

引用格式: 杨晨曦, 曹伟, 黄宝庆, 等. 高温介质下  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料微观结构演变与力学行为研究[J]. 中国材料进展, 2025, 44(2): 146–153.

YANG C X, CAO W, HUANG B Q, *et al.* Microstructure Evolution and Mechanical Behavior Study of  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  Composite Materials under High Temperature Media[J]. Materials China, 2025, 44(2): 146–153.

特约专栏

## 高温介质下 $\text{SiC}_f/\text{SiC}$ 复合材料微观结构 演变与力学行为研究

杨晨曦, 曹伟, 黄宝庆, 原红星, 胡江波, 廉铁江, 王明珠

(中国航发动力股份有限公司, 陕西 西安 710003)

**摘要:** 对具有  $\text{PyC}/(\text{SiC})_4$  多层界面相的  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料在 1050 和 1350 °C 氩气介质和空气氧化介质中分别进行 0.25, 1, 4 和 16 h 热处理, 分析不同高温介质环境下  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料微观结构演变及与力学性能的关系。结果表明: 高温氩气介质下暴露后的复合材料微观结构无变化, 而随着热处理时间与温度的增加, 由于纤维和基体受到热损伤, 导致材料的拉伸强度呈下降趋势, 但仍保持韧性特征。在高温空气氧化介质下, 经高温短时氧化后, 复合材料中的  $\text{PyC}$  界面被氧化消耗, 在纤维与  $\text{SiC}$  界面相之间形成环形孔隙; 经高温长时间氧化后, 环形孔隙将被  $\text{SiO}_2$  填充。上述微观结构的变化使  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料拉伸断口形貌呈现 3 种类型, 即含有  $\text{PyC}$  界面的复合材料具有适中的纤维拔出长度, 无  $\text{PyC}$  界面的复合材料具有较长的纤维拔出长度, 以及形成  $\text{SiO}_2$  层的复合材料无纤维拔出。经高温空气氧化介质处理后的  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料拉伸强度整体低于经氩气介质热处理后的, 主要原因是纤维与基体受到氧化损伤, 同时  $\text{SiO}_2$  在界面生成, 使得材料失去韧性。

**关键词:**  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料; 微观结构; 高温; 氩气介质; 空气氧化介质; 拉伸性能

**中图分类号:** V254.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1674-3962(2025)02-0146-08

## Microstructure Evolution and Mechanical Behavior Study of $\text{SiC}_f/\text{SiC}$ Composite Materials under High Temperature Media

YANG Chenxi, CAO Wei, HUANG Baoqing, YUAN Hongxing, HU Jiangbo,

LIAN Tiejiang, WANG Mingzhu

(AECC Aviation Power Co., Ltd., Xi'an 710003, China)

**Abstract:** In this study,  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  composite materials with  $\text{PyC}/(\text{SiC})_4$  multilayer interfacial phase were subjected to thermal treatments at 1050 and 1350 °C in argon and air media for durations of 0.25, 1, 4 and 16 h. The microstructural evolution and the relationship with mechanical properties after different high-temperature media thermal treatments were analyzed. The results showed that there was no change in the microstructure of the composite material after exposure to high-temperature argon media. However, with the increasing in treatment time and temperature, the tensile strength of the material decreased due to thermal damage of the fibers and matrix, while the composite still maintained the toughness characteristics. In the air media, after short-term oxidation at high temperatures, oxidation loss occurred at the  $\text{PyC}$  interface of the composite material, resulting in annular voids between fibers and  $\text{SiC}$  interfacial phases. After long-term oxidation at high temperatures, these annular voids were filled with  $\text{SiO}_2$ . These changes in microstructure resulted in three main tensile fracture morphologies for  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  composites: materials contained  $\text{PyC}$  interfaces had moderate fiber pull-out lengths, materials without  $\text{PyC}$  interfaces had longer fiber pull-out lengths, while materials with a layer of  $\text{SiO}_2$  had no fiber pull-out observed. The overall tensile strength of  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  composites treated in high-temperature air media was lower than that treated with

argon media, mainly due to oxidative damage to fibers and matrix and loss of toughness caused by formation of  $\text{SiO}_2$  at interfaces.

**Key words:**  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  composite materials; microstructure; high temperature; argon media; air media; tensile properties

收稿日期: 2024-12-09 修回日期: 2025-01-13

第一作者: 杨晨曦, 男, 1987 年生, 工程师,

Email: yangcxyoung@126.com

DOI: 10.7502/j.issn.1674-3962.202412005

## 1 前言

连续碳化硅纤维增强碳化硅复合材料(SiC<sub>f</sub>/SiC)由SiC纤维、SiC基体和纤维与基体之间的界面相组成,具有耐高温、抗氧化和低密度等特点<sup>[1-4]</sup>。在SiC<sub>f</sub>/SiC复合材料中,单根纤维、界面相和纤维束的尺寸分布于不同尺度,正是这种复杂的多尺度层级结构赋予了SiC<sub>f</sub>/SiC复合材料裂纹偏转、纤维桥接、界面脱粘等断裂机制,使该材料具有良好的韧性<sup>[5-8]</sup>。基于上述优点, SiC<sub>f</sub>/SiC复合材料已经成为先进航空发动机燃烧室、涡轮外环、尾喷管等热端部件最具前景的候选材料之一。

材料的微观结构决定了其力学性能, SiC<sub>f</sub>/SiC复合材料的尺度微观结构与力学性能的映射关系研究,一直是该材料领域研究的重点。针对航空发动机而言,热端部件服役环境的特点是高温热物理化学环境和复杂应力环境的耦合<sup>[9]</sup>。高温热物理化学环境包括燃气高温、氧气介质和水蒸气介质等,复杂应力环境包括机械疲劳、热循环和气动载荷等。因此, SiC<sub>f</sub>/SiC复合材料在高温和腐蚀介质作用下的力学性能很大程度上决定了该材料在航空发动机中的使用寿命。为支撑 SiC<sub>f</sub>/SiC复合材料部件在航空发动机中成功应用,需对 SiC<sub>f</sub>/SiC复合材料开展大量的性能表征和机理分析,建立材料微观结构与宏观性能之间的关系,验证 SiC<sub>f</sub>/SiC复合材料性能及其对服役环境的适应能力。特别是探究 SiC<sub>f</sub>/SiC复合材料在不同高温介质环境下的损伤行为与力学性能的关系,对于认识材料的损伤机制和改进材料的微观结构设计具有重要意义。

基于此,本研究对反应熔体渗透(reactive melt infiltration, RMI)法制备的 SiC<sub>f</sub>/SiC复合材料在 1050 和 1350 ℃两种温度的高温氩气介质和高温空气氧化介质中分别进行热处理,以观察材料微观结构演变规律,探索 SiC<sub>f</sub>/SiC复合材料不同微观结构与力学性能的关系,从而分析该材料在不同高温环境下的损伤机制。

## 2 实验

### 2.1 实验材料

本研究所选用的实验材料为使用 RMI 工艺制备的 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料,其纤维预制体为 2.5 维编织结构。制备过程中,首先将树脂碳压入纤维预制体中,然后在 1450 ℃的高温下熔融硅锆合金,使其渗入预制体与碳反应,从而生成 SiC 基体。表 1 为制备 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料的工艺参数和得到的样品结构参数。

### 2.2 高温氩气介质及空气氧化介质环境模拟方法

本实验中的高温氩气介质是通过将 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材

料密封入石英管以隔绝空气实现的。在将材料放入石英管之后,对石英管抽真空,然后将氩气通入石英管中,进一步排除管中的残余氧气,充入的氩气压强为 20 kPa,最后使用高温氧枪对石英管进行密封。将上述密封的石英管放入箱式电炉中分别在 1050 和 1350 ℃下进行 0.25, 1, 4 和 16 h 热处理,以探究热处理温度和热处理时间对 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料的微观结构和性能的影响。

表 1 RMI 技术制备 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料的工艺参数和样品结构参数

Table 1 RMI process parameters for SiC<sub>f</sub>/SiC composites and sample structure parameters

Fibre preforms	Preparation temperature/℃	Fiber volume fraction/%	Interfacial phase	Open porosity/%
2.5D	1450	35	PyC/(SiC) <sub>4</sub>	3.6

本实验所模拟的高温空气氧化介质环境是将复合材料直接置于高温箱式电炉实现的。在进行实验时,将复合材料置于耐火砖上进行热处理。所选取的热处理温度和热处理时间与上述高温氩气介质环境时相同。

### 2.3 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料拉伸性能测试

对不同高温介质热处理的复合材料进行了拉伸性能测试,所使用的拉伸试验机为 Exceed E43 MTS 电子万能材料试验机,拉伸过程使用位移控制方式进行加载,加载速率为 0.1 mm/min。

### 2.4 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料微观结构表征

对不同高温介质热处理后的 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料显微结构和拉伸断口形貌以及物相组成进行分析。所使用的扫描电子显微镜为德国蔡司(ZEISS) SUPRA 55 型, X 射线衍射仪为 Rigaku D/max 2500PC 型。在进行 XRD 测试时,扫描范围为 20°~90°,步进速度为 6(°)/min。在开展上述试验之前,需要对所观测的 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料和断口进行超声清洗,以去除表面污染。在进行微观结构观测之前用砂纸对样品进行表面打磨处理,随后使用颗粒度为 1 和 0.5 μm 的抛光剂进行抛光处理。

## 3 结果与讨论

### 3.1 原始态与高温氩气介质下 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料微观结构表征与物相分析

图 1 为原始态 RMI-SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料微观结构形貌。图 1a 为 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料表面形貌,由 SiC 纤维经纱(warp yarn)与纬纱(weft yarn)组成,图中可以观察到残留的树脂碳存在。图 1b 为基体微观形貌,由图中可看出,未反应的硅锆合金弥散分布在 SiC 基体中。由于该材料基体是由 RMI 工艺制备,当基体中有较多的 SiC 形

成后, 将阻碍碳与熔融硅锆合金的反应, 因此会在基体中残留碳和硅锆合金。图 1c 为  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料横截面微观形貌, 在纤维束内可以观察到很多小孔隙的存在。图 1d 为  $\text{SiC}$  纤维与界面相的微观形貌, 界面可分为 5 层, 靠近纤维表面的为  $\text{PyC}$  层, 随后依次为 4 层  $\text{SiC}$  界面相。多层  $\text{SiC}$  界面相的存在有利于材料在外加载荷作用时吸收更多的能量。

图 2 与图 3 分别为  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料在 1050 和 1350  $^{\circ}\text{C}$  氩气介质分别处理 0.25, 1, 4 和 16 h 后的微观结构形貌。与原始态相比, 经上述介质热处理后, 复合材料微观形貌并未发生变化。XRD 图谱(图 4)显示, 经氩气介质高温热处理后的复合材料物相成分与原始态的一致, 均由  $\text{SiC}$ 、硅锆合金( $\text{ZrSi}_2$ )和碳相组成。

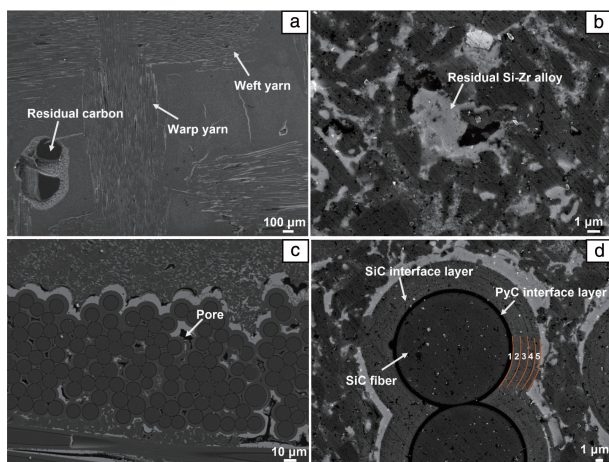


图 1 制备态  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料微观形貌: (a) 表面微观形貌, (b) 基体微观形貌, (c) 横截面微观形貌, (d) 界面层微观形貌

Fig. 1 Micromorphology of as-received  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  composites: (a) surface morphology, (b) matrix morphology, (c) cross-sectional morphology, (d) the interface layer morphology

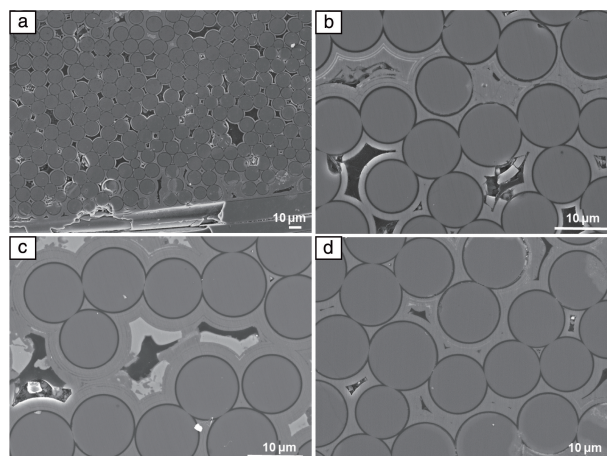


图 2  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料经氩气介质 1050  $^{\circ}\text{C}$  不同时间处理后的微观形貌: (a) 0.25 h; (b) 1 h; (c) 4 h; (d) 16 h

Fig. 2 Micromorphology of  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  composites treated at 1050  $^{\circ}\text{C}$  for 0.25 h (a), 1 h (b), 4 h (c) and 16 h (d) in argon media

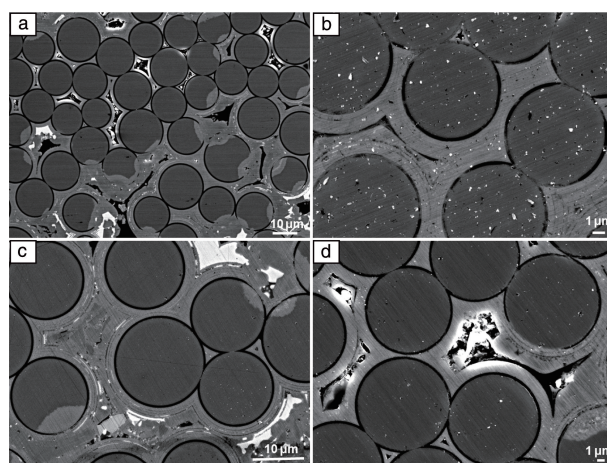


图 3  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料经氩气介质 1350  $^{\circ}\text{C}$  不同时间处理后的微观形貌: (a) 0.25 h; (b) 1 h; (c) 4 h; (d) 16 h

Fig. 3 Micromorphology of  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  composites treated at 1350  $^{\circ}\text{C}$  for 0.25 h (a), 1 h (b), 4 h (c) and 16 h (d) in argon media

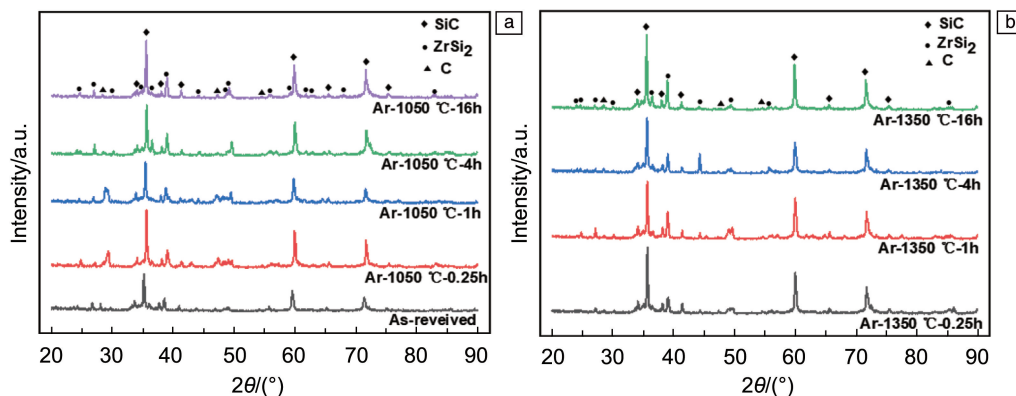


图 4 在 1050  $^{\circ}\text{C}$  (a) 和 1350  $^{\circ}\text{C}$  (b) 氩气介质中处理不同时间后  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料 XRD 图谱

Fig. 4 XRD patterns of  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  composites exposed in argon media at 1050  $^{\circ}\text{C}$  (a) and 1350  $^{\circ}\text{C}$  (b) for different time



### 3.2 高温空气氧化介质下 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料微观结构表征与物相分析

图5为 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料在 1050 °C 空气氧化介质下分别热处理 0.25, 1, 4 和 16 h 后的微观结构形貌。经 0.25 h 处理后(图 5a), PyC 界面层被氧化消耗, 在纤维和 SiC 界面层之间产生了环形孔隙缺陷; 经 1 h 处理后的 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料微观形貌(图 5b) 与 0.25 h 处理后的相同; 图 5c 为复合材料热处理 4 h 后的微观形貌, 可以看到, 在纤维与 SiC 层之间生成了部分 SiO<sub>2</sub> 层, 填补了 PyC 被氧化后留下的环形孔隙; 而 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料经 16 h 处理后, 形成的 SiO<sub>2</sub> 层更加致密(图 5d)。

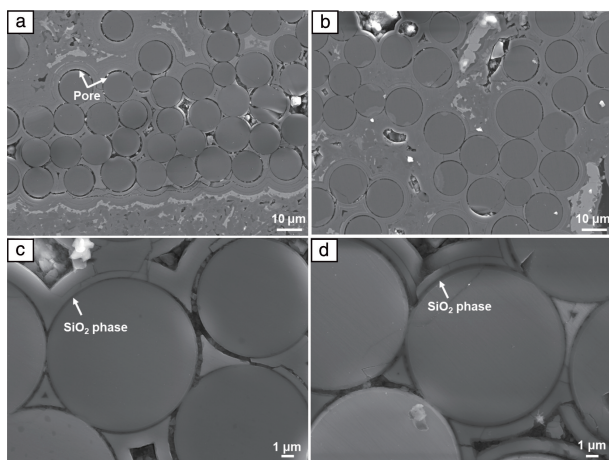


图5 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料经空气氧化介质 1050 °C 不同时间处理后的微观形貌: (a) 0.25 h; (b) 1 h; (c) 4 h; (d) 16 h  
Fig. 5 Micromorphology of SiC<sub>f</sub>/SiC composites treated at 1050 °C for 0.25 h (a), 1 h (b), 4 h (c) and 16 h (d) in air media

图6为 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料在 1350 °C 空气氧化介质下分别热处理 0.25, 1, 4 和 16 h 后的微观结构形貌。与 1050 °C 类似, 当复合材料被热处理 0.25 和 1 h 后, PyC 界面层被氧化(图 6a 和 6b); 而经 4 和 16 h 处理后, 复合材料样品中纤维与 SiC 层之间形成了 SiO<sub>2</sub>(图 6c 和 6d)。

由 XRD 图谱(图 7)可知, 在空气氧化介质 1050 和 1350 °C 下热处理 4 和 16 h 后的复合材料中均产生了 SiO<sub>2</sub> 相, 该结果与 SEM 表征结果一致。

在空气氧化介质 1050 和 1350 °C 热处理 0.25 和 1 h 后, SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料中的 PyC 界面层被氧化, 纤维和 SiC 层之间形成了环形孔隙。经 4 和 16 h 热处理后, 纤维和 SiC 层之间生成了 SiO<sub>2</sub> 相。在高温氧化介质下, 上述反应过程主要分为 3 步依次进行。首先 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料中的 PyC 界面相与 O<sub>2</sub> 在高温下发生反应, 如式(1), 生成 CO<sub>2</sub> 从复合材料中释放, 导致纤维与 SiC 层之间形成环形孔隙。



其次, PyC 层的消耗有利于 O<sub>2</sub> 沿纤维与 SiC 层之间的环形孔隙进行扩散, 在孔隙中形成 SiO<sub>2</sub> 相, 如式(2):



由于 PyC 层的消耗与 SiO<sub>2</sub> 相的生成是同时进行的, 因此当致密的 SiO<sub>2</sub> 相形成时, 将阻碍未被氧化的 PyC 层发生进一步氧化。上述反应过程如图 8 所示。

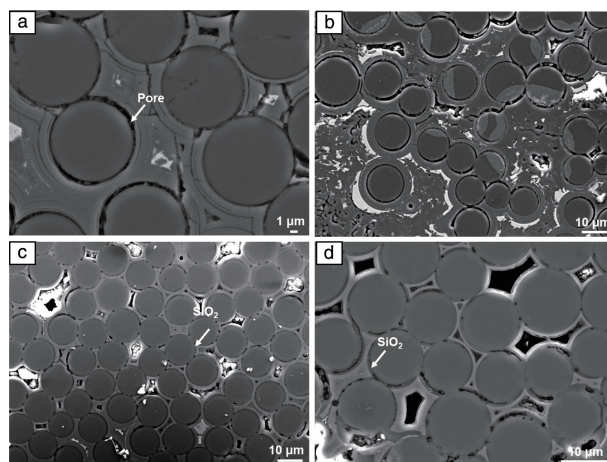


图6 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料经空气氧化介质 1350 °C 不同时间处理后的微观形貌: (a) 0.25 h; (b) 1 h; (c) 4 h; (d) 16 h  
Fig. 6 Micromorphology of SiC<sub>f</sub>/SiC composites treated at 1350 °C for 0.25 h (a), 1 h (b), 4 h (c) and 16 h (d) in air media

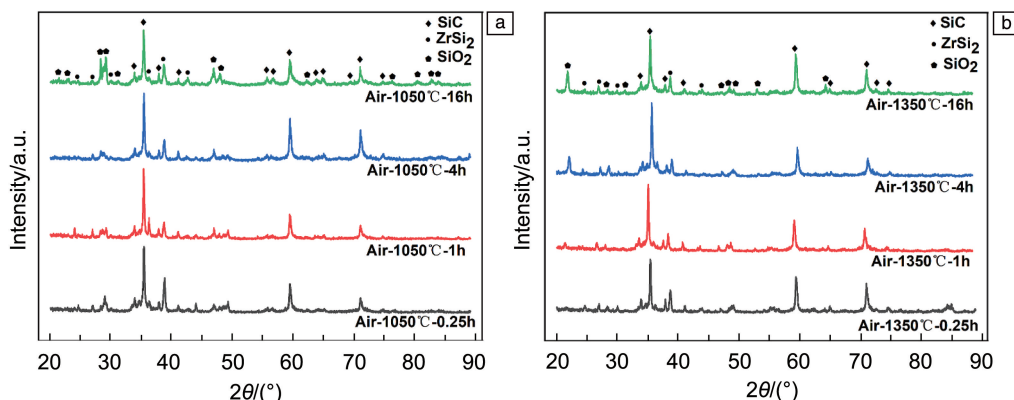


图7 在 1050 °C (a) 和 1350 °C (b) 空气氧化介质中热处理不同时间后 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料 XRD 图谱

Fig. 7 XRD patterns of SiC<sub>f</sub>/SiC composites exposed in air media at 1050 °C (a) and 1350 °C (b) for different time



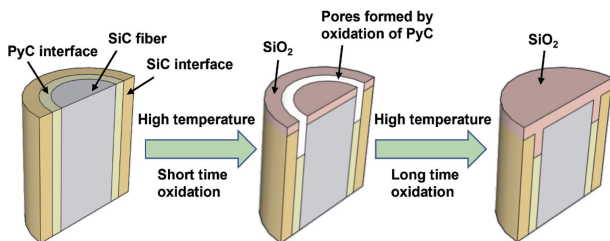


图 8 PyC 界面层在空气氧化介质 1050 及 1350 °C 热处理不同时间的氧化示意图

Fig. 8 Schematic diagram of the oxidation of the PyC interface layer heat-treated at 1050 and 1350 °C for different time in air media

### 3.3 高温介质对 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料拉伸性能的影响

按前文显微组织观测和相分析可知,不同服役环境下 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料的微观结构形貌可分为 3 种,即含 PyC 界面结构、PyC 界面被氧化后含孔隙的界面结构以及界面含 SiO<sub>2</sub> 层的结构。为探索不同微观结构与 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料拉伸性能的关系,本研究针对性地选择了分别经空气氧化介质和氩气介质 1050 °C 热处理 0.25 h 和 1350 °C 热处理 16 h 后的试样进行拉伸试验。

图 9 为 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料经不同介质热处理后的拉伸曲线。由于经空气氧化介质 1350 °C 热处理 16 h 后的试样强度极低,图 9 中未能呈现其拉伸曲线。由图 9 可知,经氩气介质 1050 °C 热处理 0.25 h 的复合材料具有较高的强度,并具有良好的韧性。这是由于该状态下 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料中 (SiC)<sub>4</sub>/PyC 界面相的存在会导致裂纹偏转、界面脱粘、纤维拔出等有利于材料韧性提高的行为,因此复合材料在拉伸过程中呈现出良好的韧性。经氩气介质 1350 °C 热处理 16 h 后的试样强度出现了明显的下降,这主要是因为 SiC 纤维在 1350 °C 热处理后,在纤维内部将发生主动氧化反应、自由碳簇长大以及 SiC 晶粒长大等现象<sup>[10-12]</sup>,会导致纤维内部产生缺陷,强度降低,而且

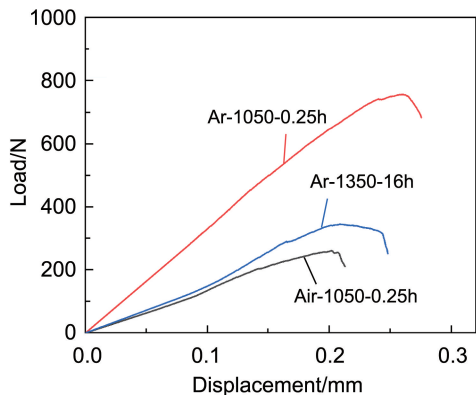


图 9 不同条件热处理后 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料拉伸曲线

Fig. 9 Tensile curves of SiC<sub>f</sub>/SiC composites after heat treatment under different conditions

随着氧化时间的增加,纤维强度会持续降低。同时,对于 SiC 基体而言,在长时热处理后其表面也可能会发生主动氧化,从而在材料中产生微缺陷,因此 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料经氩气介质 1350 °C 热处理 16 h 后强度低于经 1050 °C 热处理 0.25 h 的复合材料的。另外,从图 9 曲线可知,经氩气介质 1350 °C 处理 16 h 后的试样仍具有较好的韧性,说明材料的界面结构并未受到破坏,这一结果已经被 SEM 观测所印证(图 3)。

SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料经空气氧化介质 1050 °C 热处理 0.25 h 后,其强度与韧性均低于氩气介质高温热处理后的。从图 5 可知,当材料在空气中氧化 0.25 h 后,PyC 界面被氧化消耗,因此导致其韧性降低,再者是由于 SiC 纤维的氧化使其强度下降。同时在基体中也可能会因为氧化形成微孔隙缺陷,上述原因最终导致复合材料具有较低的强度。当 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料在空气氧化介质 1350 °C 处理 16 h 后,由于基体与纤维氧化严重,导致其已失去强度。

对上述拉伸试样的断口进行了观察(图 10),断口主要分为 3 种形貌:含有 PyC 界面的材料具有适中的纤维拔出长度,无 PyC 界面的材料具有较长的纤维拔出长度,而形成 SiO<sub>2</sub> 层的材料无纤维拔出。图 10a 和 10b 为 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料经氩气介质 1050 °C 处理 0.25 h 后的断口形貌。在图 10a 中可以观察到纤维束的拔出。另外,断口形貌不平整,呈台阶状,说明材料在断裂过程中具有多源裂纹扩展特征。从图 10b 中可以观察到基体裂纹在纤维之间的扩展以及 PyC 界面相与 SiC 纤维的脱粘现象。

图 10c 和 10d 为 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料经高温空气氧化介质 1050 °C 处理 0.25 h 后的断口形貌。相较于氩气介质 1050 °C 处理 0.25 h,该复合材料断口上有大量纤维拔出,且拔出长度长,拔出数量多。在图 10d 中可以观察到因 PyC 氧化留下的孔隙,同时,SiC 层的脱粘现象也被观察到。图 10e 和 10f 为 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料经空气氧化介质 1350 °C 处理 16 h 后的断口形貌,完全观察不到纤维的拔出现象,材料断口较为平整。

### 3.4 拉伸载荷下 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料失效机制分析

在陶瓷基复合材料中,正是由于裂纹在纤维与界面相之间发生偏转,使纤维与基体脱粘,导致纤维可以从基体中拔出,从而赋予材料良好的韧性。在界面尺度下,决定裂纹是否会在界面处发生偏转的关键物理参数为断裂能释放率  $\Gamma$ 。根据 He-Hutchinson (HH) 准则<sup>[13, 14]</sup>,裂纹在异种材料界面发生偏转所需的断裂能释放率  $\Gamma$  是 Dundurs 弹性失配参数  $\alpha$  的函数。在陶瓷基复合材料中,纤维和 PyC 界面相的断裂能释放率  $\Gamma_f$ 、 $\Gamma_{PyC}$  与  $\alpha$  之间的

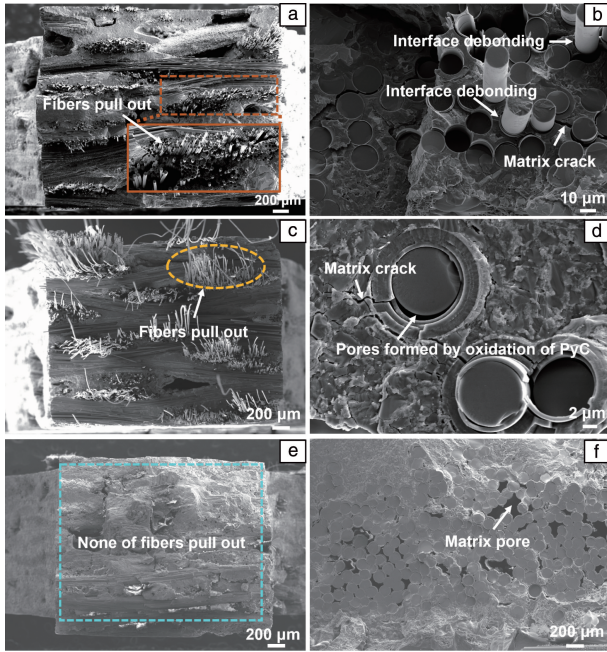


图 10 不同条件热处理后 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料拉伸断口形貌: (a, b) 氩气介质 1050 °C 处理 0.25 h, (c, d) 空气氧化介质 1050 °C 处理 0.25 h, (e, f) 空气氧化介质 1350 °C 处理 16 h

Fig. 10 Tensile fracture morphology of SiC<sub>f</sub>/SiC composites after heat treatment under different conditions: (a, b) at 1050 °C for 0.25 h in argon, (c, d) at 1050 °C for 0.25 h in air, (e, f) at 1350 °C for 16 h in air

关系如图 11 所示<sup>[14]</sup>,  $\alpha$  可表示为:

$$\alpha = \frac{E'_1 - E'_2}{E'_1 + E'_2} \quad (3)$$

其中,

$$E' = \frac{E}{(1 + \nu^2)} \quad (4)$$

$E$  为材料的弹性模量, 下标 1、2 分别代表纤维与 PyC 界面,  $\nu$  为材料的泊松比。由图 11 可知, 当  $\alpha$  值对应的  $\Gamma_{PyC}/\Gamma_f$  值位于曲线下方时, 裂纹在界面处发生偏转, 而位于曲线上方时裂纹直接穿过纤维。

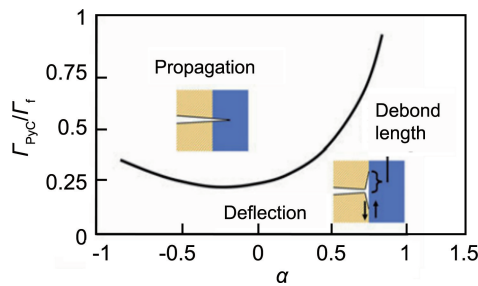


图 11 HH 准则关系曲线<sup>[14]</sup>

Fig. 11 Relationship curve of the HH criterion<sup>[14]</sup>

根据本实验所使用材料的属性, 并结合相关文献<sup>[14-22]</sup>, 给出本研究中 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料的相关热物理性能参数(表 2), 可计算 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料经氩气介质 1050 °C 处理 0.25 h 后纤维与 PyC 界面的  $\alpha$  和  $\Gamma_{PyC}/\Gamma_f$  值。SiC 纤维与 PyC 界面相之间的  $\alpha$  值为 0.82,  $\Gamma_{PyC}/\Gamma_f$  为 0.3, 根据图 11 可知, 当裂纹扩展到 SiC 纤维与 PyC 界面时, 裂纹将在界面处偏转。由于本实验所使用的材料包含有 SiC 界面相, 因此也计算了 SiC 界面相与 PyC 界面相之间的  $\alpha$  和  $\Gamma_{SiC}/\Gamma_{PyC}$ , 结果显示 SiC 界面相与 PyC 界面相之间的  $\alpha$  为 -0.85,  $\Gamma_{SiC}/\Gamma_{PyC}$  为 0.11, 因此裂纹在 SiC 相与 PyC 相界面也将发生偏转。裂纹偏转将使含有多界面相结构的陶瓷基复合材料具有较好的韧性。

表 2 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料相关热物理性能参数<sup>[14-22]</sup>

Table 2 Related thermophysical performance parameters of SiC<sub>f</sub>/SiC composites<sup>[14-22]</sup>

Materials	Elasticity modulus /GPa	Fracture energy release rate/(J/m <sup>2</sup> )	Coefficient of thermal expansion/( $\times 10^{-6}$ K <sup>-1</sup> )	Poisson's ratio
PyC	30	2.5	5.5	0.33
SiC fiber	280	8	3.5	0.17
SiC matrix	350	22	4.6	0.21
SiO <sub>2</sub>	590	9.2	10.3	0.16

由图 10c 可知, 经高温空气氧化介质 1050 °C 处理 0.25 h 后的 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料拉伸断口有大量纤维拔出, 且拔出长度及拔出数量远高于氩气介质 1050 °C 处理 0.25 h 的。纤维拔出长度  $l_d$  与界面脱粘韧性  $\zeta_d$  和界面剪切强度  $\tau_d$  有关, 有表达式如式(5)<sup>[15, 23, 24]</sup>:

$$l_d = \left( \frac{v_m E_m}{\lambda v_f E_c} \right) \frac{(\sigma - \sigma_d) r}{2\tau_d} \quad (5)$$

其中,

$$E_c = \lambda v_f E_f + v_m E_m \quad (6)$$

$$\sigma_d = 2\lambda v_f \sqrt{\frac{E_f E_c \zeta_d}{v_m E_m r}} \quad (7)$$

$$\lambda = \frac{V_f^{\text{axial}}}{V_f} \quad (8)$$

式中,  $v_m$  为基体体积分数,  $v_f$  为纤维体积分数,  $V_f^{\text{axial}}$  为沿轴向拉伸承载方向的有效纤维体积分数,  $\lambda$  为纤维体积分数沿轴向的有效系数,  $E_m$  为基体弹性模量,  $E_c$  为复合材料弹性模量,  $\sigma$  为外加载荷,  $\sigma_d$  为脱粘应力,  $r$  为纤维半径,  $E_f$  为纤维弹性模量。另外, 在纤维拔出过程中, 界面摩擦阻力  $\tau_{\text{sliding}}$  也是影响纤维拔出的因素之一, 决定  $\tau_{\text{sliding}}$  的物理参数有纤维表面粗糙度、界面摩擦系数以及



界面径向残余应力等。界面摩擦力  $\tau_{\text{sliding}}$  可用式 (9) 计算:

$$\tau_{\text{sliding}} = \mu N_R \quad (9)$$

其中,  $\mu$  为界面摩擦系数,  $N_R$  为界面径向压应力。纤维粗糙度较大时会增加界面摩擦系数, 使拔出阻力增加, 纤维拔出长度较短。界面径向残余应力的主要来源之一为界面残余热应力。对于纤维与基体间最基本的残余热应力可基于双圆柱模型计算<sup>[25]</sup>:

$$\sigma_R = E_m \Delta T \Delta \alpha \quad (10)$$

$$\Delta T = T - T_0 \quad (11)$$

$$\Delta \alpha = \alpha_m - \alpha_f \quad (12)$$

其中,  $\sigma_R$  为纤维径向残余热应力;  $E_m$  为基体的弹性模量;  $T_0$  为无残余应力时的温度 (制备温度, 本实验中为 1050 °C),  $T$  为决定残余应力时的温度 (室温), 通常  $\Delta T < 0$ ;  $\alpha_m$  与  $\alpha_f$  分别为基体和纤维的热膨胀系数, 当  $\alpha_m > \alpha_f$  时, 纤维受到径向压应力, 当  $\alpha_m < \alpha_f$  时, 纤维受到径向拉应力。 $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料经高温空气氧化介质 1050 °C 处理 0.25 h 后, PyC 界面被消耗, 将减小界面脱粘韧性、界面剪切强度及界面摩擦阻力, 因此相较于氩气介质 1050 °C 处理 0.25 h 后的复合材料, 纤维具有较长的拔出长度。同时由于上述参数数值降低, 复合材料断裂过程中能量消耗较少, 从而使复合材料韧性降低。

在空气氧化介质 1350 °C 处理 16 h 后的复合材料的断口形貌 (图 10e 和 10f) 较为平整, 完全观察不到纤维拔出现象。这是由于经该条件热处理后, PyC 界面已被  $\text{SiO}_2$  所取代。对  $\text{SiO}_2$  形成后的界面  $\alpha$  值进行计算, 结果显示  $\alpha$  为 0.65,  $\Gamma_{\text{SiO}_2}/\Gamma_f$  为 1.15。根据图 11 可知, 当  $\text{SiO}_2$  形成后, 裂纹在界面难以偏转, 无法使纤维拔出, 导致界面增韧效果消失, 材料呈现脆性断裂特征。

## 4 结 论

(1) 在 1050 和 1350 °C 高温下, 氩气介质环境对  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料微观结构未产生影响; 而经高温空气氧化后, 热处理时间较短 (0.25 和 1 h) 时, PyC 界面相将会被氧化, 导致在纤维与 SiC 界面相之间形成环状孔隙, 而当氧化时间较长 (4 和 16 h) 时,  $\text{SiO}_2$  的形成会填充 PyC 氧化后留下的孔隙缺陷。

(2)  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料在 1350 °C 的氩气介质经受 16 h 热处理后, 强度低于在 1050 °C 进行 0.25 h 处理后, 主要是由于纤维与基体受到热损伤导致, 但因为 PyC 界面完整, 材料保持较好的韧性。

(3) 经高温空气氧化介质热处理后的  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料强度低于同时间、同温度氩气介质处理后的复合材

料。1050 °C 氧化 0.25 h 后,  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料中的 PyC 界面被氧化消耗, 在  $(\text{SiC})_4$  界面相与纤维之间产生环形孔隙, 导致界面脱粘韧性、界面剪切强度及界面摩擦阻力降低, 从而使拉伸断口具有较长的纤维拔出长度。1350 °C 氧化 16 h 后, 界面环形孔隙被  $\text{SiO}_2$  填充, 致使拉伸过程中裂纹难以在界面处偏转, 纤维无法拔出, 复合材料呈脆性断裂特征。

## 参考文献 References

- [1] 马浩林, 吴晓晨, 甄霞丽, 等. 航空材料学报[J], 2024, 44(5): 174-186.  
MA H L, WU X C, ZHEN X L, *et al.* Journal of Aeronautical Materials[J], 2024, 44(5): 174-186.
- [2] 秦刚, 邹顺睿, 蒋龙飞, 等. 陶瓷学报[J], 2023, 44(3): 389-407.  
QIN G, ZOU S R, JIANG L F, *et al.* Journal of Ceramics[J], 2023, 44(3): 389-407.
- [3] GUO G D, YE F, CHENG L F, *et al.* Journal of the European Ceramic Society[J], 2025, 45: 117004.
- [4] GAO X Y, YOU B J, MA X H, *et al.* Materials Characterization[J], 2024, 217: 114341.
- [5] SONG J Q, SUN X N, WANG L Y, *et al.* Journal of the European Ceramic Society[J], 2024, 44: 116682.
- [6] CUI J, LUO H Y, WANG R Z, *et al.* Materials & Design[J], 2024, 241: 112964.
- [7] 赵春玲, 杨金华, 李维, 等. 科技导报[J], 2023, 41(9): 27-35.  
ZHAO C L, YANG J H, LI W, *et al.* Science & Technology Review[J], 2023, 41(9): 27-35.
- [8] 郝浩辉, 党潇琳, 马晓康, 等. 材料工程[J], 2024, 4(52): 1-11.  
HAO H H, DANG X L, MA X K, *et al.* Journal of Materials Engineering[J], 2024, 4(52): 1-11.
- [9] 张立同. 纤维增韧碳化硅陶瓷复合材料——模拟、表征与设计[M]. 北京: 化学工业出版社, 2009: 126.  
ZHANG L T. Fiber-Reinforced Silicon Carbide Ceramic Composites——Modelling, Characterization & Design[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2009: 126.
- [10] HAY R S. Journal of the American Ceramic Society[J], 2018, 101(2): 831-844.
- [11] CAO S Y, WANG J, WANG H. Materials Science & Engineering: A[J], 2016, 673: 55-62.
- [12] CHEN Y H, CHEN Z K, ZHANG R Q, *et al.* Journal of the European Ceramic Society[J], 2021, 41: 5036-5045.
- [13] HE M Y, HUTCHINSON J W. International Journal of Solids and Structures[J], 1989, 25(9): 1053-1067.
- [14] KABEL J, HOSEMAN P, ZAYACHUK Y, *et al.* Journal of Materials Research[J], 2018, 33(4): 424-439.

- [15] MEI H, CHENG L. Carbon[J], 2009, 47(4): 1034-1042.
- [16] GROSS T S, NGUYEN K, BUCK M, *et al.* Carbon[J], 2011, 49(6): 2145-2147.
- [17] ICHIKAWA H. Annual Review of Materials Research[J], 2016, 46(1): 335-356.
- [18] GÜLOL O Ö, ÇOLAK Ü, YILDIRIM B. Journal of Nuclear Materials [J], 2008, 374 (1/2): 168-177.
- [19] LAMON J. Comprehensive Nuclear Materials[J], 2012, 2: 323-338.
- [20] YUAN M N, YANG Y Q, HUANG B, *et al.* Transactions of Nonferrous Metals Society of China[J], 2008, 18(4): 925-929.
- [21] YEGANEH-HAERI A, WEIDNER D J, PARISE J B. Science[J], 1992, 257(5070): 650-652.
- [22] CHOWDHURY S C, WISE E A, GANESH R, *et al.* Engineering Fracture Mechanics[J], 2019, 207: 99-108.
- [23] SUN Y, SINGH R N. Acta Materialia[J], 1998, 46 (5): 1657-1667.
- [24] 成来飞, 张立同, 梅辉. 陶瓷基复合材料强韧化与应用基础[M]. 北京: 化学工业出版社, 2019: 372.
- CHENG L F, ZHANG L T, MEI H. Strengthening and Toughening of Ceramic Matrix Composites and Application Basis [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2019: 372.
- [25] KUNTZ M, MEIER B, GRATHWOHL G. Journal of the American Ceramic Society[J], 1993, 76(10): 2607-2612.



专栏特约编辑张小锋

**张小锋**:男, 1986 年生, 正高级工程师、博士生导师, 广东省科学院新材料研究所(现代材料表面工程技术国家工程实验室)热喷涂研究中心副主任、广东省长兴实验室副主任。入选国家“优青”、广东省“杰青”人才项目, 获得广州市科技菁英、珠江新星人才称号。发明了航空发动机热障/环境障涂层镀铝表面改性技术, 在多型号航空发动机燃气轮机实现应用。主持 GF973 项目课题、两机国家重大专项课题、国家重点研发计划项目等 10 余项项目。以第一/通讯作者身份(含共同)在 *Nature Communica-*



特约撰稿人牛亚然

tions, Materials Science and Engineering: R 等期刊发表 SCI 论文 90 余篇(单篇最高被引 499 次)入选 2023 全球前 2% 顶尖科学家榜单,获授权国家发明专利 43 件。获广东省科技进步一等奖、广东省材料研究学会“青年科技奖”,中国有色金属学会“全国有色金属优秀青年科技奖”、“中国有色金属创新争先计划”、“杰出工程师青年奖”,中国有色金属工业科技进步一等奖(2 项)等。兼任中国硅酸盐学会特陶分会青工委副主任、中国机械工程学会表面分会青工委副主任、广东省材料研究学会青工委秘书长等,担任《材



特约撰稿人董琳

料研究与应用》执行主编, *Journal of Advanced Ceramics, Rare Metals* 期刊青年编委。

**牛亚然：**女，1978年生，中国科学院上海硅酸盐研究所研究员、博士生导师。长期从事陶瓷涂层材料的应用基础研究及开发工作。针对陶瓷涂层低缺陷高致密度制备难题、界面稳定性与可靠性、长时耐受极端苛刻环境等问题，开展涂层结构设计、原料优化、工艺改进、性能评价及失效机理分析等研究，开发了系列新型陶瓷涂层材料，获应用推广。主持国家重大专项、KJW 创新计划、国家自然科学基金、上



特约撰稿人杨晨曦

海市自然科学基金等项目 20 余项。在 *Corrosion Science*, *Journal of the European Ceramic Society*, *Surface and Coatings Technology* 等领域内知名期刊发表学术论文 130 余篇。申请国家发明专利 30 余项, 已授权 20 余项。获省部级科学技术进步奖 2 项, 入选中国科学院青年创新促进会、中国科学院特聘研究骨干岗位。

**董琳:**女, 1988 年生, 西安交通大学材料学院助理教授。主要从事表面工程技术、防护涂层、材料成型技术等的研究, 在环境障涂层致密化耐腐蚀方面取得重要进展, 在 *Corrosion*

*Science, Applied Surface Science, Journal of Advanced Ceramics*, 《中国腐蚀与防护学报》《中国机械工程》等国内外知名权威期刊上发表论文 10 余篇。主持/承担国家自然科学基金项目、自治区揭榜挂帅项目、航天领域企业横向项目、参与 2024 年教育部学位中心工程案例项目, 并参与国防预研、军工产学研等项目课题。

**杨晨曦:** 男, 1987 年生, 中国航发动力股份有限公司主任工程师。从事陶瓷基复合材料失效机理分析与高温防护涂层制备技术研发。主持和参与了国家自然科学基金项目、国家重点基础研究发展计划项目、中国航发自主创新项目等, 研究工作涉及基础研究、技术开发及产业应用。在陶瓷材料领域国际权威期刊 *Journal of the European Ceramic Society*, *Ceramics International*, *Surface & Coatings Technology* 等发表多篇学术论文。