤为重要。国内外对氮化硅陶瓷的动态力学行为进行了广泛的研究，如刘发民[1]等用SHPB技术研究氮化硅的冲击应力应变特性；Yuan[2]用SHPB实验研究氮化硅的粘弹性力学特性；Fujii[3]用PVDF应力计方法确定了氮化硅的弹性屈服极限。然而冲击加载下氮化硅的层裂破坏特性的研究工作却开展得较少，Nahme等[4]利用气炮和VISAR测试技术研究了氮化硅的动态冲击性质，得到的密度为3.15 g/cm^{3}样品的σ_{HEL}为12.1 GPa，层裂强度在0.5～0.8 GPa，分散性较大。鉴于冲击加载下材料的变形和破坏行为与准静态有显著的区别，研究陶瓷材料在强冲击载荷下的断裂行为，能更好地了解和预测材料的抗冲击性能。

目前，研究材料层裂较常用的方法有锰铜计法[5～7]和VISAR激光干涉技术[4,8,9]。用锰铜压阻计方法必须在样品自由面处加贴一低阻抗材料，如PMMA，锰铜计埋在这两者中间，得到的是样品和低阻抗材料界面处的压应力历史；VISAR激光干涉技术是一种非接触式测量技术，是目前研究层裂最常用的方法，它得到的是样品自由面的速度历史。以上两种方法，前者须借助匹配材料，后者计算过程比较复杂，且测试设备费用昂贵。本工作采用一种新的在样品内部埋设粒子速度计的方法来研究层裂，该方法可测得样品内部不同深度的质点速度历史，由此可求得材料的层裂强度和裂片厚度。该方法不需要加贴窗口材料，也不需要太复杂或昂贵的设备支撑，简单可行。

* **收稿日期**：2004-05-21；**修回日期**：2004-10-18
基金项目：国家重大基础研究项目(J1500E002)
作者简介：肖桂凤(1979—)，女，硕士，助教，主要研究方向为兵器信号检测及力学性能分析.
E-mail：huilangbuer@yahoo.com.cn

2 样品制备和实验方法

2.1 氮化硅样品

以江苏申海氮化物有限公司生产的氮化硅粉体为初始粉体，纯度不低于 96%，其中 α-Si_3N_4 相含量不低于 90%，氧含量不大于 1.8%。以 Y_2O_3 和 Al_2O_3 为助烧剂，按 84% α-Si_3N_4 + 11% Y_2O_3 + 5% Al_2O_3（质量分数）配比，冷等静压成型（压力 300 MPa），用气氛压力（GPS）烧结炉进行烧结。飞片和样品采用同种材料，烧结后的成品端面经平面磨床磨平。加工后的样品和飞片分别为直径 36～37 mm、高 12.1～12.4 mm 和直径 37～38 mm、高 8.2～8.6 mm 的圆柱体。用排水法测得其密度为 3.12 g/cm^3。实验原始数据如表 1 所示。

表 1 实验前飞片和样品厚度

Table 1 Thickness of flyer and sample before experiment

Experimental number	Mass of the projectile/(g)	Thickness of the flyer/(mm)	Thickness of the sample/(mm)
03055	295.5	8.2	12.1
03056	297.0	8.5	12.2
03059	301.0	8.5	12.4
03060	300.0	8.6	12.1

2.2 测试原理和实验方法

层裂是一种动态断裂，其实验原理如图 1 左侧 x-t 图所示。当飞片与靶碰撞后，向靶和飞片内同时传入一个压缩波。进入靶中的压缩波到达靶自由面时，以中心稀疏波返回到样品中。进入飞片的压缩波到达飞片自由面时，同样地向飞片内部反射一束稀疏波，上述两束相向而行的稀疏波在靶样品中相遇，形成拉伸应力区。如果拉伸应力超过材料的断裂强度，样品就会发生层裂，由层裂产生的新的自由面使拉伸应力卸载。于是，从靶自由面反射过来的后续稀疏波，在该自由面处反射成压缩波，使自由面应力维持为零。位于样品内部的粒子速度计（图 1），特别是在层裂面后方的粒子速度计 g3 能检测到这一包含层裂信息的波形变化（图 1 右图）。

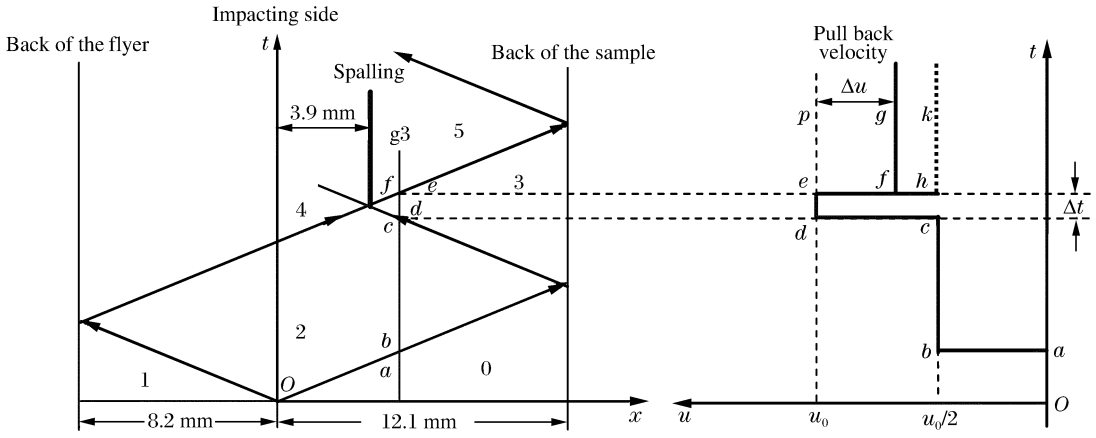


图 1 粒子速度计 g3 测层裂信号的原理示意图

Fig. 1 Schematic diagram of spalling measured by gauge No. 3

实验所用设备为中国科学技术大学、中国科学院材料力学行为与设计重点实验室的一级轻气炮[10]，口径 57 mm。输出信号记录采用美国 Tektronix 公司生产的高采样率波存 TDS220（频响 500 MHz、采样速率 1 GS/s）和 TDS640A（频响 500 MHz、采样速率 2 GS/s）。

靶采用纵剖靶，将磨好的靶样品沿中轴线纵向剖开，切割成两个半圆柱，中间埋设粒子速度计。需

说明的是,传统靶结构一般为层片状,层间埋设粒子速度计,但这种结构在层间不能承受拉应力,因而不能用于层裂研究。粒子速度计采用自研制的电磁粒子速度计。整个计尺寸为:长 60 mm、宽 21 mm、计厚为 50 μm,内含 5 个量计。用其中的三个计 g1、g2 和 g3,其长度分别为 9.2 mm、7.8 mm 和 6.3 mm,计之间的间距为 2 mm,g1 贴在距离碰撞面 1 mm 处,g2、g3 分别距碰撞面 3 mm 和 5 mm,用环氧树脂粘贴,如图 2 所示。

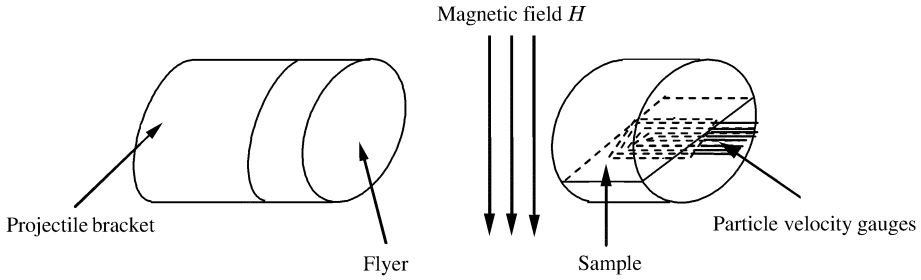


图 2　靶结构示意图

Fig. 2　Schematic diagram of target

电磁粒子速度计的工作原理是法拉第电磁感应定律。埋设在靶内的粒子速度计切割磁力线输出感应电动势

$$E = \boldsymbol{l} \cdot (\boldsymbol{u} \times \boldsymbol{B}) \tag{1}$$

式中:$\boldsymbol{l}$ 为传感器的长度矢量,$\boldsymbol{B}$ 为磁感应强度,$\boldsymbol{u}$ 为传感器运动速度。已知磁场强度和计的长度,可以得到速度。

3　实验结果和讨论

3.1　实验波形

4 次实验记录的粒子速度计波形如图 3 所示。

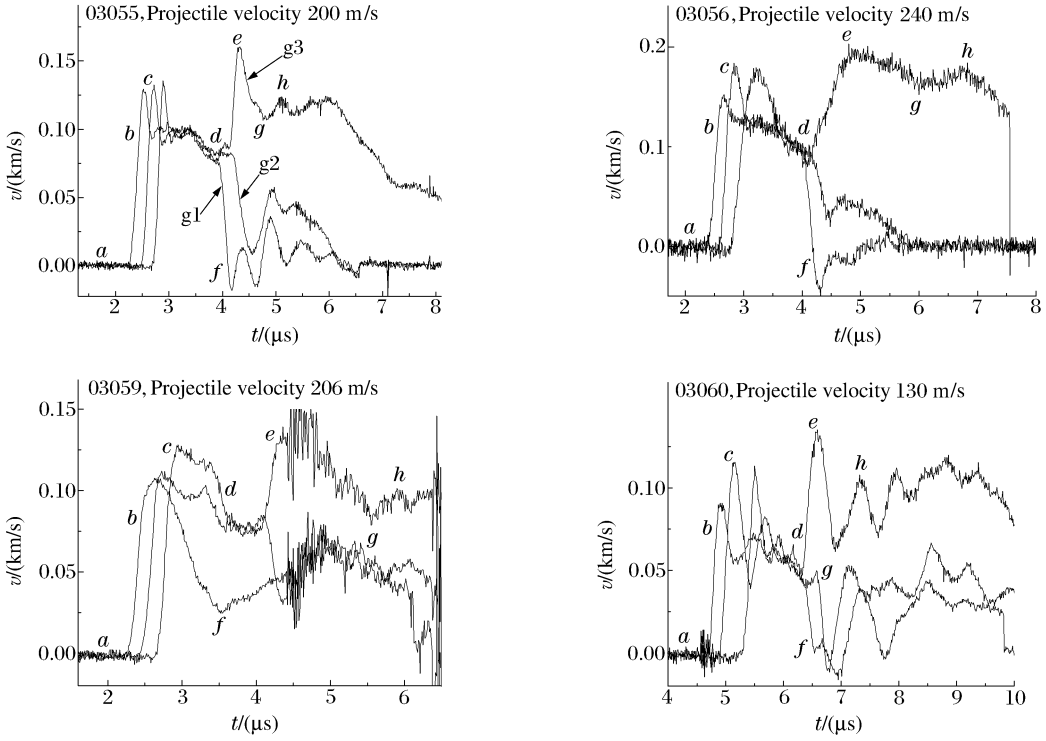


图 3　氮化硅的粒子速度计测试波形

Fig. 3　Wave profiles recorded with electromagnetic particle velocity gauges

以图 3 中 03055 实验波形为例进行分析，其中 g1、g2、g3 为三个粒子速度计记录的信号。从波形图可以看出，波形的加载段 ab 是一个陡峭上升的间断面，在到达波形的平台段 bd 之前，出现过冲现象 bc，这是由于样品中粘着的胶层与样品的波阻抗不相同所导致的，但很快达到了平衡。在波形的平台段 bd，粒子速度达到碰撞速度的一半，且基本不随时间而改变。不同位置处的计记录的波形有逐渐衰减的趋势，这是因为波在传播过程中其能量有损失。df 是 g1、g2 记录的从飞片自由面反射回来的卸载波。观察 g3 的波形，经过波形的平台段 bd 后，接收到从靶自由面反射过来的卸载波使粒子速度突然增加，即 de。e 点以后，发生粒子速度的下降 eg，值得注意的是 eg 卸载尚未完全就被 gh 提升上去了，随后出现加载、卸载的重复波形。这一现象与 g3 附近发生层裂有关，在断裂形成的新自由面上，信号往返来回传播，具体分析见下文。

3.2 层裂分析

仍以 03055 实验波形为例，由层裂 x-t 关系图 1，根据飞片和样品尺寸，算出在 $x=3.9$ mm 处，飞片自由面反射的波和靶自由面反射的波相遇，形成拉伸应力区。g3 埋在样品内部距离碰撞面 5 mm 处，位于层裂区后。单独将 g3 记录的波形提取出来，如图 4 所示。

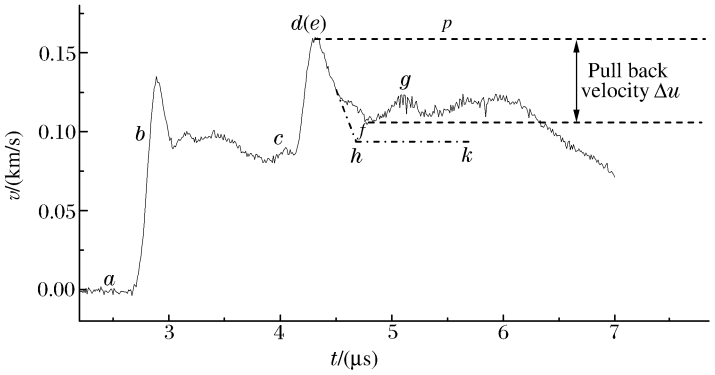


图 4 03055 实验中粒子速度计 g3 记录的速度波形

Fig. 4 Velocity profile of 03055 experiment at gauge No. 3

根据原理图 1 介绍的用速度计研究层裂的思路与方法，对照图 1 中 u-t 图和图 4 记录波形来看，两者基本一致。a 点波形开始起跳，即冲击波开始传入第三个计。bc 平台段对应的是靶内 2 区中的质点运动速度。跨过 2 区之后，靶自由面传来的卸载波传到 g3，3 区的速度为 2 倍的初始速度，即 de 段。若没有发生层裂，则随后卸载波 eh 应当一直卸到与平台 bc 段平齐(即虚线所画的 hk 段)，但在图 4 中可见，却在 f 点被拉上去了，即 fg 段。随后出现重复加载、卸载的现象，可以判断发生了层裂。

当质点以 u_0 的速度沿着 $abcdep$ 路线运动下去时，则意味着层裂强度为零。现在质点以某一大于 $u_0/2$、小于 u_0 的速度沿着 $abcdefg$ 路线运动，可知发生了有限强度的层裂，存在一个速度的变化量 Δu。从靶自由面传来的卸载波经过 g3，和经层裂面反射后的反向加载波经过 g3，两者时间之差即为波在 g3 和层裂面之间传播一个来回的时间 Δt。由速度变化量 Δu 可以求出层裂强度

$$\sigma_f = \frac{1}{2}\rho_0 D\Delta u \tag{2}$$

式中：ρ_0 为样品的初始密度，D 为冲击波速度。从靶自由面反射回来的卸载波在靶内传播经过 g3，和经层裂面后反射的反向加载波再次经过 g3，两者时间之差即为波在 g3 和层裂面之间传播一个来回的时间 Δt，由(3)式可以算出 g3 距离层裂面的距离

$$\delta = \frac{1}{2}D\Delta t \tag{3}$$

但这不是层裂片的厚度，还要加上 g3 距离靶后表面的位置，两者之和才是裂片的厚度。冲击波速度 D 通常以相应两个计的加载波的起跳时间间隔除计间距离得到(表 2)。

从表 2 中可见，冲击波速度有一定的离散性，因为波速是通过计间距离和波头时间间隔来确定的，存在一定的判读误差。对于本工作，压力范围远低于该材料的 σ_{HEL}，理论上波速应为常量。4 次实验的平均波速 $\overline{D}=9448$ m/s，波速的误差在 $\pm 3.7\%$ 之内。根据图 3 的实验波形和(2)式、(3)式，可得到氮化硅的层裂参数，列于表 3。表中同时还列出了根据图 1 理想矩形脉冲波形得到的材料的层裂参数。

从表 3 中可见,层裂片厚度与该次实验的飞片厚度(见表 1)相当,因为采用同种材料碰撞,这是意料中的结果。根据实际波形计算得到的层裂强度在 0.54～0.92 GPa 之间,4 发实验的平均层裂强度为 0.73 GPa。而根据理想矩形脉冲计算得到的层裂强度在 1.01～1.22 GPa 之间,平均值为 1.10 GPa,明显高于实际值。Nahme[4] 等得到密度为 3.15 g/cm^3 的氮化硅陶瓷的层裂强度在 0.5～0.8 GPa 之间,与我们的实验结果较为接近。

表 2　样品受冲击后的实验结果

Table 2　Experimental results

Experimental number	Projectile velocity /(m/s)	Particle velocity /(m/s)	Shock wave velocity /(m/s)	Shock wave pressure /(GPa)
03055	200	100	9 100	2.839
03056	240	120	9 573	3.584
03059	206	103	9 672	3.108
03060	130	65	9 448	1.916

表 3　层裂参数

Table 3　Spallation parameters

Pull back velocity Δu/(m/s)		Spall strength σ_f/(GPa)		Thickness of scab δ/(mm)
Measured wave	Ideal rectangle wave	Measured wave	Ideal rectangle wave	
51.87	85.65	0.74	1.22	8.01
36.38	74.21	0.54	1.11	8.44
47.84	70.00	0.72	1.06	8.43
62.50	68.45	0.92	1.01	8.64

3.3　冲击特性

由冲击波基本关系式

$$\rho_0 D = \rho_1 (D - u) \tag{4}$$

$$p = \rho_0 D u \tag{5}$$

式中:p 为材料中的冲击波压力,ρ_1 为波后材料密度,可以得到冲击波阵面后的冲击压缩密度和冲击波压力。各次实验得到的结果列于表 2。绘出 p-V Hugoniot 关系如图 5 所示。因为本工作冲击压力远低于氮化硅的弹性屈服限(12.1 GPa[4]),故测得的是弹性段的 Hugoniot 线,基本上是条直线。

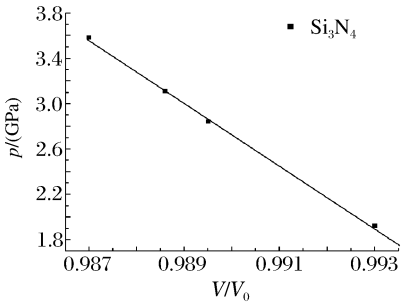


图 5　氮化硅的 p-V/V_0 曲线

Fig. 5　p-V/V_0 curve of silicon nitride

4　结　论

(1) 提出了一种新的层裂测试方法,通过在纵剖样品中埋设粒子速度计,测到了样品中明显的层裂信号。实验表明,电磁粒子速度计的方法用于研究非磁屏蔽材料的层裂特性是可行的。

(2) 确定了氮化硅陶瓷的层裂强度和裂片厚度。氮化硅陶瓷的层裂强度约为 0.73 GPa。裂片厚度基本与每次试验的飞片厚度相当。

(3) 绘出了氮化硅陶瓷的冲击 Hugoniot 线,在本实验的加载范围内,得到的氮化硅 Hugoniot 线为一条直线。

References:

[1] Liu F M, Li Y L, Guo W G, et al. Dynamic Damage Capability Research of the Silicon Nitride [J]. Journal of Xi'an Univ of Arch & Tech, 1995, 27(4): 339－441. (in Chinese)
刘发民, 李玉龙, 郭伟国, 等. 氮化硅陶瓷动态损伤性能研究 [J]. 西安建筑科技大学学报, 1995, 27(4): 339－441.

[2] Yuan J, Shioya T. Study of Dynamic Behavior of Dense Silicon Nitride Ceramics at Elevated Temperature [J]. J Phys(IV: JP), 1997, 7(2): 367－372.

[3] Fujii K, Noma T, Masamura O, et al. Dynamic Mechanical Properties of Materials Measured by Plate Impact Experiments (Si_3N_4, SiC and TiB_2) [J]. JSME Int J(Series A), 2001, 44(2): 251－258.

[4] Nahme H, Hohler V, Stilp A. Determination of the Dynamic Material Properties of Shock Loaded Silicon-Nitride [J]. High Pressure Sci and Tech, 1994, 309: 765－768.

[5] Rosenberg Z Z, Yaziv D, Bless A. Spall Strength of Shock-Loaded Glass [J]. J Appl Phys, 1985, 58(8): 3249－3251.

[6] Zhang W J, Yang Z Z. Studies on the Fracture Behaviour for 93 Tungsten Alloy [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 1995, 9(4): 279－288. (in Chinese)
张万甲, 杨中正. 93钨合金断裂特性研究 [J]. 高压物理学报, 1995, 9(4): 279－288.

[7] Zeng Y J, Jing F Q, Zhang W J. Study on the Spallation Behavior of Tungsten Alloy [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 1992, 6(1): 58－67. (in Chinese)
曾元金, 经福谦, 张万甲. 钨合金的层裂强度研究 [J]. 高压物理学报, 1992, 6(1): 58－67.

[8] Vesser L R, Hixson R S, Vorthman J E, et al. Spall Strength and Shock Release Kinetics Following the Alpha-Epsilon Phase Transition in Iron [R]. California: University of California, 1999－2000. 140－145.

[9] Zhang L, Cai L C, Wang W, et al. The Dynamic Mechanic Characteristics of Tantalum under Shock Loading [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2001, 15(4): 265－270. (in Chinese)
张 林, 蔡灵仓, 王 悟, 等. 钽在冲击载荷下的动态力学特性 [J]. 高压物理学报, 2001, 15(4): 265－270.

[10] Tang Z P, Hu X J, Liao X L, et al. An Experimental Facility for Measuring Longitudinal and Shear Waves with Dual Magnetic Fields [J]. Journal of Experimental Mechanics, 2000, 15(1): 16－21. (in Chinese)
唐志平, 胡晓军, 廖香丽, 等. 双磁场IMPS粒子速度测试系统 [J]. 实验力学, 2000, 15(1): 16－21.

A Study on the Spallation Behavior of Silicon Nitride

XIAO Gui-Feng[1], TANG Zhi-Ping[2], ZHOU Chang-Guo[1], HU Xiao-Jun[2], CAI Jian[2]

(1. *Artillery Academy of PLA, Hefei* 230031, *China*;
2. *Laboratory for Materials Behavior & Design, University of Science & Technology of China, Hefei* 230026, *China*)

Abstract: Shock behavior of silicon nitride ceramic was investigated by using a one-stage light gas gun facility. A new technique is developed to measure the spall characteristics of materials with embedded electro-magnetic particle velocity gauges in the sample. This method measures the particle velocity profiles inner the sample and particularly, the gauge located behind the spalling plane will disclose clearly the message of spallation of the sample, which differs from the usual methods such as VISAR and manganin gauge. By this method, we obtained experimentally the spall strength of silicon nitride ceramic of density 3.12 g/cm^3 as 0.73 GPa, which fit the data of Nahme et al. The scab thickness was almost equal to the flyer thickness in the experiments, since the symmetry impact was used. The experimental results indicate that the particle velocity gauge method can be used to study the spllation behavior of non-electromagnetism materials. Since we used three gauges in one shot to record velocity profiles at different locations, so the Hugoniot data up to 3.6 GPa (as in elastic range) was also obtained.

Key words: silicon nitride; spalling; particle velocity gauge method; Hugoniot curve