

xSi-BN/SiC 纤维光电联用高通量表征

许嘉垌¹, 秦浩², 罗昕沂¹, 邢娟娟¹, 张翔宇², 顾辉³

(1. 上海大学 材料科学与工程学院, 上海 200444; 2. 中国科学院 上海硅酸盐研究所, 上海 201899; 3. 北京高压科学中心, 北京 100094)

摘要: BN 界面相是 SiC_f/SiC 复合材料的关键组元, 优化其成分与微观结构对改善其综合性能与可靠性至关重要。本研究开发了一种基于扫描电子显微镜和激光共聚焦显微镜的智能定位光电联用高通量表征技术, 能够对纤维表面同一区域实现多尺度表征, 获取 BN 界面相的表面粗糙度、微观形貌及元素组成等关键信息。该技术通过建立统一坐标系实现快速定位, 可在 1 h 内完成 20 个组分区域的多尺度分析, 整体表征效率提升约 1.1 倍。研究表明, 随着制备过程中 Si 前驱体的输入流量升高, xSi-BN 界面相中 Si 含量增加, B 含量相应降低。Si 的引入导致 BN 结晶度降低, 表面活性增强, 促使 BN 吸附空气中的氧并在表面形成凸起颗粒。Si 掺杂对 BN 层状结构及其力学性能具有显著影响。随着 Si 含量增至 8%, 与层间滑移相关的“pop-in”现象消失, 界面层硬度从 14.91 GPa 显著降低至 8.06 GPa; 当 Si 含量达到 11% 时, 界面剪切强度从 32.76 MPa 大幅提升至 109.07 MPa。该技术为 SiC_f/SiC 复合材料界面相的成分设计、结构调控与性能优化提供了有效的方法支撑。

关键词: 扫描电子显微镜; 激光共聚焦显微镜; 光电联用高通量表征; BN 界面相

中图分类号: TQ174

文献标志码: A

文章编号:

High-throughput Microstructural Characterization of xSi-BN Coated SiC Fibers by Combining Scanning Electron Microscopy and Laser Scanning Confocal Microscopy

XU Jialong¹, QIN Hao², LUO Xinyi¹, XING Juanjuan¹, ZHANG Xiangyu², GU Hui³

(1. School of Materials Science and Engineering, Shanghai University, Shanghai 200444, China; 2. Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201899, China; 3. Center of High Pressure Science & Technology Advanced Research, Beijing 100094, China)

Abstract: BN interphase serves as a key component of SiC_f/SiC composite materials. Optimizing its composition and microstructure is essential for enhancing the comprehensive performance and reliability of ceramic matrix composites. In this investigation, we developed an optoelectric combination technology by combining scanning electron microscopy and laser scanning confocal microscopy through calibration and intelligent positioning, which can characterize the same area of the fiber at multiple scales. Key information, such as the surface roughness, micromorphology, and elemental distribution of BN interphase, was obtained. By establishing a unified planar coordinate system, it increased the measurement speed by about 1.1 times, and allowed high-throughput analysis of 20 component sample areas in one hour. The research indicates that the input flow rate of Si precursor increased during preparation, the Si content in the xSi-BN interphase increased while the B content decreased. The introduction of Si leads to a decrease in the crystallinity of BN and an enhancement in its surface activity, thereby facilitating the absorption of oxygen from the air and the formation

收稿日期: 2025-11-12; 收到修改稿日期: 2026-02-02; 网上出版日期: xxxx-xx-xx

基金项目: 国家重点研发计划 (2022YFB3707700) National Key R&D Program of China (2022YFB3707700)

作者简介: 许嘉垌(2001-), 女, 硕士研究生. E-mail: xjlong_23@shu.edu.cn

XU Jialong (2001-), female, Master candidate. E-mail: xjlong_23@shu.edu.cn

通信作者: 邢娟娟, 副教授. E-mail: xingjuanjuan@shu.edu.cn; 张翔宇, 研究员. E-mail: xyzhang@mail.sic.ac.cn

XING Juanjuan, associate professor. E-mail: xingjuanjuan@shu.edu.cn

ZHANG Xiangyu, professor. E-mail: xyzhang@mail.sic.ac.cn

of protruding particles on the surface. Si doping significantly influences the layered structure and mechanical properties of BN. As the Si content reaches 8%, the “pop-in” phenomenon associated with interlayer sliding disappears, and the hardness of the xSi-BN interphase markedly decreases from 14.91 GPa to 8.06 GPa. At the Si content reaches 11%, the interfacial shear strength increases significantly from 32.76 MPa to 109.07 MPa. This technology provides an effective approach for the microstructural characterization of the compositional design, structural regulation, and performance optimization of the interphase in SiC_f/SiC composites.

Key words: scanning electron microscopy; laser scanning confocal microscopy; optoelectric combination high-throughput characterization; BN interphase

SiC_f/SiC 陶瓷基复合材料具有高比强度、高温稳定性与耐腐蚀性, 广泛应用于航空航天、化工、能源等领域^[1-4]。界面相是复合材料的关键组成, 通过裂纹偏转、纤维拔出、纤维桥接和纤维脱黏等机制实现增韧, 同时可阻隔氧化介质对纤维的侵蚀^[5-7]。与热解炭(pyrolytic carbon, PyC)相比, 六方氮化硼(hexagonal boron nitride, h-BN)表现出更优异的抗氧化性能: 其氧化产物 B₂O₃ 是黏滞玻璃相, 可封堵氧扩散通道, 延缓纤维氧化并维持材料韧性^[8-11]。然而, 在高温水氧环境下, h-BN 会生成挥发性气体, 导致界面相退化并引发纤维损伤^[12-15]。引入 Si 元素可抑制界面相在高温水氧环境下的挥发损耗, 但 Si 含量、存在形态及其对纤维表面的影响仍需系统研究^[16]。

为了快速筛选 Si 掺杂的 BN 界面相, 廖春景等^[17]采用化学气相沉积法(Chemical Vapor Deposition, CVD)制备了 BN 界面相。本研究通过精确调控 CVD 过程中硅前驱体输入流量, 制备出准连续组分的 xSi-BN 涂覆的 SiC(xSi-BN/SiC)纤维样品。对界面相微观结构与 Si 分布的快速准确表征, 是建立工艺-结构-性能关联、优化涂层工艺、筛选高性能界面相的关键环节^[18-19]。

扫描电子显微镜(SEM)及其配套的 X 射线能谱仪(EDS)是最常见的微观结构表征手段, 可以有效评估界面相连续性、厚度及元素分布等信息^[20-22]。X 射线光电子能谱(XPS)虽能提供样品表层纳米尺度的元素定量及化学态信息, 但其空间分辨率较低, 难以与具体形貌特征直接关联。相比之下, EDS 与 SEM 联用可实现微区的点、线、面分析, 在形貌与成分关联表征方面具有独特优势。若要获得原子尺度结构细节, 则需要借助透射电子显微镜(TEM)进行补充; 但由于样品制备复杂, TEM 不适用于高通量快速表征的需求。Lü 等^[23]研究指出, 界面粗糙度的增加有助于提高界面摩擦剪切应力, 从而增强纤维与基体在脱黏区域的载荷传递能力。因此, 对纤维

表面粗糙度的表征至关重要。然而, SEM、EDS 及 XPS 等手段均难以直接获取纤维表面的粗糙度信息。激光共聚焦显微镜(LSCM)在此方面具有独特优势: 它通过光学断层扫描非接触、无损地构建样品表面三维形貌, 并可精确提取表面粗糙度参数^[24-25]。相比之下, 原子力显微镜(AFM)虽然具有更高的横向分辨率, 但其扫描范围有限, 且对样品表面清洁度要求较为严格。

传统表征方法通常需将同一样品依次置于 SEM 和 LSCM 下分别测试, 不仅流程耗时、效率低下, 且易因设备间定位偏差导致同一微区的形貌、成分与粗糙度信息难以准确关联。

为突破以上局限, 本研究基于 SEM 和 LSCM 技术的互补性, 创新性地采用一种带有三个精准定位标记的专用样品台, 实现 SEM 和 LSCM 两设备的高效联用。通过建立统一的共享坐标系, 该技术可对同一纤维区域进行跨设备快速定位与关联分析, 从而同步获得界面相的微观形貌、化学成分及表面粗糙度等多维度信息。该光电联用高通量表征技术可在 1 h 内完成 20 个样品的多尺度分析, 流程简洁、重复性好, 不仅为复合材料界面相的快速筛选与工艺优化提供了多尺度评价依据, 也具备向其他材料体系推广的潜力。在此基础上, 结合纳米压痕技术和纤维推出实验, 系统评估了 xSi-BN 界面相的微观力学性能和界面结合状态。

1 实验方法

1.1 准连续组分 xSi-BN 界面相制备

在 SiC 纤维(Cansas3303, 福建立亚新材料有限公司)表面, 采用 CVD 方法制备准连续组分的 xSi-BN 界面相。沉积前未对纤维进行特殊表面处理, 沉积过程中, SiC 纤维匀速通过 CVD 反应区, 反应区内通有氨气(NH₃)、三氯化硼(BCl₃)和含氯的硅前驱体。通过系统调节 Si 前驱体的输入流量, 对 BN 界面相

中 Si 掺杂量实现连续调控, 进而获得 Si 含量梯度增加的准连续组分 xSi-BN 界面相。

1.2 光电联用高通量表征

为对准连续组分 xSi-BN/SiC 纤维进行高通量表征, 从准连续组分纤维上每间隔 0.5 m 截取长度为 10 mm 的纤维段, 共 20 段, 并依次放置在光电联用样品台上。如图 1 所示, 样品台设有三个定位标记, 基于三个非共线点确定一个平面的几何原理, 在 SEM 和 LSCM 建立了统一的共享坐标系。该共享坐标系可用于记录样品位置坐标(x, y), 从而实现同一微区在两种设备间的精准定位与关联分析。

采用 SEM(GeminiSEM-300, ZEISS) 及 配套 EDS(X-max, Oxford)对 xSi-BN/SiC 纤维的表面形貌与成分组成进行观测; 利用 LSCM(LSM-900, ZEISS)对样品表面粗糙度进行表征。

采用蒙特卡洛方法模拟电子束在样品表面的扩展情况, 结果如图 2 所示。在 5 kV 加速电压下, BN 中电子激发呈现典型的梨形分布, 其 5% 能量激发强度对应的最大穿透深度(图中蓝线指示)约为 304 nm。本研究采用 CVD 方法制备的 BN 界面相厚度均大于 300 nm, 因此在 5 kV 加速电压条件下, EDS 检测到的 Si 信号可认为主要来源于 BN 界面相中的 Si 掺杂。该加速电压条件有利于获得相对准确的元素定量分析结果。

1.3 纳米压痕微观力学表征

为研究不同 Si 掺杂含量对 xSi-BN 界面相微观

力学性能的影响, 选取 Si 含量分别为 0、8%、11% 和 17% 的 xSi-BN/SiC 纤维样品, 并依此命名为 Si0、Si8、Si11 和 Si17。样品经树脂包埋、固化并机械抛光至光学显微镜下无明显划痕, 以获得满足纳米压痕测试要求的平整表面。

纳米压痕测试在纳米力学测试系统(Hysitron TI980, Bruker)上完成, 采用扫描探针显微镜(SPM)模式, 最大载荷设为 3 mN。通过分析载荷-位移曲线获取测试区域的硬度值, 用于后续微观力学性能评估。为保证数据可靠性, 所选取纤维直径及界面相厚度保持一致, 每个试样测试 5 根纤维, 以其硬度平均值作为 xSi-BN 界面相的表征硬度。

采用纳米压痕力学测试仪进行纤维推出实验, 以评价相应 SiC_f/SiC 复合材料中纤维与基体的界面结合状态。为避免压头尺寸对界面脱粘行为的影响, 压头与纤维的直径之比需大于 0.6^[26]。本研究所用的 Cansas3303 纤维平均直径为(12 ± 1) μm, 选用直径为 10 μm 的平压头满足该要求。实验采用位移控制模式, 最大载荷为 100 mN, 加载速率为 30 nm/s。每个试样测试不少于 3 根纤维, 并根据公式(1)计算获得纤维与基体的界面剪切强度(interfacial shear strength, ISS)^[27-28]:

$$ISS = \frac{F_c}{2\pi r t} \quad (1)$$

式中: r 为纤维半径, t 为纤维推出实验样品厚度, F_c 为纤维脱粘时压头施加的临界载荷。

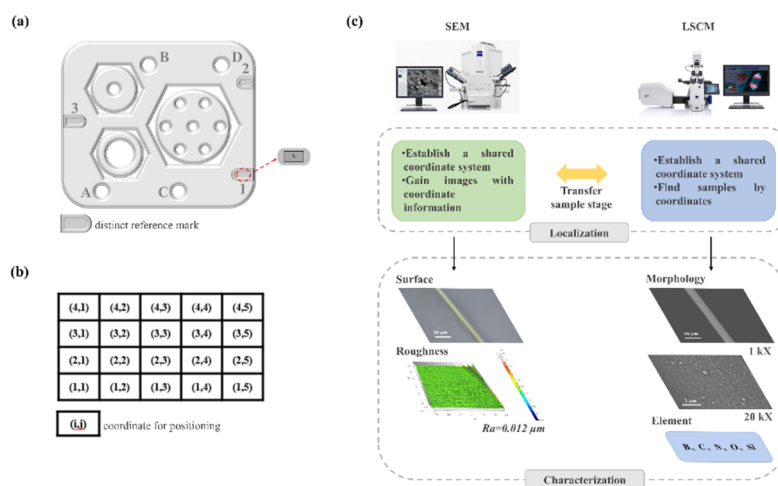


图 1 光电联用高通量表征技术示意图

Fig. 1 Schematic diagram of optoelectric combination high-throughput characterization technology

(a) sample stage; (b) sample placement diagram; (c) the schematic of the optoelectric combination

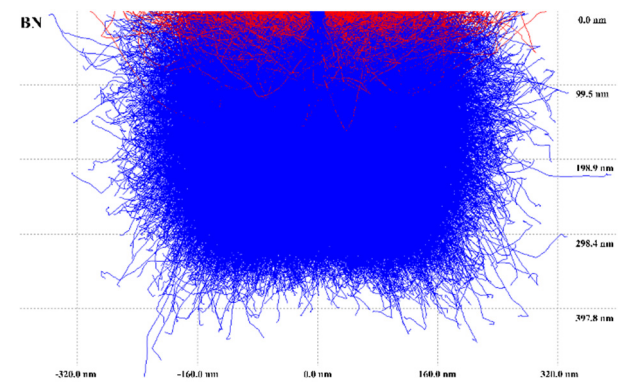


图 2 5 kV 电压下电子束在 BN 界面相表面强度分布的蒙特卡罗模拟

Fig. 2 Monte Carlo simulation of the intensity distribution at BN interphase surface under 5 kV electron beam irradiation

2 结果与讨论

2.1 微观形貌和表面粗糙度

由于纤维束中通常包含数百根独立纤维，SEM

样品制备过程中难以实现纤维的完全分散，导致采用传统方法难以对单根纤维的同一区域进行跨设备的精准定位与关联，过程耗时且效率低下。本研究采用的光电联用高通量表征技术有效解决了上述问题。如图 3 所示，通过对比单根纤维的 SEM 图像与 LSCM 图像，证实该技术可在较短时间内，实现两设备间对同一纤维区域的有效定位。需要说明的是，LSCM 图像呈现的颜色差异源于 BN 界面相厚度不均引起的光学折射差异，属于正常的光学检测现象。

利用 LSCM 对样品表面粗糙度进行表征，并将获得的 3D 视图与同一微区的 SEM 图像进行对比 (图 4)。SEM 图像显示纤维表面由尺寸较为均匀的纳米颗粒构成，呈现出明显的粗糙度结构；而 LSCM 提供的 3D 视图则有效补充了 SEM 图像所缺失的高度方向信息，这对于深入分析 Si 含量变化对 $x\text{Si-BN/SiC}$ 纤维表面形貌及粗糙度的影响具有重要意义。

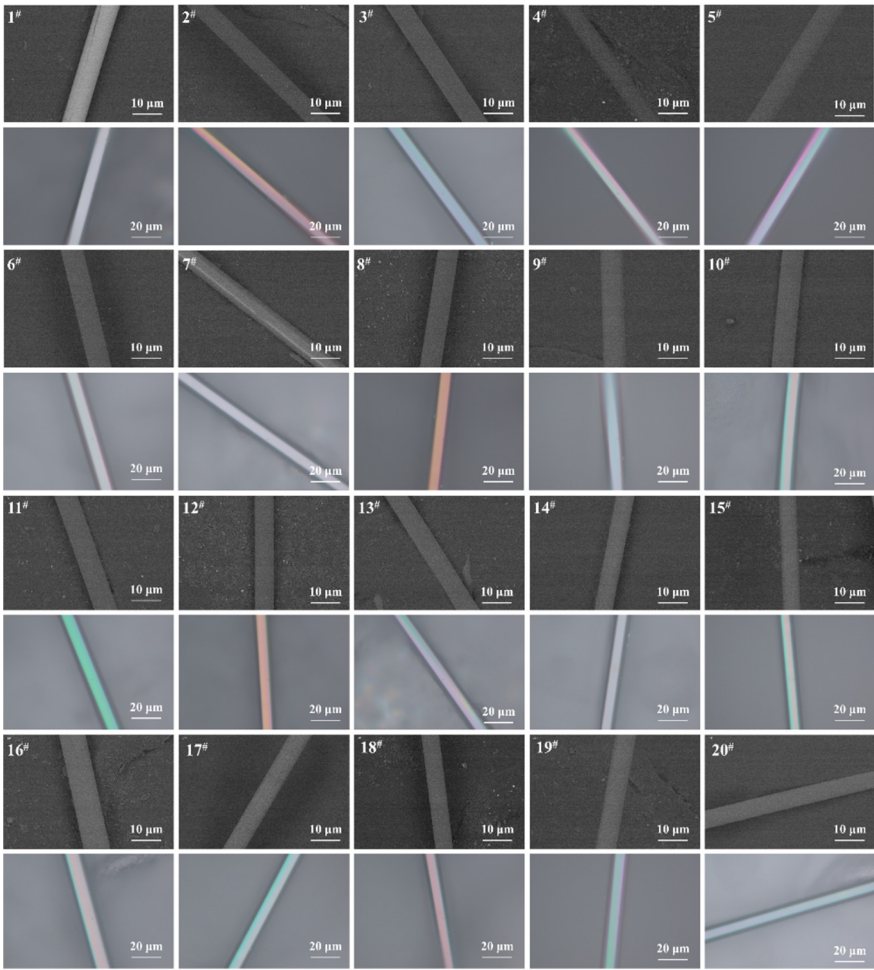


图 3 $x\text{Si-BN/SiC}$ 纤维 SEM 图像(单数行)和 LSCM 图像(偶数行)

Fig. 3 SEM (odd rows) and LSCM (even rows) images of the $x\text{Si-BN/SiC}$ fibers

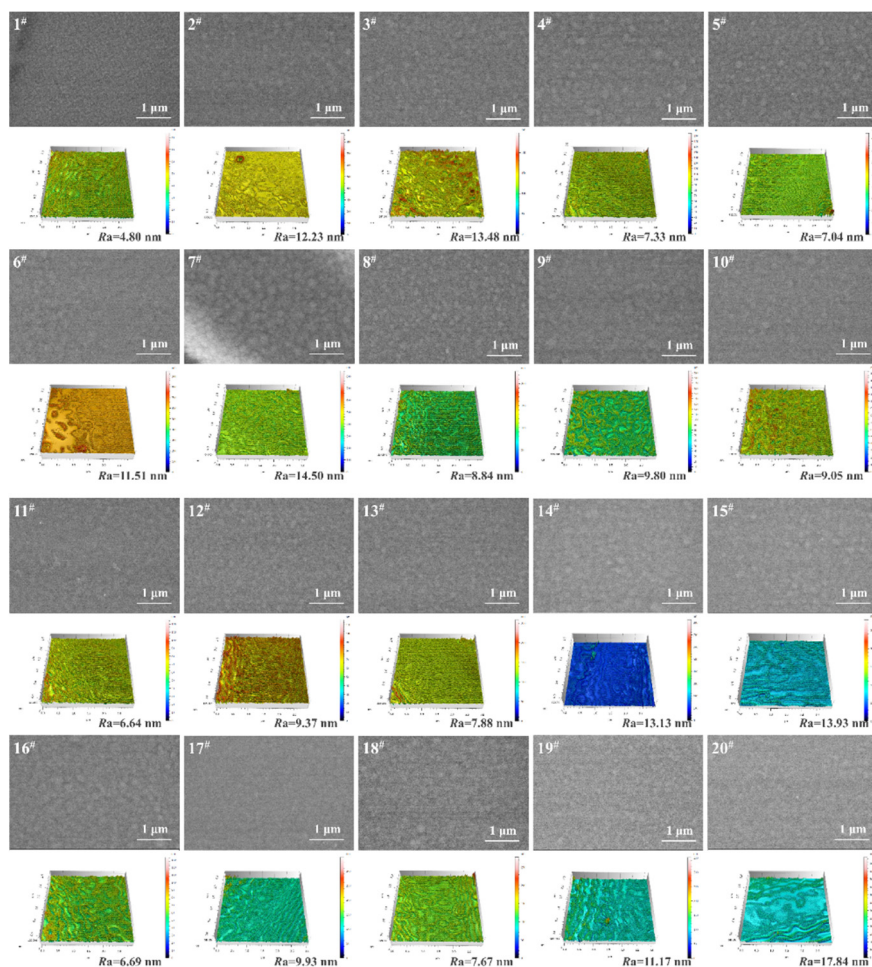


图 4 xSi-BN/SiC 纤维高倍 SEM 图像和 LSCM 表面粗糙度图像

Fig. 4 High magnification SEM and LSCM roughness images of xSi-BN/SiC fibers

2.2 元素组成

为探究 BN 界面相的元素组成, 采用 EDS 对纤维进行面分布与线扫描表征。图 5(a)显示 B、N、C 和 Si 元素在纤维表面分布较为均匀。SEM 图像中可见明显凸起的颗粒, 其对应区域常伴随 O 元素富集。

纤维线扫描结果(图 5(b))表明, 纤维表面整体元

素分布均匀, 但在局部凹陷区域内 Si 元素含量显著增加, N 元素相应减少, 推测该区域 xSi-BN 界面相可能发生局部脱落。由于纤维曲率的影响, 线扫描信号在纤维曲面两侧出现衰减, 衰减区域宽度近似于界面相厚度, 可作为界面相厚度的粗略估计, 约为 $0.5 \mu\text{m}$ 。为进一步精确测量, 通过纤维截面 SEM 图像(图 5(c))进行观测, 得到 BN 界面相的实际厚度约为 530 nm 。

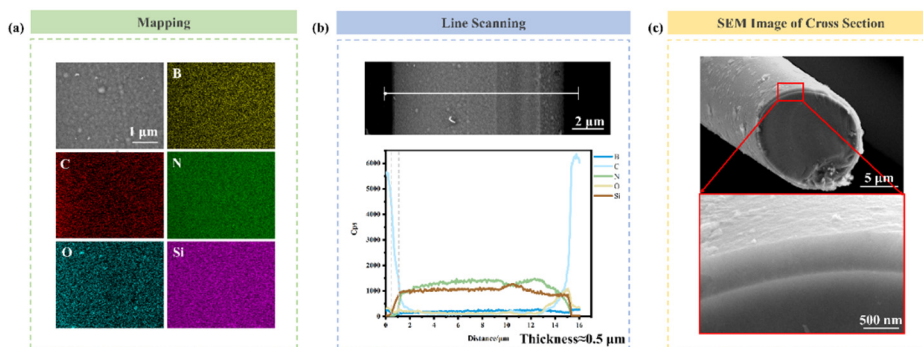


图 5 xSi-BN/SiC 纤维的(a)EDS 面分布, (b)EDS 线扫描及(c)截面 SEM 图像

Fig. 5 (a) EDS mapping analysis, (b) EDS line scanning analysis and (c) SEM image of cross section for xSi-BN/SiC fibers

表1 xSi-BN/SiC 纤维的元素含量(原子百分比)

Table 1 Elemental content (atomic percent) of xSi-BN/SiC fibers

Sample	B/%	N/%	C/%	O/%	Si/%
1	/	/	57.70±0.73	1.84±0.11	40.46±0.83
2	40.12±0.79	47.97±0.37	8.69±0.39	2.63±0.11	0.58±0.15
3	39.71±0.65	46.11±0.93	10.00±0.01	3.13±0.46	1.05±0.18
4	37.37±0.15	44.90±0.41	11.98±0.57	4.30±0.18	1.45±0.11
5	39.91±0.42	45.44±0.52	10.03±0.14	3.13±0.18	1.49±0.10
6	37.37±0.64	43.99±0.28	10.84±0.21	5.47±0.25	2.31±0.10
7	34.20±0.53	36.41±0.86	16.92±1.61	10.08±0.08	2.39±0.08
8	38.27±0.37	43.30±0.32	11.18±0.27	4.29±0.05	2.95±0.10
9	36.10±1.31	42.57±0.90	10.21±0.69	8.13±0.14	2.98±0.06
10	36.06±1.01	42.07±0.66	10.76±0.38	7.87±0.35	3.26±0.12
11	36.28±0.53	41.56±0.39	12.12±0.79	6.75±0.18	3.28±0.13
12	36.91±1.04	40.99±1.45	12.05±0.31	5.71±0.23	4.34±0.19
13	33.68±0.45	42.06±0.53	11.62±0.51	7.93±0.58	4.72±0.01
14	33.53±0.71	35.59±0.84	12.61±0.11	13.50±0.38	4.77±0.21
15	31.52±0.81	36.99±0.33	13.07±0.42	12.17±0.90	6.26±0.44
16	31.54±0.22	36.71±0.26	10.66±0.24	14.52±0.30	6.57±0.27
17	32.02±0.81	38.51±0.83	11.20±0.35	11.41±0.32	6.87±0.06
18	30.70±0.45	38.21±0.50	11.52±0.36	12.38±0.44	7.19±0.39
19	32.72±0.81	42.95±0.24	8.83±0.11	8.08±0.39	7.42±0.12
20	30.05±0.58	44.08±0.38	8.82±0.31	8.37±0.46	8.68±0.28

为进一步明确纤维表面微区的成分特征,表 1 列出了 20 个样品的 EDS 定量分析结果。随着合成过程中 Si 前驱体输入流量的增大, xSi-BN 界面相中的 Si 含量相应增加。尽管在等间隔的区间内, Si 元素的含量变化呈现非均匀性特征,但这一结果仍有力证实了制备成分连续可控的 xSi-BN 界面相的可行性,为后续 Si 掺杂含量的快速筛选与优化提供了重要的实验依据与技术支撑。同时, Si 含量增加伴随着 B 含量的降低。Si 与 B 的总含量与 N 含量的化学计量比接近 1:1,表明 Si 倾向于取代 BN 界面相中的 B 位^[29]。随着界面相中 Si 掺杂含量的提高,界面相表面 O 元素含量也相应增加。图 6 展示了 Si0 和 Si17 两个样品 xSi-BN 界面相的 TEM 图像。Si0 样品中界面相呈现出完整的层状 h-BN 晶体结构;而 Si17 样品中 BN 的晶体结构显著被破坏,表现出明显的结构无序化现象。未掺杂 h-BN 具有良好的化学惰性,内部 O 元素含量较低;Si 掺杂后, h-BN 的稳定晶体结构受到破坏。半径较大的 Si 原子(~114 pm)取代 B 原子(~84 pm)引起局部晶格畸变,在畸变区域及化学键断裂区域形成未饱和的 B 或 N

悬挂键。这类悬挂键化学活性较高,易与空气中的 H₂O、O₂ 发生化学吸附,界面相与空气接触表面出现 O 元素富集现象。

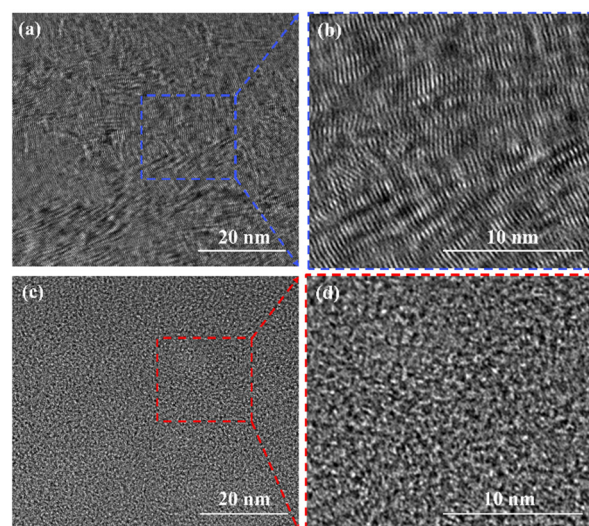


图 6 xSi-BN 界面相的 TEM 图像

Fig. 6 TEM images of xSi-BN interphase

(a-b) Si0 and (c-d) Si17

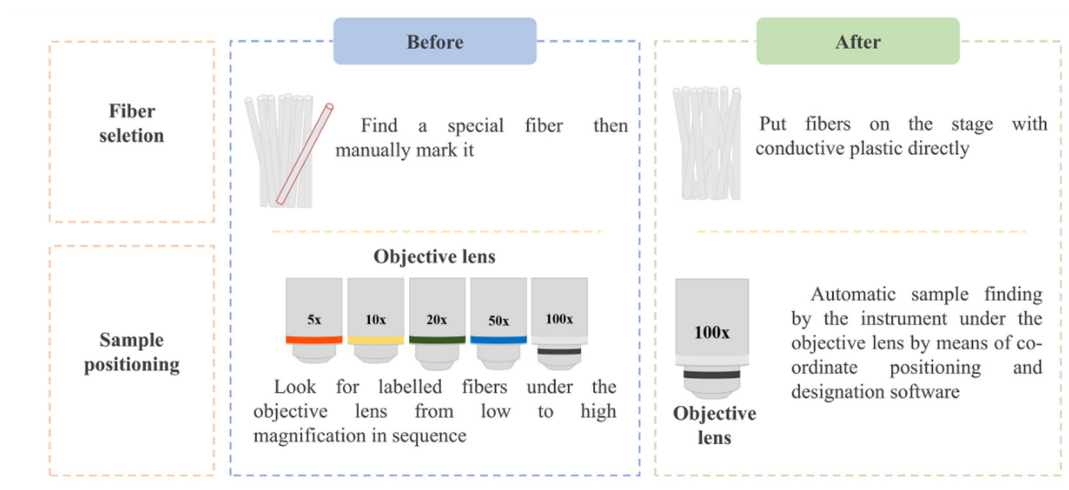


图 7 光电联用技术前后对比

Fig. 7 Comparison before and after the optoelectric combination

上述结果表明, 光电联用表征技术可实现样品表面粗糙度、微观形貌、元素组成及掺杂浓度等多尺度、高通量表征。在引入光电联用系统前, 跨仪器定位主要依赖人工操作及目视搜索。以 LSCM 定位为例(图 7 所示), 对单根标记纤维样品进行定位时, 需依次从低倍(50 $\times$)到高倍(1000 $\times$)逐级搜寻标记点, 整个过程耗时约 6 分钟, 且容易引入人为定位误差。光电联用技术通过直接调用 SEM 在 1000 $\times$ 下记录的坐标信息, 简化了定位流程, 可以直接在 LSCM 相同放大倍数下自动定位至同一微区, 将单根纤维的定位时间缩短至约 1 分钟。

在对单根纤维样品进行 SEM 成像(1 张)、EDS 定量分析(取 3 个点)、LSCM 成像及 3D 视图构建等完整表征流程中, 引入光电联用技术后, LSCM 与 SEM 可在 1 h 内完成 20 个样品的一体化表征, 总耗时较未联用前的 130 分钟缩短约 54%(效率提升约 1.1 倍)。该技术不仅确保了两设备采集区域的高度一致, 而且显著加快了分析过程, 进一步提升了所获数据的精度与可靠性。

2.3 力学性能

对于 SiC 纤维而言, 力学性能是决定其工程应用可行性的关键因素。采用光电联用高通量表征技术对两组高通量样品(共 40 个)进行系统性测试, 确定其 Si 掺杂含量范围为 0~17%。在此基础上, 选取 Si 掺杂含量不同的四个样品(Si0、Si8、Si11 和 Si17), 借助纳米压痕技术表征其微观力学性能, 以探究 Si 掺杂含量对 xSi-BN/SiC 纤维力学行为的影响。同时, 为研究 Si 掺杂对纤维与基体界面结合强度的影响, 选取了 BN 界面相 Si 掺杂量分别为 0 和 11%的两个

复合材料样品(分别命名为 Si0 CMC 和 Si11 CMC), 通过纤维推出实验评估其界面结合状态。

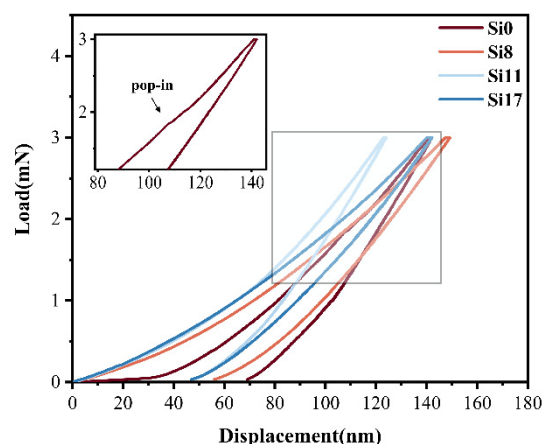


图 8 样品 Si0, Si8, Si11 和 Si17 的载荷-位移曲线

Fig. 8 Load-displacement curves of Si0, Si8, Si11 and Si 17

图 8 展示了 Si0、Si8、Si11 和 Si17 四个样品 xSi-BN 界面相的载荷-位移曲线。样品 Si0 在加载过程中出现较小平台, 呈现典型的“pop-in”现象, 这通常与材料在压入过程中发生突发性塑性变形有关; 而在 Si8、Si11 和 Si17 等掺杂样品中均未出现类似行为。这一差异可能与 BN 的层状结构有关: 未掺杂的 Si0 涂层为有序层状 h-BN 结构, 加载时层间易发生滑移, 从而引发 pop-in 效应; 而 Si 掺杂显著破坏了 BN 原有的有序层状排列, 弱化了层间相互作用, 因此 pop-in 现象在 Si 掺杂样品中消失。

图 9 为典型纳米压痕 SPM 图像及由此获得的力学性能结果。在 3 mN 最大载荷下, 随着 Si 掺杂

量增加, BN 界面相的硬度呈现先降低后回升并趋于稳定的趋势。当 Si 掺杂量约为 8% 时, 界面相的硬度出现大幅度下降, 从 14.91 GPa 降至 8.06 GPa; 随 Si 含量增加至 11%, 涂层硬度回升到 11.55 GPa,

但仍低于未掺杂样品。这些结果说明, Si 掺杂显著影响 BN 界面相的力学性能, 这可能与掺杂引起的结构无序化、键合强度减弱及层间滑移阻力降低等因素密切相关。

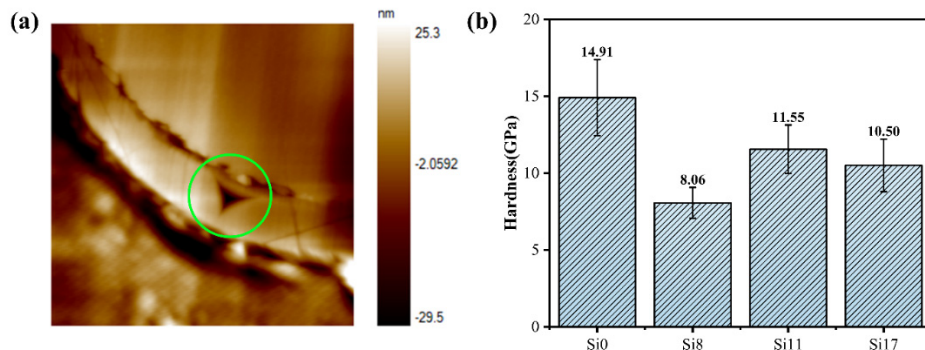


图 9 (a) Si8 纳米压痕 SPM 图像(绿色区域为纳米压痕测试区)和(b)由纳米压痕测得的 Si0, Si8, Si11 和 Si17 的力学性能
Fig. 9 (a) Typical SPM images of Si8 (the green area is designated as the nanoindentation test area), and (b) mechanical properties of Si0, Si8, Si11 and Si17 measured by nanoindentation

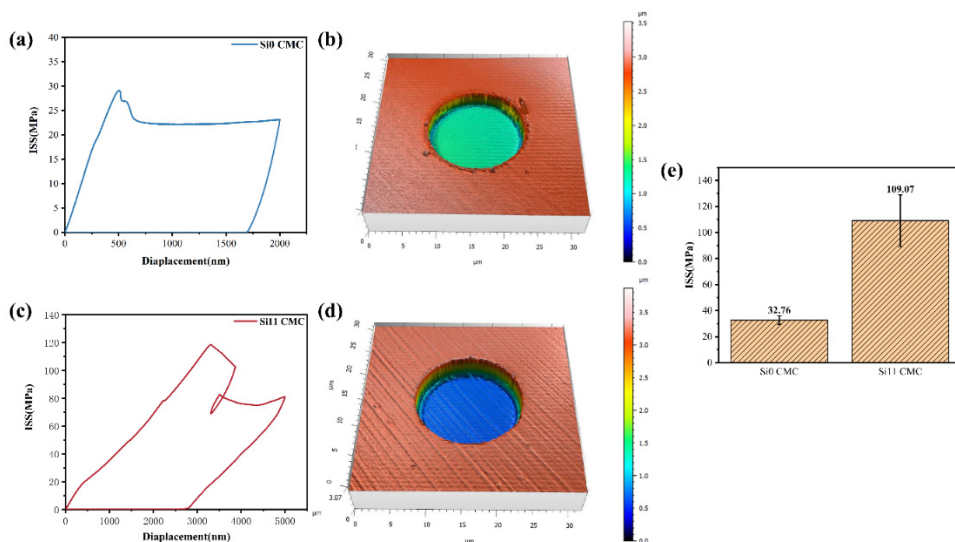


图 10 纤维推出强度-位移曲线((a) Si0 CMC 和(c) Si11 CMC); LSCM 表面 3D 视图((b) Si0 CMC 和(d) Si11 CMC); (e) Si0 CMC 和 Si11 CMC 的界面剪切强度

Fig. 10 Strength-displacement curves of fibers pull out tests((a) Si0 CMC and (c) Si11 CMC); LSCM 3D images of surface((b) Si0 CMC and (d) Si11 CMC); (e) ISS of Si0 CMC and Si11 CMC

图 10 展示了 Si0 CMC 和 Si11 CMC 样品的纤维推出强度-位移曲线、LSCM 表面 3D 视图及界面剪切强度结果。LSCM 表面 3D 视图(图 10(b, d))表明纤维在实验中均被成功推出。根据公式(1)计算得到的 CMC 样品强度-位移曲线如图 10(a, c)所示。实验设定最大加载位移为 $2 \mu\text{m}$, Si0 CMC 在 $0.5 \mu\text{m}$ 处达到最大接触载荷, 随后纤维与界面发生脱粘, 载荷急剧下降后在 $0.5 \sim 2 \mu\text{m}$ 范围内基本保持稳定, 对应于纤维与界面间的滑动摩擦阶段。相比之下,

Si11 CMC 在 $3 \mu\text{m}$ 处才出现纤维脱粘现象。如图 10(e)所示, 当 Si 掺杂含量为 11% 时, 界面剪切强度由未掺杂的 32.76 MPa 增大至 109.07 MPa, 表明 Si 掺杂显著提高了 xSi-BN 界面相与 SiC 基体之间的结合强度。这可能归因于 Si 掺杂破坏了 h-BN 的理想层状结构, 同时 Si 原子与 N、B 及界面相/基体处的 C 等原子形成更强的共价键网络, 强化了界面区域的化学键合, 从而提升了界面剪切强度。

对于 SiC_f/SiC CMCs 而言, Si 掺杂所引发的 BN

界面相力学性能变化对其宏观力学行为具有重要意义。尽管 Si 掺杂导致 BN 涂层自身硬度显著衰减,但同时也能显著提高纤维/基体的界面剪切强度。若能合理调控这一效应,将有助于在复合材料体系中构建理想的弱界面结构,促进纤维在受力过程中的增韧行为,进而优化复合材料的整体韧性与断裂性能。

3 结论

综上所述,本研究提出的光电联用高通量表征技术通过建立 LSCM 与 SEM 之间的共享坐标系统,实现了对样品微区的快速精准定位,显著提升了准连续组分 xSi-BN/SiC 纤维的微观形貌和元素组成的跨尺度、高通量表征效率。该方法不仅提高了分析速度,也为深入探究组分-结构-性能之间的内在关联提供了可靠数据支持。主要研究结论如下:

1)随着制备过程中 Si 前驱体输入流量的增加 xSi-BN 界面相中 Si 含量相应增加, B 含量随之降低,二者呈现竞争关系。同时, Si 的引入影响了 BN 的结晶度,并增强界面相表面活性,使其吸附空气中的 O 元

素,在表面形成凸起颗粒。当 Si 掺杂含量达到 17% 时, h-BN 原有的层状结构被明显破坏,界面相呈现显著的结构无序化。

2)纳米压痕与纤维推出实验表明, Si 掺杂对 xSi-BN/SiC 纤维的微观力学性能及其与基体的界面结合强度具有显著影响。随着 Si 掺杂量的增加, BN 界面相硬度先降低后小幅度回升,未掺杂 BN 界面相中出现的“pop-in”现象消失,证实 h-BN 层状结构已被破坏。当 Si 掺杂量达到 11% 时,界面相与基体的界面剪切强度从 32.76 MPa 大幅提升至 109.07 MPa,这主要归因于引入的 Si 原子与 N、B 及界面 C 原子形成了更强的共价键网络。尽管 Si 掺杂导致界面相自身硬度降低,但其有效增强了纤维与基体的界面结合,为在 SiC_f/SiC 复合材料中构建可控弱界面、优化材料韧性与断裂性能提供了新途径。

3)本研究提出的光电联用高通量表征技术将测试效率提升约 1.1 倍(与未联用系统相比),可在 1 小时内完成对 20 个 xSi-BN/SiC 纤维样品的快速分析。该高通量表征方法对优化 xSi-BN 界面相成分与结构具有重要意义,同时也为改进连续组分纤维的高通量制备工艺提供了有效指导。

参考文献:

- [1] WANG P R, LIU F Q, 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.
- [2] WANG X L, GAO X D, ZHANG Z H, *et al.* Advances in modifications and high-temperature applications of silicon carbide ceramic matrix composites in aerospace: a focused review. *Journal of the European Ceramic Society*, 2021, **41**(9): 4671.
- [3] MANOHARAN V, TAMILPERUVALATHAN S. Experimental investigation and prediction of ECDM parameters on fiber reinforced SiC composite using hybrid ERNN-based Sparrow Search Optimization. *Materials Today Communications*, 2023, **36**: 106777.
- [4] ZHAO G C, JIANG Z H, XI H F, *et al.* Ultrahigh-temperature mechanical behavior and failure mechanisms of SiC_f/SiC composites. *Ceramics International*, 2023, **49**(23): 39391.
- [5] WU S F, CHEN J X, ZHANG X L, *et al.* Recent advances in interphase engineering for improved behavior of SiC_f/SiC composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 2024, **44**(12): 6797.
- [6] 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.
- [7] CHEN Y, QIU H P, CHEN M W, *et al.* SiC/SiC composite: matrix boron modification and mechanical properties. *Journal of Inorganic Materials*, 2025, **40**(5): 504.
- [8] CHEN M L, PAN L, XIA X D, *et al.* Boron nitride (BN) and BN based multiple-layer interphase for SiC_f/SiC composites: a review. *Ceramics International*, 2022, **48**(23): 34107.
- [9] YANG H T, LU Z L, BIE B X, *et al.* Microstructure and damage evolution of SiC_f/PyC/SiC and SiC_f/BN/SiC mini-composites: a synchrotron X-ray computed microtomography study. *Ceramics International*, 2019, **45**(9): 11395.
- [10] WEI J Y, ZHOU N, GAO M X, *et al.* Laser ablation of SiC/SiC ceramic matrix composites: morphological characterization, component evolution and oxidation mechanisms. *Corrosion Science*, 2024, **227**: 111762.
- [11] CHRISTENSEN V L, ZOK F W. Insights into internal [11] CHRISTENSEN V L, ZOK F W. Insights into internal oxidation of SiC/BN/SiC composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 2022, **106**(2): 1561-1575.
- [12] DETWILER K N, OPILA E J. Oxidation of SiC/BN/SiC ceramic matrix composites in dry and wet oxygen at intermediate temperatures. *Journal of the European Ceramic Society*, 2022, **42**(10): 4110-4120.
- [13] CHENG X, ZHANG Q, YE F, *et al.* Recent progress on wet-oxygen corrosion resistance of SiC_f/SiC composites. *Journal of Materials Research and Technology*, 2024, **33**: 4360-4388.
- [14] JACOBSON N S, MORSCHER G N, BRYANT D R, *et al.* High - Temperature Oxidation of Boron Nitride: II, Boron Nitride Layers in Composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 2004, **82**(6): 1473-1482.
- [15] CHRISTENSEN V L, GAVALDA-DIAZ O, SKILLETT R, *et al.* Influence of BN microstructure on oxidation of SiC/BN/SiC composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 2025, **108**(3): e20230.
- [16] STÖCKEL S, MARX G, GOEDEL W A. Coating of ceramic SiC, SiBNC, and Al₂O₃ fibers with SiBN using a continuous CVD process— influence of stoichiometry on stability against oxidation and hydrolysis. *Chemical Vapor Deposition*, 2007, **13**(10): 553.
- [17] 廖春景, 董绍明, 张翔宇, 等. 一种纤维增强陶瓷基复合材料界面相及其筛选方法: CN1113105257A. 2021-07-13
- [18] CHRISTENSEN V L, SAMUEL A F, HAN N, *et al.* Microstructure characterization and process-structure correlations in SiC/BN/SiC minicomposites. *Acta Materialia*, 2024, **264**: 119589.
- [19] LIU Y S, CHAI N, LI Z, *et al.* Effect of deposition temperature on deposition kinetics and mechanism of silicon boron nitride coating deposited from SiCl₄-BCl₃-NH₃-H₂-Ar mixture using low pressure chemical vapor deposition. *Surface and Coatings Technology*, 2015, **261**: 295.
- [20] SUN J, LIU W, LV X, *et al.* Characterization of BN interface and its effect on the mechanical behavior of SiC_f/SiC composites. *Vacuum*, 2023, **211**.
- [21] ZHANG Y H, HU J B, ZHOU L, *et al.* Influence of fiber surface properties of SiC_f/SiC composites on the interfacial debonding behavior. *Journal of the European Ceramic Society*, 2024, **44**(2): 795.
- [22] WU X C, ZHENG R X, LI L, *et al.* Research progress on *In-situ* monitoring of damage behavior of SiC_f/SiC ceramic matrix composites at high temperature environments. *Journal of Inorganic Materials*, 2024, **39**(6): 609.
- [23] Lü X, LI L, SUN J, *et al.* Microstructure and tensile behavior of (BN/SiC)_n coated SiC fibers and SiC/SiC minicomposites. *Journal of the European Ceramic Society*, 2023, **43**(5): 1828-1842.
- [24] ISMAIL M Y, PATANEN M, KAUPPINEN S, *et al.* Surface analysis of tissue paper using laser scanning confocal microscopy and micro-computed topography. *Cellulose*, 2020, **27**(15): 8989-9003.
- [25] ZHANG W Y, REN Q, WAN W H, *et al.* High-throughput microstructure characterization of titanium alloy by a multi-dimensional information strategy. *Materials Today Communications*, 2024, **38**: 108360.
- [26] 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 test. *Philosophical Magazine*, 2011, **91**(7-9): 1293-1307.
- [27] MUELLER W M, MOOSBURGER-WILL J, SAUSE M G R, *et al.* Microscopic analysis of single-fiber push-out tests on ceramic matrix composites performed with Berkovich and flat-end indenter and evaluation of interfacial fracture toughness. *Journal of the European*

Ceramic Society, 2013, **33(2)**: 441.

[28] DE MEYERE R M G, GALE L, HARRIS S, *et al.* Optimizing the fiber push - out method to evaluate interfacial failure in SiC/BN/SiC ceramic matrix composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 2021, **104(6)**: 2741-2752.

[29] ZHANG S Y, LIU M, LUO Y X, *et al.* Theoretical prediction on structure evolution and optimal properties of silicon modified hexagonal boron nitride as interphase in SiC_f/SiC composite. *Journal of the European Ceramic Society*, 2022, **42(13)**: 5323.