

# 国产三代 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料的界面力学性能

管 肇 阳, 张 立, 荆 开 开, 师 维 刚, 王 晶, 李 玫, 刘 永 胜, 张 程 煜

(西北工业大学 超高温结构复合材料重点实验室, 西安 710072)

**摘 要:** 连续碳化硅纤维增强碳化硅复合材料(SiC<sub>f</sub>/SiC)是下一代航空发动机的关键结构材料, 其界面性能是决定材料力学性能的重要因素之一。为此, 本研究表征了国产三代 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的界面性能, 并探究其与材料拉伸性能的关系。利用拉伸加/卸载过程中的迟滞特性定量分析了 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 中各组元残余应力和界面滑动应力(IFSS), 根据断口拔出纤维的断裂镜面半径得到了纤维就位强度( $\sigma_{fu}$ )的统计分布, 通过纤维推入法得到界面剪切强度(ISS)和界面脱黏能( $G_i$ )。结果表明: 利用宏观结合细观的方法能够较全面地描述 SiC<sub>f</sub>/SiC 从初始裂纹萌生到最终脱黏不同阶段的界面力学性能, 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的 IFSS、ISS 和  $G_i$  分别为 56 MPa、(28±5) MPa 和 (2.7±0.6) J/m<sup>2</sup>。ISS 和  $G_i$  较低, 表明界面结合较弱, 在剪应力作用下易产生裂纹, 而 IFSS 较大, 表明界面脱黏后纤维与基体间相对滑动较为困难, 阻碍了纤维拔出, 不利于发挥纤维的增强作用。根据获得的界面性能和经典 ACK 模型, 较好地预测出比例极限应力, 并结合  $\sigma_{fu}$  预测了 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的拉伸强度。拉伸强度预测值高于实验值, 这与界面处径向残余压应力以及纤维承受的残余拉应力有关。

**关 键 词:** 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC; 拉伸加/卸载; 纤维推入; 界面剪切强度; 界面脱黏能; 界面滑动应力

中图分类号: TB332 文献标志码: A 文章编号: 1000-324X(2024)03-0259-08

## Interfacial Mechanical Properties of the Domestic 3rd Generation 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC Composite

GUAN Haoyang, ZHANG Li, JING Kaikai, SHI Weigang, WANG Jing,  
LI Mei, LIU Yongsheng, ZHANG Chengyu

(Key Laboratory of Ultra-High Temperature Structural Composites, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

**Abstract:** Continuous silicon carbide fiber reinforced silicon carbide composite (SiC<sub>f</sub>/SiC) is a critical structural material for the development of next-generation aircraft engines. The interfacial property is one of the important factors determining the material mechanical properties. Therefore, this study characterized the interfacial mechanical properties of domestic third-generation 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC and investigated its relationship with tensile properties. The residual stress of the 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC constituents and interfacial sliding stress (IFSS) were quantitatively analyzed by hysteresis characteristics during the cyclic tension loading/unloading test. Statistical distributions of the *in-situ* fiber strength ( $\sigma_{fu}$ ) were obtained based on the fracture mirror radius of pull-out fibers. Interfacial shear strength (ISS) and interfacial debonding energy ( $G_i$ ) were obtained through the push-in method. Results show that combination of macroscopic and microscopic methods can comprehensively describe the interfacial mechanical performance of 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC from crack initiation to final debonding. The IFSS, ISS, and  $G_i$

收稿日期: 2023-08-02; 收到修改稿日期: 2023-10-12; 网络出版日期: 2023-10-15

基金项目: “叶企孙”科学基金(U2241239) Ye Qisun Science Foundation (U2241239)

作者简介: 管肇阳(1999–), 男, 硕士研究生. E-mail: guanhaoyang@mail.nwpu.edu.cn

GUAN Haoyang (1999–), male, Master candidate. E-mail: guanhaoyang@mail.nwpu.edu.cn

通信作者: 张程煜, 教授. E-mail: cyzhang@nwpu.edu.cn

ZHANG Chengyu, professor. E-mail: cyzhang@nwpu.edu.cn

of 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC are 56 MPa,  $(28 \pm 5)$  MPa, and  $(2.7 \pm 0.6)$  J/m<sup>2</sup>, respectively. Values of ISS and  $G_i$  indicate weak interface bonding, causing it susceptible to cracking under shear stress, while the large IFSS suggests that relative fiber sliding is inhibited after interface debonding, hindering fiber pull-out. The obtained interfacial properties can predict the proportional limit stress ( $\sigma_{PLS}$ ) accurately according to the ACK model. Based on the interfacial properties and the *in-situ* fiber strength ( $\sigma_{fu}$ ), the tensile strength of 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC is predicted to be higher than the experimental value, which is related to the interfacial radial compressive residual stress and residual tensile stress endured by the fiber.

**Key words:** 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC composite; tensile loading/unloading; push-in; interfacial shear strength; interfacial debonding energy; interfacial sliding stress

连续碳化硅纤维增强碳化硅复合材料(SiC<sub>f</sub>/SiC)具有高比强、高比模、耐高温、抗氧化等优点,是发展新一代航空发动机尾喷管、燃烧室内衬、涡轮叶片等热端部位的关键材料<sup>[1-4]</sup>。作为 SiC<sub>f</sub>/SiC 的基本组元,界面性能是决定其力学性能的重要因素之一。SiC<sub>f</sub>/SiC 普遍采用热解炭(PyC)或氮化硼(BN)等与纤维结合程度较低的“弱”界面相,既能将载荷从基体传递至纤维,又可通过界面脱黏等机制偏转界面裂纹,从而保护纤维。研究人员已针对界面性能与力学性能间的联系开展了大量研究,例如通过调节界面相的厚度来优化 SiC<sub>f</sub>/SiC 的拉伸强度<sup>[5-6]</sup>,研究界面相高温演化对 SiC<sub>f</sub>/SiC 的蠕变和疲劳寿命的影响等<sup>[7-8]</sup>。

SiC<sub>f</sub>/SiC 等陶瓷基复合材料的界面性能通常由界面剪切强度(ISS)、界面脱黏能( $G_i$ )和界面滑动应力(IFSS)等参数描述。当界面剪应力达到 ISS,产生界面裂纹,其扩展伴随着能量释放,能量释放速率用  $G_i$  来衡量。随着裂纹扩展,纤维与界面完全脱黏,二者在界面剪切力作用下发生相对滑动。这些界面性能可通过细观或宏观方法获得。纤维推入、顶出或推出等细观方法通过对单根纤维施加载荷,结合界面裂纹萌生、界面脱黏和纤维/基体相对滑动等物理过程表征界面性能<sup>[9-11]</sup>。通过材料拉伸加载-卸载试验可获得迟滞回环宽度变化和基体裂纹数量<sup>[12-14]</sup>,进一步基于剪滞理论表征界面性能<sup>[15]</sup>。Rebillat 等<sup>[16]</sup>利用单纤维推入和顶出技术表征了 Nicalon/SiC 和 Hi-Nicalon/SiC 的界面力学性能。结果表明 IFSS 为 20~90 MPa,分散性大,这主要取决于局部的应力状态。于海蛟<sup>[17]</sup>利用纤维顶出法研究了国产 KD-I 增强的 3D SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料的 ISS。结果表明:界面相模量和粗糙度影响界面的抗剪切能力,在多层界面中引入 PyC 层,可有效缓解热失配引起的界面应力集中,从而提高界面抗剪切能力。Sauder 等<sup>[18]</sup>采用拉伸加/卸载法研究了 Hi-Nicalon S 和 Tyranno SA3 纤维增强的 mini-SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料的界面力学

性能。结果表明:Hi-Nicalon S/PyC/SiC 的 IFSS 为 10~20 MPa,不受界面厚度的影响,而 SA3/PyC/SiC 的 IFSS 约为 280 MPa,这主要与 Tyranno SA3 纤维的表面粗糙度大有关。

上述结果表明纤维推入、顶出或推出等细观方法和拉伸加/卸载法均能够获得 SiC<sub>f</sub>/SiC 的界面力学性能,然而两类方法均有各自的优缺点。前者能够直观地获得相关界面力学参数,然而其试样厚度不超过 0.5 mm,不能完全反映材料预制体结构对界面性能的影响;而后者获得的界面性能包括材料微观结构的影响。因此,综合利用二者能够较全面地表征 SiC<sub>f</sub>/SiC 的界面力学性能。本工作以国产三代 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料为对象,利用拉伸加/卸载和纤维推入法表征材料的界面力学性能,通过分析纤维断裂镜面半径和拔出长度判断 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的界面结合强度,进而探讨了界面力学性能对 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 拉伸性能的影响,从而理解 SiC<sub>f</sub>/SiC 的拉伸应力-应变行为。

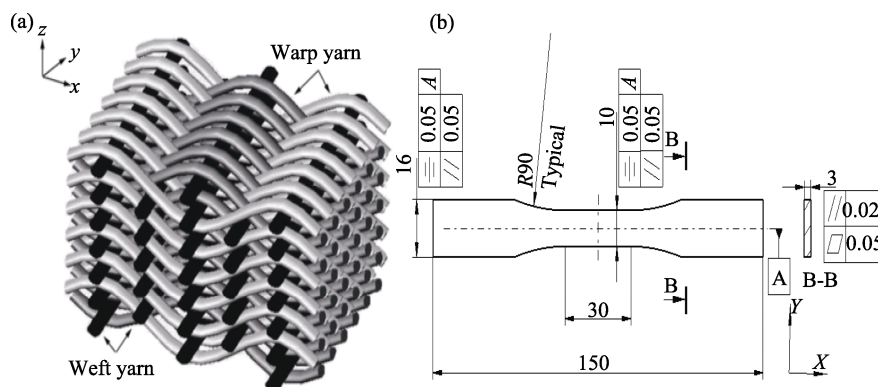
## 1 实验方法

### 1.1 实验材料

研究对象为 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料,增强纤维为福建立亚新材料有限公司生产的国产三代 SiC 纤维,其增强体结构如图 1(a)所示,经纱按正弦曲线排布,纬纱沿直线排布,每组经纱穿梭于两组纬纱之间。采用化学气相渗透工艺(CVI)依次在预制体表面沉积 BN 界面层和 SiC 基体获得图 1(b)所示的 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 拉伸试样,其纤维和基体模量  $E_f$  和  $E_m$  分别为 270<sup>[14]</sup>和 350 GPa<sup>[13]</sup>,纤维体积分数( $V_f$ )为 36%,孔隙率( $\theta$ )为 18%,泊松比( $\nu$ )为 0.2。

### 1.2 拉伸加/卸载试验

在电子万能试验机(DDL-100,长春机械科学研究院)上进行加/卸载试验。加载和卸载速率均为 20 N/s,在

图1 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 拉伸试样的增强体结构和试样形状Fig. 1 Fabric preform and dimensions of 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC tensile specimen  
(a) Schematic of 2.5D woven preform; (b) Dimensions of the tensile specimen (in mm)

试件标距段粘贴应变片(BE120-10AA, 中航电测仪器股份有限公司)记录拉伸应变。当加载至设定应力  $\sigma_p$  后卸载至零, 此时残余应变为  $\varepsilon_0$ 。重新加载至下一应力水平并卸载, 重复上述步骤直至试样断裂。设定的  $\sigma_p^i (i=1\sim 8)$  分别为 110、135、160、180、200、220、240 和 260 MPa。根据加/卸载应力-应变曲线的包络线可得到弹性模量( $E_0$ )、拉伸强度( $\sigma_{UTS}$ )、比例极限应力( $\sigma_{PLS}$ )和断裂应变( $\varepsilon_f$ )等性能参数。

### 1.3 纤维推入试验

将 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 截面抛光至镜面, 制得纤维推入试样。在纳米压痕仪(Hysitron Ti950, Bruker, 美国)上进行推入试验, 使用  $\phi 10 \mu\text{m}$  的平压头, 最大推入深度为 1000 nm, 加载速率为 30 nm/s。选取 10 根纤维分别进行推入试验, 取其平均值计算界面性能。

### 1.4 微观形貌观察

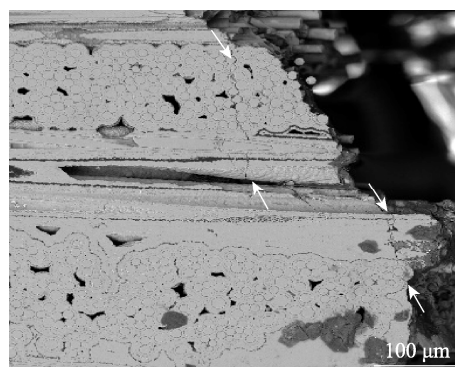
采用场发射扫描电镜(MIRA3 XMU, TESCAN, 捷克)观察并测量 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 断口处 25 根拔出纤维的断裂镜面半径和拔出长度。此外, 对断裂试样的截面打磨抛光制成图 2 所示的金相试样, 使用场发射扫描电镜观察其横向基体裂纹, 可知平均基体裂纹间距( $\bar{d}_f$ )为 120  $\mu\text{m}$ , 使用公式(1)的线性插值法得出不同应力  $\sigma$  作用下 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的平均裂纹间距( $\bar{d}$ )<sup>[19]</sup>。

$$\bar{d} = \bar{d}_f \frac{\frac{\sigma_{UTS}}{\sigma} - 1}{\frac{\sigma_{PLS}}{\sigma} - 1} \quad (1)$$

## 2 实验结果

### 2.1 加/卸载应力-应变曲线

图 3(a)是 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的加/卸载应力-应变曲

图2 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 拉伸断裂后的基体裂纹Fig. 2 Matrix cracks in the fractured 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC under tensile loading

线和对应的包络线, 可见 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的  $\sigma_{UTS}$ 、 $\sigma_{PLS}$  和  $\varepsilon_f$  分别为 272 MPa、135 MPa 和 0.24%。由第一次加载曲线斜率可知  $E_0$  为 235 GPa。当  $\sigma_p$  低于  $\sigma_{PLS}$  时, 加载和卸载曲线重合, 迟滞现象不明显。当  $\sigma_p$  大于  $\sigma_{PLS}$  时, 加载和卸载曲线不重合, 形成了迟滞回环, 说明材料内部产生了不可恢复的损伤。

图 3(b)为加/卸载过程形成的迟滞回环的示意图, 可见: 迟滞回环的加载和卸载段均由蓝色所示抛物线和红色所示线性段构成。以卸载阶段为例, 当从  $\sigma_p$  卸载时, 界面剪应力大于 IFSS, 在界面脱黏区域内, 基体由裂纹面向内发生相对于纤维的反向滑移。当卸载应力低于卸载阶段过渡应力( $\sigma_{tw}$ )时, 反向滑移在界面脱黏尖端停止, 产生部分残余变形。此后滑移长度保持不变, 曲线也从抛物线阶段过渡至线性阶段。部分陶瓷基复合材料如 SiC<sub>f</sub>/SiC 存在裂纹闭合效应, 当  $\sigma$  低于裂纹闭合应力( $\sigma_{cl}$ )时, 基体裂纹面闭合导致材料模量增大, 应力-应变曲线斜率不断增大, 再次表现为上凸的抛物线段。重加载过程与卸载过程类似, 加载时, 纤维/基体界面发生正向滑移, 滑移长度增加。当应力达到加载阶段过

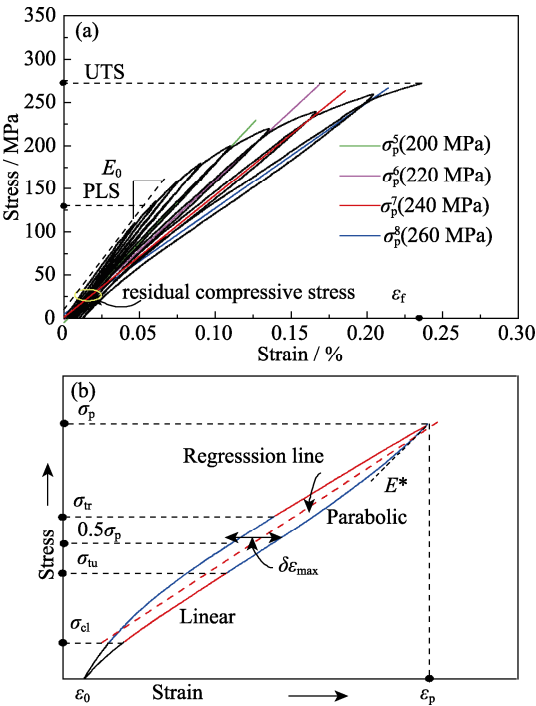


图 3 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 加/卸载应力-应变曲线(a)及典型迟滞回环图示(b)  
Fig. 3 Stress-strain curves during the loading/unloading test of 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC (a) and schematic of typical hysteresis loop (b)  
Colorful figures are available on website

渡应力( $\sigma_{tr}$ )时,正向滑移在界面脱黏尖端受限,此时应力-应变曲线转为线性。

SiC<sub>f</sub>/SiC 中的基体裂纹闭合效应使迟滞回环呈现不完全对称的状态。选取较高应力水平( $\sigma_p^5$ 、 $\sigma_p^6$ 、 $\sigma_p^7$ 、 $\sigma_p^8$ )的迟滞回环,通过对高于裂纹闭合应力  $\sigma_{cl}$  的部分进行线性回归,得到红色虚线所示回归线:  $y_1=a_1x_1+b_1$ 。不同应力水平下迟滞回环回归线的交点即代表了基体中的残余应力状态<sup>[20]</sup>,横坐标为热残余应变( $\varepsilon_{th}$ ),纵坐标为基体残余应力( $q_m$ )。选取四个高应力水平下的迟滞回环回归线,可构建如式(2)所示的超定方程。通过最小二乘法求解该方程,可得  $q_m=24\text{ MPa}$ ,  $\varepsilon_{th}=0.02\%$ ,由于交点在第一象限,说明基体中存在残余压应力,符号记为负。

$a_1$

$a_2$

$a_3$

$a_4$

$q_m=$

$\varepsilon_{th}+$

$b_1$

$b_2$

$b_3$

$b_4$

$(2)$

利用图 3(b)得到的卸载模量( $E^*$ )获得公式(3)所示的损伤因子(DF)<sup>[21]</sup>。图 4 展示了 DF 的变化规律,可以看出 DF 随  $\sigma_p$  增加而线性增大,表明  $\sigma_p$  越大,材料损伤越严重,且 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 在断裂前并未达到基体裂纹饱和状态。拟合直线与应力轴交点可视为

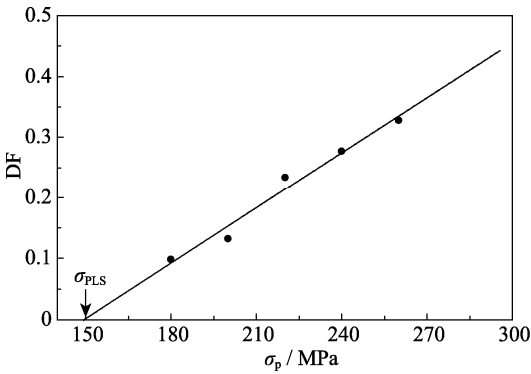


图 4 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的损伤因子(DF)与应力的关系  
Fig. 4 Relationship between damage factor (DF) and stress for 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC

$\sigma_{PLS}$  (150 MPa),这与拉伸应力-应变曲线结果接近。

$$DF=1-\frac{E^*}{E_0}$$

$(3)$

2.2 拉伸加/卸载法

当应力超过  $\sigma_{PLS}$  时,2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 内部出现基体开裂和界面脱黏等损伤,导致应力-应变曲线呈现非线性阶段。根据 Evans 等<sup>[12]</sup>基于剪滞理论建立的模型,可通过拉伸加/卸载过程中  $\delta\varepsilon_{max}$  和  $\varepsilon_p$  变化得到 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的界面力学性能,其中迟滞回环宽度( $\delta\varepsilon_{max}$ )为  $\sigma=0.5\sigma_p$  时卸载和加载段应变差,  $\varepsilon_p$  为  $\sigma_p$  对应的峰值应变。由 2.1 节可知,应力较低时,应力-应变曲线迟滞行为不明显,这里选取  $\sigma_p\geq 200\text{ MPa}$  的加载曲线作为研究对象。

表 1 列出了加/卸载拉伸应力-应变曲线获得的  $E^*$ 、 $\delta\varepsilon_{max}$  和  $\varepsilon_p$  等参数。 $\delta\varepsilon_{max}$  随  $\sigma_p$  增大而增大,材料拉伸损伤程度增加。通过拉伸加/卸载曲线的  $\delta\varepsilon_{max}$  变化,利用公式(4)可反映 IFSS 大小<sup>[21]</sup>。

$$IFSS=4\frac{b_2(1-a_1f_0)^2R}{4\delta\varepsilon_{max}dE_mf_0}\sigma_{p^2}\left(1-\frac{\sigma_p-\frac{\sigma_{tr}}{2}}{\sigma_p}\right)^2$$

$(4)$

$f_0$  为拉伸方向的纤维体积分数,本文取  $f_0$  为  $0.5V_f$ 。

加载阶段中,抛物线向线性段转折时引起斜率变化,可根据如图 5 所示的切线模量倒数(ITM)与应

表 1 加/卸载拉伸实验数据和计算的相关参数  
Table 1 Experimental results and related parameters from the loading/unloading cycle test

$\sigma_p/\text{MPa}$	$\sigma_{tr}/\text{MPa}$	$E^*/\text{GPa}$	$\delta\varepsilon_{max}/\%$	$\varepsilon_p/\%$
200	72	188	$2.67\times 10^{-3}$	0.110
220	96	160	$4.10\times 10^{-3}$	0.136
240	100	139	$6.18\times 10^{-3}$	0.167
260	110	120	$1.06\times 10^{-2}$	0.205

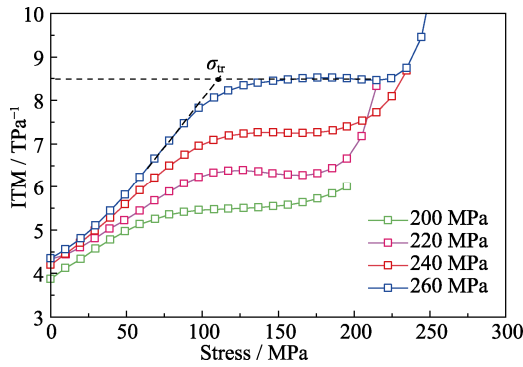


图5 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 不同  $\sigma_p$  下的加载 ITM 与应力的关系  
Fig. 5 Reloading reciprocal modulus of 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC under different peak loading stress

力  $\sigma$  关系, 通过初始线性段及水平线的交点准确得到  $\sigma_{tr}$ 。结合 1.4 节中的  $\bar{d}$  和公式(4)对  $\delta_{\varepsilon_{max}}$  进行拟合, 得到 IFSS 为 56 MPa, 拟合结果如图 6(a)所示。

在 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 中, SiC 纤维的热膨胀系数为  $3.9 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [22], 略低于 CVI-SiC 基体 ( $4.6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ), 这种热膨胀失配导致材料内部残余应力, 进而影响界面力学性能。失配应力 ( $\sigma^T$ ) 和  $\varepsilon_p$  的关系见公式(5)。利用公式(5)对  $\varepsilon_p$  随  $\sigma_p$  的变化进行拟合, 拟合结果如图 6(b)所示, 可得  $\sigma^T$  为 -16 MPa。

$$\varepsilon_p = 2\sigma_p^2 \left( 1 - \frac{\sigma_p - \frac{\sigma_{tr}}{2}}{\sigma_p} \right) \left( 1 + \frac{\sigma_p - \frac{\sigma_{tr}}{2}}{\sigma_p} + 2 \frac{\sigma^T}{\sigma_p} \right) + \frac{\sigma_p + \sigma^T}{E^*} - \frac{\sigma^T}{E_0} \quad (5)$$

Hutchinson 和 Jenson 定义了系数  $a_i$ 、 $b_i$  和  $c_i$ [23] (具体形式见补充材料), 使用公式(6~8)和  $\sigma^T$  得到 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的纤维残余应力 ( $q_f$ )、基体残余应力 ( $q_m$ ) 和界面径向残余应力 ( $p$ ) 等组元残余应力[21], 分别为 49、-24 和 -27 MPa, 其中  $q_m$  与 2.1 节中的结果一致,

在一定程度上说明拉伸加/卸载方法获得的界面力学性能具有很好的参考性。此外,  $p$  为负值, 说明存在界面径向残余压应力, 使 IFSS 增加, 阻碍了纤维与基体的相对滑动。

$$q_f = -(a_2 c_1 / c_2) \sigma^T \quad (6)$$

$$q_m = (1/c_3) \sigma^T \quad (7)$$

$$p = -(a_4 c_1 / c_2) \sigma^T \quad (8)$$

### 2.3 纤维推入法

为了验证拉伸加/卸载法获得的界面力学性能, 进一步使用纤维推入法表征 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的界面力学性能。图 7 为纤维推入载荷 ( $P$ )–位移 ( $u$ ) 曲线示意图。在压入初始阶段, 压头的作用使纤维及其周围基体发生弹性变形, 对应于初始线性阶段, 其斜率为  $S_0$ 。推入载荷增大至临界载荷 ( $P_c$ ), 曲线由线性段向非线性段转折, 在剪应力作用下出现界面脱黏。本文采用如图 7 所示的位移截距法[24]来确定临界脱黏载荷 ( $P_c$ )。两条斜率为  $S_0$ , 位移截距分别为 2% 和 10% 的平行线与  $P$ – $u$  曲线相交于  $A$ 、 $B$  两点, 直线  $AB$  与  $P$ – $u$  曲线的交点即为  $P_c$ 。根据公式(9)计算得到 ISS[24-25]。其中  $R$  为纤维半径。

$$ISS = \frac{S_0 P_c}{2\pi^2 R^3 E_f} \quad (9)$$

对 10 根 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的 0° 纤维进行了推入实验, 依据公式(9)得到  $P_c$  为  $(71.5 \pm 9.9) \text{ mN}$ , ISS 为  $(28 \pm 5) \text{ MPa}$ 。进一步利用公式(10)计算  $G_i$ [26] 为  $(2.7 \pm 0.6) \text{ J/m}^2$ 。

$$G_i = \frac{P_c^2}{8\pi^2 R^3 E_f} \quad (10)$$

需要说明的是, 实验测定的国产三代 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的 ISS 低于文献报道结果[27], 因而其  $G_i$  也相对较低, 说明界面易开裂。

### 2.4 纤维就位强度和界面滑动应力

根据 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 断口纤维断裂形貌, SiC 纤

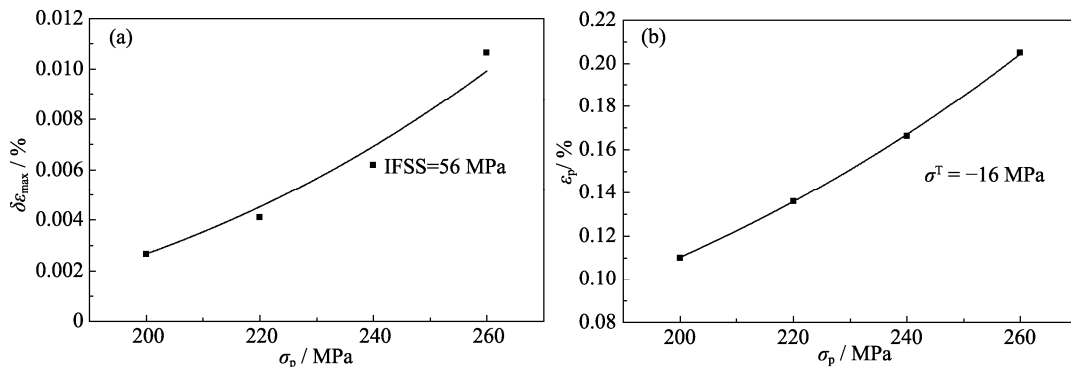


图6 加/卸载过程中各参数的变化

Fig. 6 Variation of parameters during loading/unloading process

(a) Variation of  $\delta\varepsilon_{max}$  with  $\sigma_p$  and (b) Variation of  $\varepsilon_p$  with  $\sigma_p$



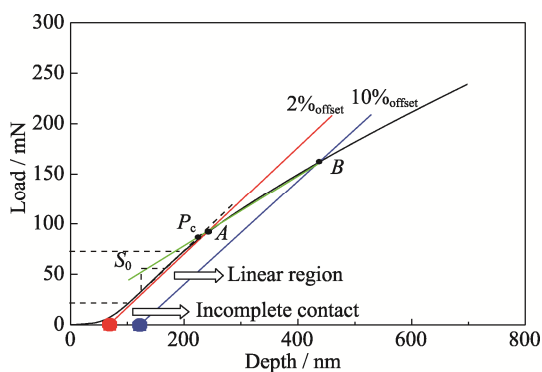
图 7 推入实验中 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的载荷-位移曲线

Fig. 7 Load-displacement curves during push-in test of 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC

纤维断口可分为断裂镜面区、薄雾区和羽毛区。纤维就位强度  $\sigma_{fu}$  可通过公式(11)描述<sup>[28]</sup>, 根据 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的 25 根 0° 纤维的  $\sigma_{fu}$ 。利用双参数 Weibull 分布统计其分布规律。对测得的  $\sigma_{fu}$  进行升序排列, 得到一个数组  $X_1 < X_2 < \dots < X_i < \dots < X_N$ 。令  $P(X_i) = (i - 0.5) / N$  ( $N=25$ ), 则可以得到  $(X_i, P(X_i))$  数对, 对 Weibull 分布函数进行两次对数变换可得公式(12)。以  $\ln X_i$  为横坐标,  $\ln \left[ \frac{1}{1 - P(X_i)} \right]$

为纵坐标, 获得图 8 所示  $\sigma_{fu}$  的 Weibull 分布曲线。根据拟合直线的斜率和截距确定尺度参数  $\alpha$  和 Weibull 模量  $\beta$  分别为 2836 和 10.17。

$$\sigma_{fu} = \frac{3.5K_f}{\sqrt{r_m}} \quad (11)$$

其中,  $K_f$  为 SiC 纤维的 I 型断裂韧性, 约为  $1.0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ <sup>[26]</sup>,  $r_m$  为纤维断裂镜面半径。

$$\ln \left( \ln \left[ \frac{1}{1 - P(X_i)} \right] \right) = \beta \ln X_i - \beta \ln \alpha \quad (12)$$

其中,  $P(X_i)$  为在应力  $X_i$  下的纤维断裂概率。根据  $\sigma_{fu}$  的分布, 可计算均值  $\sigma_{fu} = \alpha \Gamma(1 + 1/\beta)$ , 约为 2.7 GPa。

使用扫描电镜观察并测量如图 9 所示的 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的拔出纤维长度( $h$ )。样品台和镜头的倾角为  $20^\circ$ , 利用  $h = h_{\text{测量}} / \cos 20^\circ$  进行修正。根据 20 根纤维的平均测量结果, 得到  $h$  为  $67 \mu\text{m}$ 。结合上述结果并利用公式(13)获得 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的 IFSS<sup>[29]</sup>, 为 68 MPa, 这与加/卸载法得到的结果一致。

$$\text{IFSS} = \frac{\lambda(m) R \sigma_{fu}}{4h} \quad (13)$$

其中,  $\lambda(m)$  为 1 (设  $\sigma_{fu}$  满足 Weibull 分布)。

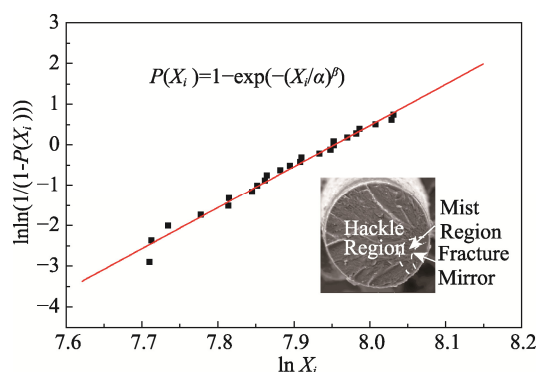
图 8 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 纤维就位强度的 Weibull 分布曲线

Fig. 8 Weibull distribution of *in-situ* fiber strength of 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC

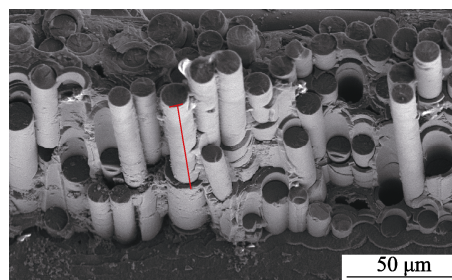
图 9 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 断口上的拔出纤维

Fig. 9 Pull-out fibers on the fracture surface of 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC

### 3 分析与讨论

表 2 对比了国内外文献报道的 SiC<sub>f</sub>/SiC 的界面力学性能。可以看出, 相比于日本 Nicalon 系列材料, 国产 Cansas III/BN/SiC 的 IFSS 明显偏高, 阻碍了纤维与基体间的相对滑动, 并且 Tyranno ZMI/BN/SiC 的 ISS 和  $G_i$  明显高于国产材料, 这与其界面处存在的  $\text{ZrO}_2$  和  $\text{SiO}_2$  有关<sup>[27]</sup>, 硬质陶瓷相会极大增强界面的结合程度。可以看出, ISS 和  $G_i$  在数值上呈现一定的正相关性, 这是因为界面抗剪切的能力越强, 裂纹在界面处萌生或扩展所需要的能量也越大。本研究中拉伸加/卸载与断口观察法得到的 IFSS 结果相近, 纤维推入法则能够获得 ISS 和  $G_i$ , 与前二者形成互补。因此, 利用宏观结合细观的方法能够较全面地描述 SiC<sub>f</sub>/SiC 从初始裂纹萌生到最终脱黏不同阶段的界面力学性能。

界面力学性能和组元残余应力能够显著影响 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的力学性能, 其中 ISS、 $G_i$  和  $\sigma^T$  直接影响  $\sigma_{\text{PLS}}$ 。根据 ACK 模型, 结合前述实验获得的相关参数, 使用公式(14)可知 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 界面力学性能与  $\sigma_{\text{PLS}}$  的关系<sup>[30]</sup>。ISS 和  $G_i$  分别从应力和能量两个角度描述了界面结合程度, 由公式(14)可得, 界面结合程度越高,  $\sigma_{\text{PLS}}$  越大。  $\sigma^T$  为压应力, 可有效提

表 2 SiC<sub>f</sub>/SiC 的界面性能对比  
Table 2 Interfacial properties comparison of SiC<sub>f</sub>/SiC

Fiber	Materials		Weaving method	Properties of interface			Ref.
	Interface	Matrix		ISS/MPa	IFSS/MPa	G <sub>i</sub> /(J·m <sup>-2</sup> )	
Cansas III	BN	CVI	2.5D	28 (Push-in)	56 (Hysteresis loops) (Morphology)	2.7 (Push-in)	This work
Nicalon	BN	CVD	Mini composite	—	8–15 (Push out)	2–8 (Push-out)	[33]
Hi-Nicalon	BN	MI	2D	—	5–25 (Hysteresis loops)	—	[34]
Tyranno ZMI	BN	CVI	2D	93 (Push-in)	—	9.2 (Push-in)	[27]
Hi-Nicalon S	PyC	CVI	Mini composite	—	10 (Hysteresis loops)	—	[18]

高  $\sigma_{\text{PLS}}$ 。SiC 基体存在大量孔隙, 会影响其弹性模量, 可通过公式(15)修正<sup>[31]</sup>。根据上述公式,  $\sigma_{\text{PLS}}$  预测值为 147 MPa, 与实验结果符合。

$$\sigma_{\text{PLS}} = \left( \frac{6 \text{ ISS} E_{\text{f}} f_0 E_0^2 G_{\text{i}}}{(1 - f_0) R E_{\text{m}}^2} \right)^{1/3} - \sigma^{\text{T}} \quad (14)$$

$$E_{\text{m}} = \frac{E_{\text{m}0}(1 - \theta)}{1 + 2.5\theta} \quad (15)$$

其中,  $E_{\text{m}0}$  为 SiC 陶瓷模量。

利用式(16)并结合  $\sigma_{\text{fu}}$  的 Weibull 分布, 可预测纤维束强度<sup>[32]</sup>, 进而通过式(17)预测 SiC<sub>f</sub>/SiC 的  $\sigma_{\text{UTS}}$ ,  $\sigma_{\text{UTS}}$  预测值为 366 MPa。

$$\sigma_{\text{bu}} = \left( \frac{1}{\beta e} \right)^{\frac{1}{\beta}} \frac{\sigma_{\text{fu}}}{\Gamma \left( 1 + \frac{1}{\beta} \right)} \quad (16)$$

$$\sigma_{\text{UTS}} = f_0 \sigma_{\text{bu}} \quad (17)$$

其中,  $\sigma_{\text{bu}}$  为纤维束的理论强度,  $\beta$  为 2.4 节中得到的描述纤维就位强度分布的 Weibull 模量,  $e$  为自然对数的底数。由 2.1 节可知, 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的  $\sigma_{\text{UTS}}$  为 272 MPa, 远小于预测值。由前可知, 本文使用的 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的 ISS 和  $G_{\text{i}}$  偏低, 使界面易产生裂纹, 从而降低界面的载荷传递效果。界面脱黏后, IFSS 较大, 抑制了纤维与基体相对滑动, 部分纤维在拔出前断裂。此外,  $q_{\text{f}}$  为拉应力, 一定程度上削弱了纤维的强化作用。

因此, 为了优化国产 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的力学性能, 可适当增强界面结合程度, 并改进基体工艺调节  $p$  和  $q_{\text{f}}$ , 减轻残余应力对材料拉伸性能的不利影响。

4 结论

1) 利用拉伸加/卸载、断口分析和纤维推入法能够较全面地获得 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的界面力学性能, 较好地描述从初始裂纹萌生到最终脱黏不同阶段的界面力学性能。拉伸加/卸载法获得的  $q_{\text{m}}$ 、 $P$ 、 $q_{\text{f}}$  和

IFSS 分别为−24、−27、49 和 56 MPa。纤维推入法得到的 ISS 和  $G_{\text{i}}$ , 分别为(28±5) MPa、(2.7±0.6) J/m<sup>2</sup>。利用断口纤维拔出长度得到 IFSS 为 68 MPa。

2) 利用获得的界面力学性能和残余应力和 ACK 模型能够有效预测 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的拉伸比例极限应力和拉伸强度, 从而揭示界面力学性能和组元残余应力对 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 的拉伸性能的影响。较低的 ISS 和  $G_{\text{i}}$  易产生界面裂纹。较大的  $q_{\text{f}}$  增大了 IFSS, 抑制了纤维拔出, 不利于发挥纤维的强化作用。

补充材料:

本文相关补充材料可登录 <https://doi.org/10.15541/jim20230352> 查看。

参考文献:

[1] 李世波, 徐永东, 张立同. 碳化硅纤维增强陶瓷基复合材料的研究进展. 材料导报, 2001, **15**(1): 45.

[2] 丁冬海, 周万城, 张标, 等. 连续 SiC 纤维增韧 SiC 基体复合材料研究进展. 硅酸盐通报, 2011, **30**(2): 356.

[3] GRONDAHL C M, TSUCHIYA T. Performance benefit assessment of ceramic components in an MS9001FA gas turbine. *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power-Transactions of the ASME*, 2001, **123**(3): 513.

[4] 张立同, 成来飞. 连续纤维增韧陶瓷基复合材料可持续发展战略探讨. 复合材料学报, 2007(2): 1.

[5] SUN J J, LIU W, LV X X, *et al.* Characterization of BN interface and its effect on the mechanical behavior of SiC<sub>f</sub>/SiC composites. *Vacuum*, 2023, **211**: 111918.

[6] LIU Y, CHAI N, QIN H, *et al.* Tensile fracture behavior and strength distribution of SiC<sub>f</sub>/SiC composites with different SiBN interface thicknesses. *Ceramics International*, 2015, **41**(1, Part B): 1609.

[7] 朱思雨, 张巧君, 洪智亮, 等. 平纹编织 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料的中温蠕变断裂时间及损伤机制. 复合材料学报, 2023, **40**(1): 464.

[8] RUGG K L, TRESSLER R E, LAMON J, *et al.* Interfacial behavior of microcomposites during creep at elevated temperatures. *Journal of the European Ceramic Society*, 1999, **19**(13): 2297.

[9] MARSHALL D B. Analysis of fiber debonding and sliding experiments in brittle matrix composites. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1992, **40**(3): 427.

[10] MARSHALL D B, OLIVER W C. Measurement of interfacial mechanical-properties in fiber-reinforced ceramic matrix. *Journal of the American Ceramic Society*, 1987, **70**(8): 542.

[11] HSUEH C. Evaluation of interfacial properties of fiber-reinforced

- ceramic composites using a mechanical properties microprobe. *Journal of the American Ceramic Society*, 1993, **76**(12): 3041.
- [12] EVANS A G, DOMERGUE J M, VAGAGGINI E. Methodology for relating the tensile constitutive behavior of ceramic-matrix composites to constituent properties. *Journal of the American Ceramic Society*, 1994, **77**(6): 1425.
- [13] WANG Y Q, ZHANG L T, CHENG L F, *et al.* Characterization of tensile behavior of a two-dimensional woven carbon/silicon carbide composite fabricated by chemical vapor infiltration. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, **497**(1/2): 295.
- [14] LIU S H, ZHANG L T, YIN X W, *et al.* Proportional limit stress and residual thermal stress of 3D SiC/SiC composite. *Journal of Materials Science & Technology*, 2014, **30**(10): 959.
- [15] JIAO G Q, WANG B. Effects of interface properties on tensile strength of ceramic matrix composites. *Journal of Inorganic Materials*, 2009, **24**(5): 919.
- [16] REBILLAT F, LAMON J, NASLAIN R, *et al.* Interfacial bond strength in SiC/C/SiC composite materials, as studied by single-fiber push-out tests. *Journal of the American Ceramic Society*, 1998, **81**(4): 965.
- [17] 于海蛟. 多层界面制备、表征及其对 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料性能的影响. 长沙: 国防科技大学博士论文, 2011.
- [18] SAUDER C, BRUSSON A, LAMON J. Influence of interface characteristics on the mechanical properties of Hi-Nicalon type-S or Tyranno-SA3 fiber-reinforced SiC/SiC minicomposites. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 2010, **7**(3): 291.
- [19] DOMERGUE J M, HEREDIA F E, EVANS A G. Hysteresis loops and the inelastic deformation of 0/90 ceramic matrix composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 1996, **79**(1): 161.
- [20] Materials, American Society for Testing. ASTM STP1309. West Con Shohocken: ASTM Int'l, 1997.
- [21] VAGAGGINI E, DOMERGUE J M, EVANS A G. Relationships between hysteresis measurements and the constituent properties of ceramic-matrix composites I: theory. *Journal of the American Ceramic Society*, 1995, **78**(10): 2709.
- [22] VILLENEUVE J F, NASLAIN R. Longitudinal/radial thermal expansion and poisson ratio of some ceramic fibres as measured by transmission electron microscopy. *Composites Science & Technology*, 1993, **49**(1): 89.
- [23] HUTCHINSON J W, JENSEN H M. Models of fiber debonding and pullout in brittle composites with friction. *Mechanics of Materials*, 1990, **9**(2): 139.
- [24] RODRÍGUEZ M, MOLINA-ALDAREGUÍA J M, GONZÁLEZ C, *et al.* A methodology to measure the interface shear strength by means of the fiber push-in test. *Composites Science and Technology*, 2012, **72**(15): 1924.
- [25] MOLINA-ALDAREGUÍA J M, RODRIGUEZ M, GONZÁLEZ C, *et al.* An experimental and numerical study of the influence of local effects on the application of the fibre push-in tests. *Philosophical Magazine*, 2011, **91**: 1293.
- [26] KUNTZ, M, GRATHWOHL G. Advanced evaluation of push-in data for the assessment of fiber reinforced ceramic matrix composites. *Advanced Engineering Materials*, 2001, **3**(6): 371.
- [27] DING J X, MA X K, FAN X M, *et al.* Failure behavior of interfacial domain in SiC-matrix based composites. *Journal of Materials Science & Technology*, 2021, **88**: 1.
- [28] CURTIN W A. *In-situ* fiber strengths in ceramic-matrix composites from fracture mirrors. *Journal of the American Ceramic Society*, 1994, **77**(4): 1075.
- [29] THOULESS M D, SBAIZERO O, SIGL L S, *et al.* Effect of interface mechanical properties on pullout in a SiC-fiber-reinforced lithium aluminum silicate glass-ceramic. *Journal of the American Ceramic Society*, 1989, **72**(4): 517.
- [30] AVESTON J, KELLY A. Theory of multiple fracture of fibrous composites. *Journal of Materials Science*, 1973, **8**(3): 352.
- [31] CHRISTENSEN M R, LO K H. Solutions for effective shear proper ties in 3 phase sphere and cylinder. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 1979, **27**(4): 315.
- [32] GUO S, KAGAWA Y. Tensile fracture behavior of continuous SiC fiber-reinforced SiC matrix composites at elevated temperatures and correlation to *in situ* constituent properties. *Journal of the European Ceramic Society*, 2002, **22**(13): 2349.
- [33] REBILLAT F, LAMON J, GUETTE A. The concept of a strong interface applied to SiC/SiC composites with a BN interphase. *Acta Materialia*, 2000, **48**(18/19): 4609.
- [34] DICARLO J A, YUN H M, MORSCHER G N, *et al.* SiC/SiC composites for 1200 °C and above// NAROTTAM P B. Handbook of Ceramic Composites, Boston, MA: Springer, 2005: 77–98.



补充材料

## 国产三代 2.5D SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料的界面力学性能

管皞阳, 张 立, 荆开开, 师维刚, 王 晶, 李 玫, 刘永胜, 张程煜

(西北工业大学 超高温结构复合材料重点实验室, 西安 710072)

本文计算涉及到的 Hutchinson 和 Jenson 系数<sup>[23]</sup>

$$a_1 = E_f / E_0 \quad (\text{S-1})$$

$$a_2 = \frac{(1-f_0)E_f \left(1 + \frac{E_f}{E_0}\right)}{[E_f + (1-2\nu)E_0]} \quad (\text{S-2})$$

$$a_4 = \frac{(1-f_0)E_f(1+\nu)}{(1+\nu)(E_f + (1-2\nu)E_0)} \quad (\text{S-3})$$

$$b_2 = \frac{(1+\nu)E_m \{2(1-\nu)^2 E_f + (1-2\nu)[1-\nu + f_0(1+\nu)](E_m - E_f)\}}{(1-\nu)E_f[(1+\nu)E' + (1-\nu)E_m]} \quad (\text{S-4})$$

$$b_3 = \frac{f_0(1+\nu)\{(1-f_0)(1+\nu)(1-2\nu)(E_f - E_m) + 2(1-\nu)^2 E_m\}}{(1-\nu)(1-f_0)[1+\nu)E' + (1-\nu)E_m]} \quad (\text{S-5})$$

$$c_1 = \frac{(1-f_0 a_1)(b_2 + b_3)^{1/2}}{2f_0} \quad (\text{S-6})$$

$$c_2 = \frac{a_2(b_2 + b_3)^{1/2}}{2} \quad (\text{S-7})$$

$$c_3 = \frac{E_0}{E_m} \quad (\text{S-8})$$

$$E' = (1-f_0)E_f + f_0E_m \quad (\text{S-9})$$