

Mini-SiC_f/SiC 复合材料长时间高温下的力学性能演变

陈 斌, 任 科, 王一光

(北京理工大学 先进结构技术研究院, 北京 100081)

摘 要: 连续碳化硅纤维增强碳化硅(SiC_f/SiC)复合材料因其优异的力学性能和耐高温特性, 已广泛应用于航空发动机热端部件。为了确保 SiC_f/SiC 复合材料部件在服役过程中的安全性, 研究其在长时间高温下的力学性能演变具有重要意义。本研究采用 Cansas-II SiC 纤维制备了具有 BN 界面的 mini-SiC_f/SiC 复合材料, 在 1100、1200、1350 °C 下分别进行 5、10、50、100、200 h 的热处理, 以探究长时间高温热处理对 mini-SiC_f/SiC 复合材料力学性能的影响。研究表明: 在 1100 °C 下, 热处理对 mini-SiC_f/SiC 复合材料的力学性能未产生显著影响, 各阶段对力学性能的贡献占比几乎保持不变。在 1200 °C 下, 短时间热处理对于 mini-SiC_f/SiC 复合材料的作用不明显, 其拉伸强度未显著变化; 然而, 长时间热处理会导致 SiC 纤维损伤, 从而降低复合材料的拉伸强度。在 1350 °C 下, 热处理显著改善了 BN 界面性能, 导致 SiC 纤维损伤严重, mini-SiC_f/SiC 复合材料的力学性能显著降低, 且随着热处理时间延长, 纤维损伤程度加深, 复合材料力学性能持续恶化。

关 键 词: Cansas-II SiC 纤维; mini-SiC_f/SiC 复合材料; 热处理; 声发射; 饱和基体裂纹间距

中图分类号: TB332 文献标志码: A 文章编号: 1000-324X(2025)09-0971-10

Evolution of Mechanical Properties of Mini-SiC_f/SiC Composites at High Temperatures over a Long Period of Time

CHEN Bin, REN Ke, WANG Yiguang

(Institute of Advanced Structural Technology, Beijing Institute of Technology, Beijing 100081, China)

Abstract: Continuous silicon carbide fiber reinforced silicon carbide (SiC_f/SiC) composites are widely utilized in the hot-end components of aero engines due to their exceptional properties and high-temperature resistance. To ensure the safety and reliability of SiC_f/SiC composite parts during service, it is crucial to investigate the evolution of their mechanical properties under prolonged high-temperature exposure. In this study, mini-SiC_f/SiC composites with a BN interface were fabricated using Cansas-II SiC fibers. These mini-SiC_f/SiC composites underwent heat treatment at 1100, 1200, and 1350 °C for durations of 5, 10, 50, 100, and 200 h, respectively, to examine the effects of high-temperature and long-term heat treatment on their mechanical properties and microstructure. The results show that at 1100 °C, heat treatment has no significant impact on the mini-SiC_f/SiC composites. The mechanical properties remain largely unchanged, and the contribution fractions of each stage to the overall mechanical performance remain consistent. At 1200 °C, short-term heat treatment shows minimal effects on the mini-SiC_f/SiC composites without

收稿日期: 2025-01-21; 收到修改稿日期: 2025-03-11; 网络出版日期: 2025-03-19

基金项目: 国家科技重大专项(Y2022-VI-0002-0033)

National Science and Technology Major Project (Y2022-VI-0002-0033)

作者简介: 陈 斌(1999-), 男, 硕士研究生. E-mail: 1839412972@qq.com

CHEN Bin (1999-), male, Master candidate. E-mail: 1839412972@qq.com

通信作者: 任 科, 助理教授. E-mail: renke@bit.edu.cn

REN Ke, assistant professor. E-mail: renke@bit.edu.cn

notable change in tensile strength. However, prolonged heat treatment leads to damage in the SiC fibers, thereby decreasing their tensile strength. At 1350 °C, heat treatment significantly improves the properties of the BN interface but causes severe damage to the SiC fibers, resulting in a marked decline in the mechanical properties of the mini composites. As the heat treatment duration increases, the extent of fiber damage intensifies, leading to a continuous deterioration in the mechanical performance of the composites.

Key words: Cansas-II SiC fiber; mini-SiC_f/SiC composite; heat treatment; acoustic emission; saturated matrix crack spacing

SiC_f/SiC 复合材料主要由纤维、基体和界面相三个结构单元组成。纤维是复合材料的主要承载单元, 具有高强度和高模量的特性; 界面相作为复合材料的载荷传递单元, 负责载荷传递、裂纹偏转、纤维保护以及缓解纤维与基体之间的热应力等功能^[1-5]; 基体则是构成复合材料外形和刚性的基本结构单元, 用于保护纤维和界面相。在这三个单元的紧密协同作用下, SiC_f/SiC 复合材料展现出高比强度、高比模量、耐磨损、抗氧化以及低密度等优异性能, 从而确保其在航空发动机热端部件等极端服役环境中的应用^[6-9]。

SiC_f/SiC 复合材料是广泛用于制造航空发动机热端部件的材料之一, 这些部件经常长期处于高温高压的环境中, 给 SiC_f/SiC 复合材料在持续高温下的应用带来了严峻的挑战。因此, 研究长时间热处理对 SiC_f/SiC 复合材料微观结构和力学性能的影响尤为重要, 这将有助于评估其在热端部件使用时的服役寿命及安全性。目前, 研究人员已针对 SiC_f/SiC 复合材料热处理前后的力学性能演变展开了大量研究。Udayakumar 等^[10]研究了含有 BN 界面的 2D SiC_f/SiC 复合材料热处理失效行为, 发现经过 1200 °C 热处理 5 h 后, 界面结合强度降低, 导致复合材料中界面脱黏和纤维拔出加剧, 同时力学性能提升。Ma 等^[11]研究了 2D SiC_f/SiC 复合材料在 1300 °C 热处理 2 h 后的力学性能变化。结果显示, 热处理后 BN 界面结晶度提高, 复合材料的弯曲强度从 366 MPa 提升至 377 MPa, 断裂韧性从 13.9 MPa·m^{1/2} 增加到 16.2 MPa·m^{1/2}。此外, Zhao 等^[12-13]研究了聚合物浸渍裂解(PIP)法制备的 3D SiC_f/SiC 复合材料在不同热处理温度和时间下的性能变化。结果表明, 热处理温度超过 1400 °C 后, 由于 SiC 纤维和基体损伤, 复合材料性能发生下降。尽管已有针对块状 SiC_f/SiC 复合材料在热处理后的力学性能变化的研究, 但未能准确区分热处理后不同结构单元变化对复合材料力学性能的具体影响。法国波尔多大学热结构复合材料实验室(LTCS)率先采用以单束纤维为

增强体的 mini 复合材料, 研究连续纤维增强复合材料的基本性能, 特别是拉伸性能。该方法不仅大幅降低了实验成本, 还有效避免了多种复杂因素对材料单一性能研究的干扰, 从而为分析复合材料的拉伸行为提供了更为准确的数据^[14-18]。采用该方法, 赵文青等^[19]制备了以 KD-I SiC 纤维为增强体的 mini 复合材料, 研究了 1150 °C 热处理 2 h 后复合材料的变化。结果表明, BN 界面层结晶性较差, 经过 1150 °C 高温处理后, 结晶度提高, 复合材料的拉伸强度随之提升。Han 等^[20]制备了具有 PyC(热解碳)和 BN 界面的 mini-SiC_f/SiC 复合材料, 研究了 50 h 热处理对 mini-SiC_f/SiC 复合材料微观组织和力学性能的影响。结果显示, 1300 °C 热处理 50 h 后, mini-SiC_f/SiC 复合材料的拉伸强度保持不变; 而 1500 °C 热处理 50 h 后, 由于纤维受损和界面性能下降, 拉伸强度下降了 40%。尽管已有研究探讨了含有 BN 界面的 SiC_f/SiC 复合材料热处理后微观组织及力学性能的变化, 但关于长时间热处理后复合材料性能变化的研究仍然有限。

本研究以化学气相渗透(CVI)工艺制备的 mini-SiC_f/SiC 复合材料为对象, 详细研究了长时间热处理对具有 BN 界面的 mini-SiC_f/SiC 复合材料的力学性能和微观组织的影响。通过分析热处理后 mini-SiC_f/SiC 复合材料各阶段力学性能变化的差异, 研究了热处理前后纤维、界面相及基体的变化及其对 mini-SiC_f/SiC 复合材料整体力学性能的影响, 旨在为 SiC_f/SiC 复合材料在高温环境下的应用和寿命评估提供实验依据及理论支持。

1 实验方法

1.1 Mini-SiC_f/SiC 复合材料制备

Mini-SiC_f/SiC 复合材料由单束 Cansas-II SiC 纤维(福建建立亚新材料有限公司, 福建)、BN 界面和 SiC 基体组成。每个纤维束包含 500 根 SiC 纤维, 其性能见表 1。首先, 制备 BN 界面层。将 SiC 纤维束均

表 1 Cansas-II SiC 纤维的一般性能
Table 1 General properties of Cansas-II SiC fibers

Fiber	Diameter/ μm	C/Si	Oxygen/ % (in atom)	Density/ (g·cm ⁻³)	Linear density/(g·m ⁻¹)
Cansas-II	13±1	1.61	<0.8	2.7±0.1	0.2

匀缠绕在 30 mm×20 mm 的石墨框架上, 并将框架放置在 CVI 炉中, 抽真空至 90 Pa, 然后以 10 °C/min 速率升温到 800 °C 并保温 30 min。接着, 通入反应混合气体 BCl₃-NH₃-H₂。其中, BCl₃ 为硼源, 流量为 5 L·min⁻¹; NH₃ 为氮源, 流量为 5 L·min⁻¹; H₂ 为稀释气体, 流量为 15 L·min⁻¹。经过一定的沉积时间后停止通入反应气体。随后, 采用相同的 CVI 工艺制备 SiC 基体。以 H₂ 为载气, 将甲基三氯硅烷(MTS)带入沉积炉中(MTS 与 H₂ 的摩尔比为 10 : 1), 在 1000 °C 下渗透 SiC 基体。最后, 将纤维束从石墨框上剪下并分成长度为 100 mm 的小段, 以便进行后续实验。

1.2 高温热处理

将 mini-SiC_f/SiC 复合材料样品置于管式炉(GSL-1700X, 合肥科晶材料技术有限公司)中, 在 1100、1200 及 1350 °C 三个温度下分别进行 5、10、50、100、200 h 热处理, 升温速率为 10 °C/min, 升温及保温过程中通入高纯氩气(含量 ≥ 99.999%, 涿州市北温工业气体销售有限公司)进行保护, 流量为 50 mL/min。热处理完成后取出样品, 进行后续的拉伸及微观形貌试验。

1.3 力学性能测试

采用万能试验机(TSMT, 深圳特斯特仪器设备有限公司)对 mini-SiC_f/SiC 复合材料进行拉伸测试, 每个条件测试 10 个样品。如图 1 所示, 试样两端用 AB 胶黏接在设计好的铝片上, 铝片悬挂在万能试验机上进行拉伸测试, 记录载荷-位移曲线, 进而通过载荷与截面积的比值得到应力。通过扫描电子显微镜(SEM)结合 Image-pro plus 软件测定截面积, 通过引伸计测试应变, 最终得到应力-应变曲

线。拉伸试验的加载速率为 0.2 mm/min, 试样总长度为 100 mm, 标距为 40 mm。

通过接收复合材料在加载过程中发生的声发射(AE)信号, 动态检测其损伤过程, 包括基体开裂、纤维/基体界面脱黏、纤维拔出和纤维断裂等现象^[21-22]。本研究使用 SAEU3H 4 通道声发射系统(清诚声发射研究(广州)有限公司)同步监测试样拉伸过程中的损伤演化, 通过真空耦合剂将 AE 传感器(G150, 清诚声发射研究(广州)有限公司)固定在铝片上, 声发射信号经过前置放大器后输入计算机进行分析处理。前置放大器增益设定为 40 dB, 滤波带通为 20~1200 kHz, 阈值值为 40 dB。采用 SWAE 软件对实时信号进行采集及后续处理。

采用双参数 Weibull 分布对 mini-SiC_f/SiC 复合材料的拉伸强度分散性进行评价, 其表达式为^[14]:

$$p = 1 - \exp \left[- \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right]$$
 (1)

式中, p 为 mini-SiC_f/SiC 复合材料拉伸强度为 σ 的失效概率, σ_0 为尺寸参数, m 为 Weibull 模量。 m 的大小反映 mini-SiC_f/SiC 复合材料拉伸强度的分散程度, m 越大, 数据的分散性越小。对于给定样本数, 每个复合材料的拉伸强度 σ_i 对应的失效概率 p_i 计算公式为:

$$p_i = \frac{i - 0.5}{N}$$
 (2)

式中, i 为样本的拉伸强度从小到大排列后的序列号, N 是数据点的总数。对公式(1)两边取对数, 得到如下方程:

$$\ln[-\ln(1 - p)] = m \ln \sigma - m \ln \sigma_0$$
 (3)

m 通过最小二乘法获得。

1.4 微观形貌

采用高分辨场发射扫描电子显微镜(FESEM, Zeiss GeminiSEM 360, 蔡司, 德国)观察 mini-SiC_f/SiC 复合材料界面层及拉伸断口形貌。采用其配套的能量色散谱仪(EDS)进行元素分析。

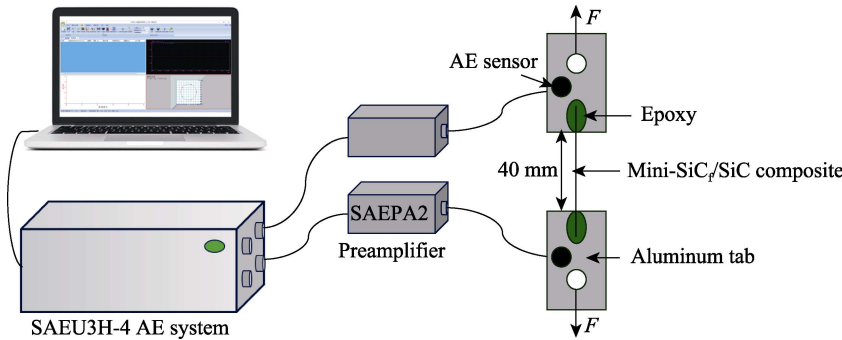


图 1 mini-SiC_f/SiC 复合材料拉伸试验示意图

Fig. 1 Schematic diagram of tensile test of mini-SiC_f/SiC composites

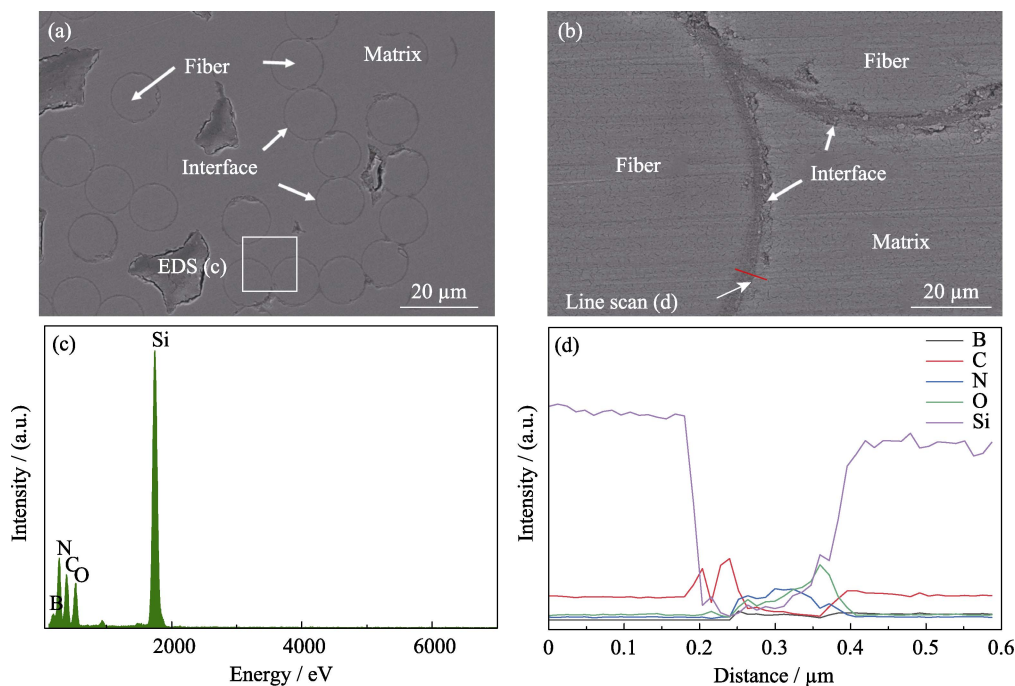


图 2 mini-SiC_f/SiC 复合材料的截面形貌及其 EDS 分析

Fig. 2 Cross-sectional morphologies and EDS analyses of mini-SiC_f/SiC composites

(a) Low magnification; (b) High magnification; (c) EDS results of white square marked in (a); (d) Line scan results of red line shown in (b)
Colorful figures are available on website

2 实验结果

2.1 显微结构

含有 BN 界面相的 mini-SiC_f/SiC 复合材料的截面形貌及 EDS 结果如图 2 所示。由图 2(b)可知, BN 界面相厚度约为 350 nm, 且界面相与纤维和基体结合紧密, 界面特征清晰。由图 2(c, d)可知, 纤维和基体主要由 Si、C 元素组成, 而界面相则由 B、N 元素组成, 微量 O 元素可能为样品制备过程中所引入。

2.2 热处理对 mini-SiC_f/SiC 复合材料力学性能和微观组织的影响

2.2.1 1100 °C 热处理

经 1100 °C 不同时间热处理后, mini-SiC_f/SiC 复合材料的应力-应变曲线如图 3(a)所示。由图可知, 1100 °C 下热处理不同时间, 复合材料的力学性能变化幅度不大。

1100 °C 下热处理不同时间后, mini-SiC_f/SiC 复合材料的应力-应变曲线和声发射测试结果、结合声发射特征导出的复合材料各部分强度变化和各组成部分对整体拉伸强度的贡献变化趋势如图 4A 所示。根据图 4A(a~e), mini-SiC_f/SiC 复合材料的拉伸行为可分为三个阶段。第一阶段为线弹性阶段(0~σ_m)。该阶段复合材料中基体、界面和纤维三部分共同承受载荷, 应力-应变曲线近似呈现线性变化, 材料发

生弹性变形, 声发射传感器检测到的事件信号强度非常微弱, 累积声发射能量曲线增长缓慢且能量数值较低, 说明 SiC 基体中原始微裂纹逐步扩展, 直至拉伸应力持续增加达到 σ_m(定义为基体开裂应力^[23-25])。第二阶段为基体开裂与裂纹扩展阶段(σ_m~σ_s)。该阶段的应力-应变曲线的斜率不断减小, 声发射系统检测到高强度、高频率的事件信号, 且累积声发射能量增速加快, 表明基体中新裂纹出现并扩展。随着拉伸应力增加, 基体裂纹逐渐演化为大裂纹, BN 界面开始发挥作用, 基体裂纹发生偏转并沿着 mini-SiC_f/SiC 复合材料径向扩展, BN 界面开始出现脱黏现象, 直至拉伸应力达到 σ_s(定义为基体裂纹饱和和应力^[26])。此时基体裂纹达到饱和, 界面完全脱黏。第三阶段为纤维主导失效阶段(σ_s~σ)。该阶段的应力-应变曲线又呈现线性变化, 且声发射事件信号强度减弱, 频率下降, 累积声发射能量增速缓慢, 几乎稳定。在此阶段, 拉伸载荷完全转移至 SiC 纤维上, 纤维发生弹性变形, 因此应力-应变曲线表现为线性变化, 直至达到 σ。图 4A(f)显示了 1100 °C 热处理后 mini-SiC_f/SiC 复合材料各阶段最大应力的变化趋势, 图中 HT 为热处理(Heat Treatment)的简称。结果显示, 在 1100 °C 下热处理不同时间后, mini-SiC_f/SiC 复合材料的拉伸强度与未处理试样相比基本保持不变。基体开裂应力和基体裂纹饱和应力随着热处理时间延长几乎不变。三个阶段对复合

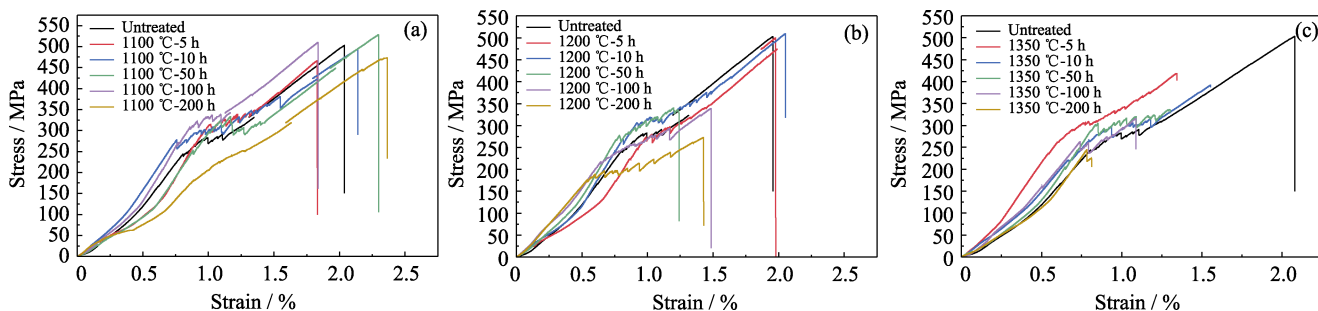
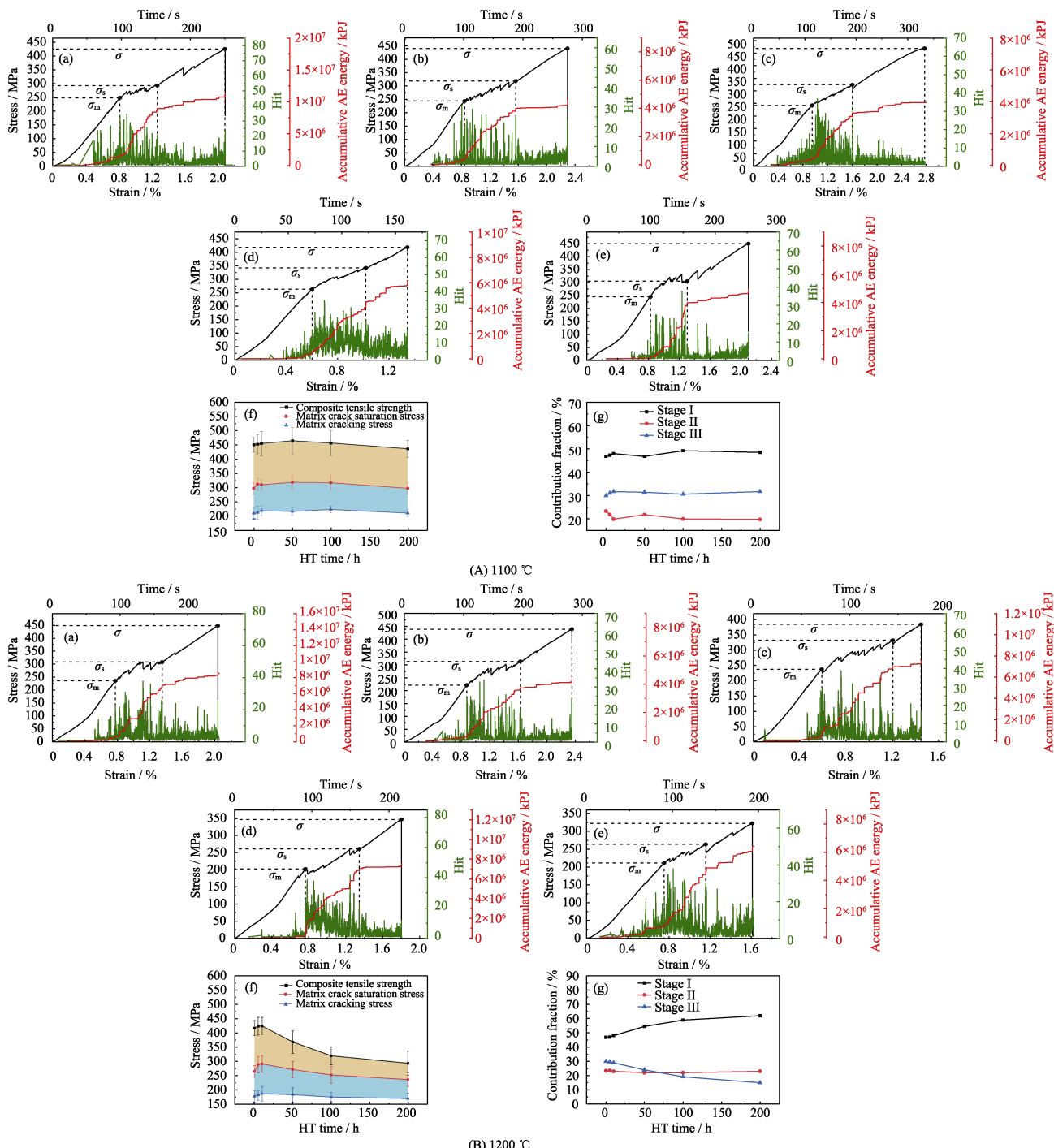


图3 在 1100 (a)、1200 (b)、1350 °C (c) 下热处理不同时间后 mini-SiC_p/SiC 复合材料的应力-应变曲线

Fig. 3 Stress-strain curves of mini-SiC_p/SiC composites after heat treatment at 1100 (a),

1200 (b), and 1350 °C (c) for different periods

Colorful figures are available on website



(B) 1200 °C

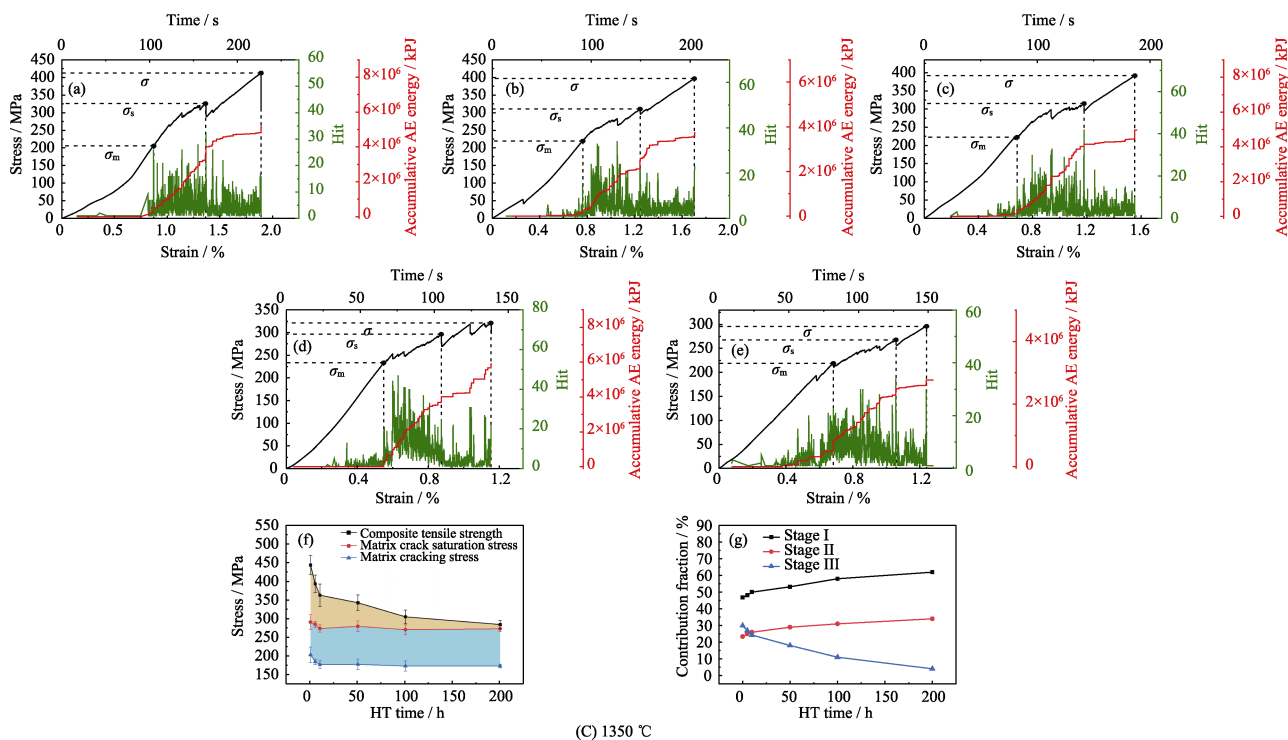


图 4 在 1100 (A)、1200 (B)、1350 °C (C) 下热处理不同时间后 mini-SiC_f/SiC 复合材料的拉伸应力-应变曲线和声发射测试结果、各阶段最大应力变化趋势及各阶段贡献占比

Fig. 4 Tensile stress-strain curves and acoustic emission test results of mini-SiC_f/SiC composites after heat treatment at 1100 (A), 1200 (B), and 1350 °C (C) for different periods, change trend of the stress of each stage and the contribution fraction of each stage

(a-e) Tensile stress-strain curves and acoustic emission test results for 5 (a), 10 (b), 50 (c), 100 (d), and 200 h (e);
(f) Change trend of the stress of each stage; (g) Contribution fraction of each stage. Colorful figures are available on website

材料拉伸强度的贡献占比如图 4A(g)所示, 各阶段对 mini-SiC_f/SiC 复合材料整体力学性能的贡献占比不随热处理时间的延长而发生明显变化, 第一阶段占比约 48%, 第二阶段占比约 22%, 第三阶段占比约 30%。

图 5A 展示了 1100 °C 下热处理不同时间后的 mini-SiC_f/SiC 复合材料经过拉伸试验后的基体断裂和断口纤维拔出的微观形貌。通过 SEM 测量了不同样品的饱和基体裂纹间距 (Saturation Matrix Crack Spacing, SMCS), 结果如表 2 所示。SMCS 可以反映复合材料的界面剪切力大小, 一般来说, SMCS 越宽, 界面剪切力越小^[27]。根据剪滞模型, 纤维的拔出长度与界面剪切力的大小关系可描述如下:

$$l_c = \frac{r_f \sigma_f}{\tau} \quad (4)$$

式中, l_c 为临界纤维长度 ($l_c/2$ 为纤维拔出长度); r_f 和 σ_f 分别为纤维的半径和拉伸强度; τ 为界面剪切力。由公式(4)可知, 界面剪切力越小, 纤维拔出长度越长, 此时复合材料界面处裂纹更容易偏转而发生界面脱黏现象。由表 2 可知, 在 1100 °C 下热处理不同时间后 mini-SiC_f/SiC 复合材料的 SMCS 大致相近,

且数值较大, 均在 249 μm 左右, 故此时界面剪切力较小, 其纤维拔出长度较长。由图 5A(f-j)可见, 纤维拔出明显, 且拔出长度较长。

2.2.2 1200 °C 热处理

经 1200 °C 热处理不同时间后, mini-SiC_f/SiC 复合材料的应力-应变曲线如图 3(b)所示。图中显示, 在 1200 °C 下热处理 5 和 10 h 后, 复合材料力学性能基本保持不变; 但热处理 50 h 后, 复合材料的力学性能随着热处理时间的延长逐渐降低; 当热处理 200 h 后, 拉伸强度降到最低。

结合声发射特征研究了 1200 °C 下热处理后 mini-SiC_f/SiC 复合材料各阶段最大应力的变化, 结果如图 4B(f)所示。由图可知, 在 1200 °C 热处理小于 10 h 时, mini-SiC_f/SiC 复合材料的拉伸强度未发生明显变化。但热处理时间超过 50 h 后, 拉伸强度开始逐渐减小, 基体裂纹饱和和应力变化趋势相同, 而基体开裂应力几乎不发生明显变化。各阶段的贡献占比变化如图 4B(g)所示。随着热处理时间延长, 第一阶段占比不断增加, 从 47% 左右增加到 62% 左右; 第二阶段占比未发生明显变化, 维持在 23% 左右; 第三阶段占比不断减小, 从 30% 降到 15% 左右。

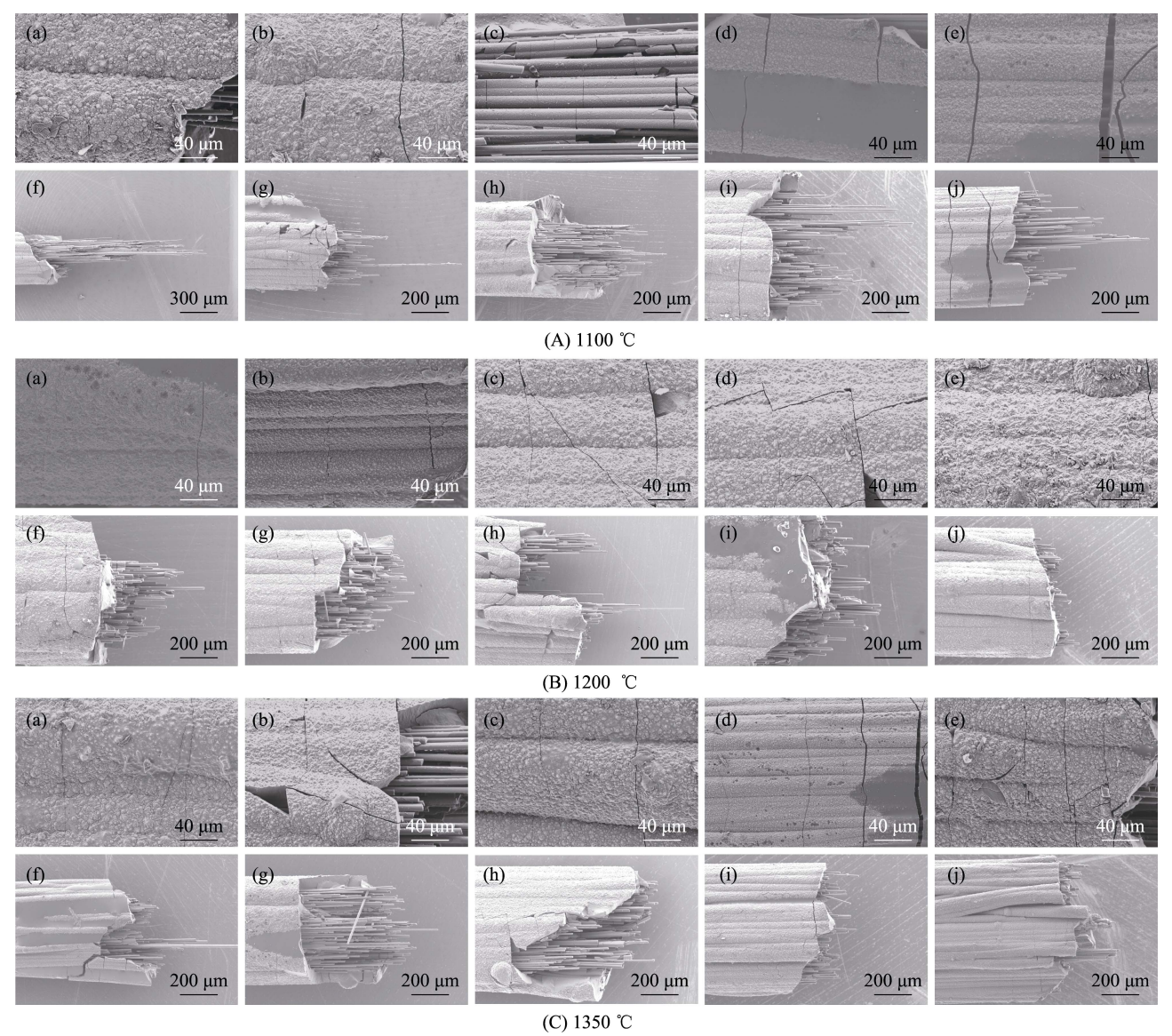


图 5 1100 (A)、1200 (B)、1350 °C (C) 下热处理不同时间后 mini-SiC_f/SiC 复合材料的基体断裂和纤维拔出形貌
Fig. 5 Morphologies of matrix fracture and fiber pull-out of mini-SiC_f/SiC composites after heat treatment at 1100 (A), 1200 (B), 1350 °C (C) for different periods
(a, f) 5 h; (b, g) 10 h; (c, h) 50 h; (d, i) 100 h; (e, j) 200 h

表 2 1100 °C 下热处理不同时间后 mini-SiC_f/SiC 复合材料经拉伸试验后的 SMCS
Table 2 SMCS after tensile test of mini-SiC_f/SiC composites after heat treatment at 1100 °C for different periods

HT time/h	SMCS/μm
5	254±12
10	247±15
50	253±13
100	246±12
200	248±17

1200 °C 下热处理不同时间后, mini-SiC_f/SiC 复

合材料拉伸后基体断裂和纤维拔出的微观形态如图 5B 所示, 测得的 SMCS 列于表 3。由表可知, 当热处理时间小于 50 h 时, mini-SiC_f/SiC 复合材料的 SMCS 与 1100 °C 下热处理的试样相当, 因此其界面剪切力较小, 纤维拔出长度较长(图 5B(f~h)); 但当热处理时间超过 50 h 后, SMCS 减小, 故界面剪切力变大, 纤维拔出长度变短(图 5B(i, j))。

2.2.3 1350 °C 热处理

1350 °C 下热处理不同时间后 mini-SiC_f/SiC 复合材料的应力-应变曲线如图 3(c)所示。从图 3(c)可以看出, 在 1350 °C 下热处理后, 复合材料力学性能显著下降, 且随着热处理时间的延长, 力学性能持续下降。

表 3 1200 ℃下热处理不同时间后 mini-SiC_f/SiC 复合材料经拉伸试验后的 SMCS

Table 3 SMCS after tensile test of mini-SiC_f/SiC composites after heat treatment at 1200 ℃ for different periods

HT time/h	SMCS/ μm
5	243 $\pm$ 16
10	239 $\pm$ 15
50	231 $\pm$ 18
100	197 $\pm$ 16
200	184 $\pm$ 13

表 4 1350 ℃下热处理不同时间后 mini-SiC_f/SiC 复合材料经拉伸试验后的 SMCS

Table 4 SMCS after tensile test of mini-SiC_f/SiC composites after heat treatment at 1350 ℃ for different periods

HT time/h	SMCS/ μm
5	187 $\pm$ 20
10	176 $\pm$ 15
50	159 $\pm$ 17
100	146 $\pm$ 13
200	138 $\pm$ 12

结合声发射特征研究了 1350 ℃下热处理不同时间后 mini-SiC_f/SiC 复合材料各阶段最大应力的变化,结果如图 4C(f)所示。由图可知,在 1350 ℃热处理条件下,mini-SiC_f/SiC 复合材料的拉伸强度随着热处理时间的延长而持续降低;基体裂纹饱和应力几乎未发生明显变化,保持在 294 MPa 左右;基体开裂应力也基本未发生变化。各阶段的贡献占比变化如图 4C(g)所示,随着热处理时间延长,第一阶段贡献占比从 48%增加到 64%;第二阶段贡献占比从 26%增加到 32%;而第三阶段贡献占比不断减小,从 26%降到 4%。

1350 ℃下热处理不同时间后,mini-SiC_f/SiC 复合材料拉伸后基体断裂和纤维拔出的微观形态如图 5C 所示,测得的 SMCS 列于表 4。由表可知,1350 ℃热处理后试样的 SMCS 比 1100 和 1200 ℃热处理的小,且随着热处理时间延长,mini-SiC_f/SiC 复合材料的 SMCS 不断减小,说明在该温度下热处理后,界面剪切力较大,且随着热处理时间延长而不断增大,从而导致纤维拔出长度逐渐减小(图 5C(j))。

3 分析与讨论

采用双参数 Weibull 分布分析经热处理后的

mini-SiC_f/SiC 复合材料的拉伸强度统计分布规律,结果如图 6 所示,Weibull 分布模量 m 如表 5 所示。在 1100 ℃热处理 5 和 200 h 后, m 明显大于未处理试样,说明在该条件下拉伸强度分散性更低,mini-SiC_f/SiC 复合材料稳定性更好。在 1200 ℃热处理 5 和 10 h 后, m 增大,而在热处理时间超过 10 h 后, m 减小,这说明在 1200 ℃短时间热处理后 mini-SiC_f/SiC 复合材料稳定性增加,但较长时间热处理则会导致稳定性降低。当热处理温度为 1350 ℃时, m 随着热处理时间的延长而增大,表明在该温度下,随着热处理时间延长,mini-SiC_f/SiC 复合材料拉伸强度分散性逐渐降低,性能趋于稳定。通过分析热处理后不同组成部分对复合材料整体力学性能的影响可以发现,在 1100 ℃热处理后,mini-SiC_f/SiC 复合材料的力学性能未显著变化。且随着热处理时间延长,三个阶段对于 mini-SiC_f/SiC 复合材料拉伸强度的贡献占比几乎保持不变。在 1200 ℃下热处理,随着热处理时间的延长,虽然基体开裂应力未发生明显变化,但第一阶段的贡献占比却逐渐提高至 62%左右,这表明 mini-SiC_f/SiC 复合材料的力学性能逐渐演变为以基体和纤维线弹性承载为主。而第二阶段对于复合材料整体拉伸强度的贡献占比保持不变,说明 1200 ℃下 BN 界面未受影响,其在第二阶段仍然能够很好地发挥界面脱黏的机制。然而 1200 ℃已经达到 Cansas-II SiC 纤维的临界使用温度^[28-29],因此当热处理时间增加到 50 h 时,纤维开始受损,性能下降,导致其对于复合材料力学性能的贡献随之下降。mini-SiC_f/SiC 复合材料的整体力学性能开始明显下降,并且随着热处理时间延长,纤维的受损程度加重,致使复合材料整体力学性能不断降低。在 1350 ℃热处理后,随着热处理时间延长,第一阶段的贡献占比提升至 64%,同样表明其性能逐渐以基体和纤维线弹性承载为主导。同时,第二阶段的贡献占比明显提升。相对于未处理试样,1350 ℃下热处理 5 h 后,mini-SiC_f/SiC 复合材料第二阶段的贡献占比从 22%提高到 26%。这一变化的原因是在该温度下热处理后,BN 界面的结晶度显著提高,逐渐演变为层状结构,促进了界面脱黏与纤维拔出^[11],但在 1350 ℃热处理后,由于超过了 Cansas-II SiC 纤维的耐温极限,纤维受到严重损伤,性能显著下降,因此第三阶段贡献占比大幅降低。同时,增强的界面剪切力降低了复合材料的韧性,使复合材料断口呈现类“脆性断裂”的特征,因此复合材料力学性能基本由第一和第二阶段承担,当基体裂纹达到饱和时,复合材料几乎失效。

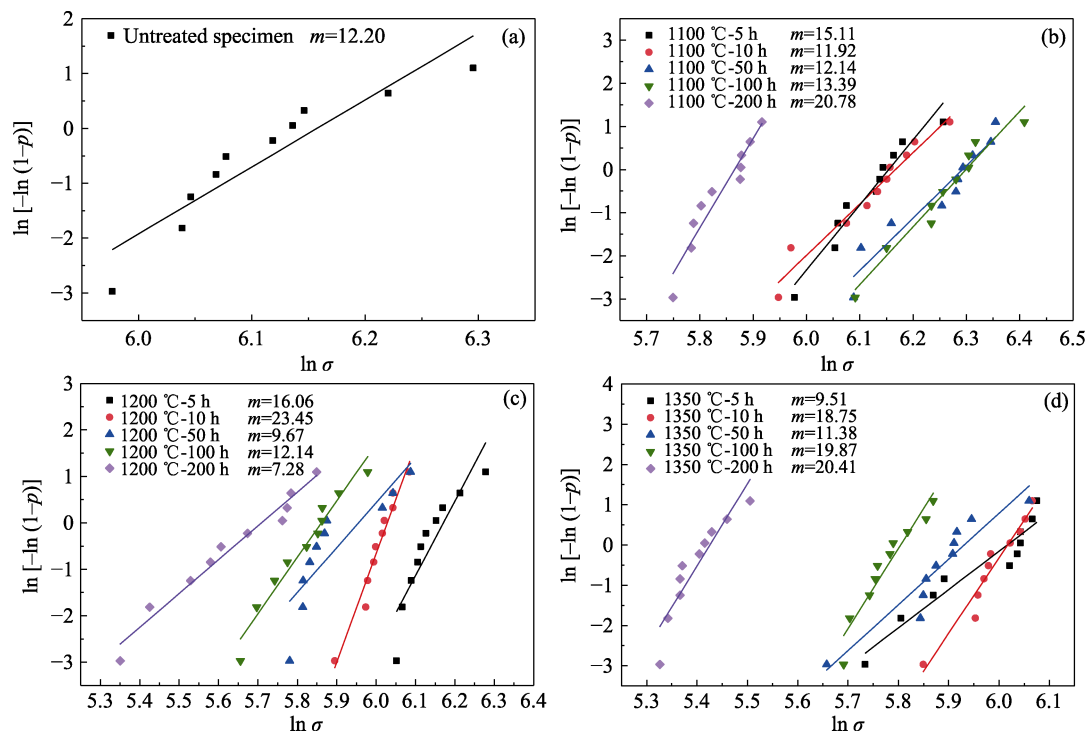


图 6 不同温度热处理的 mini-SiC_f/SiC 复合材料拉伸强度的 Weibull 分布图
Fig. 6 Weibull distributions of tensile strengths of mini-SiC_f/SiC composites after heat treatment at different temperature
(a) Untreated specimen; (b) 1100 °C; (c) 1200 °C; (d) 1350 °C

表 5 不同 mini-SiC_f/SiC 复合材料拉伸
试验后的 Weibull 分布模量 m

Table 5 Weibull modulus (m) of distributions of different mini-SiC_f/SiC composites after tensile test

HT time/h	m		
	1100 °C	1200 °C	1350 °C
5	15.11	16.06	9.51
10	11.92	23.45	18.75
50	12.14	9.67	11.38
100	13.39	12.14	19.87
200	20.78	7.28	20.41

热处理对复合材料拉伸强度影响甚微; 但当热处理时间延长至 50 h 后, SiC 纤维开始出现损伤, 纤维对复合材料力学性能的贡献下降。这一变化导致复合材料整体强度降低, 且随着热处理时间延长至 200 h, 第三阶段的贡献占比大幅降低至 15% 左右, 复合材料的拉伸强度显著降低。在 1350 °C 下热处理后, BN 界面性能明显提升, 第二阶段的贡献占比显著提高, 但由于 SiC 纤维损伤严重, 纤维的贡献显著降低, 复合材料的力学性能大幅下降, 且随着热处理时间延长, SiC 纤维损伤程度不断加深, 热处理时间为 200 h 时第三阶段贡献占比仅为 4%, 力学性能随之持续下降。

4 结论

本研究深入探讨了高温下长时间热处理对具有 BN 界面的 mini-SiC_f/SiC 复合材料的力学性能和微观组织的影响, 主要结论如下。

结合声发射特征分析发现, 热处理温度和热处理时间对 mini-SiC_f/SiC 复合材料的各阶段产生显著影响, 进而影响其对整体力学性能的贡献程度, 最终影响 mini-SiC_f/SiC 复合材料的拉伸强度。在 1100 °C 下热处理不同时间后, 复合材料的拉伸强度和各阶段的贡献占比保持稳定, 其中第一阶段贡献占比约为 48%, 第二阶段贡献占比约为 22%, 第三阶段贡献占比约为 30%。当热处理温度升至 1200 °C, 短时间

参考文献:

[1] LV X X, QI Z, YANG J H, *et al.* The effect of boron nitride interphase on the thermal stability of SiC fibers. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, **844**: 156193.
[2] 张立同. 纤维增韧碳化硅陶瓷复合材料: 模拟, 表征与设计. 北京: 化学工业出版社, 2009.
[3] SHEN X Y, MA Q, XUE Y D, *et al.* Effects of multilayered interfaces on mechanical damage of SiC_f/SiC composites. *Journal of Inorganic Materials*, 2023, **38(8)**: 917.
[4] GUAN H Y, ZHANG L, JING K K, *et al.* Interfacial mechanical properties of the domestic 3rd generation 2.5D SiC_f/SiC composite. *Journal of Inorganic Materials*, 2024, **39(3)**: 259.
[5] YOU B J, LI B, LI X Q, *et al.* Thermal shock damage and in-plane shear performance degradation of 2D SiC_f/SiC at medium temperature. *Journal of Inorganic Materials*, 2024, **39(12)**: 1367.
[6] NASLAIN R. Design, preparation and properties of non-oxide

- CMCs for application in engines and nuclear reactors: an overview. *Composites Science and Technology*, 2004, **64**(2): 155.
- [7] WICAKSONO S, CHAI G B. A review of advances in fatigue and life prediction of fiber-reinforced composites. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part L: Journal of Materials: Design and Applications*, 2013, **227**(3): 179.
- [8] YUAN Q, SONG Y C. Research and development of continuous SiC fibers and SiC_f/SiC composites. *Journal of Inorganic Materials*, 2016, **31**(11): 1157.
- [9] WANG P, LIU F, WANG H, *et al.* A review of third generation SiC fibers and SiC_f/SiC composites. *Journal of Materials Science & Technology*, 2019, **35**(12): 2743.
- [10] UDAYAKUMAR A, GANESH A S, RAJA S, *et al.* Effect of intermediate heat treatment on mechanical properties of SiC_f/SiC composites with BN interphase prepared by ICVI. *Journal of the European Ceramic Society*, 2011, **31**(6): 1145.
- [11] MA X, YIN X, CAO X, *et al.* Effect of heat treatment on the mechanical properties of SiC_f/BN/SiC fabricated by CVI. *Ceramics International*, 2016, **42**(2): 3652.
- [12] ZHAO S, ZHOU X, YU J, *et al.* Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of PIP-SiC/SiC composites. *Materials Science and Engineering: A*, 2013, **559**: 808.
- [13] ZHAO S, ZHOU X, YU J. Effect of heat treatment on the mechanical properties of PIP-SiC/SiC composites fabricated with a consolidation process. *Ceramics International*, 2014, **40**(3): 3879.
- [14] NASLAIN R, LAMON J, PAILLER R, *et al.* Micro/mini composites: a useful approach to the design and development of non-oxide CMCs. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 1999, **30**(4): 537.
- [15] QIAO S R, HAN D, LUO G Q. Mini-composites C/SiC tensile strength at elevated temperature in vacuum. *Key Engineering Materials*, 2005, **297**: 435.
- [16] PADMAVATHI N, KUMARI S, PRASAD V V B, *et al.* Processing of carbon-fiber reinforced (SiC+ZrC) mini-composites by soft-solution approach and their characterization. *Ceramics International*, 2009, **35**(8): 3447.
- [17] FLORES O, BORDIA R K, NESTLER D, *et al.* Ceramic fibers based on SiC and SiCN systems: current research, development, and commercial status. *Advanced Engineering Materials*, 2014, **16**(6): 621.
- [18] GONCZY S T, SPRANDEL R C, FABER K T. Tensile tests of miniature fiber reinforced ceramic composites for screening process-property relations//SINGH J P. *Proceedings of the 21st Annual Conference on Composites, Advanced Ceramics, Materials, and Structures—A: Ceramic Engineering and Science Proceedings*. Hoboken: John Wiley & Sons, Inc., 1997: 729.
- [19] 赵文青, 齐哲, 吕晓旭, 等. 界面层对 CVI-mini SiC_f/SiC 复合材料力学性能的影响. *材料工程*, 2021, **49**(7): 71.
- [20] HAN X, GAO X, SONG Y. Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical behavior of SiC_f/SiC mini-composites. *Materials Science and Engineering: A*, 2019, **746**: 94.
- [21] SUZUKI H, TAKEMOTO M, ONO K. A study of fracture dynamics in a model composite by acoustic emission signal processing. *Journal of Acoustic Emission*, 1993, **11**(3): 117.
- [22] HUANG X P, WANG B, YANG C P, *et al.* Evaluating damage evolution of three-dimension needled C/SiC composite based on acoustic emission signal analysis. *Journal of Inorganic Materials*, 2018, **33**(6): 609.
- [23] MEI H, CHENG L. Thermal cycling response behavior of ceramic matrix composites under load and displacement constraints. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, **486**(1/2): 235.
- [24] YANG X F, KNOWLES K M. On the first-matrix-cracking stress in unidirectional fiber-reinforced brittle materials. *Journal of Materials Research*, 1993, **8**(2): 371.
- [25] LARA-CURZIO E, RUSS C M. On the matrix cracking stress and the redistribution of internal stresses in brittle-matrix composites. *Materials Science and Engineering: A*, 1998, **250**(2): 270.
- [26] WANG Y Q, ZHANG L T. Tensile behaviour and damage evolution of a C/SiC minicomposite fabricated by chemical vapour infiltration. *Advanced Composites Letters*, 2010, **19**(2): 85.
- [27] SU K, CHEN Z, LI L, *et al.* Effects of single-phase and co-deposited inter-phases on mechanical hysteresis behavior in T700TM mini-C_f/SiC composites. *International Journal of Fatigue*, 2023, **168**: 107473.
- [28] 福建立亚新材有限公司. Cansas 3300 系列连续碳化硅纤维: Q/LY 20010—2001. 福建立亚新材有限公司企业标准, 2021.
- [29] CHEN X, SUN Z, NIU X, *et al.* Evolution of the structure and mechanical performance of Cansas-II SiC fibres after thermal treatment. *Ceramics International*, 2021, **47**(19): 27217.