

# 3D-C/SiC 复合材料在室温和 1300 的拉-拉疲劳行为

Tension-Tension Fatigue Behavior of 3D-C/SiC Composite at Room Temperature and 1300

杜双明, 乔生儒, 纪岗昌, 韩 栋 (西北工业大学超高温复合材料实验室, 西安 710072)

DU Shuang-ming, QIAO Sheng-ru, JI Gang-chang, HAN Dong  
(Super-high temperature composite materials laboratory,  
Northwestern polytechnical university, Xi an 710072, China)

**摘要:** 采用应力比为 0.1, 频率为 60Hz 的正弦波在室温和 1300 ,  $10^{-4}$ Pa 真空中对 3D-C/SiC 复合材料进行了拉-拉疲劳试验。同时用 SEM 分析了疲劳断口特征。结果表明: 若取循环基数为  $10^6$ , 1300 疲劳极限为 285MPa, 约为抗拉强度的 94%; 室温疲劳极限为 235MPa, 约为抗拉强度的 85%。1300 疲劳断口的纤维拔出长度比室温短。疲劳损伤主要起源于纤维束编织交叉部位, 随着疲劳循环次数的增加, 纤维束周围基体的损伤也不断加剧。

**关键词:** 3D-C/SiC 复合材料; 高温; 拉-拉疲劳; 疲劳损伤

**中图分类号:** TB332; TG113.25 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381 (2002) 09-0022-04

**Abstract:** Tension-tension cyclic-fatigue tests were conducted at room temperature and at 1300 in  $10^{-4}$  Pa vacuum under the condition with a sinusoidal loading frequency of 60 Hz and stress ratio of 0.1 for a three-dimensional-woven C-fiber-SiC-matrix composite (3D-C/SiC) prepared by chemical vapor infiltration (CVI). The results show that the fatigue limit (based on  $10^6$  cycles) at room temperature is about 235MPa, which is 85% of its ultimate tensile strength, and the fatigue limit at 1300 is about 285MPa, which is 94% of its ultimate tensile strength. Based on the examination of the damage initiation, propagation and fracture morphology, the fatigue damage of this composite was also investigated. Fiber (fibers-bundles) pullout length at 1300 is shorter than at R.T. The fatigue damage initiated from the crossing sites of fibers-bundles, the damage of matrix surrounding fibers-bundles propagates with cyclic numbers.

**Key words:** 3D-C/SiC composite; tension-tension fatigue; high temperature; fatigue damage

陶瓷基复合材料 (CMCs) 以其密度低、高比模、高比强及优良的高温性能引起了国内外材料工作者的极大兴趣<sup>[1]</sup>。碳纤维三维编织体增韧碳化硅陶瓷基复合材料 (3D-C/SiC) 以其整体性能强、增强增韧效果好而成为新一代航空发动机热端部件材料的主要候选材料之一<sup>[2]</sup>。近十年来, 有关一维、二维纤维预制体增韧陶瓷基复合材料疲劳性能的研究非常活跃, 也取得了很大的成果。一般认为: 一维、二维纤维增韧陶瓷基复合材料表现出明显的疲劳特性, 室温下的疲劳极限约为其抗拉强度的 80%, 高温下 CMCs 的疲劳极限约等于其比例极限。CMCs 的疲劳经历了基体开裂、基体裂纹饱和、纤维/基体界面处脱粘、纤维沿界面往复滑动、纤维断裂和纤维拔出等阶段。界面剪切力的降低以及界面滑动引起的纤维磨损是 CMCs 疲劳失效的主要机理<sup>[3-6]</sup>。随着 3D-C/SiC 等三维

CMCs 的开发与应用, 对其疲劳性能的研究显得非常迫切。由于三维编织体结构的特殊性和复杂性, 三维 CMCs 可能会表现出与一维、二维纤维增韧陶瓷基复合材料不完全相同的疲劳特性和损伤机制。迄今为止, 国内外对三维 CMCs 疲劳性能的研究鲜有报道。本工作就 3D-C/SiC 在室温和 1300 下的高周拉-拉疲劳性能进行了实验研究, 得出了疲劳寿命曲线, 并结合断口形貌分析对 3D-C/SiC 复合材料的疲劳损伤进行了初步分析。

## 1 试验材料、设备和方法

### 1.1 试验材料

试验中用纤维为日本 Toray 公司生产的 T-300 碳纤维, 采用三维编织的方法制备纤维预制体, 采用

CVI 法进行复合材料致密。3D-C/ SiC 复合材料由 T300 碳纤维、热解碳界面层、CVI-SiC 基体和孔隙组成。三维四向碳纤维编织体的编织角为 22°；热解碳界面层厚度约 0.2 m，热解碳界面层和 SiC 基体的沉积温度为 950 ~ 1000 。其基本性能见表 1。表中抗拉强度、弹性模量和比例极限（或基体裂纹生成应力）均为五个试样的平均值。

1.2 试验设备及试验条件参数

试验在乌克兰制造的 FT M-HT 疲劳试验机上进行。施加应力比  $R = 0.1$ ，频率 60Hz（正弦波）的拉-拉等幅循环载荷。试验温度为 1300 ，炉腔内真空度为  $10^{-4}$  Pa。拉-拉疲劳试样的结构尺寸如图 1 所示。

表 1 3D-C/SiC 复合材料的基本性能

Table 1 Main properties of 3D-C/SiC composite material

纤维体 积分数 / %	密度/ g·cm <sup>-3</sup>	空隙率 / %	抗拉强度 / MPa		比例极限 / MPa		弹性模量 / GPa	
			R. T.	1300	R. T.	1300	R. T.	1300
40-45	2.01	17	276	304	58.5	196.6	103	93.5

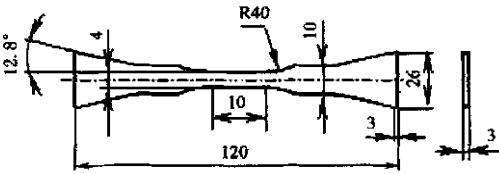


图 1 拉-拉疲劳试样示意图

Fig. 1 Schematic of specimen for tension-tension fatigue

1.3 显微组织与疲劳断口分析

为了研究该复合材料疲劳过程中结构的变化和断裂机制，利用 SEM 对沿宽度方向试样标距中心区域（3mm）表面的形貌特征和疲劳断口形貌进行了观察分析。

2 结果与讨论

2.1 疲劳应力-寿命 (S-N) 曲线

3D-C/ SiC 复合材料在室温和 1300 的疲劳应力-寿命曲线如图 2. 所示。可以看出，3D-C/ SiC 的疲劳寿命大致可分为低寿命区 ( $N_f < 10^3$  周)、中寿命区 ( $10^3 < N_f < 10^6$  周) 和长寿命区 ( $N_f > 10^6$  周) 三个区域。应力接近抗拉强度时，断裂发生在低寿命区；应力介于断裂强度和疲劳极限之间时，断裂发生在中寿命区；应力小于疲劳极限时，断裂发生在长寿命区。与室温疲劳寿命曲线相比较，在 1300 的中寿命区内，疲劳寿命曲线的下降斜率较小，应力范围也相应较小。若取循环基数为  $10^6$  周，3D-C/ SiC 的室温疲劳极

限可以认为是 235MPa，约为抗拉强度的 85%；高温疲劳极限可以认为是 285MPa，约为抗拉强度的 94%，该值远大于材料在相应温度的比例极限值。3D-C/ SiC 复合材料在 1300 的疲劳极限比室温高的原因，一方面是由于 1300 的抗拉强度比室温高，另一方面可能是由于热应力的作用使得纤维沿界面滑动的阻力增大所致<sup>[7]</sup>。

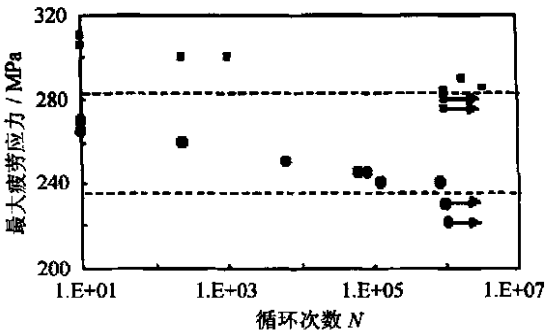


图 2 3D-C/SiC 在室温和 1300 的最大疲劳应力-寿命曲线

Fig. 2 Maximum fatigue stress versus cycle to failure of 3D-C/ SiC composite at room temperature and 1300

2.2 疲劳断口特征

图 3 是不同温度下疲劳试样的断口形貌。可以看出，室温下的断口（图 3a）起伏较大，既存在纤维束的拔出，也存在纤维束内纤维的拔出；而 1300 的断口（图 3b）起伏较小，纤维束的拔出相对较短，纤维束内仅存在少量纤维拔出且拔出长度较短。1300 时，300MPa 断口的纤维束拔出（图 3c）比 286 MPa 断口的纤维束拔出更短。这说明温度、应力以及由应力决定的循环次数对疲劳过程中纤维束以及束内纤维的拔出行为均有影响。

2.3 疲劳损伤

在 1300 真空介质条件下，碳纤维和碳化硅基体本身的结构和性能并没有发生明显变化<sup>[8]</sup>。因此，基体开裂、界面的脱粘和滑动损伤仍是 3D-C/ SiC 复合材料疲劳损伤的主要机制<sup>[5]</sup>。三维编织体增强的陶瓷基复合材料存在两类界面，第一类是纤维束内纤维与周围基体形成的界面，第二类是纤维束与周围基体之间形成的界面。材料制备工艺和疲劳实验温度下的残余热应力都会影响这两类界面的结合强度。

碳化硅基体主要存在于纤维束内部的纤维与纤维之间。本试验用纤维与基体结合较强；而纤维束表面的碳化硅较少，纤维束表面与周围基体的界面呈显示较弱的结合，并在纤维束编织交叉处形成许多空洞。3D-C/ SiC 复合材料的制造温度为 950 ~ 1000 ，由于

沿纤维径向碳纤维的热膨胀系数 ( $\alpha_f = 7 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ) 大于碳化硅的热膨胀系数 ( $\alpha_m = 4.8 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )<sup>[9]</sup>, 冷却到室温后, 材料会产生残余拉应力, 温度升高到 1300 °C, 则会产生残余压应力。残余拉应力的存在在一定程度上会改善纤维/基体界面的结合状况。残余热应力的存在则使得材料的界面滑动阻力更大, 1300 °C 疲劳断口的纤维拔出较短以及疲劳寿命曲线的下降斜率较小等事实都证明了这一点。如果材料的纤维/基体界面结合强度过高, 当基体裂纹扩展到界面时, 要么被界面中止, 要么穿越界面继续扩展, 不存在纤维沿界面的滑动<sup>[9]</sup>。通过分析和比较疲劳寿命曲线的下降斜率并结合断口特征, 可以认为, 对于 3D-C/SiC 复合材料, 在室温下纤维/基体界面的滑动磨损在其疲劳失效过程中起重要作用, 但在 1300 °C, 纤维/基体界面的滑动磨损作用非常有限。

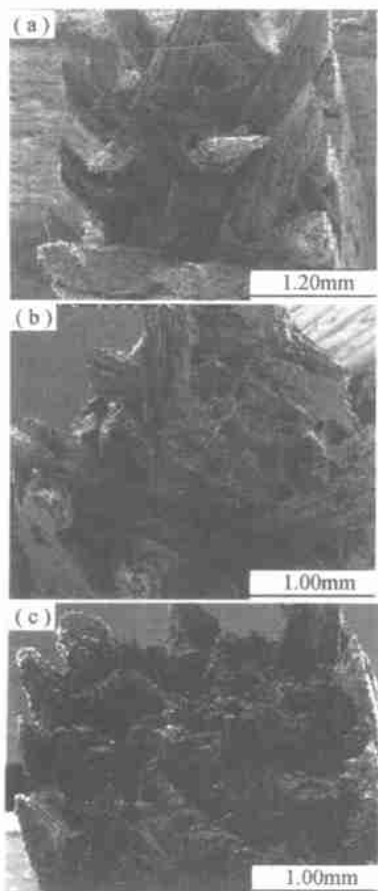


图3 疲劳断口形貌 (a) 室温, 240MPa,  $N = 8.6 \times 10^5$ ;  
(b) 1300 °C, 286MPa,  $N = 1.8 \times 10^6$ ;  
(c) 1300 °C, 300MPa,  $N = 240$

Fig. 3 Morphology of fatigue fracture (a) R.T. 285MPa,  $N = 8.610^5$ ; (b) 1300 °C, 286MPa,  $N = 1.8 \times 10^6$ ;  
(c) 1300 °C, 300MPa,  $N = 240$

出, 连接单元胞对角线的四束纤维交汇于单元胞的中心。3D-C/SiC 复合材料在拉伸加载过程中, 相互交叉的纤维束由于与拉伸轴取向不同, 会产生的不均匀应变。空洞的存在一方面使得纤维束编织交叉部位引起

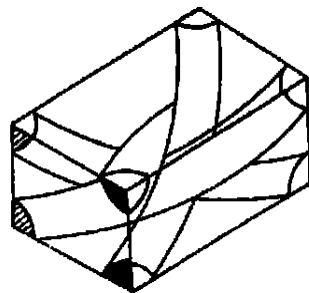


图4 三维编织体的结构单元

Fig. 4 Schematic of the structural cell for 3D-C/SiC composite

应力集中, 另一方面也为纤维束的协调变形提供了空间, 利用摄像机对 3D-C/SiC 拉伸过程进行连续观察, 发现纤维束在拉伸过程中发生了转动。图 5 是 3D-C/SiC 复合材料在 1300 °C, 285MPa 条件下的疲劳损伤照片。疲劳前, 试样的纤维束编织交叉处存在明显空洞 (图 5a)。在疲劳初期, 可以观察到纤维束编织交叉部位的基体开裂 (图 5b)。当基体裂纹扩展到纤维束/基体界面时, 根据施加的最大疲劳应力有以下三种情况: (1) 如果最大疲劳应力小, 裂纹不再扩展, 材料最终不会破坏, 存在着疲劳极限, 这种情况对应于疲劳曲线的长寿命区; (2) 如果最大疲劳应力较大, 裂纹沿界面转向, 界面脱粘, 随着循环次数的增加, 纤维束之间基体不断开裂, 纤维束/基体界面损伤加剧 (图 5c), 当纤维束周围基体以及纤维束/基体界面的损伤发展到不能传递载荷时, 纤维束断裂, 材料失效, 纤维束拔出较长, 这种情况对应于疲劳曲线的中寿命区; (3) 如果最大疲劳应力更大, 裂纹穿越界面继续扩展直到材料断裂, 其断裂形式类似于静态断裂, 这种情况对应于疲劳曲线的短寿命区。

综合以上分析, 在 3D-C/SiC 复合材料的拉-拉疲劳损伤中, 3D-C/SiC 复合材料的疲劳损伤主要起源于纤维束编织交叉部位, 纤维束周围基体的损伤以及纤维 (或纤维束) 与周围基体之间的损伤是该材料疲劳损伤的主要形式。

### 3 结论

(1) 3D-C/SiC 复合材料在 1300 °C 具有很强的抗疲劳性能, 若取循环基数为  $10^6$  周, 1300 °C 的疲劳极

图 4 为三维编织预制体的结构示意图。可以看

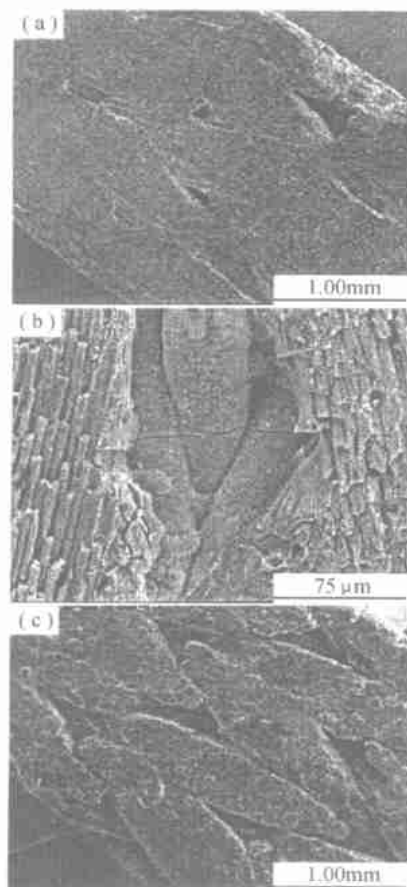


图5 285MPa 应力作用下的的疲劳损伤演化

(a) 原始试样; (b)  $N = 300$  次; (c)  $N = 1.8 \times 10^6$

Fig.5 Evolution of the fatigue damage of 3D-C/SiC composite under 285 MPa

(a) original; (b)  $N = 300$ ; (c)  $N = 1.8 \times 10^6$

限可认为是 285MPa, 约为抗拉强度的 95%, 室温疲劳极限可认为是 235MPa, 约为抗拉强度的 88%。较强的界面结合有利于疲劳强度的提高。

(2) 温度对疲劳断口形貌影响较大。1300 疲劳断口的纤维拔出长度比室温的短。

(3) 3D-C/SiC 复合材料的疲劳损伤主要起源于纤维束编织交叉部位, 随着疲劳循环次数的增加, 纤维束周围基体的损伤以及纤维 (或纤维束) 与周围基体之间的损伤也不断加剧。

#### 参考文献

- [1] Clarke R D. Interpenetrating phase composites[J]. J Am Ceram Soc, 1992; 75 (4): 735.
- [2] Y D Xu, L T Zhang. Mechanical Properties of 3D fiber reinforced C/SiC Composites [J]. J Mater Sci Eng, 2001; A300: 1897.
- [3] S Zhu, M Mizuno. Monotonic tension, fatigue and creep behavior of SiC-fiber-reinforced SiC-matrix composites: a review [J].

Composites Science and Technology. 1999; 59: 833—851.

- [4] Z G Wang, et al. The mechanical behavior of a cross-weave ceramic matrix composite[J]. J Mater Sci 1991; 26: 5335—5341.
- [5] Winfred L Morris. Fatigue mechanisms in graphite/SiC composites at room and high temperature [J]. J Am Ceram Soc, 1994; 77: 792—800.
- [6] P Reynaud. Cyclic fatigue of ceramic-matrix composites at ambient and elevated temperatures[J]. Composites Science and Technology. 1996; 56: 809—814.
- [7] M Mizuno, S Zhu, Y Nagano, et al. Cyclic-fatigue behavior of SiC/SiC composites at room and high temperatures [J]. J Am Ceram Soc, 1996; 79: 306—77.
- [8] G Biotier, J Vicens, J L Chermant. Understanding the creep behavior of a 2.5D C/SiC composites - From macroscale to nanoscale and morphology investigation towards creep mechanism [J]. Mater Sci Eng, A 313 (2001) 53—68.
- [9] Stephen F Shuler. Influence of loading frequency on the room-temperature fatigue of carbon-fiber/SiC-Matrix composite [J]. J Am Ceram Soc, 1993; 76: 2327—2336.

收稿日期: 2002-03-20

作者简介: 杜双明 (1964-), 男, 讲师, 博士生, 主要从事陶瓷基复合材料疲劳性能的研究. 联系地址: 西安市西北工业大学 547 信箱 (邮编: 710072)。

\* \* \* \* \*

(上接第 6 页)

含量的高低存在对应关系, 即晶界相的析出量越少且晶界相中  $C_r$  含量越低, 合金的阻尼性能就越好, 反之亦然。

#### 参考文献

- [1] Igor S Golovin. Metall Mater Trans A, 1994, 25A: 111.
- [2] D Pulino-Sagradi, M Sagradi, A Karimi. Scripta Materialia, 1998, 39: 131.
- [3] A Karimi, Ch Azcoitia, J Degauque. J. Mag. Mater, 2000, 215—216: 601.
- [4] H Masumoto, M Hina, S Sawaya. Trans. JIM, 1984, 25: 891.
- [5] A Karimi, P H Giauque, J L Martin. Mater Sci Forum, 1995, 179—181: 679.
- [6] 王卫国, 周邦新, 郑忠民. 金属学报, 1998, 34: 1039.
- [7] 王卫国, 周邦新, 郑忠民. 金属学报, 2000, 36: 81.
- [8] WANG Weiguo, ZHOU Bangxin. Materials and Design, 2000, 21: 541.
- [9] 王卫国. Fe-Cr-Al-Si 合金阻尼性能及阻尼机制研究 [D]. 中国核动力研究设计院, 1998.
- [10] George J Shubat. Metals Handbook, 8<sup>th</sup> Edition, 1973.

收稿日期: 2002-04-09; 修订日期: 2002-07-09

作者简介: 王卫国 (1965-), 男, 博士, 副教授, 主要从事新型减振合金研究和金属材料晶界结构优化研究. 联系地址: 山东理工大学机械工程学院 (山东淄博) (邮编: 255012)。