

连续氧化铝纤维高温长时热处理的微结构与力学性能演变

胡娟, 许 頔, 聂怀文, 林根连, 闫继娜

(中国科学院 上海硅酸盐研究所, 新材料中试研发中心, 上海 201800)

摘要: 连续氧化铝纤维具有优异的化学稳定性、抗氧化性、结构稳定性以及高温力学性能, 广泛应用于航空航天、国防军工、能源等领域, 是兼具研究价值和市场前景的高性能工程纤维。不同氧化铝纤维的组分、结构和形貌的差异导致其的长期使用温度各不相同。本工作利用不同研究手段研究了 Nextel™ 440 和 NITIVY ALF™ 两种商业化纤维及自制 SLF72 连续氧化铝纤维经历高温长时热处理后的物相结构、微观形貌与力学性能演变, 探讨了纤维的物相结构和微观形貌对其力学性能的影响规律和机理, 并对比了上述三种纤维经不同温度热处理后的力学性能。结果表明, 随着热处理温度升高, 三种纤维均发生向莫来石相的相转变, 且单丝拉伸强度总体呈降低趋势, 莫来石相的生成和长大是导致强度降低的主要原因。相对于 Nextel™ 440 和 NITIVY ALF™ 商业化纤维, 自制 SLF72 纤维在高温长时处理后具有更高的力学性能, 三种纤维的长期使用温度顺序为 SLF72>NITIVY ALF™>Nextel™ 440。

关键词: 氧化铝纤维; 长时热处理; 微结构; 单丝力学性能

中图分类号: TQ174

文献标识码: A

文章编号:

Microstructure and Mechanical Property Evolution of Continuous Alumina Fibers during Long-term Exposure at Elevated Temperatures

HU Juan, XU Di, NIE Huaiwen, LIN Genlian, YAN Jina

(R&D Center for Novel Materials, Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China)

Abstract: Continuous alumina fibers are widely used in fields including aerospace, national defense, military industry and energy resources, due to their exceptional chemical stability, oxidation resistance, structural stability and excellent high-temperature mechanical properties, making them promising engineering fibers with significant research value and market prospects. The long-term service temperature of alumina fibers varies depending on their composition, structure and morphology. In this work, phase composition, microstructure and mechanical property evolution of two commercial fibers (*i.e.* Nextel™ 440 and NITIVY ALF™), and one lab-synthesized fiber (*i.e.* SLF72) were investigated after long-term treatment at elevated temperatures. Characterization was performed using different methods. The influence of phase composition and microstructure on mechanical properties was discussed, and the underlying mechanisms were elucidated. Furthermore, the mechanical properties of the fibers after heat treatment at different temperatures were compared. The results indicate that all three fibers undergo transform to mullite, accompanied by a general decline in single-filament tensile strength with increasing temperature. The formation and growth of mullite phase are identified as the primary reasons for the strength degradation after heat treatment. Compared with Nextel™ 440 and NITIVY ALF™, the lab-synthesized fiber SLF72 demonstrates superior mechanical properties after long-term exposure at elevated temperatures. And the long-term service temperature limits of the fibers follow the order: SLF72>NITIVY ALF™>Nextel™ 440.

收稿日期: 2025-11-21; 收到修改稿日期: 2026-01-21; 网上出版日期: XXXX-XX-XX

基金项目: 空间碎片与近地小行星防御科研项目 KJSP2020010402

Space Debris and Near Earth Asteroid Defense Project (KJSP2020010402)

作者简介: 胡娟(1975—), 女, 高级工程师. E-mail: hujuan@mail.sic.ac.cn

HU Juan (1975—), female, Senior engineer. E-mail: hujuan@mail.sic.ac.cn

通信作者: 许頔, 高级工程师. E-mail: xudi@mail.sic.ac.cn; 闫继娜, 研究员. E-mail: jnyan@mail.sic.ac.cn

XU Di, Senior engineer. E-mail: xudi@mail.sic.ac.cn; YAN Jina, Professor. E-mail: jnyan@mail.sic.ac.cn

Key words: alumina fiber; long-term heat treatment; microstructure; single filament mechanical properties

连续氧化物纤维是由部分或完全多晶陶瓷颗粒构成、长度理论上无限的陶瓷纤维。其中, 氧化铝纤维是一种新型的无机氧化物陶瓷纤维, 以氧化铝为主相, 通常含有氧化硅、氧化硼和莫来石等成分,^[1-3]。该类纤维具有优异的化学稳定性、抗氧化性、结构稳定性以及高温力学性能, 同时具备使用温度高、蓄热少、透波性好、导热系数低和耐腐蚀等特点, 被广泛地应用于航空航天、国防军工、通信技术、能源等领域^[4-5]。目前, 连续氧化铝纤维的生产技术和国际市场基本被美、日垄断, 主要生产厂家包括美国 3M 公司、日本住友、三井矿业、NITIVY 公司等^[6-7]。近年来, 我国在连续氧化铝纤维的制备技术研究方面也取得了较大突破。

氧化铝存在十多种晶型, 高温下极易发生晶粒异常长大, 导致氧化铝纤维下降、脆性增加^[8-10]。含有莫来石前驱体相的氧化铝-氧化硅纤维是一类重要的氧化铝纤维体系, 常见组成包括 γ - Al_2O_3 和无定形 SiO_2 。这类纤维多用于高温下长时服役环境, 因此研究其在长时高温下的微结构及力学性能演变对保障使用安全具有重要意义。Yang 等^[11-12]研究了组分分别为 72% γ - Al_2O_3 -28% SiO_2 和 85% γ - Al_2O_3 -15% SiO_2 (质量分数)的氧化铝纤维在 900~1600 °C 保温 1 h 后结构与拉伸性能变化, 发现莫来石相相变显著影响纤维拉伸性能: 温度高于 1100 °C, 纤维的弹性模量增加, 但抗拉强度显著降低, 主要归因于相变和晶粒生长在纤维微观结构中引入的缺陷密度增加。因此, 该类纤维的使用温度上限不宜超过 1100 °C。Jiang 等^[13]对 NITIVY 公司的 ALF2220S 纤维进行了表征, 发现其拉伸强度和模量随着热处理温度升高而逐渐下降。类似现象在其它 γ - Al_2O_3 基纤维中也有报道。例如, 3M 公司的 Nextel™ 550 纤维在空气中加热至 1100 °C 时强度持续增加, 并在接近莫来石生成温度时达到峰值, 之后随温度升高而下降^[14]。日本住友化学的 Altex 2K 纤维在 1000 °C 热处理后的抗拉强度比原始状态显著提高, 但继续升温至生成莫来石后强度显著降低^[15]。

目前研究工作多集中于温度对氧化铝纤维结构、

形貌和力学性能的短期影响, 而对连续氧化铝纤维在高温长时使用温度边界尚缺少系统探讨。为此, 本工作对自制 SLF72 连续氧化铝纤维和两种商业化纤维即 3M 公司 Nextel™ 440 纤维与日本 NITIVY ALF™ 纤维在经历高温长时热处理后的物相结构、微观形貌、力学性能进行了对比, 阐明了随着热处理温度的升高和时间的延长, 三种纤维的结构、形貌和单丝拉伸强度的演变规律, 考察各种纤维在 100 h 时长下的极限使用温度。通过对单丝拉伸强度数据进行韦布尔统计分析研究, 评价了不同条件处理后纤维拉伸强度离散和纤维在不同温度的长时热稳定性, 为纤维的应用提供重要参考。

1 实验方法

1.1 实验原料

两种商用氧化铝纤维分别为美国 3M 公司的 Nextel™ 440 纤维和日本 NITIVY 公司的 ALF™ 氧化铝纤维, 另采用本课题组自行研制 SLF72 氧化铝纤维。三种纤维的组分、晶相结构、室温单丝拉伸强度和直径如表 1 所示。

1.2 实验步骤

取适量纤维样品, 分别放入烧结炉, 以 5 °C/min 的速率升温至目标温度(700、1000、1100、1200、1300 °C), 保温 100 h, 随炉冷却后取出样品。

1.3 材料表征

采用 X 射线衍射仪(XRD, D8 DISCOVER A25, Bruker, Germany)分析纤维的物相组成; 采用扫描电子显微镜(SEM, FEI, USA)观察纤维形貌; 根据 T/CBMF 97-2021 标准^[16], 在单纤维强力测试仪(上海旭赛仪器有限公司, XS(08)XG-3 型)上测试单丝拉伸强度, 纤维的单丝横截面形状为圆形或椭圆形, 直径通过光学显微镜测定。三种初始纤维经不同温度(700~1300 °C)热处理 100 h 后, 测试其室温拉伸强度, 样品标距为 25 mm。采用电子密度天平(ME104E, METTLER TOLEDO, Switzerland)测定纤维密度。

表 1 三种连续氧化铝纤维室温性能
Table 1 Room temperature properties of the 3 continuous alumina fibers

Fiber	Composition/(%, in mass)	Crystal structure	Tensile strength/GPa	Diame-ter/ μm
Nextel™ 440	70%Al ₂ O ₃ , 28%SiO ₂ , 2%B ₂ O ₃	γ -Al ₂ O ₃ + amorphous SiO ₂	1.84	10–12
NITIVY ALF™	72%Al ₂ O ₃ , 28%SiO ₂	γ -Al ₂ O ₃ + amorphous SiO ₂	1.78	7.0
SLF72	72%Al ₂ O ₃ , 28%SiO ₂	γ -Al ₂ O ₃ + amorphous SiO ₂	1.72	7.6

2 结果与讨论

2.1 热处理对连续氧化铝纤维物相结构的影响

Nextel™ 440 纤维的成分为 70%Al₂O₃, 28%SiO₂ 及 2%B₂O₃, 其微观组织为莫来石相和 γ -Al₂O₃ 晶体分散在无定形 SiO₂ 基质中。加入 B₂O₃ 有助于抑制晶粒长大, 但是 B₂O₃ 在 1000 °C 左右易挥发, 导致纤维热稳定性下降^[6, 10, 17]。图 1(a)为初始 Nextel™ 440 纤维经不同温度热处理 100 h 后的 XRD 图谱。由图可看出, Nextel™ 440 纤维在 700 及 1000 °C 热处理 100 h 后, 物相还保持初始结构的无定形 SiO₂ 和 γ -Al₂O₃, 当在 1100 °C 热处理 100 h 后, 结构已基本转变为莫来石相^[18]。随着热处理温度进一步上升, 莫来石相晶粒逐渐长大, 表现为莫来石相峰越来越强^[13-14]。日本 NITIVY ALF™ 系列连续氧化铝纤维由 72% Al₂O₃ 和 28% SiO₂ 组成, 直径更细, 约 7 μm 。图 1(b)为初始 NITIVY ALF™ 纤维经不同温度热处理 100 h 后的 XRD 图谱。如图 1(b)所示, 当热处理温度较低时, NITIVY ALF™ 纤维的物相结构和 Nextel™ 440 类似, 都由 γ -Al₂O₃ 和无定形 SiO₂ 组成。当热处理温度达到 1100 °C 时, 保温 100 h 后, 不同于 Nextel™ 440 基本转变为莫来石

相, NITIVY ALF™ 结构与初始状态相比无明显变化。当热处理温度进一步升高到 1200 °C, 完全转化为莫来石相, 并且随着温度进一步升高至 1300 °C, XRD 衍射峰强增大, 表明莫来石晶粒逐渐长大^[13-14]。图 1(c)为自制 SLF72 纤维经不同温度热处理 100 h 后的 XRD 图谱。如图 1(c)所示, 当热处理温度较低时, 自制 SLF72 纤维由 γ -Al₂O₃ 和无定形 SiO₂ 组成, 组分与 NITIVY ALF™ 一致。当热处理温度达到 1100 °C 时, SLF72 纤维结构与初始状态相比无明显变化。当热处理温度进一步升高到 1200 °C 后, 完全转化为莫来石相, 并且随着温度进一步升高至 1300 °C。XRD 衍射峰强增大, 表明莫来石晶粒逐渐长大^[13-14]。根据上述结果, 热处理温度对 NITIVY ALF™ 和 SLF72 纤维物相结构的影响规律基本一致, 二者都在 1100~1200 °C 之间转变为莫来石相。相比之下, Nextel™ 440 纤维的相变温度更低, 其在 1000~1100 °C 之间即转变为莫来石相。这是由于 Nextel™ 440 纤维中含有的少量 B₂O₃ 会提高无定形 SiO₂ 的流动性, 降低莫来石相变的能垒, 从而更低的温度下生成莫来石相^[10, 19-20]。

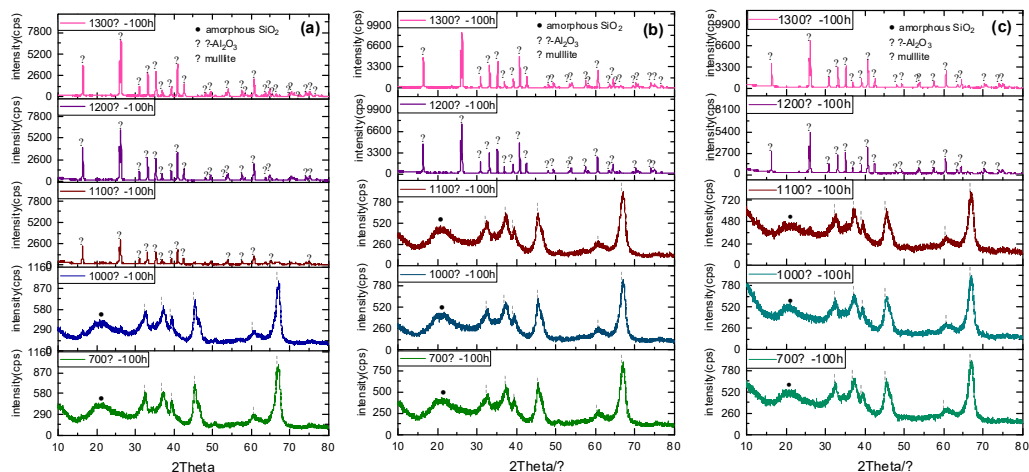


图 1 三种纤维经不同温度热处理 100 h 后的 XRD 图谱

Fig. 1 XRD pattern of the 3 fibers after heat treatment at different temperatures for 100 h

(a)Nextel™ 440 fiber, (b)NITIVY ALF™ fiber, (c)SLF72

2.2 热处理对连续氧化铝纤维微观形貌的影响

图 2 为未处理及不同温度热处理 100 h 后的 Nextel™ 440 及 NITIVY ALF™ 纤维的 SEM 形貌。图 2(a)显示, 未处理的 Nextel™ 440 纤维断面为椭圆形, 椭圆长径约 13.10~13.60 μm , 短径 7.40~8.10 μm 。根据图 2(b), 未热处理的 NITIVY ALF™ 纤维断面呈圆形, 直径分布均匀, 平均约为 6.53 μm 。两种纤维呈无定形态, 均未观察到明显的晶粒, 这一现象与 XRD 分析结果吻合。图 2(c)显示, Nextel™ 440 纤维经 1100 $^{\circ}\text{C}$ 处理 100 h 后, 纤维内部已晶化, 但未形成形状规整的晶粒, 与 XRD 图谱中衍射峰强度较弱相符。相比之下, 同条件下处理的 NITIVY ALF™ 纤维仍维持无定形状态(图 2(d))。当热处理温度进一步升高至 1200 $^{\circ}\text{C}$, Nextel™ 440 与 NITIVY ALF™ 纤维内部均转化为结晶态, 其中 Nextel™ 440 的晶粒尺寸小于 NITIVY ALF™(图 2(e, f))。在 1300 $^{\circ}\text{C}$ 下热处理 100 h 后(图 2(g, h)), 晶粒进一步生长完整, Nextel™ 440 的晶粒尺寸约为 100~350 nm, NITIVY ALF™ 的晶粒尺寸约为 200~800 nm。根据上述结果, 纤维的组分显著影响其高温下的微观结构演变。Nextel™ 440 纤维在高温热处理后晶粒尺寸更小, 归因于莫来石成核温度降低, 诱导成核位点增多, 从而制约了晶粒的生长。

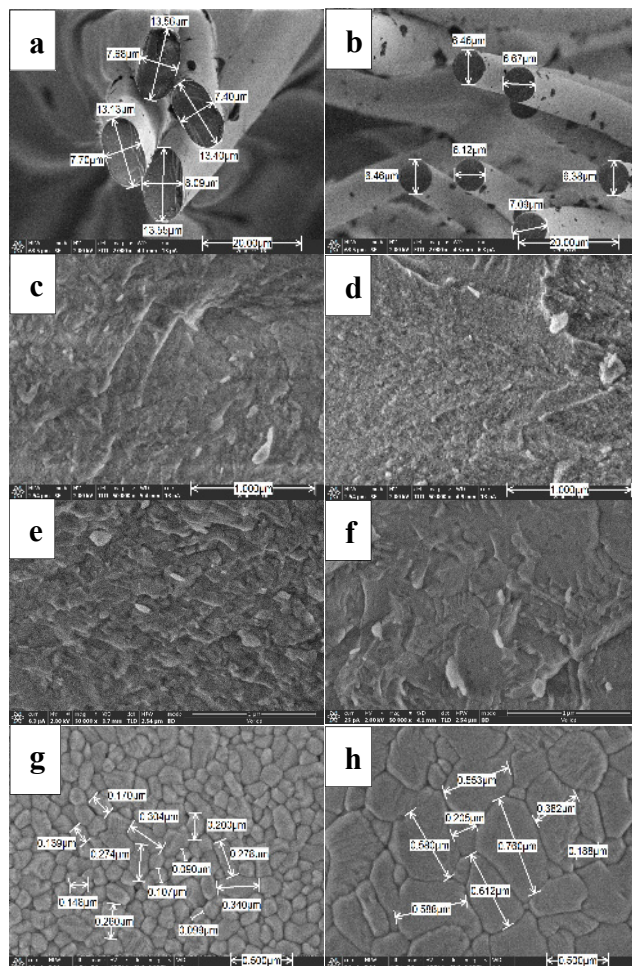


图 2 Nextel™ 440 及 NITIVY ALF™ 纤维 SEM 形貌

Fig.2 SEM images of the fiber Nextel™ 440 and NITIVY ALF™

a) untreated Nextel™ 440; b) untreated NITIVY ALF™; c) Nextel™ 440 fiber after heat-treated at 1100 $^{\circ}\text{C}$ for 100 h; d) NITIVY ALF™ after heat-treated at 1100 $^{\circ}\text{C}$ for 100 h; e) Nextel™ 440 after heat-treated at 1200 $^{\circ}\text{C}$

for 100 h; f) NITIVY ALF™ after heat-treated at 1200 °C for 100 h. g) Nextel™ 440 after heat-treated at 1300 °C for 100 h; f) NITIVY ALF™ after heat-treated at 1300 °C for 100 h

图3为自制SLF72纤维未处理 and 在不同温度热处理100 h的SEM照片。图3(a,b)显示, 未处理的SLF72纤维表面光滑, 截面为圆形, 直径约为7.1 μm , 内部结构较为疏松并存在气孔, 未观察到明显晶粒, 呈无定形结构, 与XRD结果相吻合。在1100 °C热处理100 h后(图3(c)), 纤维内部仍保持无定形结构, 结晶状态未出现明显变化, 但孔洞数量有所减少。这是由于在此热温度处理下, 氧化铝颗粒周围的无定形SiO₂融化流动并填充缺陷有关, 该过程降低了纤维的缺陷密度降低, 与Nextel™ 550纤维在1100 °C热处理后达到最大拉伸强度的现象一致^[14, 21]。1200 °C处理100 h后(图3(d)), SLF72纤维基本转变为莫来石相, 但晶粒结构还不完整。随着热处理温度继续升高至1300 °C(图3(e, f)), 纤维已完全转化为莫来石相, 结构致密。晶粒结构完整, 晶粒尺寸介于100~650 nm之间。

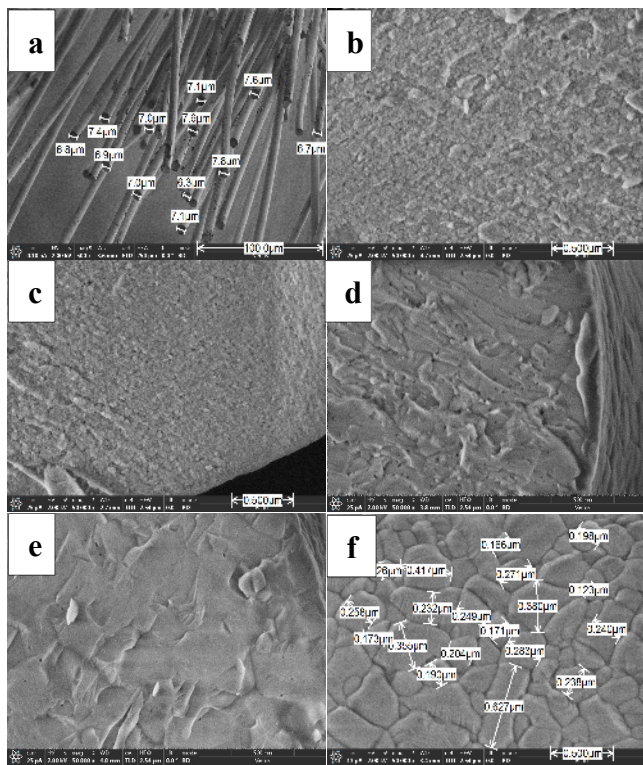


图3 自制SLF72纤维不同温度处理100 h后的SEM照片
Fig.3 SEM images of SLF72 heat-treated at different temperatures for 100 h

a) untreated, surface; b) untreated, section; c) heat-treated at 1100 °C for 100 h, section; d) heat-treated at 1200 °C for 100 h, section; e) heat-treated at 1300 °C for 100 h, section; f) heat-treated at 1300 °C for 100 h, surface

2.3 热处理对连续氧化铝纤维力学性能的影响

Nextel™ 440纤维未处理时单丝拉伸性能为

1805 MPa, 在700 °C热处理100 h后为1787 MPa, 性能基本维持。在1000 °C热处理100 h后, 强度急剧下降至923 MPa, 在1100、1200、1300 °C热处理后进一步降至893、804、860 MPa。Nextel™ 440纤维单丝拉伸强度发生明显降低的温度与XRD显示的相变温度相符, 也与纤维中B₂O₃的挥发温度相吻合。

NITIVY ALF™纤维未处理时拉伸性能为1877 MPa, 随着热处理温度升高, 拉伸性能缓慢下降: 在700、1000、1100 °C热处理100 h后的强度分别为1799、1794、1517 MPa; 1200 °C热处理后, 强度降低至949 MPa, 而1300 °C热处理100 h后, 强度进一步降低至692 MPa。由此可见, 该纤维在1000~1100 °C热处理后才会导致纤维强度明显降低, 其耐受温度高于Nextel™ 440纤维, 但在1300 °C处理100 h后的强度衰减大于Nextel™ 440纤维。

自制纤维SLF72未处理时拉伸强度为1719 MPa。在700、1000、1100 °C处理100 h后, 强度分别为1643、1852、1738 MPa。根据XRD结果, 在上述热处理温度下, 纤维仍维持 γ -Al₂O₃和无定形SiO₂结构, 未发生相变; 其中在1000和1100 °C处理100 h后强度还有所增长。这可能与无定形SiO₂流动填充缺陷、提高致密度有关^[21]。上述推论得到密度测试结果的支持: 1000 °C和1100 °C热处理后的SLF72纤维密度(2.847和2.844 g/cm³)略微高于未处理的纤维(2.738 g/cm³)。当热处理温度升至1200 °C, 伴随着莫来石的生成, 纤维强度下降至1195 MPa; 继续升高温度至1300 °C, 强度进一步降低至873 MPa。

结合XRD和SEM分析结果, B₂O₃对莫来石相变过程的影响是造成含硼纤维与不含硼纤维强度演变差异的主要原因。对于含硼的Nextel™ 440纤维, B₂O₃提高了无定形SiO₂相的流动性并降低相变能垒, 促进莫来石晶粒在较低温度下成核^[10, 19-20]; 同时B₂O₃自身在约1000 °C下挥发引入缺陷^[6, 10, 17], 共同导致纤维力学性能急剧下降。在1000~1100 °C形成莫来石晶核后, 力学性能趋于稳定主要是因为莫来石晶核为晶粒生长提供了丰富的位点, 制约了晶粒的过度生长与纤维力学性能的降低。对于不含硼的NITIVY ALF™和SLF72纤维, 莫来石成核能垒较高, 在1100 °C及以下难以形成大量莫来石晶核, 因此力学性能没有出现大幅降低。随着热处理温度继续升高, 一旦形成晶核较少的莫来石相, 晶粒极易过度生长, 导致纤维强度急剧降低^[8]。

图4为Nextel™ 440、NITIVY ALF™及SLF72

纤维在不同温度热处理 100 h 的单丝拉伸性能保持率变化。在 700 °C 热处理 100 h, 3 种纤维强度保持率分别为 99.5%、95.8%、95.6%, 均在 95% 以上。随着热处理温度升高至 1000 °C, Nextel™ 440 纤维的强度保持率只剩 51%; 温度达到 1100 °C 时, 保持率进一步降至 49.5%; 温度达到 1300 °C 时, 保持率降低至 47.6%, 表明其长期使用温度为 700~1000 °C。NITIVY ALF™ 纤维在 1000 °C 热处理的强度保持率为 95.6%; 温度上升至 1100 °C, 保持率达到 80.8%; 当温度上升至 1200 和 1300 °C 时, 保持率分别大幅降低至 51% 和 37%, 表明其长期使用温度明显高于 Nextel™ 440 纤维, 但仍不宜超过 1000 °C。自制 SLF72 纤维在 1000 和 1100 °C 热处理后, 拉伸强度反而有所上升, 保持率分别升至 108% 和 101%; 当温度上升至 1200 °C, 强度保持率大幅降低至 69.5%; 当温度为 1300 °C 时, 保持率降至 50.8%, 说明其长期使用温度不宜超过 1100 °C。三种纤维的长期使用温度排序为 SLF72 > NITIVY ALF™ > Nextel™ 440。

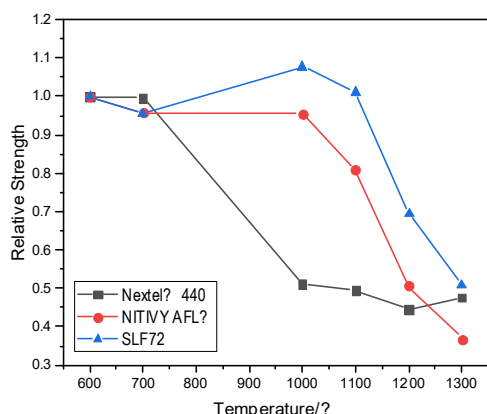


图 4 Nextel™ 440、NITIVY ALF™ 及 SLF72 纤维在不同温度热处理 100 h 的单丝拉伸性能保持率变化

Fig. 4 Strength retention rate of Nextel™ 440, NITIVY ALF™ and SLF72 alumina fiber after heat-treated at different temperatures for 100 h

2.4 纤维拉伸强度的韦布尔分布规律

陶瓷纤维表面存在随机分布的微观结构缺陷, 导致陶瓷纤维的拉伸强度具有显著的分散性。韦布尔分布模型是描述单轴应力状态下纤维破坏强度最常用的统计分布模型, 可以有效分析纤维强度及其分散性^[22-24]。为此, 本研究采用韦布尔分布模型对 3 种纤维未处理和热处理 100 h 后的陶瓷纤维单丝拉伸强度进行统计分析。

在应力 σ 作用下, 通常一定长度纤维的累积断裂概率可用双参数韦布尔分布函数来描述, 如式(1):

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

式中, P_f 为试样断裂强度不高于 σ 的概率; m 为纤维的形状参数(韦布尔模数); σ_0 为对应测试标距下的尺度参数(特征强度); σ 为纤维的拉伸强度测试值。为获得累积断裂分布函数的参数(m , σ_0)间的关系, 通常对(1)式两边取两次自然对数可得:

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1 - P_f} \right) = m \ln \sigma - m \ln \sigma_0 \quad (2)$$

以 $\ln(\sigma)$ 为横坐标, $\ln \ln[1/(1 - P_f)]$ 为纵坐标作图, 可以看出 $\ln \ln[1/(1 - P_f)]$ 与 $\ln \sigma$ 之间呈线性关系, 其斜率即为韦布尔模数 m , 截距可用于计算 σ_0 (对应 $\ln \ln[1/(1 - P_f)] = 0$ 时或 $P_f = 63.2\%$ 时的强度)。 m 越大, 说明纤维强度离散性越小, 纤维品质与可靠性越高; σ_0 越大, 表示纤维的总体强度值越大。因此, 可以用韦布尔模数和特征强度来描述纤维的拉伸强度及其分布规律。

图 5 及表 2 为三种纤维热处理前后的韦布尔分布拟合曲线及相关参数。由于 Nextel™ 440 纤维在 1000 °C 热处理 100 h 拉伸强度显著下降, 故选择该条件处理的样品进行深入研究。通过 XRD 图谱可知, 此时 Nextel™ 440 纤维尚未发生明显相变。图 5(a)及表 2 显示, 经高温长时处理后, Nextel™ 440 纤维的 m 从 3.24 衰减至 2.97, σ_0 从 2365 衰减至 1665 MPa, 表明未处理纤维强度离散性小, 纤维品质高, 可靠性更好; 处理后纤维强度离散性大, 纤维性能降低, 可靠性下降, 且 σ_0 保持率约 70.40%。根据 XRD 和 SEM 结果, 在 1000 °C 长时处理后, Nextel™ 440 纤维强度下降主要源于内部 B_2O_3 挥发而导致的纤维致密度降低。

图 5(b)为 NITIVY ALF™ 纤维未处理和 1100 °C 处理 100 h 的韦布尔分布拟合曲线。由图可知, 未处理 NITIVY ALF™ 纤维的 m 为 6.95, σ_0 为 1771 MPa; 1100 °C 热处理 100 h 后的 m 为 6.78, σ_0 为 1642 MPa, 保持率为 92.72%, 表明在 1100 °C 热处理 100 h, NITIVY ALF™ 纤维的强度离散性略有增加, 但整体强度损失较小。

图 5(c)为未处理自制 SLF72 纤维和 1100 °C 热处理 100 h 后的韦布尔分布拟合曲线。由图可知, 未处理自制 SLF72 纤维的 m 为 8.86, σ_0 为 1841 MPa; 1100 °C 热处理 100 h 后的 m 为 7.42, σ_0 为 2043 MPa, 纤维的韦布尔模数 m 有所降低, 表明处理后纤维的强度离散性增加, 但特征强度 σ_0 轻微增加, 表明自制 SLF72 纤维高温长时处理后仍保持较好的结构稳定性与力学性能。

如表 2 所示, Nextel™440、NITIVY ALF™及自制 SLF72 三种纤维高温长时热处理后的韦布尔模数分别为 2.97、6.78、7.42, 表明 NITIVY ALF™纤维和自制 SLF72 纤维强度离散性更小, 耐温及热稳定性更高, 可靠性更好。尤其是自制 SLF72 纤维经高温长时处理后, 纤维性能离散增加, 但强度基本无衰减, 展现出优异的高温热服役性能。虽然

SLF72 和 NITIVY ALF™ 纤维在物相组成上并无区别, 但是 SLF72 纤维的直径较大, 可能导致热处理过程中热量传递效率较低, 延缓了莫来石晶粒的成核与生长, 从而使 SLF72 纤维相同温度热处理后具有更高的强度保持率和更优的长期热稳定性长期使用温度略高

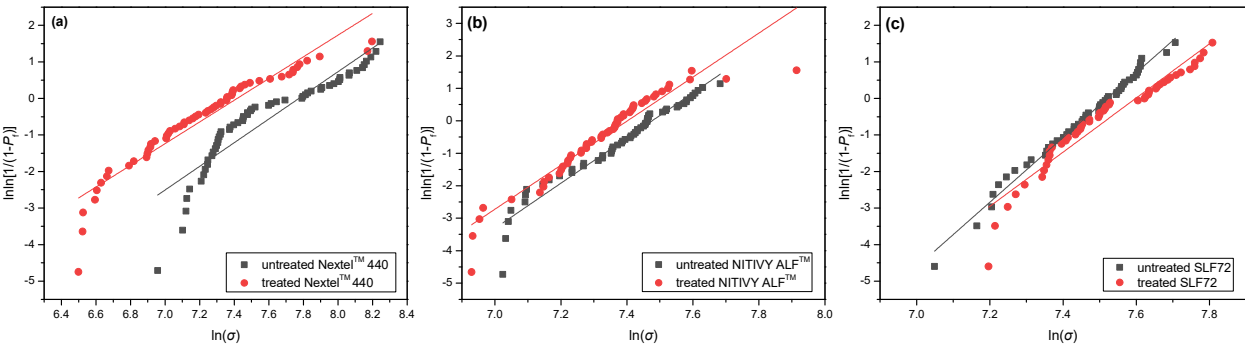


图 5 三种纤维热处理前后的韦布尔分布拟合曲线

Fig.5 Weibull plots of three kinds of fibers before and after treatment

(a) Untreated Nextel™ 440 fiber and treated at 1000 °C for 100 h; (b) Untreated NITIVY ALF™ fiber and treated at 1100 °C for 100 h; (c) Untreated SLF72 fiber and treated at 1100 °C for 100 h

表 2 三种氧化铝连续纤维室温及高温处理 100 h 的韦布尔模数 m 及特征强度 σ_0

Table 2 Results of the Weibull modulus (m) and the scale parameter (σ_0) for three kinds of fibers untreated and treated at 1100 °C for 100 h

Fiber	Weibull modulus (m)	Scale parameter (σ_0)/MPa
	untreated/treated at 1100 °C for 100 h	untreated/treated at 1100 °C for 100 h
3M Nextel™ 440	3.24/2.97	2365/1665
NITIVY ALF™	6.95/6.78	1771/1642
SLF72	8.86/7.42	1841/2043

3 结论

1) 系统研究了 Nextel™ 440、NITIVY ALF™ 和 SLF72 三种纤维在 700~1300 °C下热处理 100 h 的纤维的微观结构演变和拉伸性能。三种纤维在室温下均主要由 γ -Al₂O₃ 和无定形 SiO₂ 组成, 其拉伸性能与微观结构的变化密切相关。经过长时间热处理后, 随着热处理温度升高, 拉伸强度显著降低。莫来石相的生成和长大是导致强度降低的主要原因, 且纤维的长时使用温度上限和莫来石相的生成温度有关。其中, Nextel™ 440 纤维长时使用温度上限为 1000 °C; NITIVY ALF™ 纤维长时使用温度区间在 1000~1100 °C; 自制 SLF72 纤维在 1100 °C以下表现出优异的长时热

稳定性, 可在 1200 °C短时服役, 但该温度长时使用需注意其强度衰减。

2) 韦布尔统计分析表明,NITIVY ALF™ 纤维和自制 SLF72 纤维强度离散性更小, 具有更高的耐温性、热稳定性和可靠性。尤其是自制 SLF72 纤维, 经高温长时处理后, 尽管纤维性能离散有所增加, 但其强度无减, 展现出优异的高温服役性能。

参考文献:

[1] WILSON D: 23-Continuous oxide fibers. In: BUNSELL A R. Handbook of properties of textile and technical fibres (second edition). Woodhead Publishing, 2018: 903-927.
[2] 任春华, 叶亚莉, 周国成, 等. 氧化铝纤维的发展现状及前景. 新材料产业, 2010(04): 38.
[3] 张恒飞, 王东哲, 刘茂举, 等. 氧化铝超细纤维的制备方法及应用研究现状. 合成纤维工业, 2023, 46(01): 68.
[4] 汪家铭, 孔亚琴. 氧化铝纤维发展现状及应用前景. 高科技纤

维与应用, 2010, **35(04)**: 49.

[5] POULON-QUINTIN A, BERGER M H, BUNSELL A R. Mechanical and microstructural characterisation of Nextel 650 alumina-zirconia fibres. *Journal of the European Ceramic Society*, 2004, **24(9)**: 27693.

[6] SCHAWALLER D, CLAUß B, BUCHMEISER M R. Ceramic filament fibers—a review. *Macromolecular Materials and Engineering*, 2012, **297(6)**: 502.

[7] YALAMAÇ E, SUTCU M, BASTURK S B: 9 - Ceramic fibers. In: SEYDIBEYOĞLU M Ö, MOHANTY A K, MISRA M. Fiber technology for fiber-reinforced composites. Woodhead Publishing, 2017: 187-207.

[8] REINDERS L, BIRKENSTOCK J, PFEIFER S, *et al.* Temperature-dependent structure-property relations in continuous mullite-based ceramic fibers. *Ceramics International*, 2024, **50(11)**: 19048.

[9] CHENG M, LIU W, YAO S, *et al.* Kinetics and mechanisms for the densification and grain growth of the α -alumina fibers isothermally sintered at elevated temperatures. *Ceramics International*, 2022, **48(15)**: 21756.

[10] WILSON D: 18 - The structure and tensile properties of continuous oxide fibers. In: BUNSELL A R. Handbook of tensile properties of textile and technical fibres. Woodhead Publishing, 2009: 626-650.

[11] WEN Z, YANG X, MING H, *et al.* Microstructural and mechanical characterization of a mullite fiber. *Ceramics International*, 2021, **47(23)**: 33252.

[12] CHEN M, YANG X, QING-ZHUANG H, *et al.* Effect of heat-treatment on the microstructure and room-temperature mechanical properties of alumina-silica fiber. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 2024, **22(2)**: e14934.

[13] JIANG R, LIU H T, YANG L W, *et al.* Mechanical properties of aluminosilicate fiber heat-treated from 800 °C to 1400 °C: Effects of phase transition, grain growth and defects. *Materials Characterization*, 2018, **138**: 120.

[14] PETRY M D, MAH T I. Effect of thermal exposures on the

strengths of Nextel™ 550 and 720 filaments. *Journal of the American Ceramic Society*, 1999, **82(10)**: 2801.

[15] SCHMUCKER M, FLUCHT F, SCHNEIDER H. High temperature behaviour of polycrystalline aluminosilicate fibres with mullite bulk composition .1. Microstructure and strength properties. *Journal of the European Ceramic Society*, 1996, **16(2)**: 281.

[16] 中国科学院上海硅酸盐研究所, 中国航空制造技术研究院. 连续氧化物陶瓷纤维单丝拉伸性能测试方法: T/CBMF 97-2021. 北京: 中国建筑材料联合会, 2021.

[17] WANG Y, CHENG H F, LIU H T, *et al.* Microstructure and room temperature mechanical properties of mullite fibers after heat-treatment at elevated temperatures. *Materials Science & Engineering A*, 2013, **578**: 287.

[18] WANG X G, YANG Q Q, LIN G L, *et al.* High temperature tensile property of domestic 550-grade continuous alumina ceramic fiber. *Journal of Inorganic Materials*, 2022, **37(06)**: 629.

[19] HILDMANN B O, SCHNEIDER H, SCHMUCKER M. High temperature behaviour of polycrystalline aluminosilicate fibres with mullite bulk composition .2. Kinetics of mullite formation. *Journal of the European Ceramic Society*, 1996, **16(2)**: 287.

[20] RICHARDS E A, GOODBRAKE C J, SOWMAN H G. Reactions and microstructure development in mullite fibers. *Journal of the American Ceramic Society*, 1991, **74(10)**: 2404.

[21] ZHANG W, YANG X, HUANG M, *et al.* Microstructure evolution and mechanical behavior of a mullite fiber heat-treated from 1100 to 1300 °C. *Journal of the American Ceramic Society*, 2021, **105(2)**: 1442.

[22] HAY R S, FAIR G E, TIDBALL T, *et al.* Fiber strength after grain growth in Nextel™610 alumina fiber. *Journal of the American Ceramic Society*, 2015, **98(6)**: 1907.

[23] 王小飞, 邱海鹏, 陈明伟, 等. Nextel 720 陶瓷纤维拉伸强度的韦布尔统计分析研究. *陶瓷学报*, 2020, **41(05)**: 715.

[24] WILSON D M, VISSER L R. High performance oxide fibers for metal and ceramic composites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2001, **32(8)**: 1143.

