

SiC_f/SiC 陶瓷基复合材料高温环境损伤原位监测研究进展

吴晓晨¹, 郑瑞晓¹, 李 露², 马浩林², 赵培航¹, 马朝利²

(北京航空航天大学 1. 材料科学与工程学院; 2. 前沿科学技术创新研究院, 北京 100191)

摘 要: 连续 SiC 纤维增强 SiC(SiC_f/SiC)复合材料具有高比强度、高比模量、耐高温、耐辐照等优点, 在先进航空发动机热端部件和核反应堆包壳等领域具有广阔的应用前景。SiC_f/SiC 复合材料具有纤维、界面、基体等复杂的多尺度结构, 其服役环境苛刻、损伤失效过程复杂, 深刻理解与准确分析其在近服役环境下损伤失效模式对于材料和构件的可靠服役具有重要意义。传统的“事后分析”方法无法获取材料在复杂服役环境下的损伤失效过程数据, 因此迫切需要发展面向高温服役环境的复合材料原位表征测试技术。本文介绍了基于扫描电子显微镜、数字图像相关、显微计算机断层扫描、声发射、电阻等原位监测方法的基本原理、优势与局限性, 重点讨论了以上各种原位监测方法及多种原位监测方法联用在 SiC_f/SiC 复合材料高温环境力学表征中的最新研究进展。最后, 总结了 SiC_f/SiC 复合材料高温环境原位监测技术存在的挑战, 并对多种原位技术联用、太赫兹辐射等新型检测技术、复杂构件的损伤原位监测方法等未来发展方向进行了初步展望。

关 键 词: SiC_f/SiC 复合材料; 原位监测; 数字图像相关; 声发射; 显微计算机断层扫描; 综述

中图分类号: TB332 文献标志码: A 文章编号: 1000-324X(2024)06-0609-14

Research Progress on *In-situ* Monitoring of Damage Behavior of SiC_f/SiC Ceramic Matrix Composites at High Temperature Environments

WU Xiaochen¹, ZHENG Ruixiao¹, LI Lu², MA Haolin², ZHAO Peihang¹, MA Chaoli²

(1. School of Materials Science and Engineering, Beihang University, Beijing 100191, China; 2. Research Institute for Frontier Science, Beihang University, Beijing 100191, China)

Abstract: Continuous SiC fiber-reinforced SiC (SiC_f/SiC) composites possess high specific strength, high specific modulus, high-temperature resistance, and radiation resistance, making them suitable for applications in hot-end parts of advanced aero-engines and claddings of nuclear reactors. SiC_f/SiC composites are composed of fibers, interfaces and matrix, endowing them with complex multi-scale structural characteristics. These composites are designed to serve in harsh environment, and their damage and failure process are complex. A profound understanding and accurate analysis of damage and failure mechanisms of SiC_f/SiC composites under service environments are of great significance for the optimized design of materials and the reliable service of components. Traditional “post-mortem analysis” methods are incapable of acquiring data during the damage and failure process of materials under complex

收稿日期: 2023-12-18; 收到修改稿日期: 2024-01-25; 网络出版日期: 2024-01-31

基金项目: 国家自然科学基金(92060301); 中国航空发动机集团产学研合作项目(HFZL2020CXY022)

National Natural Science Foundation of China (92060301); Industry-University Research Cooperation Project of AECC (HFZL2020CXY022)

作者简介: 吴晓晨(1998-), 男, 博士研究生. E-mail: wuxiaochen@buaa.edu.cn

WU Xiaochen (1998-), male, PhD candidate. E-mail: wuxiaochen@buaa.edu.cn

通信作者: 郑瑞晓, 副教授. E-mail: zhengruixiao@buaa.edu.cn; 李 露, 副研究员. E-mail: li_lu@buaa.edu.cn

ZHENG Ruixiao, associate professor. E-mail: zhengruixiao@buaa.edu.cn;

LI Lu, associate professor. E-mail: li_lu@buaa.edu.cn

service environments. Therefore, there is an urgent need to develop *in-situ* characterization techniques for composites under high-temperature service environments. This paper reviewed the principles, advantages, and limitations of *in-situ* monitoring methods based on scanning electron microscopy, digital image correlation, micro computational tomography, acoustic emission, and electrical resistance. It focused on the latest research progress in the high-temperature mechanical characterization of SiC_f/SiC composites using various *in-situ* monitoring methods and combinations thereof. It summarized the challenges in the *in-situ* monitoring technologies of SiC_f/SiC composites under high-temperature environments and provided a preliminary outlook on the future development directions, such as the combined use of multiple *in-situ* monitoring techniques, new detection technologies like terahertz radiation, and *in-situ* damage monitoring methods for complex components.

Key words: SiC_f/SiC composite; *in-situ* monitoring; digital image correlation; acoustic emission; micro computational tomography; review

SiC_f/SiC 复合材料是以连续 SiC 纤维为增强相, SiC 陶瓷为基体, h-BN、热解炭(Pyrolytic carbon, PyC)等低模量材料为界面相构成的复合材料, 具有高比强度、高比模量、低密度、耐高温、耐辐照、抗蠕变、抗热震、低热膨胀系数和低活化性等特点, 在航空发动机热端部件和核反应堆包壳等领域具有广阔的应用前景^[1-4]。

SiC_f/SiC 复合材料的多尺度、非均匀结构特点决定了其复杂的多尺度损伤耦合特性。不同的界面结构、基体组分又会对其损伤失效模式产生较大影响。传统的试验后表征技术手段难以反映复合材料在拉伸、压缩、弯曲、剪切等载荷作用下的实时损伤信息。此外, SiC_f/SiC 复合材料构件在实际工程服役时多经受交变载荷、热循环、热冲击、氧化腐蚀和辐照等苛刻环境考验。为了准确评估强度和预测服役环境寿命, 达到长寿命、高可靠性的结构设计目标, 迫切需要深刻理解和准确分析 SiC_f/SiC 复合材料在多场耦合环境下的损伤失效机理。

自上世纪八十年代以来, 基于扫描电子显微镜(Scanning electron microscopy, SEM)、数字图像相关(Digital image correlation, DIC)、声发射(Acoustic emission, AE)、显微计算机断层扫描(Micro computational tomography, μ -CT)、电阻(Electrical resistance, ER)等技术的原位监测方法逐渐被用于表征陶瓷基复合材料(Ceramic matrix composite, CMC)的损伤失效行为。为了探明 CMC 在服役环境下的损伤失效行为, 以上各种技术也被用于热、力、水、氧等复杂耦合环境下的静、动态的力学表征。本文重点讨论可用于多场耦合环境下的原位监测技术及其应用进展情况。

1 基于 SEM 技术的原位力学表征

SEM 是材料科学中最常用的表征手段之一, 分辨率可达纳米级别, 可以直观看到样品表面形貌, 包括 CMC 表面的基体裂纹。CMC 的拉伸损伤失效一般经历基体开裂、基体裂纹扩展增密、基体裂纹饱和、纯纤维承力等过程直到试样失效断裂, 而基体裂纹的密度和裂纹张开距离(Crack opening displacement, COD)等信息会随着载荷的施加而变化, 并且基体裂纹可能会在卸载后发生回缩甚至闭合, 难以获取准确有效的信息。将力学加载装置小型化并置于 SEM 腔体内, 则可以直接观察指定应力下基体裂纹的产生、分布、间距、COD 等信息, 为后续计算分析 CMC 界面性能提供准确参数。Chateau 等^[5]采用 SEM 原位拉伸技术获取并量化了 mini-SiC_f/SiC 复合材料在拉伸载荷下的裂纹萌生、分布和纤维断裂规律, 建立并验证了基于基体和纤维的破坏概率规律和在基体裂纹或纤维断裂附近的应力重分布假设的单向 SiC_f/SiC 复合材料损伤演化概率模型。通过 SEM 原位技术还可研究室温下 2D 等复杂编织结构在拉伸^[6]、弯曲^[7]、压缩^[8]等载荷模式下的损伤演化行为。

SEM 的成像原理为电子光学系统中的电子枪产生电子束轰击样品表面激发各种物理信号, 再由探测器接收并调制成像。为了保证信号的纯净以获得高分辨率图像, SEM 腔体内必须保持极高的真空度, 这给 SEM 原位高温力学试验带来巨大的困难。目前已有数个科技设备公司(美国 Gatan 公司、美国 MTI Instrument 公司(原 Ernest F. Fullam, Inc.)、英国 Kammrath & Weiss 公司、日本岛津公司、国内中航试验装备股份有限公司^[9]、浙江祺跃科技有限公司)通过小型化加热器、局部加热试样等方式, 成功

制备了可在 SEM 腔体内使用的小型高温拉伸试验机, 标称温度最高可达 1200 °C^[9-10]。

由于高温样品溢出的热电子对成像质量的影响及高温对二次电子探测器的影响, 目前文献报道的实际最高原位力学试验温度为 1150 °C。该试验采用的是浙江祺跃科技有限公司研发的高温原位力学加载台, 并且采用加热器屏蔽罩阻挡热电子影响成像和多层屏蔽保温结构保护二次电子探测器^[11]。而 SiC_f/SiC 高温 SEM 原位力学试验温度目前不超过 800 °C。Detwiler 等^[12]采用 Ernest F. Fullam 公司生产的微型原位加载台, 研究了 2D-SiC_f/BN/SiC 复合材料在室温和 600 °C 高温下 COD 的区别。结果表明, 室温下应力为 200~350 MPa 时的 COD 为 1~3 μm, 600 °C 高温下应力为 175~350 MPa 时的 COD 为 0.5~2.0 μm, 这为建立高温氧化模型提供了数据支撑。Miyashita 等^[13]采用专为 SEM 腔体设计的伺服液压高温疲劳试验机研究了 V 型缺口 SiC_f/SiC 复合材料试样在室温和 800 °C 高温下的疲劳损伤过程, 结果显示 800 °C 高温疲劳下, 裂纹在缺口处和远离缺口的孔隙处萌生, 并沿着纤维表面的界面扩展, 与室温下的损伤行为没有明显区别。

SEM 在 SiC_f/SiC 复合材料高温原位表征中仍存在较多局限性: (1) SEM 照片的采集方式决定了应变场变化的不连续性, 保载过程可能发生的“应力松弛”会影响采集图像与应力匹配的准确性; (2) SEM 视场远小于试样宏观尺度, 使得较难追踪到标准试样裂纹从产生到试样断裂的全过程; (3) SEM 工作原理决定了在其腔体内只能进行真空环境下的原位力学试验, 通常只能研究无腐蚀环境的高温本征损伤产生与失效过程。

2 基于 DIC 技术的原位力学表征

DIC 是一种非接触式全场应变测量技术, 因其

具有可表征非均匀应变、可多尺度表征、高精度高分辨率^[14]、不限制样品尺寸与环境等优点, 已被广泛应用于 CMC 的力学表征。DIC 技术主要通过相机采集试样表面的自然纹理或者人工散斑, 再通过算法对采集到的照片进行图像处理, 以获得试验过程中试样表面产生的变形等重要信息。根据试样表面平整度不同的要求, DIC 可分为 2D-DIC(单相机系统)和 3D-DIC(单相机反射镜立体成像系统或多相机系统)^[15]。SiC_f/SiC 试样平板件表面平整度较好, 所以通常采用 2D-DIC 系统; 核领域构件 SiC_f/SiC 包壳管由于是管状结构, 一般采用 3D-DIC 系统表征其表面应变场。

2.1 DIC 原位监测 SiC_f/SiC 力学表征

CMC 为多尺度、非均质结构材料, 加载时会受到纤维编织结构的影响, 应变易集中于横向纤维束、纤维搭接处、束间孔隙等区域。DIC 技术十分适合于分析 SiC_f/SiC 复合材料受载荷时基体开裂前的应变分布和基体开裂后的损伤演变过程。

DIC 技术最早由日本理化研究所的 Yamaguchi^[16]和美国南卡罗莱纳大学的 Peters 等^[17]提出。由于 SiC_f/SiC 的“塑性”较差, 失效应变一般不超过 1%, DIC 的位移、应变误差可能会对 SiC_f/SiC 表面局部应变场测量产生较大影响。Rajan 等^[18]通过分析几种不同形态条件的铝合金试样在拉伸时的 DIC 参数及结果, 建立并验证了位移和应变误差的解析关系。基于该解析关系选择合适的数据处理参数, DIC 可准确获取 SiC_f/SiC 复合材料应变的演变。结果表明, 应变集中于纤维束交叉处并易在较高应力下诱发裂纹, 并根据轴向位移不连续等特征确定了裂纹产生位置及 COD 分布, 如图 1 所示。

Bernachy-Barbe 等^[19]采用 DIC 表征了二维编织核级 SiC_f/SiC 复合材料管承受轴向拉伸载荷时的单周期位移场, 研究了试样表面的损伤过程, 证明了编织结构导致的“纺织效应”(纤维束沿拉伸方向重

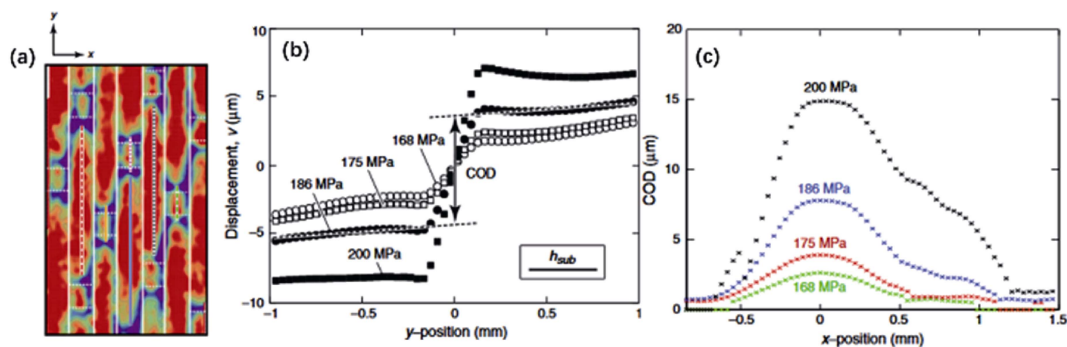


图1 二维编织 SiC_f/SiC 复合材料 DIC 应变测量结果^[18]

Fig. 1 DIC strain measurement results of two-dimensional woven SiC_f/SiC composites^[18]

(a) Distribution of surface strain field; (b) Demonstration of COD determination procedure; (c) Distribution of COD at different stress levels

定向)对 SiC_f/SiC 复合材料宏观力学行为的重要性,并根据 DIC 结果及导出参量建立了一种基于变形机理表征复合材料的新方法。DIC 技术还被广泛应用于 SiC_f/SiC 复合材料的弯曲^[20-21]、断裂韧性^[22]、扭转^[23]、疲劳^[24]等室温力学试验中。

为了获得 SiC_f/SiC 复合材料在服役温度(1200~1500 °C)下的表面应变分布,深刻理解其高温力学行为,向高温环境推广与应用 DIC 技术尤为重要。高温环境下光源、热雾、对比度变化、散斑退化脱落等问题带来的挑战十分突出。2015 年, Meyer 和 Waas^[25]采用低强度蓝光激光并配合蓝光滤光片照射样品,在样品表面发生漫反射获得激光散斑取代人工散斑,两个热电偶放在样品背后 0.1 mm 处以保证观测区域温度恒定,关闭所有用于冷却夹具的空气放大器以减少炉体前方空气流动导致的纹影,成功测量了单缺口 2D- SiC_f/SiC 复合材料在室温~1315 °C 范围内单轴拉伸时的表面应变。2018 年, Meyer 和 Waas^[26]基于上述高温 DIC 技术,研究了 $[0/90]_{2s}$, $[90/0]_{2s}$, $[+45/-45]_{2s}$ 三种铺层结构的 2D- SiC_f/SiC 复合材料单边缺口试样在室温、1093、1204 和 1315 °C 空气环境下的强度和裂纹萌生扩展行为的差异。结果表明: $[90/0]_{2s}$, $[+45/-45]_{2s}$ 两种铺层结构的试样在室温下会形成多条裂纹带,但在高温空气环境下氧气会沿裂纹进入内部快速氧化界面使其失去承载能力,无法将载荷有效传递到其他基体部位,所以在高温下仅观察到单条裂纹。图 2 为不同温度下拉伸试样表面全场应变图,从中可清晰观察到裂纹的扩展路径。

目前国内暂无 SiC_f/SiC 复合材料高温环境力学行为 DIC 原位监测的相关报道。毛卫国等^[27-28]采用高温无机胶和 ZrO_2 粉末成功在 C_f/SiC 复合材料

表面制备了高温散斑,采用红外滤光片、补偿白光灯等设备辅以采集高温下试样表面的照片,通过室温、1000~1600 °C 下单边缺口梁三点弯曲试验实现了 DIC 原位监测,研究了 C_f/SiC 复合材料在不同温度下的损伤失效机理,为采用 DIC 原位研究 SiC_f/SiC 复合材料高温下的损伤失效行为提供了重要参考。

2.2 SEM-DIC 原位监测 SiC_f/SiC 力学表征

DIC 技术作为一种多尺度全场变形测量技术,当采集图像放大倍数足够高时,可分析亚微米级别的损伤。将 DIC 技术与 SEM 原位观测技术结合,在力学试样表面制备亚微米甚至纳米级别散斑,进行 SEM 原位力学试验,采集不同应力水平下试样表面感兴趣区域(Region of interest, ROI)的照片,进而分析获得试样表面局部微观应变状态。Au、Ag 纳米颗粒散斑被成功用于 SiC_f/SiC 室温力学试验的 SEM-DIC 表征^[29-30],但这些金属颗粒熔点较低,不适用于 SiC_f/SiC 服役温度范围。此外,也可采用电子束在样品表面刻蚀获得图案,但该方法易产生重复或伪重复模式而影响精度,且裂纹扩展的不确定性导致样品表面 ROI 较大,同时该方法时间与经济成本较高。对于高温下的 SEM-DIC 技术,熔点较高的 Ti 纳米颗粒或者 WC 纳米颗粒是较好的选择。

Tracy 等^[31]将 Ti 纳米颗粒和甘氨酸、水混合得到胶体系统人工制斑,同时利用双层钼隔热板降低热辐射对扫描电镜探头的影响,最终成功通过 SEM-DIC 获得了单边缺口 2D- SiC_f/SiC 复合材料在 795 °C 真空环境下拉伸试验中的局部应变场,表征了基体和纤维等不同组分的变形、损伤和失效行为,如图 3 所示。结果表明:纤维内部平均应变随着载荷增大而逐渐增大,但纤维断裂时其内部平均应变会下降。

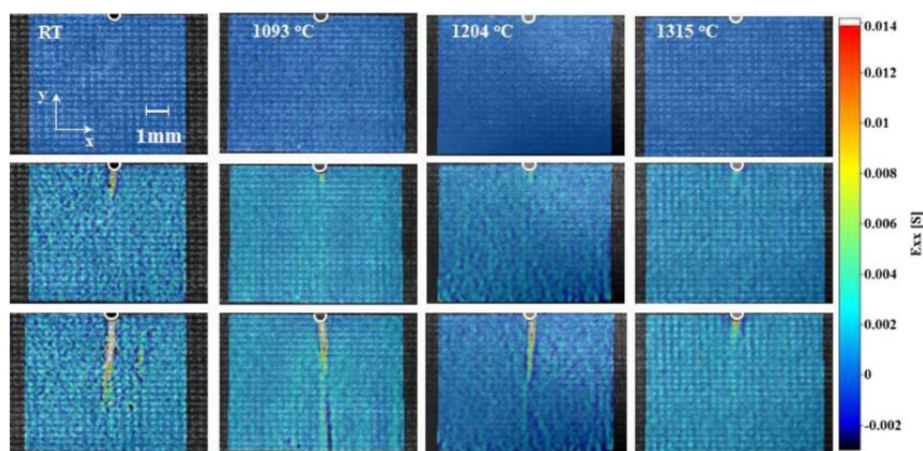


图 2 单缺口 SiC_f/SiC 样品在室温、1093、1204 和 1315 °C 单轴拉伸载荷下的全场应变图^[25]

Fig. 2 Full field strain maps of single-notched SiC_f/SiC samples monotonically loaded in tension at room temperature, 1093, 1204 and 1315 °C showing crack propagation^[25]

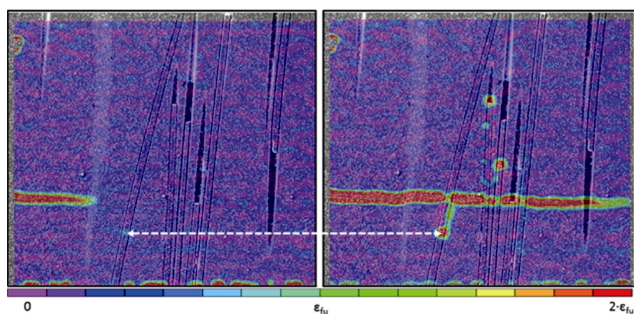


图 3 2D- SiC_f/SiC 复合材料中纤维断裂的演化过程^[31]

Fig. 3 Evolution process of fiber fracture in 2D- SiC_f/SiC composites^[31]

本课题组采用 SiO_2 纳米颗粒悬浊液, 通过滴涂、浸泡或冲洗等过程, 在 2.5D- SiC_f/SiC 复合材料表面制备了分布均匀的 SiO_2 纳米散斑。采用北京航空航天大学高性能纤维检测中心 SEM 配备的高温原位微型加载台, 研究了 2.5D- SiC_f/SiC 复合材料在拉伸载荷下纬纱(垂直于拉伸方向)微区的应变演变情况, 如图 4 所示。结果表明: 低应力下(基体开裂以前), 应变主要集中在纬纱内部的孔隙及其附近的界面处; 随着应力增加, 上述区域应变增加为裂纹萌生提供条件; 基体开裂后, 发生局部应力松弛现象, 附近的一条高应变带突然消失; 应力继续增加到接近失效应力, 消失的高应变带再次出现并演化成裂纹。

SEM-DIC 在 SiC_f/SiC 复合材料高温原位表征中的局限性与 SEM 类似。此外, 局部损伤失效的定量分析对于原位观测仪器的误差十分敏感, SEM-DIC 中的误差主要来源于图像漂移和 SEM 图像中固有的高斯噪声^[31]。采用图像积分、滤波器、图像校准、高质量散斑, 以及合适的子集大小等方法可以有效减少误差^[32], 但必须谨慎地采用 SEM-DIC 进行定

量分析, 防止从错误的趋势中得出错误的结论。

3 基于 $\mu\text{-CT}$ 技术的原位力学表征

X 射线作为一种频率极高(30 PHz~300 EHz)、波长极短(1 pm~10 nm)、能量很大(100 eV~10 MeV)的电磁波, 具有很强的穿透能力。基于 X 射线的 CT 技术自 1971 年被首次发明以来^[33], 成功应用于医疗领域、工业领域的无损检测及材料基础研究领域。 $\mu\text{-CT}$ 与普通 CT 的区别在于其分辨率极高, 可以达到微米甚至纳米级别, 满足 CMC 等多尺度材料对于分辨率的需求。根据不同的 X 射线源, $\mu\text{-CT}$ 可分为实验室级显微计算机断层扫描(Laboratory micro computational tomography, Lab- $\mu\text{-CT}$)和同步辐射显微计算机断层扫描(Synchrotron radiation micro computational tomography, SR- $\mu\text{-CT}$)两种。Lab- $\mu\text{-CT}$ 的 X 射线较易获取, X 射线束呈圆锥形并呈多色, 测试时试样需旋转 360° , 扫描时间较长, 分辨率受样品与射线源之间的距离影响。SR- $\mu\text{-CT}$ 的射线束则是平行的, 具有极高的强度、亮度、纯度和准直性, 单次扫描试样仅需旋转 180° , 扫描时间最短不到 1 s^[33]。

3.1 $\mu\text{-CT}$ 原位监测 SiC_f/SiC 力学表征

$\mu\text{-CT}$ 通过对试样进行多角度穿透投影, 根据试样内部不同组分的光学属性将投影图重构为灰度值三维图像, 可以在计算机上再现 SiC_f/SiC 复合材料的不同组分、孔隙结构和分布、预制体结构、裂纹等损伤的位置和大小等信息, 在 CMC 初始三维结构表征、几何建模等方面得到广泛应用^[34-35]。在 $\mu\text{-CT}$ 设备内部搭载力学加载装置, 可获得加载过程

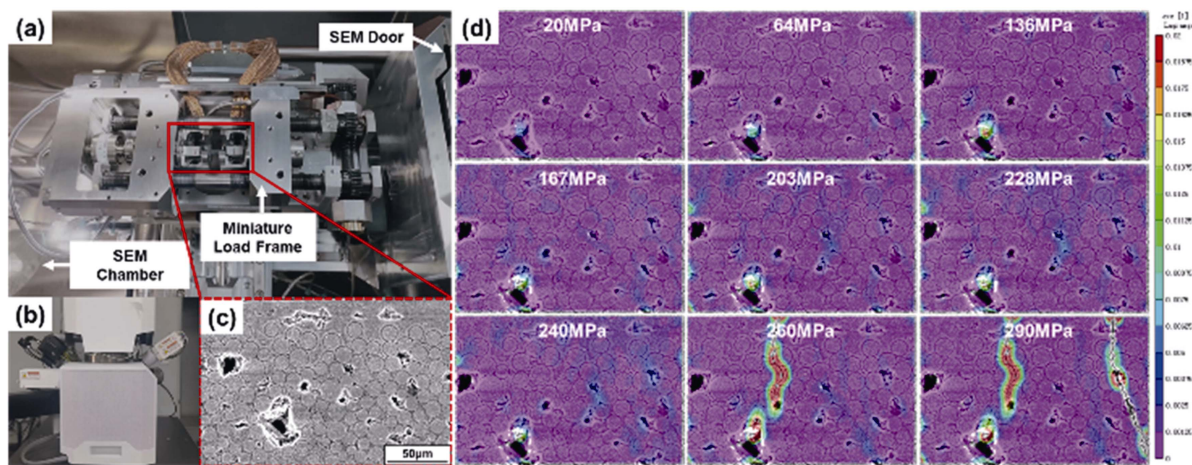


图 4 2.5D- SiC_f/SiC 复合材料拉伸载荷下纬纱微区的应变演变情况

Fig. 4 Strain evolution of the micro-zone in weft yarn under tensile load in 2.5D- SiC_f/SiC composites

(a) Elevated-temperature *in-situ* micro-loading stage; (b) SEM equipment; (c) Distribution of speckles on the surface of the sample at the weft yarn; (d) Evolution process of strain cloud map in the microzone within the weft yarn of the composite specimen

中试样的三维数字图像, 原位研究 SiC_f/SiC 复合材料的裂纹萌生、扩展行为^[36-39]并定量分析裂纹形态^[40-41]。上海交通大学的张大旭课题组利用自主研发的微型高精度原位拉伸测试仪, 在 Lab- μ -CT 设备下对 SiC_f/SiC 复合材料进行了原位拉伸试验。结果表明: 平纹 SiC_f/SiC 复合材料在单轴拉伸过程中依次出现基体横向开裂、基体层间开裂、束内基体纵向开裂并扩展至纤维束宽度直到试样失效, 发现断后大多数基体横向裂纹会闭合^[42]; 2.5D- SiC_f/SiC 复合材料在较高载荷状态下的微裂纹体积在 $0\sim 5.3\times 10^{-4}\text{ mm}^3$ 之间, 断口微裂纹体积在 $0\sim 2.2\times 10^{-4}\text{ mm}^3$ 之间, 空间角度为 0° 和 45° 左右的微裂纹占主要部分, 微裂纹与孔隙分布有很强的相关性^[43-44]。Yang 等^[45]采用安装了原位拉伸装置的 SR- μ -CT 对 2.5D SiC_f/SiC 复合材料的显微组织和裂纹扩展路径进行了观察, 发现 SiC_f/SiC 复合材料的孔隙形态在三维空间上主要分为三种类型: 纤维束中的互联孔、孤立孔和微孔。

在拉伸载荷作用下, 裂纹在缺陷根部萌生, 并以垂直、平行应力轴或混合方式扩展。

北京理工大学曲兆亮等^[46]使用实验室 X 射线源开发了一种高温原位 Lab- μ -CT 设备, 如图 5 所示, 该设备可以测量 1000°C 高温拉伸载荷下的内部损伤参数, 最高分辨率可达 $3\text{ }\mu\text{m}$ 。曲兆亮等^[47]进一步提出了一种基于生成对抗网络的深度学习微裂纹分割方法, 采用上述设备定量表征了 1000°C 高温真空环境拉伸载荷作用下 SiC_f/SiC 复合材料的微裂纹演化行为。结果表明: 在低载荷水平下, 随着拉伸载荷增大, 微裂纹的裂纹张开面积(Crack opening area, COA)和 COD 保持在较低的水平; 在高荷载水平下, 损伤发生快速演变, 微裂纹数量和总裂纹体积(Crack volume, CV)急剧增加, COA 和 COD 因出现几个较大的微裂纹而发生显著变化。对微裂纹的跟踪进一步表明, 主裂纹均源于加工过程中已存在的微裂纹, 试样的最终断裂恰恰发生在主裂纹聚集的地方。

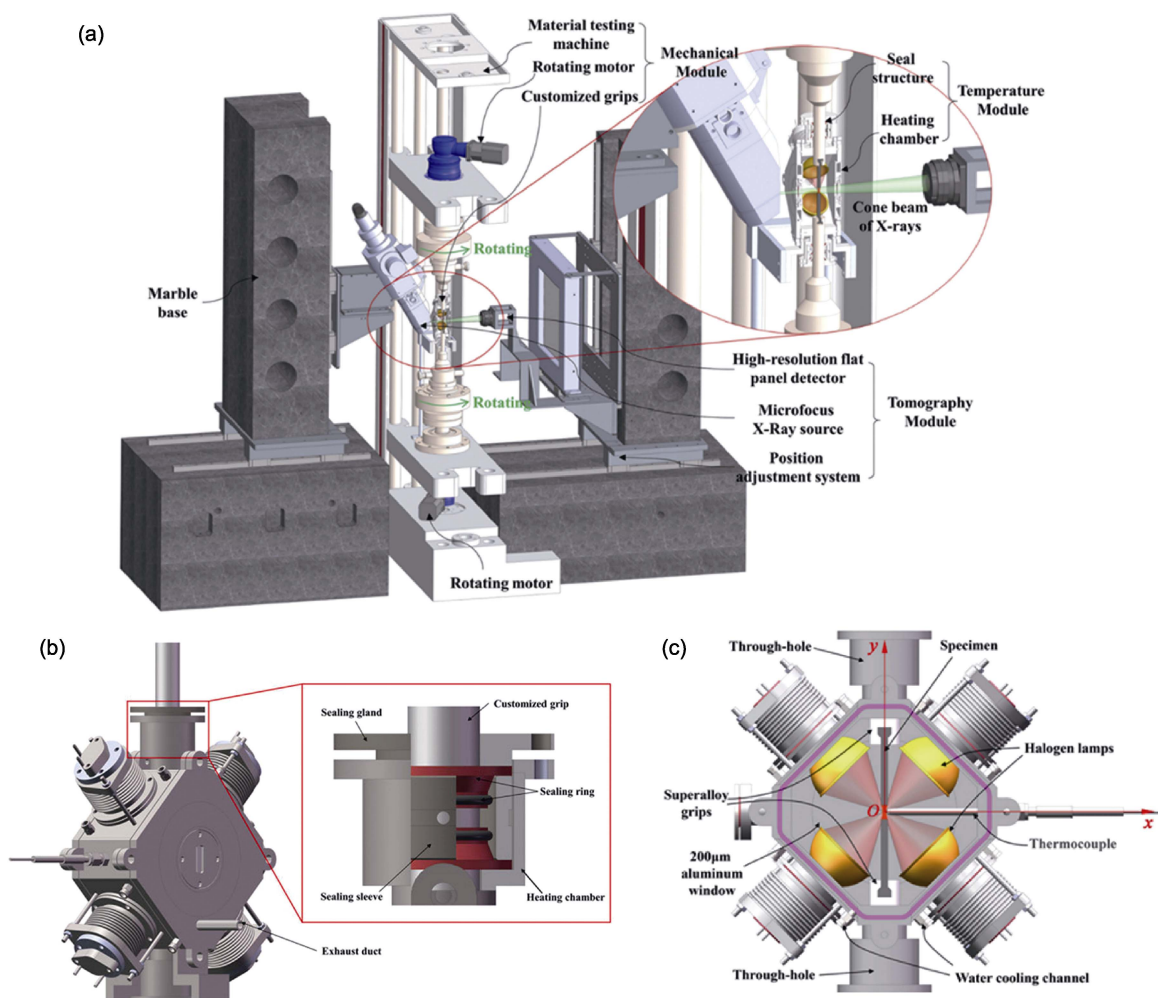


图 5 基于实验室 X 射线源开发的高温原位 Lab- μ -CT 设备^[46]

Fig. 5 High-temperature *in-situ* Lab- μ -CT device developed by using a laboratory X-ray source^[46]
(a) Schematic diagram of the elevated-temperature *in-situ* μ -CT apparatus; (b) Schematic of the dynamic seal structure; (c) Schematic of the heating chamber with the specimen mounted in grips

Haboub 等^[48]和 Bale 等^[49]基于其团队研发的 SR- μ -CT 超高温原位拉伸/压缩试验机和美国劳伦斯伯克利国家实验室先进光源,研究了单束 SiC_f/SiC 复合材料在室温和 1750 °C 超高温真空环境下的内部损伤演变过程,定量分析了基体裂纹,并发现 1750 °C 加载时材料的 COD 明显高于室温,如图 6 所示。

Mazars 等^[50]基于欧洲同步辐射光源对 3D-SiC_f/SiC 复合材料在室温和 1250 °C 高温空气环境下进行 SR- μ -CT 原位监测的拉伸试验。实验结果表明:基体裂纹首先在纬向产生,并沿纬向扩展,直到汇合并产生贯穿裂纹直至试样失效。由于高温原位监测设备中加载装置、升温平台等外加部件对于 μ -CT 的限制,目前所实现的 SiC_f/SiC 复合材料高温环境原位力学表征试样观测部位横截面积和体积均小于常规标准试样尺寸,这可能会导致表征结果分散性较大,材料内部应力状态与真实构件差距较大等问题。

3.2 基于 μ -CT 的位移场测量技术

数字体相关(Digital volume correlation, DVC)技术是 DIC 技术从二维“面”到三维“体”的扩展,通过获取材料或构件在不同载荷条件下的内部体元数据计算内部位移场。由于原位 μ -CT 的逐渐普及、计算机硬件性能的提高和变形算法的进步,DVC 技术已广泛应用于 CMC 内部变形^[51-52]及裂纹分

割^[37,50,53-55]等方面的研究。Saucedo-Mora 等^[36]基于 Lab- μ -CT 和英国“钻石”同步辐射光源,分别对编织核级 SiC_f/SiC 复合材料管和“C 形环”试样进行了原位拉伸和压缩试验,结合 DVC 技术研究了基体开裂损伤累积过程和非均匀变形行为。Mazars 等^[50]通过 DVC 残差算法,可以精准识别 3D-SiC_f/SiC 复合材料室温及高温拉伸过程中的微裂纹,将 DVC 残差结果可视化,从而直观观察到室温拉伸时内部纵向纤维失效和 1250 °C 高温下内部纵向纤维发生脱黏。

深度学习在计算机视觉领域已取得重大进展,在 μ -CT 原位监测 CMC 受载荷过程中的损伤识别和精细分割等方面也获得了较多成果^[47,56-58],人工智能(Artificial intelligence, AI)自动检测与判别精细损伤将是未来的挑战之一。

4 基于 AE 技术的原位力学表征

AE 是指材料或构件在受外部力学载荷和温度载荷时局部快速释放能量而产生瞬态弹性波的现象,这些弹性波信号可以被放置在表面的传感器接收并转化为电信号,再经过前置放大器传输到计算机上,其原理如图 7(a)所示。对于 CMC,内部微裂纹、亚临界裂纹扩展、摩擦与纤维断裂等损伤是这些瞬态弹性波的主要来源^[59]。每一个 AE 信号的特征可以

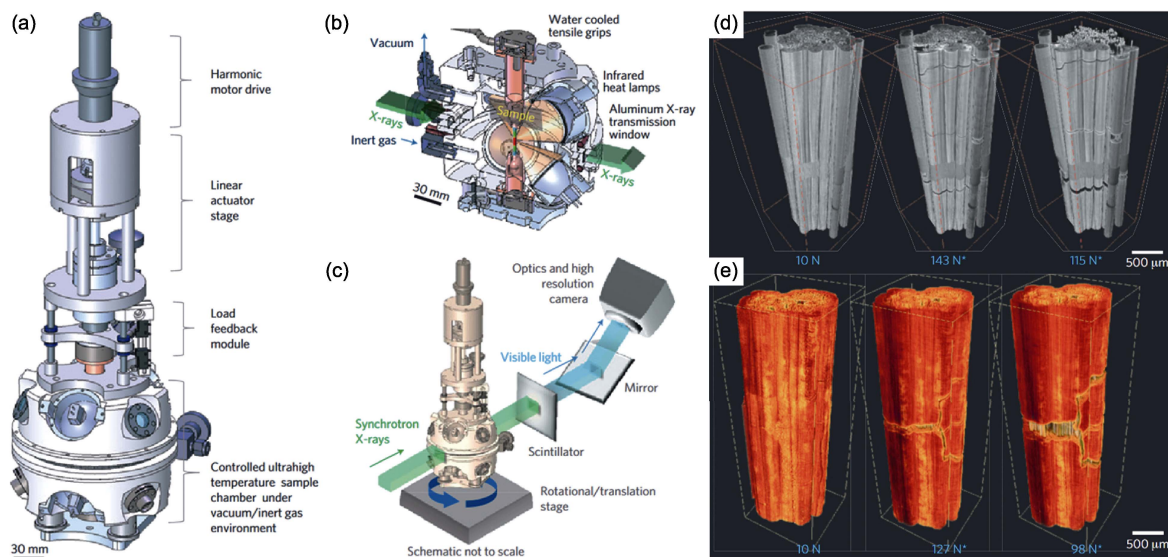


图6 用于定量分析超高温真空环境下的 SiC_f/SiC 复合材料内部裂纹和损伤演变过程的 SR- μ -CT 超高温原位拉伸/压缩试验台^[49]

Fig. 6 SR- μ -CT *in-situ* tensile/compression test rig to quantitatively analyze the internal matrix crack and damage evolution of SiC_f/SiC composites under ultrahigh temperature^[49]

- (a) Schematic illustration of *in-situ* ultrahigh temperature tensile test rig for synchrotron X-ray computed microtomography;
 (b) Sectional view of the heating chamber illustrating X-ray transmission path through the heating chamber and sample;
 (c) Schematic of the rig in transmission mode for X-ray computed tomography; (d, e) 3D volume-rendered μ -CT images from specimens tested at (d) room temperature and (e) 1750 °C at several applied tensile loads

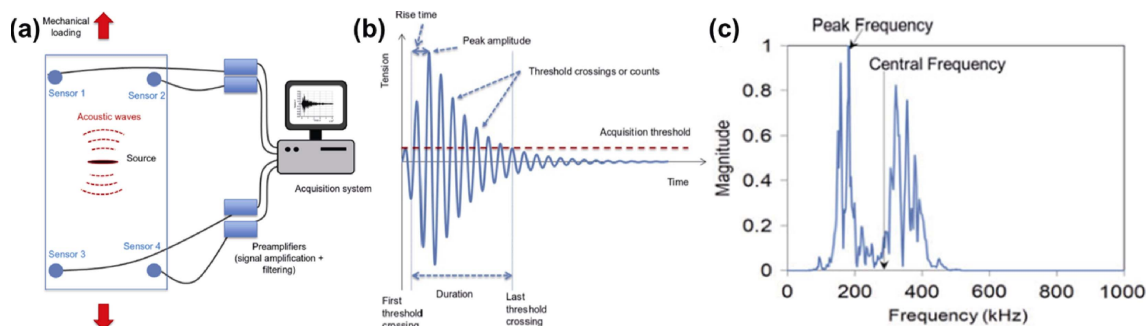


图 7 (a) AE 原理示意图, (b) 典型时域波形信号及描述符和 (c) 典型频域波形信号及描述符^[59]

Fig. 7 (a) Schematic diagram of AE, and typical AE waveform with main descriptors in (b) time domain and (c) frequency domain^[59]

由上升时间、持续时间、计数、能量等时域描述符和峰值频率、质心频率等频域描述符来表示,如图 7(b, c)所示, AE 信号源材料的本征性质、损伤模式、应力大小等不同会导致 AE 信号特征产生差异。AE 技术对材料敏感而非几何形状敏感, 广泛适用于拉伸、压缩、弯曲、剪切等各种载荷模式和疲劳、蠕变等长时载荷试验。

AE 技术的成功应用强烈依赖于材料的不可逆(非弹性变形)变形, 所以适用于 SiC_f/SiC 复合材料基体开裂及之后的损伤分析。AE 数据的分析技术可分为两种: 基于参数的分析和基于信号的分析。基于参数的分析是先提取 AE 信号波形的各种描述符数据再进行后续处理, 本质上是从 AE 波形提取出的压缩信息, CMC 中不同组分产生的损伤(例如纤维、基体、界面及其相互间的摩擦)、同种组分的不同损伤模式(例如拉伸裂纹和剪切裂纹)会有不同的参数特征, 所有 AE 信号单个描述符或其累积量随时间的变化在一定程度上可以反映损伤累积过程, 依据若干描述符的值对所有 AE 信号进行有监督^[60]或者无监督^[61-63]聚类, 可分成不同类别并与损伤事件对应。基于信号的分析, 则是利用每个 AE 事件的完整瞬态波形获得更多的信息, 以便更好地解释材料或结构中的断裂过程。基于信号的分析又有波形分析和定量分析两种方式。近年来, 机器学习(包含深度学习)算法的快速发展使波形分析可以更准确地将 AE 信号对应于各种损伤事件^[60,64], 因而越来越受到关注。定量分析则是根据 AE 信号找到损伤源的准确位置, 它起源于地震学, 主要方法是矩张量反演(Moment tensor inversion, MTI)^[59]。

目前, 商业化 AE 设备基本都具有定位功能, AE 定位技术已被广泛应用于 SiC_f/SiC 复合材料的损伤源分析^[60,65-66]。2022 年, Nozawa 等^[67]首次采用水下 AE 技术研究了中子辐照后的 SiC_f/SiC 复合材料在四点弯曲试验中的损伤失效行为, 结果表明: 水下 AE 可以利用高振幅信号准确定位试样失效位置,

30 dpa 剂量的中子辐照对复合材料的强度和基体开裂应力没有明显影响。

材料学中常用的 AE 传感器耐温上限一般不超过 200 °C, 要原位监测 SiC_f/SiC 复合材料在高温等复杂环境下的 AE 信号, 必须借助耐高温且能快速散热的信号传输中介。常用的信号传输中介为波导杆/丝, 如图 8 所示^[59,68]。波导杆的一端尽量与样品紧密相连, 并尽量使用密封剂或紧固装置排除空气, 另一端则与 AE 传感器紧密耦合。良好的波导杆需要具有耐高温, 自身不产生振动或应力波, 高质量(快速、低衰减)传输应力波等特点^[69]。常用的波导杆材料有钢、高温合金等。波导丝的一端与材料表面点焊, 也可使用密封剂或紧固装置与样品

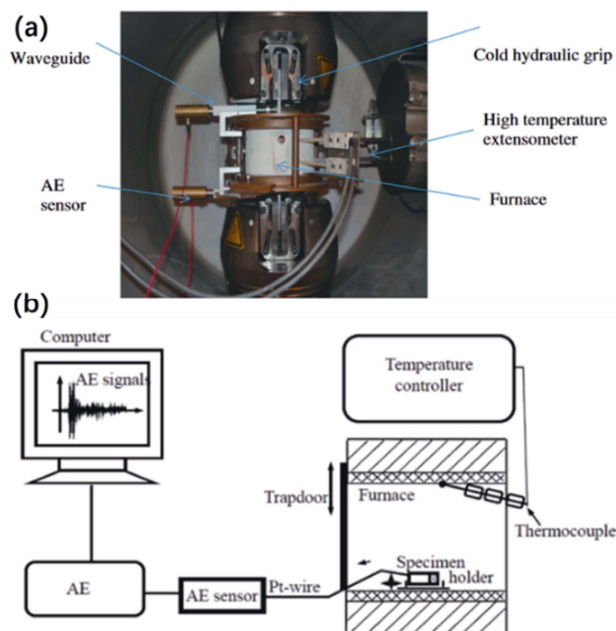


图 8 (a) 用波导杆对 CMC 进行高温力学试验 AE 原位监测^[59]和(b) 循环加热和冷却试验用波导丝进行 AE 原位监测的实验装置示意图^[68]

Fig. 8 (a) Instrumentation with waveguide rod during mechanical test on CMC at high temperature^[59] and (b) schematic of the experimental set-up for cyclic heating and cooling tests and AE measurements using waveguide wire^[68]

表面紧密连接,另一端与 AE 传感器耦合。良好的波导丝要求与波导杆基本相同,不同的是波导杆还需要具有良好的柔韧性,能跟随样品的移动而方便地移动且不产生额外信号。常用的波导丝材料有铂、镍等^[70]。

2010 年, Momon 等^[71]采用 AE 原位监测了 SiC_f/[Si-B-C]复合材料在 450 和 500 °C 空气环境的静疲劳行为,提出了一种基于 AE 的残余疲劳寿命预测方法。该方法中的 R_{AE} 系数可以作为评估 CMC 试件在静载荷作用下剩余寿命的标准,较好地预测了恒定载荷下 SiC_f/[Si-B-C]复合材料的失效时间。 R_{AE} 系数定义为在时间增加 Δt 期间记录的能量增量 ΔE 与试样初始加载时发射的总能量 $E_{loading}$ 的比值,如式(1)所示。

$$R_{AE}(t) = \frac{1}{E_{loading}} \frac{\Delta E}{\Delta t} \quad (1)$$

2012 年, Momon 等^[72]采用无监督聚类方法(主成分分析和 k -均值聚类)将 C_f/SiC 复合材料在高温(700~1200 °C)环境下静态和循环疲劳时产生的 AE 信号分为六类:纤维集体或单根断裂、基体开裂、纤维/基体脱黏、纤维束间分离、纤维/基体界面滑动和卸载后基体裂纹闭合。随后提出了一种有监督聚类方法,可以实时识别损伤机制。同年,Maillet 等^[73]基于文献[71]的数据,提出了一种实时分析能量释放的方法,可在试样失效时间的 55%处识别特征时间,证明了 CMC 在中等温度下的疲劳主要经历两个阶段:界面损伤主导阶段和纤维亚临界裂纹扩展主导阶段。2014 年,Maillet 等^[74]利用两个传感器记录的 AE 信号,来评估 SiC_f/[Si-B-C]复合材料在中温静疲劳试验中损伤累积引起的实时能量衰减,并发现能量衰减主要来源于基体横向裂纹的张开。

目前, AE 技术应用于高温环境原位监测 CMC 的损伤失效过程主要存在以下两方面的挑战:(1)损伤源定位。高温下必须使用的波导杆/丝增加了应力波传递的界面并可能激活板波(Lamb 波)及其频散,波导杆/丝与试样的接触面积及耦合情况也会影响波的传播,定位如果可行,难度也将极大。此外,CMC 基体大量开裂以后可能会影响应力波在试样中传播的速度也会导致试验后期定位不准确。(2)AE 信号与损伤事件对应的可靠性。传感器类型、界面耦合情况及应力波传播会使 AE 信号的特征产生重要变化,损伤源与传感器间的距离和波导杆(目前尚无波导丝对应应力波信号传输影响的相关报道)会对 AE 波形和多数特征参数产生显著影响,在计

算、聚类过程必须考虑传感器、传播和损伤的影响^[75]。

本课题组借助波导杆实现了 2D-SiC_f/SiC 复合材料在 1350 °C 空气环境下拉伸和疲劳过程的 AE 原位监测。通过选用对损伤源类型敏感但对距离、波导杆不敏感的描述符,利用机器学习进行 AE 损伤信号的聚类分析,实现了有/无波导杆 AE 信号的可靠分类。结果表明:2D-SiC_f/SiC 复合材料的高温拉伸与室温拉伸损伤模式有明显区别,高温疲劳经过约 70000 次循环后基体裂纹逐渐停止扩展并进入稳态阶段,经过 100000 次循环后,试样仍具有较高的高温剩余强度,如图 9 所示。

5 基于 ER 技术的原位力学表征

基于 SEM、 μ -CT 等技术的原位监测无法连续获得任一时间点(或应力点)的损伤信息;原位 SEM 和 DIC 只能监测试样表面损伤,且原位 SEM 观察区域大小一般很有限;AE 技术对于蠕变试验可能发生的 COD 增大或组分的黏塑性行为极不敏感。ER 技术,即监测试样或构件在外载荷作用下沿某一方向(一般为受力方向)的电阻变化,可以有效补充上述几种原位监测技术的不足。SiC 纤维、PyC 界面、化学气相渗透(Chemical vapor infiltration, CVI) SiC、熔渗工艺(Melt infiltration, MI)在基体中引入的残余 Si,以及聚合物浸渍裂解工艺(Polymer impregnation pyrolysis, PIP)在基体中引入的 SiC 微(纳米)结晶和残余 C 一般均具有良好的导电性。ER 技术可有效实时监测 SiC_f/SiC 复合材料受载荷时产生的面内裂纹、面外裂纹和层间裂纹^[76-77],并可依据结果建立 SiC_f/SiC 复合材料的力-电耦合模型,预测复合材料的力学行为和电阻对力学损伤的响应^[78]。

美国 Akron 大学利用 ER 原位监测技术较为全面地研究了 SiC_f/SiC 复合材料高温环境损伤行为。Smith 等^[79]在 1315 °C 进行了 2D 铺层结构 SiC_f/SiC_{CVI} 复合材料的高温蠕变试验,并借助四探针法测量试样标距段的电阻。电压测量电极和电流输入电极均分布在加热炉膛之外,以高熔点钎焊合金(CuSi1-ABA)为钎料将连接电压测量电极的铜丝钎焊至试样标距段两端。在试样两端边缘切割小凹槽,以便将连接电流输入电极的电线楔入到位并钎焊,确保与内部 SiC 纤维接触良好,试验装置如图 10 所示。结果表明,蠕变过程中电阻增大,电阻变化与基体裂纹密度和深度密切相关。

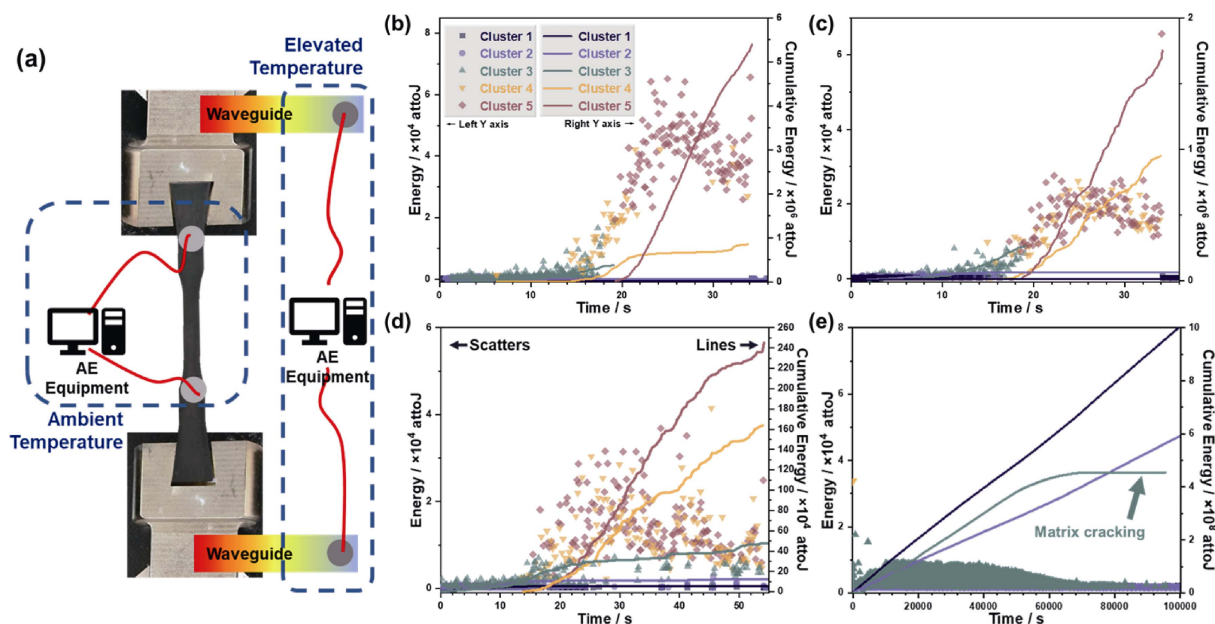


图 9 AE 原位监测 2D-SiC_f/SiC 复合材料室温、高温拉伸及高温疲劳结果
Fig. 9 *In-situ* AE monitoring results of 2D-SiC_f/SiC composites at ambient temperature, high temperature tensile and high temperature fatigue

(a) Placement of AE sensors at ambient temperature and high temperature; (b–e) Energy and cumulative energy-time diagrams after classification of AE signals (b) without and (c) with waveguides at ambient temperature tensile, and after classification of AE signals at 1350 °C/air environment (d) tensile and (e) fatigue

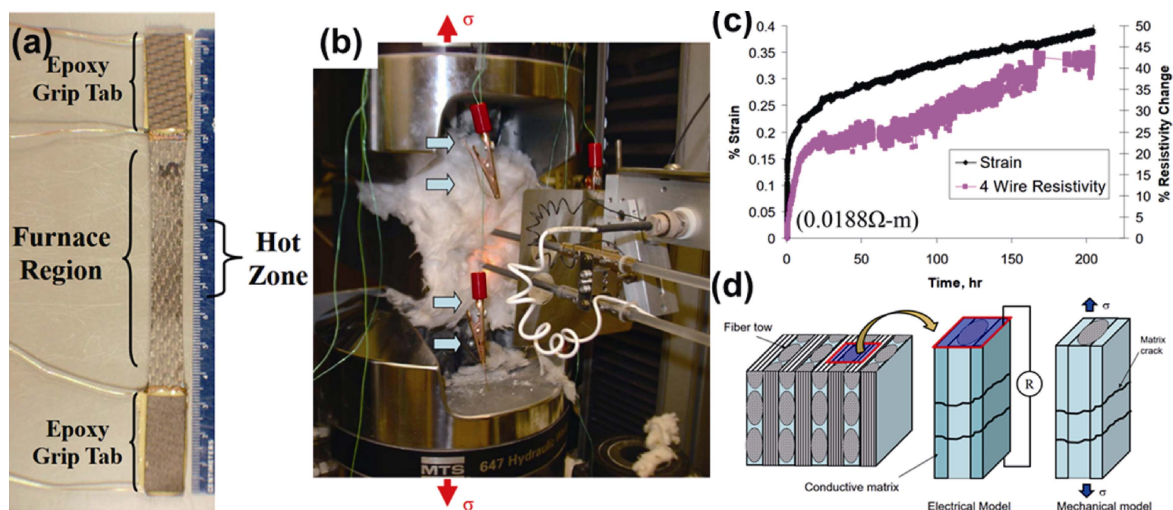


图 10 1315 °C 下 ER 原位监测高温蠕变试验^[79]

Fig. 10 *In-situ* ER monitoring of high-temperature creep test at 1315 °C^[79]

(a) Four-probe method for sample resistance wiring arrangement; (b) Arrangement of high-temperature creep equipment device; (c) Creep curve and corresponding resistance curve; (d) Physical principle diagram of resistance method for creep damage monitoring

Appleby 等^[80]开展了 SiC_f/SiC 复合材料在高温拉伸试验中力学曲线及断裂行为与材料电阻之间的关系研究。采用 CO₂ 高热流密度激光器将标距段的前表面加热到 1230 °C, 这种集中加热的方式无需高温炉和冷却装置, 同时在试样内部产生温度梯度。研究表明, 损伤发生阶段, 裂纹密度提高, 电阻大幅度上升。Simon 等^[81]在 450 °C 空气 ($p_{\text{H}_2\text{O}}=1$ kPa) 和水氧环境 ($p_{\text{H}_2\text{O}}=10$ kPa) 下对 2D-SiC_f/PyC/SiC_{PIP}/

[Si-B-C]_{CVI} 复合材料开展了 ER 原位监测的拉-拉疲劳试验。在高温水氧环境下, 试样电阻增加与 PyC 界面氧化失效程度紧密相关。在空气环境静疲劳、空气环境循环疲劳、水氧环境静疲劳和水氧环境循环疲劳环境下试样的电阻均表现出线性增大和加速增大两个阶段, 且转折时间约为失效时间的 35%~40%。同时, 该研究还通过 ER 原位监测循环加载卸载试验发现, 电阻在单次加载或卸载中并非

单调变化,且每次循环的最大电阻也不在最大应力点,该研究提出的界面内滑移和磨损模型较好地解释了该现象。

国内对 CMC 的高温环境 ER 原位监测研究较少,本世纪初西北工业大学超高温结构复合材料重点实验室开展了 ER 原位监测 C_f/SiC 复合材料高温力学行为的相关研究^[82-83]。近年,南京航空航天大学魏婷婷^[84]系统研究了 2D 编织 SiC_f/SiC_{CVI} 复合材料的电阻率特性。利用惰性气体环境箱、高温炉及电阻仪开展实验,获得了材料在无氧环境下从 1300 °C 降至室温的过程中电阻率随温度的变化规律,发现 SiC 的负电阻率温度特性使 2D SiC_f/SiC_{CVI} 复合材料呈现出电阻率随温度降低而增加的现象。此外,借助 MTS Landmark 试验机和电阻仪开展实验,获得 1300 °C 下单向拉伸试验过程中材料的电阻率与应力-应变之间的关系,发现在加载过程中,随着微观机械损伤的累积,电阻率不断增大;高温处理和氧化反应使材料内部的微裂纹数量增加,力学性能下降。

ER 技术原位监测 SiC_f/SiC 复合材料的损伤行为可以得到的直观数据十分有限,准确识别损伤模式与建立模型强烈依赖于研究人员是否完整获得试样组分及深刻理解其性质、结构等特征,也依赖于对裂纹密度等参数的准确表征。随着相关软、硬件的快速发展,基于 ER 技术的电阻层析成像技术(Electrical resistance tomography, ERT)将有较大应用潜力^[84]。

6 多种技术联用的原位力学表征

由于上述各种技术对 CMC 力学行为的原位监测均有一定的局限性,将两种或两种以上的技术联合使用不仅可以多角度表征 CMC 的损伤失效行为,还可以相互验证,为构建力学模型和寿命预测提供基础。各种技术手段的联合实施在室温下较为容易,已广泛用于研究室温下 SiC_f/SiC 复合材料在各种载荷模式下的损伤失效行为^[14,24,51,85-91]。近年来,多种技术联用监测 SiC_f/SiC 复合材料在高温环境下的损伤失效行为也取得了一定进展。

2015 年,Appleby 等^[92]将有环境障涂层和无环境障涂层的 2D-SiC_f/SiC_{MI} 复合材料试样在模拟发动机环境(1315 °C, 10 atm, 200 m/s 高压燃气冲刷, (1 atm=1.01325×10⁵ Pa))下热暴露 30 h 后,联合使用高温 DIC、AE 和 ER 技术研究了试样前表面加热至 1200 °C 时的单轴拉伸损伤失效行为。无环境障涂层

样品在热暴露时内部组分发生氧化,剩余强度和失效应变较低。原位 ER 和 AE 数据显示了有涂层和无涂层样品在损伤开始和累积阶段的差异。ER 和 AE 数据的比较显示,AE 技术仅对开裂事件产生的弹性波的释放敏感,而 ER 的变化是由基体开裂和纤维/基体相对位移引起。最后,用于提取 AE 能量分布的波形分析表明,其与用于确定增加的损伤区域的 DIC 应变映射具有良好的一致性。2023 年, Brockman 等^[93]采用一种新型的辐射加热炉,完成了 mini-SiC_f/SiC 复合材料在 1500 °C 高温环境下的拉伸与蠕变试验,并同时实现 AE、DIC 和 ER 技术的原位监测,实验装置如图 11 所示。基于这套实验装置, Brockman 等^[93]研究了 mini-SiC_f/SiC 复合材料在 1200 °C 高温下的拉伸失效行为,结果表明:AE 定位的信号源与 DIC 中应变集中位置具有较好的一致性,失效位置 AE 事件数量较多,且基体开裂时间随着温度的升高而提前。

7 总结与展望

SiC_f/SiC 复合材料作为先进航空发动机关键热端部件及核反应堆包壳等部件的重要候选材料,全面、准确地表征其在高温、氧化、辐照等近服役环境下的损伤失效过程并预测寿命,对于其安全服役尤为重要。目前,原位监测和表征 SiC_f/SiC 复合材料的高温服役损伤失效行为还存在如下挑战:

1)通过多种测试表征技术的配合,实现复合材料跨尺度损伤的原位监测、损伤过程的精准表征和量化分析。通过各类监测数据的相互补充和验证,为建立复合材料强度和寿命预测模型提供准确的输入参量。

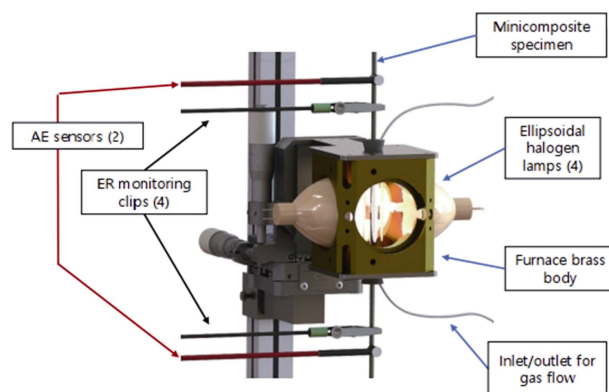


图 11 耦合 AE 和 ER 原位监测装置的红外加热高温实验装置^[93]

Fig. 11 Radiation heating high-temperature experimental apparatus coupled with AE and ER *in-situ* monitoring devices^[93]

2)进一步发展适用于 CMC 服役损伤监测及无损检测的新方法和新技术。例如,太赫兹辐射对陶瓷、纤维、塑料等非极性分子材料穿透能力强,对试样内部孔洞、分层和表面裂纹敏感;红外热成像技术可方便、快捷且直观地检测复合材料近表面的孔洞、分层和脱黏等缺陷与损伤;射线数字成像技术可实时成像,具有效率高和成本低等优势。

3)航空发动机用 SiC_f/SiC 高温部件多为“C”型、“T”型和筒型等复杂曲面结构且包含开孔、榫槽等易应力集中部位;核反应堆用 SiC_f/SiC 零部件多为管状结构且包含复杂连接件。因此,进一步发展多场耦合环境下 CMC 复杂构件的健康监测和寿命预测方法尤为重要。

参考文献:

- [1] 刘巧沐,黄顺洲,何爱杰. 碳化硅陶瓷基复合材料在航空发动机上的应用需求及挑战. 材料工程, 2019, **47**(2): 1.
- [2] 沙建军,代吉祥,张兆甫. 纤维增韧高温陶瓷基复合材料(C_f/SiC_f/SiC)应用研究进展. 航空制造技术, 2017(19): 16.
- [3] XU S, ZHENG C, BI Y, *et al.* In-situ TEM investigations on the microstructural evolution of SiC fibers under ion irradiation: amorphization and grain growth. *Journal of the European Ceramic Society*, 2023, **43**(4): 1376.
- [4] SONG C, YE F, CHENG L, *et al.* Long-term ceramic matrix composite for aeroengine. *Journal of Advanced Ceramics*, 2022, **11**(9): 1343.
- [5] CHATEAU C, GÉLÉBART L, BORNERT M, *et al.* Modeling of damage in unidirectional ceramic matrix composites and multi-scale experimental validation on third generation SiC/SiC minicomposites. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 2014, **63**: 298.
- [6] HAN D, YE F, CHENG L, *et al.* Matrix cracking of 2D SiC/SiC composite characterized by *in situ* SEM and nano-CT. *Ceramics International*, 2023, **49**(8): 12508.
- [7] DELAGE J, SAIZ E, AL NASIRI N. Fracture behaviour of SiC/SiC ceramic matrix composite at room temperature. *Journal of the European Ceramic Society*, 2022, **42**(7): 3156.
- [8] ZHAO S, ZHOU X, YU J, *et al.* Mechanical properties and *in situ* crack growth observation of SiC/SiC composites. *Ceramics International*, 2014, **40**(5): 7481.
- [9] 梁杰存,韩琦男,贺志武,等. 扫描显微环境下原位高温力学测量技术及其应用研究. 中国科学: 物理学 力学 天文学, 2018, **48**(9): 71.
- [10] 祺跃科技. 祺跃自研产品系列: 原位高温拉伸台(2022-12-15) [2024-01-21]. http://mp.weixin.qq.com/s?__biz=MzA4NTgzMzc1Ng==&mid=2247484072&idx=1&sn=5f947cc76feb36074fd722279b89c4ca&chksm=9fd0a3dba872acd159cf2064eb5ff511b9e89e8724cdc6dd8f14544a01588e45f91c00ae710#rd.
- [11] 马晋遥,王晋,赵云松,等. 一种第二代镍基单晶高温合金 1150 °C 原位拉伸断裂机制研究. 金属学报, 2019, **55**(8): 987.
- [12] DETWILER K, HUNT R, OPILA E. In-situ observation of micro-cracking in a SiC/BN/SiC ceramic matrix composite under tension. *Open Ceramics*, 2023, **14**: 100366.
- [13] MIYASHITA Y, KANDA K, ZHU S, *et al.* Observations of fatigue damage process in SiC/SiC composites at room and elevated temperatures. *International Journal of Fatigue*, 2002, **24**(2): 241.
- [14] 罗雅煊,董亚丽,李露,等. 基于数字图像相关方法的 SiC_f/SiC 陶瓷基复合材料力学行为表征. 航空材料学报, 2023, **43**(3): 60.
- [15] HOLMES J, SOMMACAL S, DAS R, *et al.* Digital image and volume correlation for deformation and damage characterisation of fibre-reinforced composites: a review. *Composite Structures*, 2023, **315**: 116994.
- [16] YAMAGUCHI I. Speckle displacement and decorrelation in the diffraction and image fields for small object deformation. *Optica Acta: International Journal of Optics*, 1981, **28**(10): 1359.
- [17] PETERS W H, RANSON W F. Digital imaging techniques in experimental stress analysis. *Optical Engineering*, 1982, **21**(3): 427.
- [18] RAJAN V P, ROSSOL M N, ZOK F W. Optimization of digital image correlation for high-resolution strain mapping of ceramic composites. *Experimental Mechanics*, 2012, **52**(9): 1407.
- [19] BERNACHY-BARBE F, GÉLÉBART L, BORNERT M, *et al.* Characterization of SiC/SiC composites damage mechanisms using digital image correlation at the tow scale. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2015, **68**: 101.
- [20] BUMGARDNER C H, HEIM F M, ROACHE D C, *et al.* Unveiling hermetic failure of ceramic tubes by digital image correlation and acoustic emission. *Journal of the American Ceramic Society*, 2020, **103**(3): 2146.
- [21] BUMGARDNER C H, HEIM F M, ROACHE D C, *et al.* Characterizing environment-dependent fracture mechanisms of ceramic matrix composites via digital image correlation. *Journal of the American Ceramic Society*, 2021, **104**(12): 6545.
- [22] PRESBY M J, KANNAN M, MORSCHER G N, *et al.* An investigation of the end-notched flexure and end-loaded split tests applied to the mode II interlaminar fracture of a SiC/SiC ceramic matrix composite. *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*, 2020, **142**: 041027.
- [23] TABLEAU N, ABOURA Z, KHELLIL K, *et al.* Accurate measurement of in-plane and out-of-plane shear moduli on 3D woven SiC-SiBC material. *Composite Structures*, 2017, **172**: 319.
- [24] MORSCHER G N, MAXWELL R. Monitoring tensile fatigue crack growth and fiber failure around a notch in laminate SiC/SiC composites utilizing acoustic emission, electrical resistance, and digital image correlation. *Journal of the European Ceramic Society*, 2019, **39**(2): 229.
- [25] MEYER P, WAAS A M. Mesh-objective two-scale finite element analysis of damage and failure in ceramic matrix composites. *Integrating Materials and Manufacturing Innovation*, 2015, **4**(1): 63.
- [26] MEYER P, WAAS A M. Experimental results on the elevated temperature tensile response of SiC/SiC ceramic matrix notched composites. *Composites Part B: Engineering*, 2018, **143**: 26.
- [27] 陈俊,侣明森,张人发,等. 高温下 C/SiC 复合材料弯曲断裂性能实时测试和微观结构表征分析. 实验力学, 2016, **31**(2): 243.
- [28] MAO W G, CHEN J, SI M S, *et al.* High temperature digital image correlation evaluation of *in-situ* failure mechanism: an experimental framework with application to C/SiC composites. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, **665**: 26.
- [29] TRACY J, DALY S, SEVENER K. Multiscale damage characterization in continuous fiber ceramic matrix composites using digital image correlation. *Journal of Materials Science*, 2015, **50**(15): 5286.
- [30] SEVENER K M, TRACY J M, CHEN Z, *et al.* Crack opening behavior in ceramic matrix composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 2017, **100**(10): 4734.
- [31] TRACY J, WAAS A, DALY S. A new experimental approach for *in situ* damage assessment in fibrous ceramic matrix composites at high temperature. *Journal of the American Ceramic Society*, 2015,

- 98(6): 1898.
- [32] LOVAAS N. Minimizing noise and bias in DIC(2020-11-25) [2023-11-30]. <https://correlated.kayako.com/article/25-minimizing-noise-and-bias-in-dic>.
- [33] 王龙, 冯国林, 李志强, 等. X 射线断层扫描在材料力学行为研究中的应用. 强度与环境, 2017, 44(6): 43.
- [34] LI Q, CHEN Y, CHEN Y, *et al.* Effects of void defects on fracture features and tensile strength of C/SiC composites: an image-based FEM study. *Applied Composite Materials*, 2022, 29(3): 1021.
- [35] GAO Y, WANG Y, YANG X, *et al.* Synchrotron X-ray tomographic characterization of CVI engineered 2D-woven and 3D-braided SiC_f/SiC composites. *Ceramics International*, 2016, 42(15): 17137.
- [36] SAUCEDO-MORA L, LOWE T, ZHAO S, *et al.* In situ observation of mechanical damage within a SiC-SiC ceramic matrix composite. *Journal of Nuclear Materials*, 2016, 481: 13.
- [37] CHEN Y, GÉLÉBART L, CHATEAU C, *et al.* Analysis of the damage initiation in a SiC/SiC composite tube from a direct comparison between large-scale numerical simulation and synchrotron X-ray micro-computed tomography. *International Journal of Solids and Structures*, 2019, 161: 111.
- [38] YANG H, XU S, ZHANG D, *et al.* In-situ tensile damage and fracture behavior of PIP SiC/SiC minicomposites at room temperature. *Journal of the European Ceramic Society*, 2021, 41(14): 6869.
- [39] GUO W, GAO Y, SUN L. In-situ CT characterization of 2D woven SiC_f/SiC composite loading under compression. *Science and Engineering of Composite Materials*, 2022, 29(1): 394.
- [40] CHATEAU C, GÉLÉBART L, BORNERT M, *et al.* In situ X-ray microtomography characterization of damage in SiC_f/SiC minicomposites. *Composites Science and Technology*, 2011, 71(6): 916.
- [41] HILMAS A M, SEVENER K M, HALLORAN J W. Damage evolution in SiC/SiC unidirectional composites by X-ray tomography. *Journal of the American Ceramic Society*, 2020, 103(5): 3436.
- [42] 刘海龙, 张大旭, 祁荷音, 等. 基于 X 射线 CT 原位试验的平纹 SiC/SiC 复合材料拉伸损伤演化. 上海交通大学学报, 2020, 54(10): 1074.
- [43] 冯宇琦, 张毅, 张大旭, 等. 基于深度学习的 2.5D 陶瓷基复合材料损伤识别与评估. 硅酸盐学报, 2021, 49(8): 1765.
- [44] ZHANG D, LIU Y, LIU H, *et al.* Characterisation of damage evolution in plain weave SiC/SiC composites using in situ X-ray micro-computed tomography. *Composite Structures*, 2021, 275: 114447.
- [45] YANG C, WU S, WU S, *et al.* In-situ characterization on crack propagation behavior of SiC_f/SiC composites during monotonic tensile loading. *Journal of the European Ceramic Society*, 2022, 42(15): 6836.
- [46] ZHU R, QU Z, YANG S, *et al.* An in situ microtomography apparatus with a laboratory X-ray source for elevated temperatures of up to 1000 °C. *Review of Scientific Instruments*, 2021, 92(3): 033704.
- [47] ZHU R, NIU G, QU Z, *et al.* In-situ quantitative tracking of micro-crack evolution behavior inside CMCs under load at high temperature: a deep learning method. *Acta Materialia*, 2023, 255: 119073.
- [48] HABOUB A, BALE H A, NASIATKA J R, *et al.* Tensile testing of materials at high temperatures above 1700 °C with in situ synchrotron X-ray micro-tomography. *Review of Scientific Instruments*, 2014, 85(8): 083702.
- [49] BALE H A, HABOUB A, MACDOWELL A A, *et al.* Real-time quantitative imaging of failure events in materials under load at temperatures above 1600 °C. *Nature Materials*, 2013, 12(1): 40.
- [50] MAZARS V, CATY O, COUÉGNAT G, *et al.* Damage investigation and modeling of 3D woven ceramic matrix composites from X-ray tomography in-situ tensile tests. *Acta Materialia*, 2017, 140: 130.
- [51] LIU C, CHEN Y, SHI D, *et al.* In situ investigation of failure in 3D braided SiC_f/SiC composites under flexural loading. *Composite Structures*, 2021, 270: 114067.
- [52] CROOM B P, XU P, LAHODA E J, *et al.* Quantifying the three-dimensional damage and stress redistribution mechanisms of braided SiC/SiC composites by in situ volumetric digital image correlation. *Scripta Materialia*, 2017, 130: 238.
- [53] CHEN Y, GÉLÉBART L, CHATEAU C, *et al.* 3D detection and quantitative characterization of cracks in a ceramic matrix composite tube using X-ray computed tomography. *Experimental Mechanics*, 2020, 60(3): 409.
- [54] CHEN Y, GÉLÉBART L, CHATEAU C, *et al.* Crack initiation and propagation in braided SiC/SiC composite tubes: effect of braiding angle. *Journal of the European Ceramic Society*, 2020, 40(13): 4403.
- [55] FORNA-KREUTZER J P, ELL J, BARNARD H, *et al.* Full-field characterisation of oxide-oxide ceramic-matrix composites using X-ray computed micro-tomography and digital volume correlation under load at high temperatures. *Materials & Design*, 2021, 208: 109899.
- [56] GAO X, LEI B, ZHANG Y, *et al.* Identification of microstructures and damages in silicon carbide ceramic matrix composites by deep learning. *Materials Characterization*, 2023, 196: 112608.
- [57] DU Y, ZHANG D, WANG L, *et al.* Damage mechanism characterisation of plain weave ceramic matrix composites under in-plane shear using in-situ X-ray micro-CT and deep-learning-based image segmentation. *Journal of the European Ceramic Society*, 2024, 44(1): 142.
- [58] BADRAN A, MARSHALL D, LEGAULT Z, *et al.* Automated segmentation of computed tomography images of fiber-reinforced composites by deep learning. *Journal of Materials Science*, 2020, 55(34): 16273.
- [59] GROSSE C U, OHTSU M, AGGELIS D G, *et al.* Acoustic emission testing: basics for research-applications in engineering. Cham: Springer International Publishing, 2022.
- [60] MAILLET E, GODIN N, R'MILI M, *et al.* Damage monitoring and identification in SiC/SiC minicomposites using combined acousto-ultrasonics and acoustic emission. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2014, 57: 8.
- [61] MOEVUS M, GODIN N, R'MILI M, *et al.* Analysis of damage mechanisms and associated acoustic emission in two SiC_f/[Si-B-C] composites exhibiting different tensile behaviours. Part II: unsupervised acoustic emission data clustering. *Composites Science and Technology*, 2008, 68(6): 1258.
- [62] SHAN Q, XUE Y, HU J. The anti-oxidation mechanism of SiC_f/SiC-B₄C modified with Al₂O₃ in wet atmosphere based on machine learning. *Journal of the American Ceramic Society*, 2022, 105(9): 5853.
- [63] SHAN Q, XU Q, XUE Y, *et al.* The tensile damage behavior of SiC_f/SiC-B₄C after oxidation in wet atmosphere based on acoustic emission pattern recognition. *Journal of the American Ceramic Society*, 2021, 104(8): 4131.
- [64] MUIR C, TULSHIBAGWALE N, FURST A, *et al.* Quantitative benchmarking of acoustic emission machine learning frameworks for damage mechanism identification. *Integrating Materials and Manufacturing Innovation*, 2023, 12(1): 70.
- [65] MORSCHER G N. Modal acoustic emission of damage accumulation in a woven SiC/SiC composite. *Composites Science and Technology*, 1999, 59(5): 687.
- [66] SWAMINATHAN B, MCCARTHY N R, ALMANSOUR A S,

- et al.* Microscale characterization of damage accumulation in CMCs. *Journal of the European Ceramic Society*, 2021, **41**(5): 3082.
- [67] NOZAWA T, KOYANAGI T, KATOH Y, *et al.* Failure evaluation of neutron-irradiated SiC/SiC composites by underwater acoustic emission. *Journal of Nuclear Materials*, 2022, **566**: 153787.
- [68] YANG L, ZHOU Y C, LU C. Damage evolution and rupture time prediction in thermal barrier coatings subjected to cyclic heating and cooling: an acoustic emission method. *Acta Materialia*, 2011, **59**(17): 6519.
- [69] 宫永辉, 武小峰, 尹晓峰, 等. 高温条件下波导杆的在线损伤检测. 无损检测, 2019, **41**(09): 70.
- [70] 杨丽, 周益春, 朱旺. 热障涂层失效的声发射实时表征技术研究进展. 中国材料进展, 2020, **39**(11): 878.
- [71] MOMON S, MOEVUS M, GODIN N, *et al.* Acoustic emission and lifetime prediction during static fatigue tests on ceramic-matrix-composite at high temperature under air. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2010, **41**(7): 913.
- [72] MOMON S, GODIN N, REYNAUD P, *et al.* Unsupervised and supervised classification of AE data collected during fatigue test on CMC at high temperature. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2012, **43**(2): 254.
- [73] MAILLET E. Analysis of acoustic emission energy release during static fatigue tests at intermediate temperatures on ceramic matrix composites: towards rupture time prediction. *Composites Science and Technology*, 2012, **72**(9): 1001.
- [74] MAILLET E, GODIN N, R'MILI M, *et al.* Real-time evaluation of energy attenuation: a novel approach to acoustic emission analysis for damage monitoring of ceramic matrix composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 2014, **34**(7): 1673.
- [75] GODIN N, REYNAUD P, FANTOZZI G. Challenges and limitations in the identification of acoustic emission signature of damage mechanisms in composites materials. *Applied Sciences*, 2018, **8**(8): 1267.
- [76] SMITH C E, MORSCHER G N, XIA Z H. Monitoring damage accumulation in ceramic matrix composites using electrical resistivity. *Scripta Materialia*, 2008, **59**(4): 463.
- [77] MANSOUR R, MAILLET E, MORSCHER G N. Monitoring interlaminar crack growth in ceramic matrix composites using electrical resistance. *Scripta Materialia*, 2015, **98**: 9.
- [78] XIA Z, SUJIDKUL T, NIU J, *et al.* Modeling of electromechanical behavior of woven SiC/SiC composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2012, **43**(10): 1730.
- [79] SMITH C, MORSCHER G, XIA Z. Electrical resistance of SiC/SiC ceramic matrix composites for damage detection and life-prediction: E-17375. Cleveland: NASA Glenn Research Center, 2009: 9–18.
- [80] APPLEBY M, MORSCHER G, ZHU D. Correlation of electrical resistance to CMC stress-strain and fracture behavior under high heat-flux thermal and stress gradients: GRC-E-DAA-TN20638. Cleveland: NASA Glenn Research Center, 2015: 16.
- [81] SIMON C, REBILLAT F, CAMUS G. Electrical resistivity monitoring of a SiC/[Si-B-C] composite under oxidizing environments. *Acta Materialia*, 2017, **132**: 586.
- [82] MEI H, CHENG L. Damage analysis of 2D C/SiC composites subjected to thermal cycling in oxidizing environments by mechanical and electrical characterization. *Materials Letters*, 2005, **59**(26): 3246.
- [83] 栾新刚. 3D C/SiC 在复杂耦合环境中的损伤机理与寿命预测. 西安: 西北工业大学博士学位论文, 2007.
- [84] 魏婷婷. 基于电阻抗成像的陶瓷基复合材料高温燃气损伤检测. 南京: 南京航空航天大学硕士学位论文, 2020.
- [85] WANG F, TENG X, HU X, *et al.* Damage and failure analysis of a SiC_f/SiC ceramic matrix composite using digital image correlation and acoustic emission. *Ceramics International*, 2022, **48**(4): 4699.
- [86] DUAN Y, QIU H, YANG T, *et al.* Flexural failure mechanism of 2.5D woven SiC_f/SiC composites: combination of acoustic emission, digital image correlation and X-ray tomography. *Composites Communications*, 2021, **28**: 100921.
- [87] MAILLET E, SINGHAL A, HILMAS A, *et al.* Combining *in-situ* synchrotron X-ray microtomography and acoustic emission to characterize damage evolution in ceramic matrix composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 2019, **39**(13): 3546.
- [88] EL RASSI J, HEGEMAN A L, MORSCHER G N. A ply-level electrical resistance approach to monitor crack evolution in a laminate SiC/SiC composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 2022, **42**(13): 5355.
- [89] WHITLOW T, JONES E, PRZYBYLA C. *In-situ* damage monitoring of a SiC/SiC ceramic matrix composite using acoustic emission and digital image correlation. *Composite Structures*, 2016, **158**: 245.
- [90] SIMON C, REBILLAT F, HERB V, *et al.* Monitoring damage evolution of SiC_f/SiBC_m composites using electrical resistivity: crack density-based electromechanical modeling. *Acta Materialia*, 2017, **124**: 579.
- [91] MORSCHER G N, GORDON N A. Acoustic emission and electrical resistance in SiC-based laminate ceramic composites tested under tensile loading. *Journal of the European Ceramic Society*, 2017, **37**(13): 3861.
- [92] APPLEBY M P, ZHU D, MORSCHER G N. Mechanical properties and real-time damage evaluations of environmental barrier coated SiC/SiC CMCs subjected to tensile loading under thermal gradients. *Surface and Coatings Technology*, 2015, **284**: 318.
- [93] BROCKMAN C, SWITZER C, ALMANSOUR A, *et al.* High-temperature mechanical tensile testing of unidirectional SiC_f/SiC composites using a versatile lamp furnace. 11th International Conference on High Temperature Ceramic Matrix Composites, Jeju, 2023: 315.