

中图分类号: TQ174
文献标识码: A

文献编号: 1005-1198 (2016) 02-0107-12
DOI: 10.16253/j.cnki.37-1226/tq.2016.02.004



高温和超高温极端环境下陶瓷管材弹性模量 评价新技术

刘 钊^{1,2}, 万德田^{1,2,3}, 包亦望^{1,2,3}, 魏晨光^{1,2}, 田 远^{1,2}, 潘瑞娜^{1,2}

¹ 中国建筑材料科学研究总院绿色建筑材料国家重点实验室, 北京 100024

² 中国建材检验认证集团股份有限公司, 北京 100024

³ 景德镇陶瓷学院, 江西 景德镇 333403

摘 要: 本文综述了从室温到 2200°C 范围内陶瓷材料弹性模量的传统测试方法和新技术。针对脆性陶瓷管材在高温及超高温下弹性模量的评价难题, 我们提出一种结合相对法和缺口环法的新方法, 即相对缺口环法。通过比较缺口环与刚性圆块的横梁位移得到缺口环在高温及超高温下的真实变形量计算出精确的弹性模量。对典型的石英玻璃管、氧化铝陶瓷管、C/SiC/ZrB₂ 复合陶瓷管以及石墨管进行测试所得到的结果表明相对缺口环法准确有效, 为高温及超高温等极端环境下脆性管材的结构安全提供了一种简便可靠的评价方法。

关键词: 高温; 超高温; 弹性模量; 缺口环法; 相对法; 陶瓷管材

工程应用中很多构件是圆管状或圆环状, 如水泥混凝土管、石英管、陶瓷热电偶管、ZrO₂ 陶瓷光纤套管等^[1-4]。在迅速发展的航空航天及核工业领域, 管材的应用也十分广泛, 如飞行器的喷嘴和尾喷管等。这些部件在使用过程中, 其周围由于推进剂药柱燃烧时将产生 3000°C 以上的超高温和高达 6 MPa 的高压, 同时伴随有瞬时产生的 2500°C 温差的热冲击。这就要求所应用的管材除了具有良好的机械性能和热稳定性外^[5-9], 还应具有良好的高温强度、高温韧性和抗热冲击性能以及抗高温氧化性能, 从而能够在各种高温和超高温等复杂极端环境下进行单次或多次重复使用。因此, 高温乃至超高温力学性能评价对于超高温管材结构设计和安全可靠性是至关重要的。

陶瓷材料的弹性模量反映了材料抵抗变形的能力, 是描述构件刚度性能的一个重要参数。为了

收稿日期: 2015-07-21

收到修改稿日期: 2016-02-05

基金项目: 国家自然科学基金 (51172221, 51472227), 科技部重大仪器专项项目 (2011YQ140145), 北京市自然科学基金 (2102047), 北京市科技新星计划 (2011093)。

第一作者: 刘 钊 (1989-), 男, 甘肃兰州人, 硕士研究生。E-mail: liuzhao7945@163.com。

通讯作者: 万德田 (1978-), 男, 湖北孝感人, 教授级高工。E-mail: dtwan@ctc.ac.cn。

保证陶瓷脆性管材在高温及超高温下的安全服役, 同时为超高温部件的结构设计与可靠性评价提供基础数据, 通常需要对管材在高温及超高温环境下的弹性模量做出有效评价^[10-13]。

目前, 研究人员已开发出多种评价室温及高温弹性模量的方法, 如应力-应变法^[14]、挠度法^[15]、压痕法^[16]、共振激励法^[17]、超声波法^[18]等。然而, 这些方法都无法评价脆性管材在高温及超高温下的弹性模量, 这是因为在高温及超高温这种极端环境下, 现有的变形监测系统 (如高温引伸计和非接触式应变仪等) 大多无法正常工作。一般说来, 1500°C 下, 测量脆性材料高温弹性模量的传统方法主要有静态法和动态法^[19-23]。静态法主要以三点弯曲及四点弯曲测试方法为主, 但高温下材料应变测量的困难性导致测得的弹性模量值具有较大误差。动态法主要以共振激励及超声波测试方法为主, 但由于高温炉或夹具等因素的限制, 测量陶瓷材料的弹性模量最高温度不超过 1500°C。我们提出的缺口环法提供了一条解决陶瓷材料超高温弹性模量测试难题的思路^[19]。

本文综述了常规的陶瓷材料弹性模量测试技术, 同时介绍了结合相对法^[24-29]与缺口环^[19,30,31]而提出的一种新方法——相对缺口环法。这一方法可满足 -70°C ~ 2200°C 范围内的测试需求。其原理是通过比较缺口环与刚性圆块的横梁位移的差值得到精确的高温及超高温变形, 从而计算出对应温度下的弹性模量值。

1 弹性模量的常规测试方法

根据测试原理不同, 弹性模量常规测试方法一般可分为两大类: 静态法和动态法^[8,19-23,22-40]。

1.1 静态法

拉伸法 (应力-应变法): 对于仅受轴向外力作用而发生伸长变形的棒状物体 (或金属丝), 可以根据胡克定律 (应力-应变关系) 计算弹性模量:

$$E = \frac{P/S}{\Delta L/L} = \frac{4FL}{\pi d^2 \Delta L} \quad (1)$$

式中, d 为待测样品的直径 (mm); S 为样品横截面积 (mm^2); L 为样品原长 (mm); P 为外加载荷 (N); ΔL 为相应载荷下的伸长量 (mm)。

弯曲法: 弯曲法也称挠度法, 常见的有三点弯曲法和四点弯曲法。其待测样品一般加工为矩形梁试样。其中, 三点弯曲法的弹性模量计算公式如下:

$$E = \frac{L^3}{4000BH^3} \times \frac{\Delta P}{\Delta \delta} \quad (2)$$

式中, L 、 B 、 H 分别为待测样品的跨度、宽度和厚度 (mm); ΔP 为载荷增量 (N); $\Delta \delta$ 为相应载荷下的弯曲挠度。

弯曲法测试室温下脆性材料的弹性模量具有较高的精度和可靠性, 但是在高温环境下弯曲挠度 $\Delta \delta$ 的精确测量则成为一大难点, 这使得该方法的可靠使用范围通常不会超过 1200°C。Pabst^[34]等人使

表 1 Al₂O₃ 陶瓷从室温至 1300°C 的弹性模量^[34]
Table 1 Elastic modulus of Al₂O₃ ceramic from room temperature to 1300°C^[34]

Temperature		RT	600°C	800°C	1000°C	1200°C	1300°C
Modulus / GPa	Bending Method	382	343	335	312	288	235
	Resonance method	375	357	343	332	325	314

用三点弯曲法测试 Al_2O_3 陶瓷 (见表 1) 和 ZrO_2 陶瓷从室温至 1300°C 间的弹性模量。与共振激励法 (见下文) 测试结果相比, 1000°C 以下两种方法所测得的结果基本没有差别, 而在 1000°C 以上二者间的差异则变得显著起来。高温下蠕变等现象的出现导致胡克定律不再适用是这一差异出现的主要原因。

压痕法: 以 Oliver-Pharr 模型^[37]为基础的位移敏感压痕技术可以同时测得材料的硬度和弹性模量。一个完整的压痕过程包括两个步骤, 即加载过程与卸载过程 (见图 1)。以一定的载荷速率给压头施加载荷, 使之压入样品表面; 随着载荷的增大, 压头压入样品的深度也随之增加。当载荷达到最大值时, 以同样的载荷速率移除外载, 样品表面会存在残留的压痕痕迹, 如图 2 所示。在弹性接触理论中, 待测试样的弹性模量 E 和接触模量 E_r 之间有如下关系,

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (3)$$

式中, E_i 、 E 、 ν_i 和 ν 分别为压头和试样的弹性模量和泊松比, 通常 E_i 、 ν_i 和 ν 已知, 通过残余压痕等关系求得 E_r 后即可获得 E 。

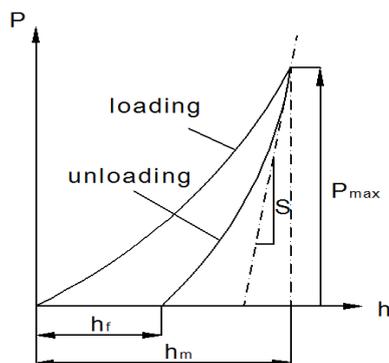


图 1 压痕法中的载荷-位移曲线

Figure 1 Load-displacement curve in indentation method

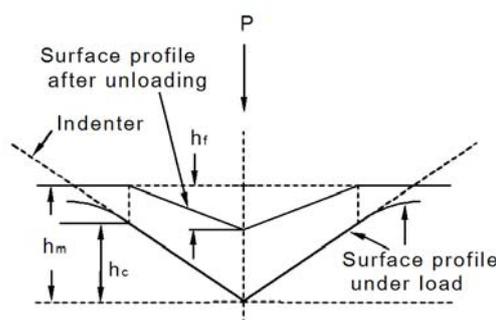


图 2 压痕法中残余压痕剖面图

Figure 2 Cross section of residual indentation in indentation method

压痕法通常只能用于表征材料某一微区的弹性模量, 容易受到个别局部缺陷的影响, 很难反映出材料的宏观模量。这种方法也较少用于评价高温下材料的弹性模量, 主要是因为纳米压痕仪的金刚石压头在 400°C 以上的高温氧化环境下的抗氧化性能较差。

为了能测量陶瓷的高温弹性模量, 通常采用 SiC 或 Si_3N_4 陶瓷球作为压头, 这是一种变通的压痕处理技术, 但通常测试范围不超过 1200°C 。Sánchez-González^[38]等人利用 Hertzian 压痕法测量多晶氧化铝陶瓷从室温至 1200°C 间的弹性模量, 发现由于高温晶界滑移的影响, 600°C 后氧化铝陶瓷的弹性模量出现明显下降。

静态法适合于评价不同材料在常温下的弹性模量: 拉伸法适合测量弹性变形较大的材料, 例如金属材料 and 有机玻璃等; 而三点弯曲或四点弯曲法则适合测量弹性变形较小的材料, 例如陶瓷。此外, 静态法中的压痕法则可以评价微区域的弹性模量, 是材料评价的一种无损测试方法。

然而, 上述任何一种静态法都面临着高温下精确测试变形的难题: 一方面, 精确的外接变形测量系统无法在高温炉中使用; 另一方面, 自身配备的位移系统又存在各种接触位移误差。这就使得静态法评价弹性模量的最高使用温度不会超过 1200°C ^[18]。

1.2 动态法

共振激励法: 共振激励法利用脉冲激励器来激励具有矩形截面的梁试样, 测量样品的弯曲或扭转频率^[20]。图 3 为共振激励法的测试示意图: 激励引起样品的自由振动, 通过试样上方的信号接收器得到振动信号, 进而利用弯曲振动的基频算出试样的弹性模量:

$$E = 0.9465 \times \left[\frac{m \times f_f^2}{b} \right] \times \left[\frac{L^3}{t^3} \right] \times T_1 \tag{4}$$

式中, m 为样品的质量 (g); f_f 为弯曲响应频率 (Hz); L, b, t 分别为待测样品的长度、宽度和厚度 (mm)。

Sibil^[39]等人利用共振激励技术 (IET) 测试了碳结合氧化铝耐火材料从室温至 1450°C 间的弹性模量, 发现其弹性模量随温度的变化呈现先增后降的趋势, 这可能是由于较高的孔隙率所导致的。

超声波法: 根据弹性波在固体中的传播理论, 不同模式的声波在固体中的传播速度与材料的相应弹性模量和密度相关^[21]。超声波弹性模量测定系统如图 4 所示, 在该测量系统中, 换能元件、耦合杆一体式磁致伸缩超声传感器激发的纵波或扭转波脉冲经耦合界面在试样中传播, 测量由同一传感器接收的试样前后端面的反射脉冲之间的时间间隔 t 和试样长度 l , 计算得到声速 $c = l / 2t$, 进而可以由下式计算得到被测材料的弹性模量:

$$E = \rho c_B^2 = \frac{4m}{\pi d^2 l} \times \frac{4l^2}{t_B^2} \tag{5}$$

式中, ρ 为待测样品密度 ($\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$); c_B 为纵波传播波速 ($\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$); d 为样品直径 (mm); l 为样品长度 (mm); m 为样品质量 (g); t_B 为样品前后端面的反射脉冲之间的时间间隔 (s)。

Nonnet^[40]等人利用超声技术测试高铝水泥浇注料从室温至 1600°C 间的弹性模量。该实验中试样截面为圆形, 只受到弹性模量的影响。如果为其他形状 (如正方形等), 则还要考虑剪切模量的影响。

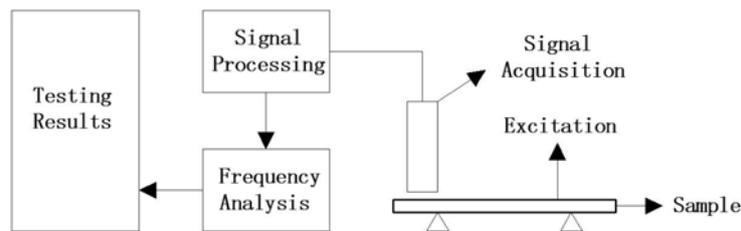


图 3 共振激励法测试弹性模量示意图

Figure 3 Schematic of resonance excitation method for elastic modulus measurement

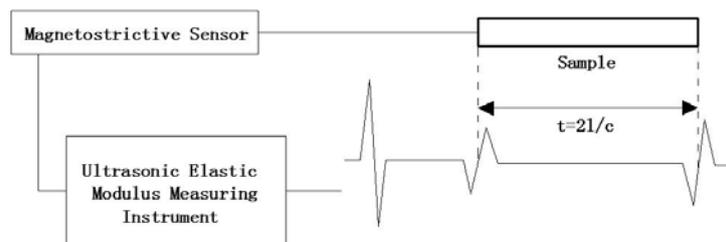


图 4 超声波法测试弹性模量示意图

Figure 4 Schematic of ultrasonic method for elastic modulus measurement

相对于静态法, 上述两种动态法能够用于测量材料在较高温度的弹性模量。然而对于 1600°C 以上的超高温环境, 动态法也有很多局限性: (1) 对于共振激励法, 较多低粘度的玻璃相会从待测样品中析出, 产生较高的声阻尼, 因此不利于在 1200°C 以上获得十分可靠的信号^[39]; (2) 对于超声波法, 高温下传感器材料常常因为超过居里温度而失效^[40]。

1.3 小结

传统的静态法和动态法在测试评价管材在高温及超高温下的弹性模量时都存在或多或少的问题和不足之处。一方面, 两类方法都不适于评价管状或环状材料; 另一方面, 在评价高温或超高温弹性模量时, 静态法很难测得材料所对应的真实变形, 而动态法则由于传感材料的使用温度限制使得测试结果的误差随温度升高而升高, 甚至失效。因此, 我们有必要开发新的理论和方法来实现陶瓷管材等在高温及超高温下弹性模量的评价。

2 缺口环法评价脆性管材弹性模量

2.1 缺口环法评价室温下管材弹性模量

在室温下, 管材样品被加工成一个具有水平对称缺口的圆环, 如图 5 所示。理论和实验都表明, 横截面相似的缺口环试样的垂直位移量要比弯曲梁大得多, 这就方便了陶瓷等脆性管材的变形位移的精确测试。

根据适用于线弹性结构的卡氏定理^[41], 我们提出了一种评价圆环或圆管状脆性材料弹性模量的方法 (简称缺口环法^[19,30]), 即对缺口环样品施加一个竖直方向的压缩载荷 P (P 的方向与缺口环的圆心共线), 通过载荷-位移曲线及缺口环样品的尺寸即可算出对应材料的弹性模量, 其计算公式如下:

$$E = \frac{3\pi}{4000b} \times \frac{\Delta P}{\Delta \delta} \times \frac{(R+r)^3}{(R-r)^3} \quad (6)$$

其中, E 为缺口环材料的弹性模量 (GPa); ΔP 为缺口环试样在弹性变形范围内载荷增加量 (N); $\Delta \delta$ 为试样对应的压缩变形量 (mm); R 为缺口环试样的外半径 (mm); r 为缺口环试样的内半径 (mm); b 为缺口环试样的宽度 (mm)。

表 2 为万德田^[19]等人利用缺口环法评价脆性管材在室温下的弹性模量 (包括石英玻璃管, 氧化铝管及氧化锆管), 可以看出测试结果与弯曲法十分接近。

表 2 缺口环法评价脆性管材在室温下的弹性模量^[1,19,34]

Table 2 Elastic modulus of brittle tube materials at room temperature by the split ring method^[1,19,34]

Sample	Sample dimension / mm			$\Delta P / \Delta \delta$ / N·mm ⁻¹	Elastic modulus / GPa	
	R	r	b		Split ring	Bending
Quartz glass	17.74	15.70	3.94	29.52	73.6	72 ^[1]
Alumina	60.60	46.90	4.94	2400.02	409.2	382 ^[34]
Zirconia	3.18	2.44	4.78	1036.82	223.8	207 ^[34]

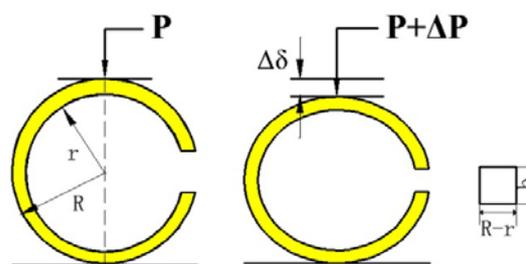


图 5 缺口环加载前及加载过程中的示意图

Figure 5 Schematic of split ring before and after loading

然而, 上述缺口环法的弹性模量计算公式并不能直接用于评价高温及超高温环境下脆性管材的弹性模量。因为加载系统和压头等连接部位在施加载荷时自身也存在变形和接触位移, 室温下可使用外接的高精度位移测量仪 (如电感量仪等) 测量试样的变形。但这种电感量仪装置又无法在高温大气或超高温真空环境中使用。这就使得目前陶瓷等耐高温管材在高温下的精确变形量 $\Delta\delta$ 还没有十分有效的测试方式。另外, 当缺口环试样放置在加热炉中后, 在整个试验过程中不允许产生任何移动和滚动, 固定缺口环并使其外表面不受力也是试验顺利进行的基本保障。

2.2 高温和超高温环境下弹性模量评价技术 —— 相对缺口环法

为了精确测量缺口环样品在高温及超高温下的变形, 我们借鉴了相对法^[24-29]的思路。由于实验中唯一可用于测量变形的装置即为横梁位移记录系统, 该位移其实包含两部分: (1) 缺口环试样的真实变形; (2) 各种接触和变形误差 (即系统误差)。只要能够准确表征出系统误差, 就能够得到缺口环试样的真实变形。本方法的关键点就是利用相对法消除这部分系统误差。

采用一个与待测缺口环试样直径、宽度都相同的实心刚性圆块做为对比参照物。在完全相同的条件下, 对缺口环试样和刚性圆块分别施以相同载荷 P , 得到两个不同的横梁位移 Δd 和 $\Delta d'$ 。由于外加载荷 P 很小 (不超过缺口环断裂载荷的四分之一), 刚性圆块自身的变形就可以忽略不计。于是, $\Delta d'$ 就代表了横梁位移的系统误差, $(\Delta d - \Delta d')$ 就代表了在高温下缺口环试样的真实变形 (如图 6)。用 $(\Delta d - \Delta d')$ 代替公式 (6) 中的 $\Delta\delta$, 即可得到缺口环试样在高温和超高温环境下的弹性模量:

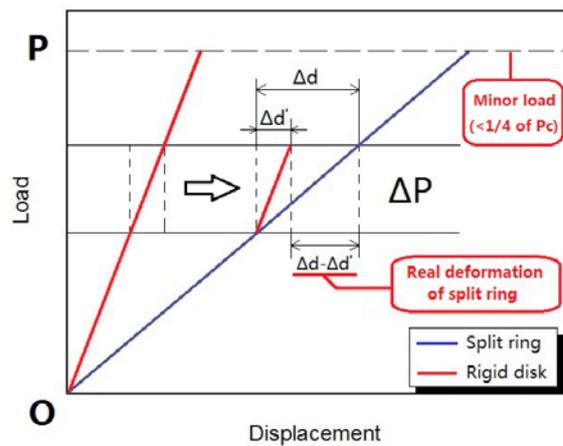


图 6 缺口环与刚性圆块的横梁位移的载荷-位移曲线

Figure 6 Load-displacement curves of cross beam for split ring and rigid disk

$$E = \frac{3\pi}{4000b} \times \frac{\Delta P}{\Delta d - \Delta d'} \times \frac{(R+r)^3}{(R-r)^3} \quad (7)$$

3 相对缺口环法评价各种脆性管材在高温及超高温下弹性模量

3.1 石英玻璃管在高温下 (600°C ~ 1200°C) 的弹性模量

石英玻璃是一种性能优异的透明工程材料, 其硬度高, 耐腐蚀, 热膨胀系数低, 电绝缘性能好, 并具有极强的耐热冲击能力, 在工业和科学领域具有非常广泛的应用研究^[1]。例如, 石英玻璃不仅可用作光学系统的窗口材料^[42], 还可作为模拟核爆试验用的容器材料^[43]。本文利用相对缺口环法评价石英玻璃管在高温大气环境下的弹性模量。

图 7 为石英玻璃管从室温测至 1200°C 的弹性模量^[44]。可以看出, 石英玻璃管的弹性模量呈现出先增后减的变化趋势。以 800°C 为界限, 该温度之前弹性模量缓慢上升, 这是由石英玻璃本身较小的热膨胀系数 (约为平板玻璃的 1/14) 及其内部较多的空穴二者共同造成的。800°C 之后, 上述两种因素对弹性模量的影响逐渐被蠕变效应所取代, 因此在之后的 300°C 内弹性模量出现缓慢的下降。

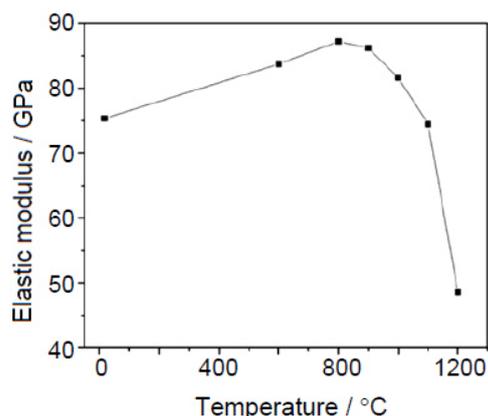
图 7 不同温度下石英玻璃管的弹性模量^[44]

Figure 7 Measured elastic modulus of quartz glass tube at different temperatures^[44]

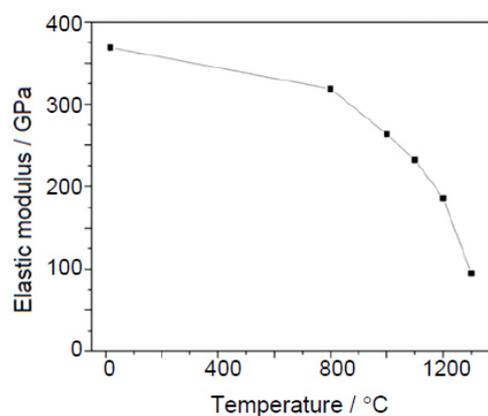
图 8 不同温度下氧化铝陶瓷管的弹性模量^[46]

Figure 8 Measured elastic modulus of alumina ceramic tube at different temperatures^[46]

1100°C 以后除了蠕变效应外, 石英玻璃内部出现的晶型转变^[45]也使其粘度大幅减小, 在宏观层面表现为石英玻璃弹性模量快速下降。

3.2 氧化铝管在高温下 (800°C ~ 1300°C) 的弹性模量

氧化铝陶瓷管 (也称作刚玉管) 是一种日常生活及工业应用中都十分常见的氧化物陶瓷管, 在室温及高温环境下都具有较高的刚度和强度, 是用于制作导管或热电偶等部件的常用材料^[2]。我们采用相对缺口环法评价了氧化铝陶瓷管在高温真空环境下的弹性模量。

图 8 为从室温至 1300°C 范围内测得的氧化铝陶瓷管的弹性模量^[46]。其弹性模量变化趋势较为符合一般陶瓷先慢后快的减小规律。800°C 之前, 弹性模量下降十分缓慢; 800°C 开始由于蠕变效应的出现而使得弹性模量开始明显下降; 1300°C 时已达到氧化铝陶瓷管的荷重软化温度, 此时的弹性模量基本没有意义。

3.3 C/SiC/ZrB₂ 陶瓷管在高温下 (1000°C ~ 1600°C) 的弹性模量

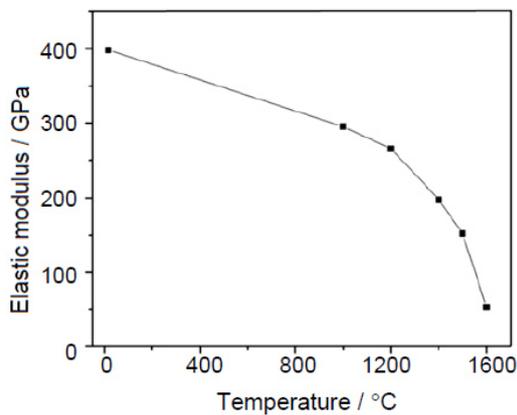
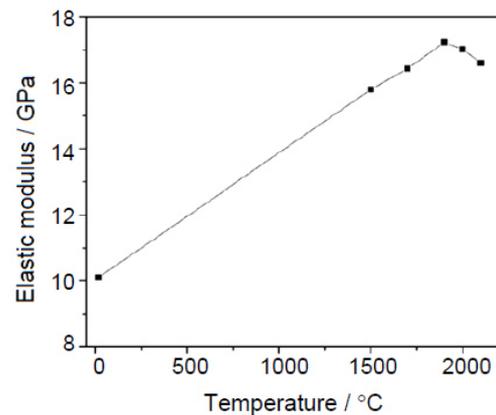
C/SiC/ZrB₂ 陶瓷管是一种典型的超高温多孔陶瓷管, 在极端环境下表现出优异的断裂韧性、强度、抗热震及抗氧化性能^[47-53]。我们采用相对缺口环法评价了 C/SiC/ZrB₂ 陶瓷管在超高温真空环境下的弹性模量。

图 9 为 C/SiC/ZrB₂ 陶瓷管从室温至 1600°C 的弹性模量^[54]。其弹性模量变化趋势与图 8 中氧化铝陶瓷管十分类似: 1000°C 之前, 弹性模量缓慢下降; 之后每升高 200°C 弹性模量出现一个明显的快速下降; 1600°C 之后, 蠕变效应非常明显导致弹性模量不足 50 GPa。从图 9 还可以看出 1300°C 前后弹性模量的变化速率差异较大。研究表明, C/SiC/ZrB₂ 陶瓷管的韧脆转变温度大约在 1300°C 左右, 这与 Wang 等人的实验结果^[55]是一致的。

3.4 石墨管在超高温下 (1500°C ~ 2100°C) 的弹性模量

石墨虽然在室温下属于准脆性材料, 但在高温及超高温环境下则表现出较高的刚度和强度。虽然石墨在 2000°C 附近的强度数据早已获得^[56], 但其对应的弹性模量参数却由于各种测试方法的温度局限性至今仍是未知之数。我们采用相对缺口环法评价石墨管在超高温真空环境下的弹性模量。

图 10 为石墨管从室温至 2100°C 的弹性模量^[54]。可以看出石墨管的弹性模量随温度的变化曲线

图 9 不同温度下 C/SiC/ZrB₂ 陶瓷管的弹性模量^[54]Figure 9 Measured elastic modulus of C/SiC/ZrB₂ ceramic tube at different temperatures^[54]图 10 不同温度下石墨管的弹性模量^[54]Figure 10 Measured elastic modulus of graphite tube at different temperatures^[54]

与上述几种陶瓷的变化趋势完全不同: 1900°C 之前, 弹性模量随温度的升高不降反升; 直至 1900°C 之后弹性模量才开始出现小幅下降, 但仍高于室温下的水平。这种反常现象可以归因于石墨的多孔性及石墨微晶的热膨胀系数高于石墨本身的体膨胀系数^[57,58]。石墨从石墨化温度冷却下来之时, 其中微晶的收缩远大于石墨体本身的收缩, 因此在冷却过程中孔隙会渐加。这种新增加的孔隙称为“冷致裂隙”。当石墨重新再加热时, 由于微晶的膨胀远比石墨本体大, 冷致裂隙又会逐渐被填充; 因而在加热过程中, 石墨的总孔隙率会逐渐降低, 弹性模量会随着温度的升高而增大^[57]。在 2000°C 之上, 石墨的蠕变速率显著增大^[59], 蠕变会导致模量下降。模量曲线在高温下出现的最高点, 可能是两种力量互为消长的结果。

4 结论与展望

陶瓷材料弹性模量的传统测试技术基本可以满足室温和部分高温 ($\leq 1500^{\circ}\text{C}$) 范围内的测试需求。本文提出了一种新颖的高温和超高温弹性模量测试技术——相对缺口环法。采用这一测试技术对典型的石英玻璃管、氧化铝陶瓷管、C/SiC/ZrB₂ 复合陶瓷管以及石墨管进行测试所得到的结果验证了这一测试技术评价高温及超高温下脆性管材的弹性模量参数的可靠性与真实性。因此, 相对缺口环法的提出解决了该极端环境下管材力学性能评价的一大难题。

与其他传统方法相比, 相对缺口环法还具有以下优势:

(1) 在 1500°C 以上的超高温真空极端环境下, 相对缺口环法是目前唯一可用于评价材料弹性模量的方法, 并且具有较高的精度和可靠性;

(2) 首次将相对法与缺口环法结合, 无需借助复杂的设备和精密的仪器, 仅简单地比较两个横梁位移即可得到精确的缺口环变形, 使得该方法简便易行;

(3) 自主设计适用于固定缺口环及刚性圆块样品用的十字槽夹具, 使得样品在升温及加载环节不会出现水平晃动或滚动, 确保试验顺利进行;

通过相对法与缺口环来解决问题的思路不仅适用于评价管材在高温及超高温下的弹性模量, 将来还有可能解决管材在其他领域的难题, 例如管材涂层弹性模量的评价、有毒有害环境下材料性能评价等。

参考文献

- [1] 李海兵, 胡丽丽, 林文正, 等. 脉冲氙灯用截紫外石英玻璃管性能的研究[J]. 中国激光, 2004, 31 (6): 654-658.
- [2] 张建平, 刘芳, 刘宇, 等. 钠硫电池 β'' - Al_2O_3 陶瓷管几何参数对其机械强度的影响[J]. 硅酸盐学报, 2013, 41 (7): 895-900.
- [3] 焦阳, 姚志远, 胡正旭, 等. 熔融纳米玻璃管的拉伸特性[J]. 纳米技术与精密工程, 2014, 12 (1): 37-43.
- [4] 刘钊, 包亦望, 万德田, 等. 两种方法评价管材力学性能的研究[J]. 无机材料学报, 2016, 31(2): 213-219.
- [5] ZHAO JC, WESTBOOK JH. Ultrahigh-temperature materials for jet engine [J]. MRS Bulletin, 2003, 28: 622-626.
- [6] OPEKA MM, TALMY IG, ZAYKOSKI JA. Oxidation-based materials selection for 2000°C + hypersonic aerosurfaces: theoretical considerations and historical experience [J]. Journal of Materials Science, 2004, 39: 5887-5904.
- [7] NASLAIN R, CHRISTIN F. SiC-matrix composite materials for advanced jet engines [J]. MRS Bulletin, 2003, 28: 654-658.
- [8] MONTEVERDE F, BELLOSI A. The resistance to oxidation of an HfB_2 -SiC composite [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2005, 25: 1025-1031.
- [9] BARGERON CB, BENSON RC, JETTE AN, et al. Oxidation of hafnium carbide in the temperature range 1400 to 2060°C [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1993, 76: 1040-1046.
- [10] FUJII K, YASUDA E, TAUABE Y. Dynamic mechanical properties of polycrystalline graphite and 2D C/C composite by plate impact [J]. International Journal of Impact Engineering, 2001, 25: 473-491.
- [11] GUPTA JS, ALIX O, BOUCARD PA, et al. Fracture predications of a 3D C/C materials under impact [J]. Composite Science and Technology, 2005, 65: 375-386.
- [12] 武保华, 刘春丽, 张涛, 等. 碳/碳复合材料超高温力学性能测试研究[J]. 宇航材料工艺, 2001, (6): 67-71.
- [13] 易法军, 韩杰才, 杜善义. 混杂碳/碳复合材料超高温力学性能实验研究[J]. 复合材料学报, 2003, 20 (2): 118-122.
- [14] 陈宗平, 徐金俊, 郑华海, 等. 再生混凝土基本力学性能试验及应力-应变本构关系[J]. 建筑材料学报, 2013, 16 (1): 24-32.
- [15] NEUMAN EW, HILMAS GE, FAHRENHLOTZ WG. Mechanical behavior of zirconium diboride-silicon carbide ceramics at elevated temperature in air [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2013, 33: 2889-2899.
- [16] 李坤明, 贾路宇, 包亦望, 等. 位移敏感压痕技术评价 SiC 硬质膜的力学性能[J]. 硅酸盐通报, 2010, 29 (2): 272-277.
- [17] LOPEZ-LOPEZ E, ERAUW JP, MORENO R, et al. Elastic behavior of zirconium titanate bulk material at room and high temperature [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2012, 32 (16): 4083-4089.
- [18] SADDEEK YB. Study of elastic moduli of lithium borobismuthate glasses using ultrasonic technique [J]. Journal of Non-Crystalline Solids, 2011, 357: 2920-2925.
- [19] WAN DT, BAO YW, LIU XG, et al. Evaluation of elastic modulus and strength of glass and brittle ceramic materials by compressing a notched ring specimen [J]. Advanced Materials Research, 2011, 177: 114-117.
- [20] WEMEM J, ANEZIRIS CG, SCHAFFONER S. Influence of porosity on Young's modulus of carbon-bonded alumina from room temperature up to 1450°C [J]. Ceramics International, 2014, 40: 14439-14445.
- [21] LUZ AP, HUGER M, PANDOLFELLI VC. Hot elastic modulus of Al_2O_3 -SiC-SiO₂-C castables [J]. Ceramics International, 2011, 37: 2335-2345.
- [22] 桑英军, 王亮, 唐圣平等. 透明有机玻璃弹性模量的测量方法研究[J]. 考试周刊, 2009, (36): 181.
- [23] ZHAO J, ZHENG JJ, PENG GF. A numerical method for predicting Young's modulus of heated cement paste [J]. Construction and Building Materials, 2014, 54: 197-201.

- [24] BAO YW, ZHOU YC, BU XX, et al. Evaluating elastic modulus and strength of hard coatings by relative method [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2007, 458: 268–274.
- [25] BAO YW, WANG W, ZHOU YC. Investigation of the relationship between elastic modulus and hardness based on depth-sensing indentation measurements [J]. *Acta Materialia*, 2004, 52: 5397–5404.
- [26] BAO YW, ZHOU YC. Evaluating high-temperature modulus and elastic recovery of Ti_3SiC_2 and Ti_3AlC_2 ceramics [J]. *Materials Letters*, 2003, 57: 4018–4022.
- [27] WAN DT, ZHOU YC, BAO YW. Evaluation of the elastic modulus and strength of unsymmetrical Al_2O_3 coating on Ti_3SiC_2 substrate by a modified relative methodology [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2008, 474: 64–70.
- [28] BAO YW, LIU LZ, ZHOU YC. Assessing the elastic parameters and energy-dissipation capacity of solid materials: a residual indent may tell all [J]. *Acta Materialia*, 2005, 53: 4857–4862.
- [29] BAO YW, SU SB, YANG JJ, et al. Nondestructively determining local strength and residual stress of glass by Hertzian indentation [J]. *Acta Materialia*, 2002, 50: 4659–4666.
- [30] ISO 18558–2015, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technological ceramics) — Test method for determining elastic modulus and bending strength of ceramic tube and rings [S].
- [31] 包亦望, 万德田. 结构陶瓷特殊条件下力学性能评价的新技术与技巧[J]. *科学通报*, 2015, 60 (3): 246–256.
- [32] HELVATJOGLU-ANTONIADES M, PAPADOGIANNIS Y, LAKES RS, et al. Dynamic and static elastic moduli of packable and flowable composite resins and their development after initial photo curing [J]. *Dental Materials*, 2006, 22: 450–459.
- [33] HAN SH, KIM JK. Effect of temperature and age on the relationship between dynamic and static elastic modulus of concrete [J]. *Cement and Concrete Research*, 2004, 34: 1219–1227.
- [34] PABST W, GREGOROVA E, CEMY M. Isothermal and adiabatic Young's moduli of alumina and zirconia ceramics at elevated temperatures [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2013, 33: 3085–3093.
- [35] TOLIDIS K, PAPADOGIANNIS D, PAPADOGIANNIS Y, et al. Dynamic and static mechanical analysis of resin luting cements [J]. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2012, 6: 1–8.
- [36] PIH H, LIU KC. Laser diffraction methods for high-temperature strain-measurements [J]. *Experimental Mechanics*, 1991, 31: 60–64.
- [37] OLIVER WC, PHARR GM. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments [J]. *Journal of Materials Research*, 1992, 7: 1564–1583.
- [38] SANCHEZ-GONZALEZ E, MIRANDA P, MELENDZE-MARTINZE JJ, et al. Temperature dependence of mechanical properties of alumina up to the onset of creep [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2007, 27: 3345–3349.
- [39] SIBIL A, ERAUW JP, CAMBIER F, et al. Study of damage of high zirconia fused-cast refractories by measurement of Young's modulus [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2009, 521: 221–223.
- [40] NONNET E, LEQUEUX N, BOCH P. Elastic properties of high alumina cement castables from room temperature to 1600°C [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 1999, 19: 1575–1583.
- [41] MIRANDA P, PAJARES A, GUIBERTEAU F, et al. Role of flaw statistics in contact fracture of brittle coatings [J]. *Acta Materialia*, 2001, 49 (18): 3719–3726.
- [42] 冯云松, 李晓霞. 基于 ANSYS 的脉冲激光辐照石英玻璃的温度场数值模拟[J]. *物理实验*, 2012, 32 (2): 35–37.
- [43] 陈千一, 刘凯欣, 刘伟东, 等. 熔融石英玻璃超高速撞击的数值模拟与分析[J]. *航天器环境工程*, 2009, 26: 5–8.
- [44] 刘钊, 包亦望, 魏晨光, 等. 校正缺口环法评价石英玻璃管的高温弹性模量[J]. *无机材料学报*, 2015, 30 (8): 838–842.
- [45] 蒋青, 赵明, 吕晓霞. $\text{Zr}_{65}\text{Al}_{7.5}\text{Ni}_{10}\text{Cu}_{15}\text{Co}_{2.5}$ 合金的玻璃转变温度[J]. *材料研究学报*, 1997, 11 (2): 187–190.

- [46] LIU Z, BAO YW, HU CL, et al. Evaluating high temperature modulus and strength of alumina tube in vacuum by a modified split ring method [J]. Key Engineering Materials, 2016, 680: 9–12.
- [47] CHEN SA, HU HF, ZHANG YD, et al. Effects of high-temperature annealing on the microstructure and properties of C/SiC-ZrB₂ composites [J]. Materials Design, 2014, 53: 791–796.
- [48] LI HJ, YAO XY, ZHANG YL, et al. Effect of heat flux on ablation behavior and mechanism of C/C-ZrB₂-SiC composite under oxyacetylene torch flame [J]. Corrosion Science, 2013, 74: 265–270.
- [49] SHARIF MA, SUEYOSHI H. Preparation and properties of C/SiC/ZrO₂ porous composites by hot isostatic pressing the pyrolyzed preforms [J]. Ceramics International, 2009, 35: 349–358.
- [50] FANG XF, LIU FS, SU HQ, et al. Ablation of C/SiC, C/SiC-ZrO₂ and C/SiC-ZrB₂ composites in dry air and air mixed with water vapor [J]. Ceramics International, 2014, 40: 2985–2991.
- [51] WANG XG, LIU J, PENG LM. ZrB₂-SiC composite parts in oxyacetylenic torch tests: experimental and computational assessment of chemical, thermal and mechanical behavior [J], Materials Science and Engineering A, 2011, 528: 6896–6906.
- [52] SARIN P, DRIEMEYER PE, HAGGETRY RP, et al. In situ studies of oxidation of ZrB₂ and ZrB₂-SiC composites at high temperatures [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2010, 30: 2375–2386.
- [53] HU HF, WANG QK, CHEN ZH, et al. Preparation and characterization of C/SiC-ZrB₂ composites by precursor infiltration and pyrolysis process [J]. Ceramics International, 2010, 36: 1011–1016.
- [54] LIU Z, BAO YW, WAN DT, et al. A novel method to evaluate Young's modulus of ceramics at high temperature up to 2100°C [J]. Ceramics International, 2015, 41 (10): 12853–12840.
- [55] WANG LL, LIANG J, FANG GD. High temperature fracture behavior of ZrB₂-SiC-graphite composite in vacuum and air [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2015, 619: 145–150.
- [56] MANOCHA LM. High performance carbon-carbon composites [J]. Sadhana, 2003, 28: 349–358.
- [57] GAO AJ, ZHAO C, LUO S, et al. Correlation between graphite crystallite distribution morphology and the mechanical properties of carbon fiber during heat treatment [J]. Materials Letters, 2011, 65: 3444–3446.
- [58] JENKINS JM. The effect of microporosity on the elastic modulus and yield curve of polycrystalline graphite [J]. Journal of Nuclear Materials, 1969, 29: 322–328.
- [59] SELDIN EJ. Creep and recovery in graphites at high temperatures [J]. Carbon, 1963, 2: 545–562.

※ ※

New Evaluation Methods for Determining the Elastic Modulus of Ceramic Tubes at High and Ultrahigh Temperatures

LIU Zhao^{1,2}, WAN De-Tian^{1,2,3}, BAO Yi-Wang^{1,2,3}, WEI Chen-Guang^{1,2},
TIAN Yuan^{1,2}, PAN Rui-Na^{1,2}

¹ State Key Lab. of Green Building Materials, China Building Materials Academy, Beijing 100024, China

² China Building Material Test & Certification Group Co. Ltd, Beijing 100024, China

³ Jingdezhen Ceramic Institute, Jingdezhen 333403, China

Abstract: The conventional testing methods and some new evaluation methods for determining the elastic modulus of ceramics are summarized in this paper. Aimed at evaluating the elastic modulus of inorganic brittle tube materials at high and ultrahigh temperatures, we proposed a novel method that combined the split ring method with relative method, viz. relative split ring method. In this method, the displacements of the split ring and a rigid disk were compared to directly obtain the true deformation of the split ring at high and ultrahigh temperatures, thereby calculating the accurate

