环境温度对二维编织SiC/SiC复合材料拉伸性能的影响研究^{*}

杜金康1,于国强1,庞洋龙2,张华军3,梁小强4,高希光1,宋迎东1,5

(1. 南京航空航天大学 能源与动力学院 航空发动机热环境与热结构工业和信息化部重点实验室,

江苏南京 210016;

2. 中国航发四川燃气涡轮研究院,四川 成都 610500;

3. 空军装备部驻成都地区第二军事代表室,四川成都 610500;

4. 中国航空工业集团公司金城南京机电液压工程研究中心, 江苏南京 211106;

5. 南京航空航天大学 机械结构力学及控制国家重点实验室, 江苏南京 210016)

摘 要:为了研究环境温度对陶瓷基复合材料拉伸性能的影响,在室温和800℃,1000℃,1200℃ 惰性气体保护环境下开展了二维编织SiC/SiC复合材料的拉伸试验。采用数字图像相关技术采集了高温 环境下试件的变形数据。通过光学显微镜和扫描电子显微镜拍摄了试件的断口形貌。结果表明:800~ 1200℃内,二维编织SiC/SiC复合材料的拉伸应力-应变响应同样具有明显的双线性特征,初始线性段 的弹性模量与室温测试结果相近,高温环境下第二线性段弹性模量低于室温环境;800~1200℃惰性气 体环境下材料拉伸强度较室温环境低20%左右;温度主要影响材料中纤维与基体的结合状态和SiC纤维 的强度。一方面,温度越高断口纤维拔出情况越严重;另一方面,温度越高SiC纤维强度越低,二维编 织SiC/SiC复合材料强度也有所下降。

关键词:航空发动机;陶瓷基复合材料;二维编织SiC/SiC复合材料;拉伸性能;断ロ形貌
中图分类号:TB332 文献标识码:A 文章编号:1001-4055(2024)01-2209066-07
DOI: 10.13675/j.cnki. tjjs. 2209066

1 引 言

以燃烧室和涡轮叶片为例的航空发动机热端部 件在工作中承受着超高热负荷的作用,这类部件的 服役环境要求其制造材料具备优异的热机械与热化 学特性。陶瓷基复合材料因其具有高比强度、高比 模量、耐高温、抗烧蚀、抗氧化和低密度等特点被认 为是上述部件的理想应用材料^[1]。二维编织SiC/SiC 复合材料是近年来学者们关注较多的一种陶瓷基复 合材料,其在国外均已初步应用于工程实际^[2-4]。考 虑到航空发动机热端部件中不同部件之间、同一部 件不同位置的环境温度差异较大,为了在结构设计 中评估部件的强度和变形情况,必须明确环境温度 对材料拉伸性能的影响。 截止目前,国内外学者们对陶瓷基复合材料的 拉伸力学性能开展了大量研究工作。Prewo^[5]最早开 展了SiC/LAS层合板的单向拉伸试验,发现试验温度 会对材料的拉伸性能产生影响。Wang等^[6]开展了二 维编织C/SiC复合材料的拉伸试验,结果表明材料的 损伤起始于基体开裂,材料的断裂是由纱线内纤维 的损伤程度决定。陶永强等^[7]基于二维编织陶瓷基 复合材料的单向拉伸试验结果,指出拉伸应力-应变 曲线包含损伤初始、损伤发展和纤维断裂三个阶段。 梅辉等^[8]同样基于拉伸试验结果,提出陶瓷基复合材 料在拉伸载荷下的损伤演变过程中,主要损伤模式 包括基体开裂、横向纤维束开裂、纤维/基体界面脱 粘、纤维束断裂和纤维拔出。李潘等^[9]开展了二维编 织 SiC/SiC复合材料室温拉伸试验,获取了材料在室

引用格式: 杜金康,于国强,庞洋龙,等.环境温度对二维编织SiC/SiC复合材料拉伸性能的影响研究[J]. 推进技术, 2024, 45(1):2209066. (DUJK, YUGQ, PANGYL, et al. Effects of ambient temperature on tensile properties of 2D SiC/SiC composites[J]. Journal of Propulsion Technology, 2024, 45(1):2209066.)

^{*} 收稿日期: 2022-09-22; 修订日期: 2023-03-18。

基金项目:国家科技重大专项(2017-IV-0005-0042)。

作者简介: 杜金康, 博士生, 研究领域为陶瓷基复合材料高温力学性能。

通讯作者:于国强,博士,副教授,研究领域为陶瓷基复合材料失效机理与寿命预测。E-mail: ygq@nuaa.edu.cn

温环境下的拉伸应力-应变曲线和宏观断口形貌。 杨成鹏等^[10]研究了界面对陶瓷基复合材料拉伸性能 的影响,结果表明界面脱粘程度对材料的模量和强 度均有较大影响。上述试验研究成果阐明了室温环 境下陶瓷基复合材料的拉伸应力-应变响应特性,揭 示了室温环境下材料的损伤演变过程和主要失效 模式。

近些年,有学者进一步研究温度、氧气等环境因 素对陶瓷基复合材料拉伸性能的影响。Sánchez等^[11] 研究了纤维/基体间的界面性能对材料拉伸性能的影 响,研究结果表明界面性能受环境温度影响明显。 陈明明等^[12]开展了平纹层叠 SiC/SiC 复合材料在室温 和高温1200℃空气环境下的单向拉伸试验,其测试 结果表明1200℃空气环境下因界面层氧化导致断 口纤维拔出长度要高于室温环境,高温环境下的失 效应变更高。王锟等[13]在室温和高温1300℃惰性 气体和湿氧环境下开展了平纹编织 C/SiC 复合材料 的拉伸试验,结果表明温度和氧气环境都会影响材 料的拉伸强度和损伤过程。乔生儒等[14]开展试验研 究了 3D C/SiC 复合材料在室温至高温 1 500 ℃不同温 度下的拉伸性能,结果表明材料的损伤起始应力、基 体裂纹饱和应力和断裂应力均随温度升高而增大, 在1300℃达到最大值,随后开始下降。Lee等^[15]在 高温1100℃环境下开展了陶瓷基复合材料的拉伸 试验,结果表明在1100℃下材料仍然具有较高的强 度保持率。罗国清[16]试验研究了室温和高温环境下 3D C/SiC 复合材料的拉伸性能,指出温度对材料的拉 伸力学性能有较大影响。Guo 等^[17]对不同温度条件 下 SiC/SiC 复合材料的拉伸性能进行了试验研究,结 果表明不同温度下材料的拉伸应力-应变曲线均表 现出明显的非线性特征。Lu 等^[18]试验研究了高温 1 500 ℃氧化环境下,SiC/SiC小复合材料微观结构与 力学性能变化,结果表明在氧化环境下SiC/SiC小复 合材料的拉伸强度会随着温度的升高而逐渐降低。 Guo 等^[19]试验测试了高于1000℃的湿氧环境对SiC/ SiC复合材料微观结构与力学性能的影响,结果表明 高温湿氧环境下SiC/SiC复合材料的力学性能会由于 界面层被氧化而明显衰弱。上述研究结果表明,温 度和氧气等环境因素对陶瓷基复合材料的拉伸性能 存在显著影响。环境温度对不同组分和不同预制体 结构的陶瓷基复合材料拉伸性能的影响规律不同。 此外,温度和氧气环境两个因素之间存在耦合关系, 过往研究中针对温度单一因素对陶瓷基复合材料拉 伸性能影响的试验研究较少。

目前,公开文献中未见高温无氧环境下二维编 织SiC/SiC复合材料的拉伸性能研究。试件变形数据 采集是陶瓷基复合材料在高温无氧环境下力学性能 试验中的一大难题。Yu等^[20]在二维针刺C/SiC复合 材料的剪切试验中采用了数字图像相关(DIC,Digital Image Correlation)非接触式测量方法,结果证明这一 方法对复合材料的变形采集效果良好。本文分别开 展了室温环境,高温 800 °C,1000 °C,1200 °C惰性气 体环境下二维编织SiC/SiC复合材料的拉伸试验。采 用DIC技术实现了高温环境下试验拉伸变形数据的 采集,绘制得到各个测试温度下材料的拉伸应力-应 变曲线。在光学显微镜和扫描电子显微镜下对试件 断口进行了观测。基于结果分析了环境温度对材料 弹性模量、拉伸强度、失效应变的影响以及不同环境 温度下材料断口形貌的差异。

2 方 法

2.1 试验材料

本文所用材料为二维编织SiC/SiC复合材料。材料制备过程主要包括二维编织SiC预制体制备、BN 界面沉积和SiC基体沉积。预制体制备使用连续SiC 纤维在x,y方向以1:1体积分数比进行编织,厚度方 向的铺层数量为8层。采用化学气相沉积法(CVI, Chemical Vapor Infiltration)工艺在纤维表面沉积BN 界面和SiC基体。制备得到的材料中SiC纤维体积百 分比约为43.5%,基体体积百分比约为40.8%,孔隙率 约为15.7%。

参考 ASTM C1359-18 试验标准设计得到如图 1 所示的试验件图纸。其中,图 1(a)为室温环境下的 试验件尺寸。试验件长度为 120 mm,试验件厚度为 4 mm,夹持段宽度为 12 mm,标距段宽度为 8 mm。图 1(b)为高温环境下的试验件尺寸。高温环境下为了 满足试验需求,将试验件长度增加到了 200 mm,标距 段长度有所增加,其余尺寸与室温试验件相同。

2.2 试验方法

图 2 给出了室温与高温环境下二维编织 SiC/SiC 复合材料拉伸试验的试验过程及所用设备。如图 2 (a)所示,室温环境下采用电液伺服试验机进行加载, 在试验件标距段安装引伸计采集变形数据。如图 2 (b)所示,在高温拉伸试验中,本文采用了惰性气体 环境箱内置高温炉的方式来提供指定温度下的无氧 试验环境。环境箱通过气体管路连接真空泵和惰性 气体气源。通过真空泵多次抽真空以去除环境箱内 的氧气,惰性气体气源用于维持环境性内的无氧环





境并保持内外压差。高温炉内装有多个温度传感器 用于监测试件表面温度。本文采用非接触式的数字 图像相关技术来采集试件在高温拉伸过程中的变形 数据。如图2(c)所示,DIC技术所用设备主要包括 CCD相机、支撑支架、外部灯光和透视观察窗。当高 温炉内试件表面温度上升至800°C以上,试件周围 由于热辐射作用会呈现为红亮状态。为了消除热 辐射的影响,本文在CCD相机镜头前添加了固定波 长滤波片,采用蓝光灯代替LED等对试件表面进行 光亮补偿。试验均采用位移控制方式,加载速率为 0.2 mm/min。

试验完成后,使用DIC后处理软件对采集到的试件图像进行处理。如图3所示,框选图像中试件表面

散斑区域,选区大小横向宽度应不小于 2/3 的试件标 距段宽度。根据选区内部白色散斑的变化情况,计 算得到云图所示的试件变形分布。对云图数据进行 提取即可得到试件的变形与应变数据。使用扫描电 子显微镜对试验件断口进行观察,分析材断口形貌 的差异以及温度对材料拉伸性能的影响。

3 结果与讨论

3.1 应力应变响应分析

图 4 给出了室温、800 ℃,1 000 ℃,1 200 ℃四种 环境温度下测试得到的二维编织 SiC/SiC 复合材料的 拉伸应力-应变曲线。从图中可以看出,所有测试温 度下材料的拉伸应力-应变曲线变化趋势基本一致, 均表现出明显的双线性特征。可以看出,高温环境 下二维编织 SiC/SiC 复合材料的拉伸强度明显低于室 温环境的测试结果。初始线性段材料弹性模量在室 温环境与高温环境下基本一致。高温环境下材料第 二线性段弹性模量要比室温环境小,表明材料在高 温环境下具有更高的韧性。

表1给出了从拉伸应力-应变曲线中提取得到的 不同测试温度下二维编织SiC/SiC复合材料的拉伸强 度和失效应变数据的汇总结果。表中包含了各个测 试温度下两条曲线各自的数据和两者的平均值。

根据表1数据绘制得到了如图5所示的不同环 境温度下二维编织SiC/SiC复合材料拉伸强度的分布

Fixture

High temperature furnace



(a) Test equipment at room temperature





(c) DIC equipment



(d) Fixture for tensile test at elevated temperature

Fig. 2 Photo of test equipment



Fig. 3 DIC deformation calculation



Fig. 4 Tensile curve for 2D SiC/SiC composites at room and elevated temperature

 Table 1
 Summary of tensile strength and failure strain data of 2D SiC/SiC composites

Temperature/°C	Tensile strength/MPa	Failure strain/%
25	277(01)/272(02)/ 274.5(average)	0.74(01)/0.72(02)/ 0.73(average)
800	221(01)/221(02)/ 221(average)	0.43(01)/0.51(02)/ 0.47(average)
1 000	191(01)/205(02)/ 198(average)	0.28(01)/0.31(02)/ 0.30(average)
1 200	247(01)/213(02)/ 230(average)	0.66(01)/0.61(02)/ 0.64(average)

规律。从图中可以看出,800 ℃~1 200 ℃高温环境下 材料的拉伸强度均较室温环境更低,其中1000 ℃环 境下测试得到的拉伸强度最低。从分散性来看,室 温和800 ℃环境下不同试件之间的测试结果差别很 小,1000 ℃下两个数据之间的偏差为7.33%,1200 ℃ 下两个数据的偏差为16.0%。这一数据差异表明,环 境温度有可能会对二维编织SiC/SiC复合材料拉伸强 度的分散性产生影响,材料拉伸强度的分散性随着 温度升高有逐渐上升的趋势。

如图 6 所示,二维编织 SiC/SiC 复合材料在不同 温度下的失效应变分布趋势与拉伸强度结果相似, 更高的拉伸强度对应更大的失效应变。相较于拉伸 强度,不同温度下失效应变的变化程度更大,表明应 变对环境温度的敏感性更高。



Fig. 5 Tensile strength data of 2D SiC/SiC composites at different temperatures



different temperatures

3.2 断口形貌分析

图 7 给出了在光学显微镜下观察到的不同测试 温度下试件的断口形貌。对比图中结果可以看出, 室温环境下断口处相邻铺层的破坏位置差异较大, 同一铺层内沿加载方向的破坏位置也不一致,断口 参差不齐。相比之下高温环境的断口更为平整,表 明高温环境下二维编织 SiC/SiC 复合材料内部力学性 能更为均匀。从图中还可以看出,试验温度越高,断 口纤维拔出数量和长度越大。造成这一现象的可能 原因是随着温度的升高,纤维与基体之间的结合强 度会减弱。

进一步在扫描电子显微镜下对试件破坏断口进 行观测,拍摄得到断口细观形貌如图8所示。对比图 8(a)~(d)左侧断口截面可以进一步验证光学显微镜 下的观测结果,即室温环境下材料的拉伸断口参差 不齐,而高温环境下断口明显更为平整。进一步放 大视图,对比图8(a)~(d)右侧断口局部形貌可以清 晰地看到,三个高温拉伸试件局部纤维拔出数量明 显较室温拉伸试件多,拔出纤维的长度也更长。 1200℃拉伸试件断口纤维拔出长度也明显大于 800℃和1000℃的试件断口。基于上述断口观察结 果可以推测,环境温度会影响二维编织SiC/SiC复合 材料纤维与基体之间的结合强度。纤维与基体之间



Fig. 7 Optical microscope observation results of specimen fracture at different temperature



(a) Test specimen at room temperature









Fig. 8 Scanning electron microscope observation results of specimen fracture at different temperature

结合强度不同在试件断口细观形貌上表现为纤维拔 出数量和拔出长度的差异。从材料拉伸应力-应变 曲线的全过程来看,在初始线性段,材料内部无损伤 产生,室温与高温环境下材料的拉伸模量基本一致。 当载荷增加到基体开裂应力时,材料内部开始萌生 裂纹。随着载荷的增加,裂纹附近基体和纤维会发 生脱粘。在这一阶段,温度的影响开始显现。温度 越高材料内部纤维与基体之间结合强度越低,界面 脱粘程度越严重。这一现象在拉伸应力-应变曲线 上反映为相同载荷下,高温试件的变形更大。另一 方面,温度会影响SiC纤维的强度。高温环境下SiC 纤维的微观结构会发生改变,纤维强度会有所降 低^[21-22]。当载荷增大至接近试件的承受极限时,纤 维与基体之间的脱粘已得到充分发展,材料主要 由完好纤维承载。高温环境下由于纤维强度有所 削弱,导致二维编织SiC/SiC复合材料在高温下的拉 伸强度也较室温更低。

4 结 论

本文通过研究,得到如下结论:

(1)800~1200°C内,二维编织SiC/SiC复合材料的拉伸应力-应变响应呈现出与室温环境相同的双线性特征,环境温度对材料初始线性段影响不明显, 第二线性段弹性模量随温度升高而降低,温度越高材料的韧性越强。

(2)无氧环境下温度条件会对二维编织 SiC/SiC 复合材料的拉伸强度产生影响,800~1 200 ℃高温无 氧环境下材料拉伸强度较室温环境低 20% 左右。

(3)无氧环境下温度会影响二维编织 SiC/SiC 复 合材料纤维与基体的结合强度。温度越高,纤维与 基体的结合强度越弱,材料断裂时纤维拔出情况越 严重。

致 谢:感谢国家科技重大专项的资助。

参考文献

- [1] HALBIG M C, JASKOWIAK M H, KISER J D, et al. Evaluation of ceramic matrix composite technology for aircraft turbine engine applications [C]. Grapevine: 51st AIAA Aerospace Sciences Meeting Including the New Horizons Forum and Aerospace Exposition, 2013.
- VERRILLI M, CALOMINO A, THOMAS D J, et al. Characterization of ceramic matrix composite vane subelements subjected to rig testing in a gas turbine environment
 [C]. Seattle: Fifth International Conference on High Temperature Ceramic Matrix Composites, 2004.
- [3] ROBINSON R C, HATTON K S. SiC/SiC leading edge turbine airfoil tested under simulated gas turbine conditions [C]. Grapevine: 23rd Annual Conference on Composites, Materials, and Structures Sponsored by the American Ceramic Society, 1999.
- [4] MURTHY P, NEMETH N N, BREWER D N, et al. Probabilistic analysis of a SiC/SiC ceramic matrix composite turbine vane [J]. Composites Part B Engineering, 2008, 39(4): 694-703.
- [5] PREWO K M. Tension and flexural strength of silicon carbide fibre-reinforced glass ceramics [J]. Journal of Materials Science, 1986, 21(10): 3590-3600.
- [6] WANG Z G, LAIRD C, HASHIN Z, et al. The mechanical behaviour of a cross-weave ceramic matrix composite
 [J]. Journal of Materials Science, 1991, 26(19): 5335-5341.
- [7] 陶永强,矫桂琼,王 波,等.2D编织陶瓷基复合材
 料应力-应变行为的试验研究和模拟[J].固体力学学
 报,2010,31(3):258-268.
- [8] 梅 辉,成来飞,张立同,等.2维C/SiC复合材料的

拉伸损伤演变过程和微观结构特征[J]. 硅酸盐学报, 2007, 213(2): 137-143.

- [9] 李 潘,王 波,甄文强. 2D-SiC/SiC陶瓷基复合材料的拉伸本构模型研究[J].中国陶瓷工业,2013,20
 (5):10-14.
- [10] 杨成鹏,矫桂琼.界面对纤维增强陶瓷基复合材料 拉伸性能的影响[J].复合材料学报,2010,27(3): 116-121.
- [11] SÁNCHEZ J M, ELIZALDE M R, DANIEL A M, et al. Interfacial characterization of 2D woven SiC/SiC and crossply 0°/90° CAS/SiC composites [J]. Composites Part A Applied Science & Manufacturing, 1996, 27(9): 787-792.
- [12] 陈明明,陈秀华,张大旭,等.平纹叠层SiC/SiC复合 材料室温和高温拉伸行为与破坏机理[J].上海交通 大学学报,2019,53(1):11-18.
- [13] 王 锟,陈刘定,郑 翔.平纹编织C/SiC复合材料在 室温和高温环境下的拉伸行为[J].航空材料学报, 2010,30(1):78-84.
- [14] 乔生儒,罗国清,杜双明,等.3D-C/SiC复合材料的 高温拉伸性能[J].机械科学与技术,2004,23(3): 335-338.
- LEE S S, ZAWADA L P, STAEHLER J M, et al. Mechanical behavior and high-temperature performance of a woven nicalon/Si-N-C ceramic-matrix composite [J]. Journal of the American Ceramic Society, 1998, 81(7): 1797-1811.
- [16] 罗国清. 3D-C/SiC复合材料的拉伸性能[D]. 西安: 西北工业大学, 2003.
- [17] GUO S, KAGAWA Y. Temperature dependence of tensile strength for a woven boron-nitride-coated Hi-nicalon
 ™ SiC fiber-reinforced silicon-carbide-matrix composite
 [J]. Journal of the American Ceramic Society, 2001, 84
 (9): 2079-2085.
- [18] LU Z, YUE J, FU Z, et al. Microstructure and mechanical performance of SiC_r/BN/SiC mini-composites oxidized at elevated temperature from ambient temperature to 1500 °C in air[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2020, 40(8): 2821-2827.
- [19] GUO F, CHEN X, CHENG G, et al. Microstructural and mechanical evolution of SiC_t/SiC composites in wet oxygen atmosphere above 1000°C[J]. Ceramics International, 2022, 48(6): 8473-8480.
- [20] YU G, GAO X, XIE C, et al. In-plane shear damage behaviours of 2D needled C/SiC composites [J]. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 2019, 42 (2): 454-465.
- [21] YAO R, WANG Y, FENG Z, et al. The effect of hightemperature annealing on tensile strength and its mechanism of Hi-nicalon SiC fibres under inert atmosphere[J].

Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 2008, 31(9); 777–787.

[22] CAO S, WANG J, WANG H, et al. Effect of heat treat-

ment on the microstructure and tensile strength of KD-II SiC fibers [J]. Materials Science & Engineering A, 2016, 673: 55-62.

(编辑:白 鹭)

Effects of ambient temperature on tensile properties of 2D SiC/SiC composites

DU Jinkang¹, YU Guoqiang¹, PANG Yanglong², ZHANG Huajun³, LIANG Xiaoqiang⁴, GAO Xiguang¹, SONG Yingdong^{1,5}

(1. Key Laboratory of Aero-Engine Thermal Environment and Structure, Ministry of Industry and Information Technology,

College of Energy and Power Engineering, Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 210016, China; 2. AECC Sichuan Gas Turbine Establishment, Chengdu 610500, China;

The Second Military Representative Office of Air Force Equipment Department in Chengdu, Chengdu 610500, China;
 AVIC Nanjing Engineering Institute of Aircraft Systems, Nanjing 211106, China;

5. State Key Laboratory of Mechanics and Control Mechanical Structures, Nanjing University of

Aeronautics and Astronautics, Nanjing 210016, China)

Abstract: In order to study the effects of temperature on the tensile properties of ceramic matrix composites, tensile tests of 2D SiC/SiC composites were carried out under inert gas environments at room temperature and high temperature of 800 °C, 1 000 °C and 1 200 °C. The deformation data of the specimen under elevated temperature environment is collected using digital image correlation technology. The fracture morphology of the specimen was photographed by optical microscopy and scanning electron microscope. The results show that the tensile stress–strain response of the 2D SiC/SiC composites also has obvious bilinear characteristics in the range of 800 °C to 1 200 °C. The elastic modulus of the initial linear segment at elevated temperature is similar to the room temperature test results, the elastic modulus of the second linear segment at elevated temperature is lower than that of the room temperature environment. The tensile strength of materials in the inert gas environment of 800~ 1 200 °C is about 20% lower than that of the room temperature environment. The tensile strength of the SiC fiber. On the one hand, the higher the temperature, the more serious the pull–out of the fractured fiber. On the other hand, the higher the temperature, the strength of SiC fibers, and the strength of 2D SiC/SiC composites also decreases.

Key words: Aeroengine; Ceramic matrix composites; 2D SiC/SiC composites; Tensile properties; Fracture morphology

Received:2022-09-22;Revised:2023-03-18. DOI:10.13675/j.cnki.tjjs.2209066 Foundation item:National Science and Technology Major Project of China(2017-IV-0005-0042). Corresponding author:YU Guoqiang, E-mail: ygq@nuaa.edu.cn