

热压工艺对 $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$ 复合材料结构与力学性能的影响

贾德昌 周玉 雷廷权

(哈尔滨工业大学 哈尔滨 150001)

文 摘 采用真空热压烧结工艺制备了 SiO_2 短纤维补强增韧的 SiO_2 玻璃陶瓷基复合材料,研究了烧结温度和保温时间对其显微结构和力学性能的影响规律。结果表明, $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$ 复合材料的强度和韧性较石英玻璃有明显改善;延长热压保温时间、提高烧结温度,虽有利于材料致密化,但析晶量增加和纤维退化更严重,复合材料的强度和断裂韧性随之下降。

关键词 陶瓷基复合材料,显微结构,力学性能

Influence of Hot-Pressing Process on Microstructure and Mechanical Properties of $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$ Composites

Jia Dechang Zhou Yu Lei Tingquan

(Harbin Institute of Technology Harbin 150001)

Abstract SiO_2 fibre reinforced SiO_2 matrix composites were prepared by vacuum hot-pressing at different temperatures holding time, and their microstructure and mechanical properties were then investigated. It was concluded that flexural strength and fracture toughness of the composites were greatly improved compared with that fused SiO_2 but tended to decrease with increasing holding time and sintering temperature. This could be principally attributed to the impairment of SiO_2 fibres due to their crystallization.

Key words Ceramic composite, Microstructure, Mechanical properties

1 引言

熔石英玻璃陶瓷基复合材料具有耐热冲击、耐烧蚀、透波、抗离子云侵蚀、抗激光、抗核辐射、质轻等特性,是重要的航天器耐热结构材料,并已在某些航天器耐热部件上获得重要应用,因此深受各国瞩目。美国洛克希德公司生产出具有抗核辐射和抗激光的 SiC 或 C 纤维增强 SiO_2 陶瓷基复合材料。用 SiC 纤维增强的 $\text{TiO}_2 - \text{SiO}_2$ 、 Al_2O_3 纤维增强的 SiO_2 等也具有相近性能。本文采用三种真空热压烧结工艺,制备了 SiO_{2f} (SiO_2 短纤维) 补强增韧的 SiO_2 玻璃

陶瓷基复合材料,研究了烧结温度和保温时间对其显微结构和力学性能的影响规律。

2 材料制备及试验方法

将切短的 SiO_2 纤维按相同的体积配比同 SiO_2 玻璃粉末混合,在相同的热压压力下 (20 MPa) 进行热压烧结,试样代号及其相应的烧结温度和保温时间见表 1。

采用排水法测定试样密度,在 Instron —1186 型电子拉伸试验机上测定三点抗弯强度和断裂韧性。三点抗弯强度试样尺寸为 $3\text{ mm} \times 4\text{ mm} \times 40\text{ mm}$,

收稿日期:1999-11-29;修回日期:2000-03-09

贾德昌,1969 年出生,副教授,主要从事陶瓷基复合材料和机械合金化 Al 基复合材料的研究工作
宇航材料工艺 2001 年 第 1 期

— 29 —

垮距为 30 mm,压头移动速率为 0.5 mm/min。断裂韧性采用单边缺口梁法 (SENB) 测定,试样尺寸为 2 mm × 4 mm × 20 mm,垮距为 16 mm,切口宽度为 0.25 mm,切口深度为 2 mm,压头移动速率为 0.05 mm/min。

复合材料的物相分析在日本理学电机 D/max-rB 型 X 射线衍射仪上进行,在 40 kV 的加速电压和 50 mA 的电流下,采用 Cu-K 射线以 10°/min 的速度扫描。采用扫描电子显微镜 (SEM) 观察断口形貌。

表 1 试样代号及其相应的制备工艺参数

Tab. 1 Fabrication processing parameters of the specimens

试样代号	烧结温度/	保温时间/min
1#	T	t
2#	T	$t + 15$
3#	$T + 50$	$t + 15$

3 结果与讨论

3.1 物相分析

图 1 为三种工艺条件下制备的复合材料的 XRD 图谱。可见,原始混合态和复合粉末的 XRD 图谱为明显的非晶态馒头峰(其中各别显示晶态的尖峰为少量添加剂的衍射峰),经过三种工艺条件的烧结,原始非晶态材料均发生了不同程度的晶化,根据称重法估算,1#、2# 和 3# 试样的晶化量分别约为 40%、50% 和 70%。 SiO_2 玻璃陶瓷的晶化,将会损害复合材料的抗热冲击性能,因为晶化生成 β -方石英后^[1],材料的热膨胀系数将会成倍提高。所以从这个角度讲,本试验所选用的热压烧结温度仍有所偏高,应适当下调。

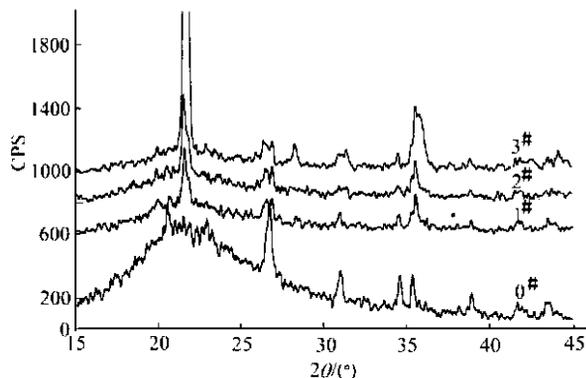


图 1 $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$ 复合材料的 XRD 图谱

(0# : 原始混合态粉末)

Fig. 1 XRD patterns of the $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$ composites

(0# : composite powder as mixed)

3.2 材料的致密化情况

从图 2 所示三种试样的密度和相对密度的变化情况可知,本文所用烧结制度能够获得致密度相当高的复合材料,其相对密度均在 98% 以上,其中 3# 试样接近完全致密。总体来看,由于在最低温度下烧结的 1# 试样致密度已经高达 98%,所以保温时间延长或者提高烧结温度对材料致密度的影响已经非常微弱。可见通过降低烧结温度、缩短保温时间,使析晶量进一步减少,同时使材料达到较高的致密度,以便更好地满足实际工程中抗热冲击与结构强度的综合要求,是完全可行的。

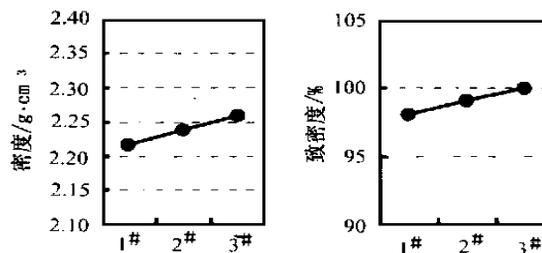


图 2 $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$ 复合材料的密度与致密度

Fig. 2 Densities and relative densities of the $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$ composites

3.3 力学性能

图 3 示出了复合材料力学性能的变化规律。随着保温时间延长和烧结温度的提高,除弹性模量因材料致密度有少量增加而呈现微弱的增加外,复合材料的抗弯强度和断裂韧性反而均有不同程度的下降,这与通常情况下材料力学性能随致密度增加而增大的规律不同,估计主要是由于原材料中 SiO_2f 析晶和本身退化所致。原材料中 SiO_2f 比 SiO_2 粉末更容易析晶,所以说材料的析晶与 SiO_2f 退化是同步的,烧结温度越高、保温时间越长, SiO_2f 退化和材料析晶越严重,所以 SiO_2f 在其中的强韧化作用将随之削弱。可见在烧结温度足够实现材料致密化的条件下,没有必要保温太长的时间。即使如此,三种工艺条件下,复合材料的抗弯强度和断裂韧性均比石英玻璃有显著改善,说明 SiO_2f 起到了较好的强韧化作用。

对复合材料的断口形貌进行了 SEM 观察(见图

宇航材料工艺 2001 年 第 1 期

4) ,发现三种试样的断口形貌非常一致 ,断口平直光滑 ,很难观察到 SiO_2f 存在和拔出的迹象。据此 , SiO_2f 经过高温热压烧结发生了明显的退化 ,已与基体 SiO_2 融为一体。说明材料的高致密度是以 SiO_2f 退化为代价的 ,烧结温度越高 ,纤维退化越严重。这主要是因为 SiO_2f 与 SiO_2 基体存在很好的相容一致性 , SiO_2f 发生退化现象比较容易。这就提示我们在制备此系列复合材料时 ,不要单纯追求复合材料的高致密度 ,在保证材料适度致密满足工程应用的结构强度或者防渗漏的前题下 ,尽量降低烧结温度 ,以防止 SiO_2f 过度退化 ,同时还能防止石英玻璃纤维和石英玻璃基体的析化 ,从而获得优良的综合性能。

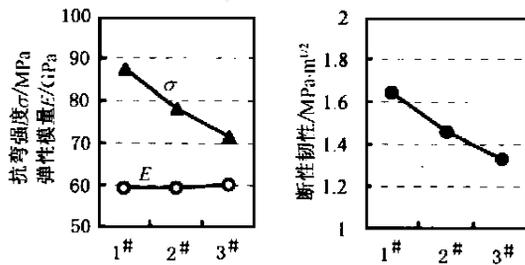
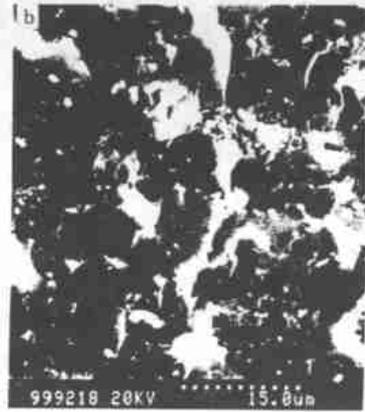


图3 $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$ 复合材料的力学性能

Fig. 3 Mechanical properties of the $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$ composites



(a) 1# 试样



(b) 2# 试样



(c) 3# 试样

图4 $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$ 复合材料的 SEM 断口形貌 2 000 ×

Fig. 4 SEM images of fracture surfaces of the $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$ composites 2 000 ×

4 结论

真空热压烧结的 SiO_2f 补强增韧 SiO_2 玻璃陶瓷基复合材料 ,强度和韧性较石英玻璃均明显改善。延长烧结保温时间、提高烧结温度有利于致密化 ,但析晶量增加 ,纤维退化更严重 ,复合材料强度和断裂韧性均随之下降。

参考文献

1 韩欢庆.几种 SiO_2 基复合材料的组织结构与性能.哈尔滨工业大学硕士论文,1995

特别声明

本刊 2000 年经国家新闻出版署核后 ,刊号由 ISSN1007—2330 改为 ISSN1007—2330 ,并从 2001 年第 1 期启用 ,特此声明。
CN11—3635/V CN11—1824/V

本刊编辑部