

陶瓷-金属连接应力 X 射线衍射测量方法^①

楚建新 林晨光 孙 序
(北京有色金属研究总院, 北京 100088)

摘 要 用大功率转靶 X 射线衍射仪, 配备微光束准直狭缝、准确度为 0.05 mm 的可移动样品台及 0.1 mm 样品表面的限制光栏, 建立了微小区域 X 射线衍射残余应力测量方法。对 Si_3N_4 陶瓷-4Cr10Si2Mo 钢连接试样进行应力测量, 取得了满意的结果。

关键词 陶瓷-金属连接 X 射线衍射 应力测量

由于陶瓷和金属的物理、化学性能差别较大, 特别是热膨胀系数的不匹配, 陶瓷-金属连接后必然残留很大应力, 造成连接强度降低, 甚至断裂。因此, 缓解残余应力一直是陶瓷-金属连接的难点和重点。日本学者统计表明, 在该领域, 有关应力研究的文章居首位^[1]。

X 射线衍射法测量应力因不破坏样品、操作简便、可信度高而得到广泛应用。陶瓷-金属连接应力的特点是梯度大, 1 mm 内可差几百 MPa。这就需要大功率、强光源微区 X 射线衍射仪。我国目前没有这种设备。为满足本研究需要, 在广泛调研和探索试验基础上, 选择国内现有设备, 设计配置了相应的辅助装置进行测量试验, 取得了满意的结果。

1 试验方法

陶瓷-金属连接工艺适当时, 试样强度测试及使用中的破坏断裂一般发生在陶瓷一侧的连接界面附近。由于陶瓷压缩强度远大于其本身的拉伸强度, 断口形状即裂纹发展结果, 与陶瓷中最大张应力曲面一致。这已被许多人的残余应力计算和试验结果所证实。因此, 本研究的关注重点是连接界面附近陶瓷一侧的表面张应力分布。

1.1 X 射线衍射应力测量依据

X 射线衍射应力测量的主要依据是

$$\sigma = - \frac{E}{2(1+\nu)} \text{ctg} \theta_0 \times \frac{\pi}{180} \times \frac{\Delta 2\theta}{\Delta \sin^2 \Psi} \quad (1)$$

式中 σ 为残余应力, E 为弹性模量, ν 为泊松比, θ_0 为标准布拉格角。 E 、 ν 为常数, 对同一组晶面 θ_0 不变, 故(1)式可改写成

$$\left. \begin{aligned} \sigma &= K \times M \\ K &= - \frac{E}{2(1+\nu)} \text{ctg} \theta_0 \times \frac{\pi}{180} \\ M &= \frac{\Delta 2\theta}{\Delta \sin^2 \Psi} \end{aligned} \right\} \quad (2)$$

用 X 射线衍射测量金属中的残余应力时, 一般选择一个高角度衍射峰, 当 Ψ 变化时, 计算 $\Delta 2\theta$ 的变化, 由公式(2)计算应力值。 Si_3N_4 为六方结构陶瓷, 存在各向异性; 只测一组晶面, 数据不够完全; 因此, 本试验测量了 (321)、(411)、(212) 三组晶面, 其衍射强度之比 I/I_0 分别为 40: 20: 16; 从 X 射线衍射强度计算原理推出三组晶面对应力的贡献也按此比例处理。因此, 将三组晶面应力值按 I/I_0 值加权归一作为测量结果。由于不同晶面 θ_0 是变化的。令(2)式中 K 的常数 $-E\pi/[2(1+\nu) \times 180] = N$, 则(2)变式为

$$\sigma = N \times M \times \text{ctg} \theta_0 \quad (3)$$

① 获中国测试学会 1996 年“CAIA 奖”一等奖, “七五”和“八五”期间精密陶瓷-金属连接方面的国家“863”高技术课题
收稿日期: 1996-03-29; 修回日期: 1996-09-26 楚建新, 男, 54 岁, 教授级高级工程师

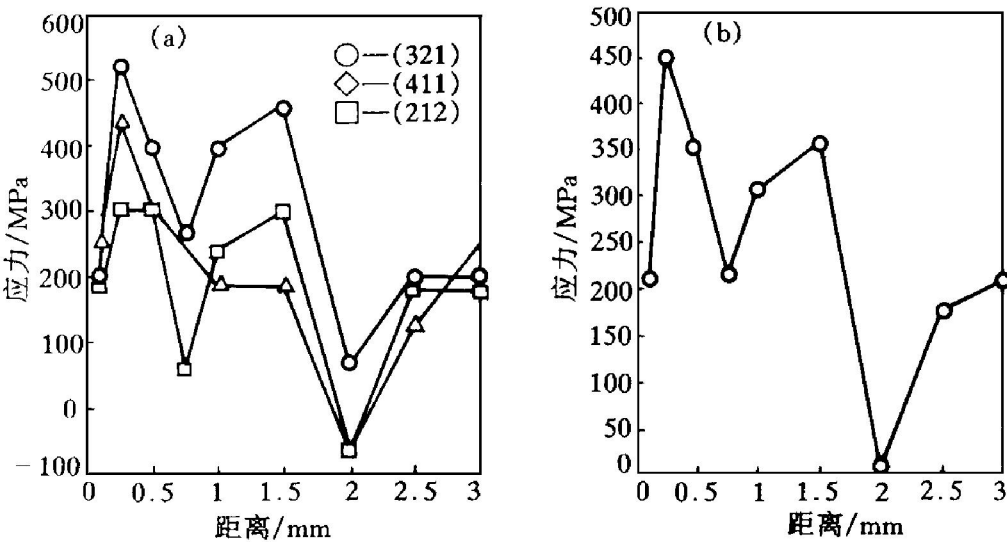


图 3 Si_3N_4 表面应力分布图
(a) 一三组晶面应力分布图; (b) 一加权归一后应力分布图

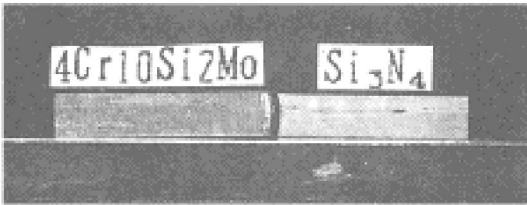


图 4 弯曲强度试样断口位置照片

AG-10AT 材料试验机, 由中国建筑材料科学研究院进行了弯曲强度测试。图 4 为弯曲强度试样典型的断口照片。

对试样断口至连接界面的距离进行测量表明, 断口距连接面在 0.1~0.5 mm 范围内。弯曲强度测量时, 试样的下表面受到的张应力最大, 首先产生裂纹, 此裂纹发展导致试样断裂。因此, 可以认为, 陶瓷表面上的最大张应力 σ 为陶瓷原有强度 S_c 与陶瓷-金属连接后强度 S_j 之差, 即 $\sigma = S_c - S_j$ 。基于上述观点, 本研究由测得的连接强度与陶瓷原先强度 (784 MPa) 之差求出连接最大残余张应力, 并与 X 射线衍射测量结果进行比较。表 1 为 Si_3N_4 -4Cr10Si2Mo 连接后测得的弯曲强度及计算的最大残余张应力。

从断口位置看, 全部 6 批 57 根连接试样弯曲强度测试后的断口均在陶瓷一侧, 测量断

口弧形顶点到连接面的距离绝大部分在 0.2~0.5 mm 之间, 由计算得到最大残余应力在 331~457 MPa 之间。X 射线衍射测量各晶面最大张应力在 298~527 MPa 之间, 加权归一后最大张应力为 452 MPa。最大张应力位置距连接界面 0.25 mm。X 射线衍射法测量结果与强度试验结果基本一致。

表 1 Si_3N_4 -4Cr10Si2Mo 连接后的弯曲强度 S_j 及计算的最大残余张应力 σ

实验批次	1	2	3	4	5	6
试样个数	5	12	12	5	16	7
平均强度 S_j /MPa	438	385	407	327	453	410
σ 值/MPa	346	399	377	457	331	374

3 结论

本课题采用大功率转靶 X 射线衍射仪, 配备微光束准直狭缝、准确度为 0.05 mm 的可移动样品台及 0.1 mm 样品表面的限制光栏, 建立的微小区域 X 射线衍射残余应力测量方法是可行的。对 Si_3N_4 陶瓷-4Cr10Si2Mo 钢连接试样测量结果表明: 距连接面 0.25 mm 处陶瓷表面有最大张应力, 其值在 298~527 MPa 之

间, 加权归一后最大张应力为 452 MPa, 该结果与实验验证结果一致。

参考文献

1 Morozumi Shotaro. In: Proceedings of Japan-China Sym-

posium on Interfaces and Bonding of Dissimilar Materials. Nov, 15~ 17, 1990, Tokyo, 7~ 10.

2 Shun-ichiro Tanaka, Yumiko Tokahashi, ISIJ International, 1990, 30(12): 1086.

3 Eigenmann B *et al.* Materials Science and Engineering, 1989, A118, 1~ 17.

DETERMINATION OF METHOD RESIDUAL STRESSES IN CERAMIC-METAL JOINT BY X-RAY DIFFRACTION

Chu Jianxin, Lin Chenguang, Sun Xu

Beijing General Research Institute for Non-ferrous Metals, Beijing 100088

ABSTRACT A survey was given to the research done in the field of X-ray residual stress determinations on Si_3N_4 -4Cr10Si2Mo joint. The measuring conditions were a powerful self-rotation anode X-ray generator and its attachments of a microbeam collimation slit, a movable sample holder with accuracy degree of 0.05 mm, and a 0.01 mm limiting slit on sample surface. The result of the research is satisfied.

Key words ceramic-metal joint residual stress X-ray diffraction

(编辑 朱忠国)

(From page 81)

EFFECT OF DEFORMATION ON CORROSION BEHAVIORS OF 70Cu-30Ni ALLOY

Zhu Xiaolong, Lin Leyun, Xu Jie

General Research Institute of Non-ferrous Metals, Beijing 100088

Lei Tingquan(T. C. Lei)

School of Materials Science and Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin 150006

ABSTRACT After solution treatment, 70Cu-30Ni alloys were deformed to different degrees and then immersed in NaCl solution and in seawater. The results show that with the increase of deformation and immersion time, corrosion potential and polarized resistance of 70Cu-30Ni alloys decrease more, and Ni content increases and Cl^- decreases in the corrosion product films. With the increase of deformation, the corrosion product films of the alloys in seawater become thinner.

Key words 70Cu-30Ni alloy seawater corrosion deformation

(编辑 彭超群)

由于误差非常小, θ_0 可取其为与 Ψ_1 对应的 θ_1 。由资料^[2]可知, $\text{Si}_3\text{N}_4(212)$ 晶面 $2\theta_0 = 131.47^\circ$ (Cr 靶), $K = -90.08 \text{ kg/mm}^2$ 。由此算得 $N = -2002$, 则(3)可式写成

$$\sigma = -2002m \times \text{ctg} \theta_0 \quad (4)$$

本研究即用此式计算残余应力。

1.2 试样制备和测量点选择

陶瓷-金属连接中, 目前采用较多的检测方法是测量连接弯曲强度。本研究以与连接弯曲强度试样截面相同的试样为测量对象, 以便测量结果的分析、比较、验证。连接弯曲强度试样应力有限元计算表明, 在与连接界面垂直的方向张应力梯度大, 与连接界面平行的方向张应力梯度小。为此, 本试验应力测量点选在图1所示与连接界面垂直的陶瓷表面的中心线上。测量点沿 OX 方向分布, 测定 OX 方向应力, 光阑长轴与 OX 方向垂直, 与连接界面平行。又因为这种连接试样强度检测时断面距连接界面小于 1 mm , 所以, 选择的测量点距连接界面小于 3 mm 。实验用上海硅酸盐研究所烧结 Si_3N_4 (平均弯曲强度 784 MPa), 被连接金属用 $4\text{Cr}10\text{Si}2\text{Mo}$ 耐热钢棒材, 成分和性能符合相应标准。钎料为自制的厚度为 0.1 mm 的 $\text{Ag}-30\% \text{ Cu}-4\% \text{ Ti}$ 合金型片材。应力测量试样制备过程是: 先将 Si_3N_4 和钢加工成长条, 再用 $500\#$ 砂轮研磨, 最后用金刚石抛光膏抛光去除 $20 \mu\text{m}$ 厚的表层以消除加工残余应力。连接工艺为: 在真空度高于 $6.67 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ 下加热至 870°C , 保温 5 min , 以小于 10°C/min 的冷却速度冷至室温。

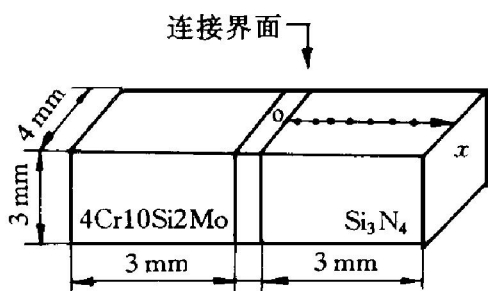


图1 测量试样和测量点位置示意图

1.3 实验设备

普通 X 射线衍射仪测量梯度很大的陶瓷-金属连接残余应力是不适宜的。用日本生产的 MXP 18A-HF 大功率转靶 X 射线衍射仪, 配备自制 0.1 mm 微光束准直狭缝、精确度为 0.05 mm 的可移动样品台及 0.1 mm 的可移动样品表面限制光栏, 可满足本研究的要求。试验用 Cu 靶, 石墨单色器滤波, 电压 50 kV , 电流 350 mA 。

2 实验结果及验证

MXP 18A-HF 转靶 X 射线衍射仪测量连接试样的 Si_3N_4 表面残余应力得到一系列 X 射线衍射图谱, 图2为距连接界面 0.25 mm 处的 X 射线衍射图。图3(a)是根据这些衍射图谱计算的残余应力实验结果。由于 $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 为密排六方结构, 存在择优取向, 各组晶面弹性模量 E 有差异^[3], 故在每一个测量点 σ 值有差异, 但从总趋势看应力的起伏是一致的。用加权归一法修正后的结果见图3(b)。

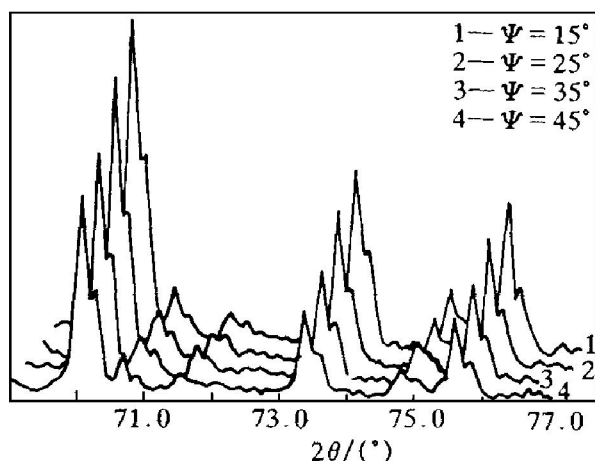


图2 距连接界面 0.25 mm 处应力测量的 X 射线衍射图谱

为验证上述结果, 进行了大量对比试验及分析:

用同样材料和工艺进行了 6 批弯曲强度试样的连接, 按 GB6569-86 标准, 用日本岛津