

2D - C/SiC缺口试样的拉伸行为

侯军涛 乔生儒 韩 栋 吴小军 李 玫

(西北工业大学超高温结构复合材料实验室,西安 710072)

文 摘 研究了具有双边对称圆弧缺口(试样厚 3 mm宽 4 mm,缺口半径 2 mm,缺口深 0.6 mm)的二维正交编织 C/SiC试样在室温空气中与高温真空下拉伸行;测量了拉伸过程中的应力、应变、初始模量和电阻;并用 SEM 观察断口。结果表明,2D - C/SiC材料除室温下缺口试样的拉伸强度低于光滑试样外,高温下两者基本相当,两者都随温度的升高变化也基本一致。高温下缺口试样拉伸强度与光滑试样相当说明,该材料对应力集中不敏感;室温时对应力集中敏感。缺口试样的断裂应变要远小于光滑试样的断裂应变。2D - C/SiC材料缺口试样基体裂纹开裂应力随着试验温度的上升逐渐增加。缺口试样的相当模量高于同一温度下光滑试样的弹性模量,两者都随着试验温度上升而增加,在 1100 达最大值,然后开始下降。电阻表征的损伤大体上随载荷增加而增加,1300 和 1500 条件下,较小载荷范围内有下降现象。从室温到 1500 ,所有断口中与载荷方向垂直的纤维束断裂面平整,平行于载荷方向的纤维束断面参差不齐。2D - C/SiC 复合材料总体上仍属于脆性断裂,局部上有纤维或纤维束内小的纤维集团拔出,吸收了较多的能量,存在增韧机制。

关键词 缺口,2D - C/SiC,高温拉伸,电阻,损伤

Tensile Behaviors of 2D - C/SiC Notched Specimens

Hou Juntao Qiao Shengru Han Dong Wu Xiaojun Li Mei

(Ultra-High-Temperature Structural Composite Laboratory, Northwestem Polytechnical University, Xi 'an 710072)

Abstract Tensile behaviors of 2D - C/SiC notched specimens are investigated at room temperature (RT) and elevated temperature in vacuum. The strain, stress, initial modulus and electrical resistance in the tensile progress are measured and the tensile fracture morphology is observed with SEM. The results indicate that the fracture stress of 2D - C/SiC notched specimens is smaller than that of un-notched specimens at RT. At high temperature they are rough equal and increase with temperature elevation. At high temperature, what they are equal roughly indicates that the fracture stress of 2D - C/SiC is insensitive to stress concentration, whereas, sensitive at RT. Fracture strain of 2D - C/SiC notched specimens is far lower than that without notch. The matrix cracking stress ascends gradually with the temperature increase. Equivalent modulus of 2D - C/SiC composite notched specimens is bigger than that of samples without notch at the same temperature, both of them rise with temperature elevation, reaching up to the maximum at 1100 , then decrease. The damage evaluated by electrical resistance takes on lifting with temperature on the whole. There are "decline" phenomena in smaller range of load at 1300 and 1500 . From RT to 1500 , all of the tensile fracture morphology show that the all of the fractures of fiber bundles vertical to load direction are smooth, and those parallel to load direction are irregular. 2D - C/SiC notched specimens fracture morphology belongs to brittle rupture as a whole, but at local parts there is fiber/small fiber group pullout and this consumes more energy, that is to say, toughness mechanism exists.

Key words Notch, 2D - C/SiC, Tensile at elevated temperature, Electrical resistance, Damage

收稿日期:2005 - 05 - 16;修回日期:2005 - 06 - 15

基金项目:国防预研项目

作者简介:侯军涛,1977年出生,博士研究生,主要从事陶瓷基复合材料的研究

1 引言

C/SiC 复合材料是典型的陶瓷基复合材料 (CMC), 具有高比强、高比模、耐高温和低密度等特点, 在航空航天领域具有广阔的应用前景^[1-2]。因碳纤维增强相的引入, C/SiC 材料在破坏时会出现微裂纹、裂纹偏转、纤维桥接、界面滑移和脱粘、纤维断裂和拔出等增韧机制, 改善了材料的力学性能。其拉伸性能很大程度上依赖于界面的表现, 界面结合较弱时, 裂纹容易偏转, 界面易于滑移, 纤维易于拔出, CMC 表现出一定的“伪塑性”, 强度相对较高; 界面结合强时, 基体产生的裂纹容易通过界面扩展到纤维内部, 引起纤维断裂, 导致复合材料破坏, 强度相对较低。典型连续纤维增强 CMC 的拉伸曲线^[3]分三个阶段, 对应三种不同损伤机制。CMC 拉伸曲线与松散纤维束拉伸曲线不同, 没有平缓应力下降阶段, 载荷在很小的应变范围内完全卸掉^[4]。

C/SiC 在工程中作为高温结构件, 不可避免存在孔、圆角和沟槽等, 引起了应力集中, 对拉伸性能会产生一定的影响。缺口应力集中对其拉伸行为产生的影响尚不清楚。鉴于此原因, 本文从损伤角度出发, 对一种 2D - C/SiC 复合材料缺口试样的拉伸行为进行了研究。

2 试验

2.1 材料

T300 3K 碳纤维二维正交叠层成预制体, 分别在 950 ~ 1 000 °C 沉积热解碳涂层和 SiC 基体, 其中热解碳界面层厚 0.2 μm, 最后在试样表面用 CVD 方法沉积 50 μm 的 SiC 保护层。所得复合材料的碳纤维体积分数为 40%, 密度为 2.01 g/cm³, 孔隙率为 17%。

试样形状和尺寸见图 1。双边对称圆弧缺口半径为 2 mm, 深 0.6 mm。试样厚 3 mm, 宽 4 mm。

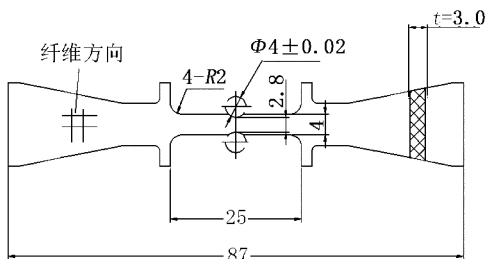


图 1 缺口拉伸试样示意图

Fig 1 Schematic of notched tensile specimens

2.2 试验

拉伸试验使用外加热式超高温拉伸试验机, 在室温空气中与 1 100、1 300、1 400 和 1 500 °C 真空条件下 (1×10^{-4} Pa) 进行。加热速率为 30 °C/min, 保温时间为 10 min, 试验中温度波动范围控制在 ± 3 °C; 加载速度为 0.332 mm/min。

用计算机和 x - y 记录仪记录拉伸曲线, 并用 QJ84 数字直流电桥测量拉伸过程中的电阻。其最小分辨率为 10^{-4} Ω。拉伸断口用扫描电子显微镜 H IACH I S - 570 观察。

3 结果和讨论

试样标距中存在缺口, 理论应力集中系数可由式 (1) 进行计算^[5]。

$$K_t = 1 + \left[\frac{1}{1.55 \frac{B}{b} - 1.3} \cdot \frac{d}{r} \right]^n \quad (1)$$

其中, $n = \frac{B/b - 1 + 0.5 \sqrt{d/r}}{B/b - 1 + \sqrt{d/r}}$

式中, B、b、d/2、r 分别为试样标距内宽度、缺口处宽度、缺口深度和缺口半径。计算得到 2D - C/SiC 缺口试样的理论应力集中系数值为 1.46。

3.1 拉伸强度

σ_s 为光滑试样的拉伸强度, σ_n 为缺口试样的拉伸强度。拉伸强度均取断裂时的名义应力, 即断裂载荷除以试样的净横截面面积得到, 其中缺口试样取缺口区域的最小横截面面积计算。

缺口试样和光滑试样的拉伸强度和缺口敏感度 (NSR)^[6] 即光滑试样与缺口试样的拉伸强度 (σ_s 和 σ_n) 的比值如图 2 所示。

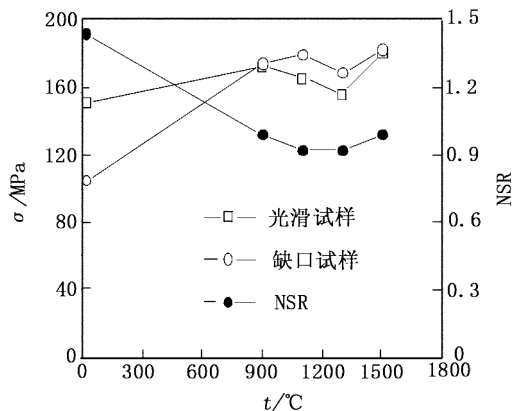


图 2 2D - C/SiC 的拉伸强度及 NSR

Fig 2 NSR and fracture stress of 2D - C/SiC

低于 900 时,随试验温度的上升, σ_f 和 σ_m 都有所增加,并且先后分别在 900 和 1 100 后出现小幅度下降。在 900 到 1 500 ,甚至在更高温度下, σ_f 和 σ_m 均高于室温。2D - C/SiC 的制造温度为 950 ~ 1 000 ,因纤维和基体线膨胀系数不同,所制得的 2D - C/SiC 复合材料在室温存在很大的残余应力,因此室温时 σ_f 和 σ_m 较低,随着温度的升高,残余应力部分松弛,因此 σ_f 和 σ_m 随之升高。

从图 2 中还可以看出,2D - C/SiC 材料室温下 σ_m 低于 σ_f ,高温下两者基本相当,随温度的升高变化也基本一致。高温下 σ_m 与 σ_f 相比不下降,说明该材料的拉伸强度不受缺口的影响,对应力集中不敏感;室温时,NSR 为 1.44,理论应力集中系数为 1.46,两者基本相当,说明室温下材料对应力集中敏感。

3.2 断裂应变

缺口试样和光滑试样在不同温度下的断裂应变如图 3 所示。可看出缺口试样和光滑试样的断裂应变随温度的变化趋势一致,先随温度的上升开始减小,在制造温度附近达到最小值,然后随温度的上升增加。缺口试样的断裂应变明显比光滑试样的小得多,这是由于缺口引起的应力集中,缺口处的应力要高于名义应力,拉伸时缺口部分产生大量的损伤,而光滑部分的损伤依旧很小。在缺口部分断裂发生时,无缺口部分尚未充分变形,使整体上呈现断裂应变减小。

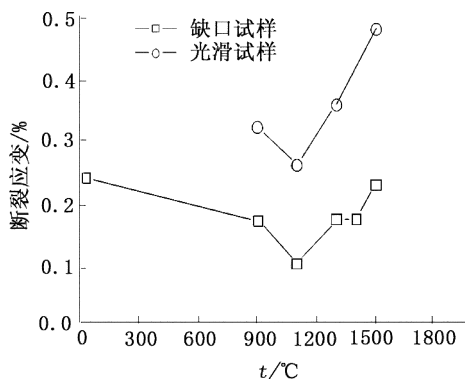


图 3 不同温度下的 2D - C/SiC 拉伸断裂应变

Fig 3 Tensile fracture strain of 2D - C/SiC at different temperatures

1 500 时,界面靠近基体处原本排列规则呈各向异性的热解碳界面相变得混乱无序,碳层发生卷曲和乱晶排列^[7]。各向异性的热解碳层之间结

合键为范德华力,在载荷作用下,碳层之间发生了剪切滑动,材料的变形增大,宏观上断裂应变相应地增大。这也就是光滑试样在 1 500 时断裂应变高于 1 300 和室温的原因。

3.3 基体裂纹开裂应力

Marshall 和 Cox^[8] 基于能量守恒得到基体裂纹开裂应力:

$$\sigma_{mc} = \left[\frac{6E_f V_f^2 \sigma_m E_c}{E_m^2 V_m R} \right]^{1/3} \quad (2)$$

式中, R 为纤维半径, σ_m 为基体断裂能, V_m 、 V_f 分别为基体和纤维的体积分数, E_c 、 E_f 、 E_m 分别为复合材料纤维和基体各自的弹性模量, σ_{mc} 为基体纤维界面剪切应力。

由于该材料纤维和基体线膨胀系数失配会产生残余应力,影响基体开裂应力。考虑到此因素, Zok 和 Budiansky 等人^[9~10] 将基体开裂应力的公式修正为:

$$\sigma_c = \sigma_{mc} - \frac{E_c}{r E_m} \quad (3)$$

其中:

$$r = E_m \frac{2}{1} \frac{E_f}{E_c} \frac{f}{1 - m} T$$

$$T = (f - m) T$$

$$T = T_t - T_p$$

$$1 = 1 - 0.5 \frac{1 - 2}{1 -} \left\{ 1 - \frac{E_c}{E_f} \right\}$$

$$2 = 0.5 \left\{ 1 + \frac{E_c}{E_f} \right\}$$

式中, α_f 和 α_m 为纤维和基体的轴向线膨胀系数; T_t 、 T_p 为测试温度与制造温度; ν_f 、 ν_m 、 ν_c 分别为纤维、基体和复合材料的泊松比。复合材料的泊松比根据混合定律计算得到,即:

$$\nu_c = \nu_m V_m + \nu_f V_f \quad (4)$$

式 (4) 是针对单向纤维增强陶瓷基复合材料的公式,因此用到 2D - C/SiC 复合材料时, V_f 应该取纤维体积分数的一半进行计算,取制造温度为平均值 975 , α_f 为 1×10^{-6} /K, α_m 为 4.8×10^{-6} /K, ν_f 为 0.3, ν_m 为 0.2^[11~12], E 取实测的相当模量值。根据文献 [13], 室温时 σ_c 取 10 MPa, 基体断裂能 σ_m 取 10 J/m²^[14], 计算得到室温时 2D - C/SiC 材料缺口试样基体裂纹开裂应力为 79.26 MPa。

表 1 为缺口 2D - C/SiC 基体裂纹开裂应力测量值。计算值与实测值相差较大,原因可能有以下几点:一是该复合材料的泊松比是按单向连续纤维增强复合材料混合定律计算得到的,而非实测值;二是正交编织复合材料在编织结点处纤维束的弯曲,导致与载荷方向有夹角的存在,影响材料组分的受力状态;三是编织孔洞对基体受力状态的改变;四是热残余应力的具体大小不同导致结果的误差。C/SiC 已有的研究表明^[15],热应力会导致在应力集中处产生基体裂纹,松弛了部分残余应力,但仍保留了很大的残余应力,导致试样内部残余应力的分布不均。

表 1 缺口 2D - C/SiC 基体裂纹开裂应力测量值

Tab 1 Measured matrix cracking stress of

2D - C/SiC notch

试验温度 /	σ_{mc} /MPa
20	35
900	37
1100	38
1300	44
1500	63

实测得到的 2D - C/SiC 材料缺口试样基体裂纹开裂应力随着试验温度的上升逐渐增加,这也是该复合材料内热残余应力影响的结果。室温时,由于组分的线膨胀系数失配, SiC 基体受拉应力,碳纤维受压应力;温度上升,热残余应力减少,使得 SiC 基体承受的拉应力减少;超过制造温度时,基体反而承受压应力。根据式 (4), 2D - C/SiC 材料缺口试样基体裂纹开裂应力在试验温度范围内随着温度的上升呈增加趋势。

3.4 模量

缺口的存在在理论上并不影响材料的弹性模量。缺口试样应力分布是不均匀的,因此本分析中应力取为名义应力,定义缺口试样的‘相当模量’为拉伸应力 - 应变曲线初始阶段直线部分的斜率。由于在连续纤维增强陶瓷基复合材料在拉伸过程中,应力 - 应变曲线是非线性的,因此弹性模量并不恒定。为了方便,取初始阶段的弹性模量进行比较。光滑试样的弹性模量和缺口的‘相当模量’在图 4 中给出。

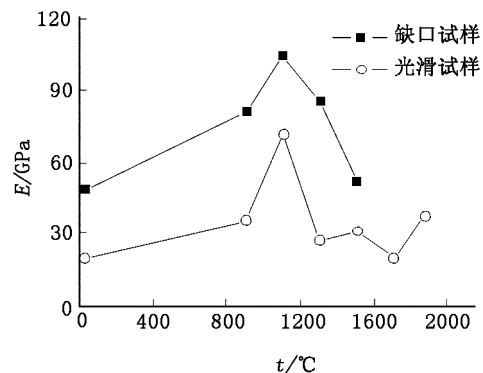


图 4 2D - C/SiC 光滑与缺口试样的弹性模量

Fig 4 Elastic modulus of 2D - C/SiC specimens notched and without notch

单向连续纤维增强复合材料弹性模量由混合定律^[16]可以得到:

$$E = k_1 (E_f V_f + E_m V_m) \quad (5)$$

k_1 是修正系数,反映了复合材料的纤维不直度和不均匀分布,一般取 0.90 ~ 1.00。式 (5) 中的 V_f , 考虑到正交二维编织复合材料在拉伸中的受力情况,实际只有在载荷方向的纤维体积分数承载,即为试样纤维体积分数的一半。取 k_1 为 1,用文献 [11 ~ 12] 中组分性能数据代入式 (5) 估算 E_c ,得到的 E_c 为 196.5 GPa。

由图 4 可知,同一温度下缺口试样的相当模量高于光滑试样的 E_c ,并大大低于估算值;两者都随着试验温度的上升而增加,在 1100 达到最大值,然后开始下降。

从实际的测量结果来看,基于单向连续纤维增强陶瓷基复合材料的计算公式 (5) 的估算值与实测值相差很大,有的甚至高达几倍。可能有以下几个原因:一是陶瓷基复合材料在制造中,纤维的性能因物理和化学过程发生改变,与文献 [11 ~ 12] 中的数据不符;二是因组元间线膨胀系数、泊松比和弹性模量不同,导致存在残余应力;三是有些承载纤维偏离载荷方向,还有些应该承载的纤维没有充分伸直;四是在编织结点处,纤维和纤维束折弯交织,并形成较大的编织孔隙,在载荷作用下能产生较大的变形。此外,宏观单轴拉伸时,材料内部的各组元不仅受到拉伸应力,还受到剪切应力的作用。因此取 k_1 为 1 是不对的,如何正确计算和表征 2D - C/SiC 复合材料的 E_c 有待进一步研究。

3.5 电阻变化

在 2D - C/SiC 缺口试样的拉伸过程中,用四线法测量试样电阻变化,并用试样的电阻相对变化表示损伤,见式 (6)。拉伸过程中电阻表征的损伤如图 5 所示。

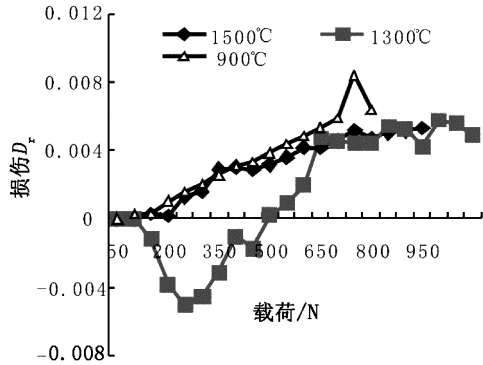


图 5 缺口试样高温拉伸时电阻表征的损伤

Fig 5 Damage evaluated by electrical resistance of notched specimen in vacuum tensile process at high temperature

$$D_r = R_N / R_0 - 1 \quad (6)$$

式中, R_N 是拉伸中某一阶段的电阻, R_0 是初始电阻。 D_r 曲线大致分为两个阶段,即缓慢变化阶段和

稳定增加阶段。随着载荷增加, D_r 总体增加。拉伸初始阶段 D_r 变化很小,甚至在 1 300 和 1 500 下, D_r 降低。这可能是因为材料内部热残余应力的改变,拉伸时偏离加载方向的纤维和纤维束趋向于加载方向,皱褶的纤维伸直,这些现象都可减小电阻值。基于以上的两种原因, D_r 拉伸初始阶段表现出减少的假象。随着载荷的增加, D_r 加剧,超过了这种现象的影响,因此 D_r 随载荷变化的曲线呈现单调升高。

3.6 断口 SEM

为了达到增韧的目的,在连续纤维增强陶瓷基复合材料中,选择界面结合较弱或者相对适中,使得基体裂纹在发展过程中路径复杂和曲折,增加能量吸收。

如图 6 所示,从室温到 1 500 ,所有断口表面都呈现出与载荷方向垂直的纤维束断裂面平整,而平行于载荷方向的纤维束断面参差不齐。说明平行于载荷方向的纤维束决定了该复合材料的拉伸强度。

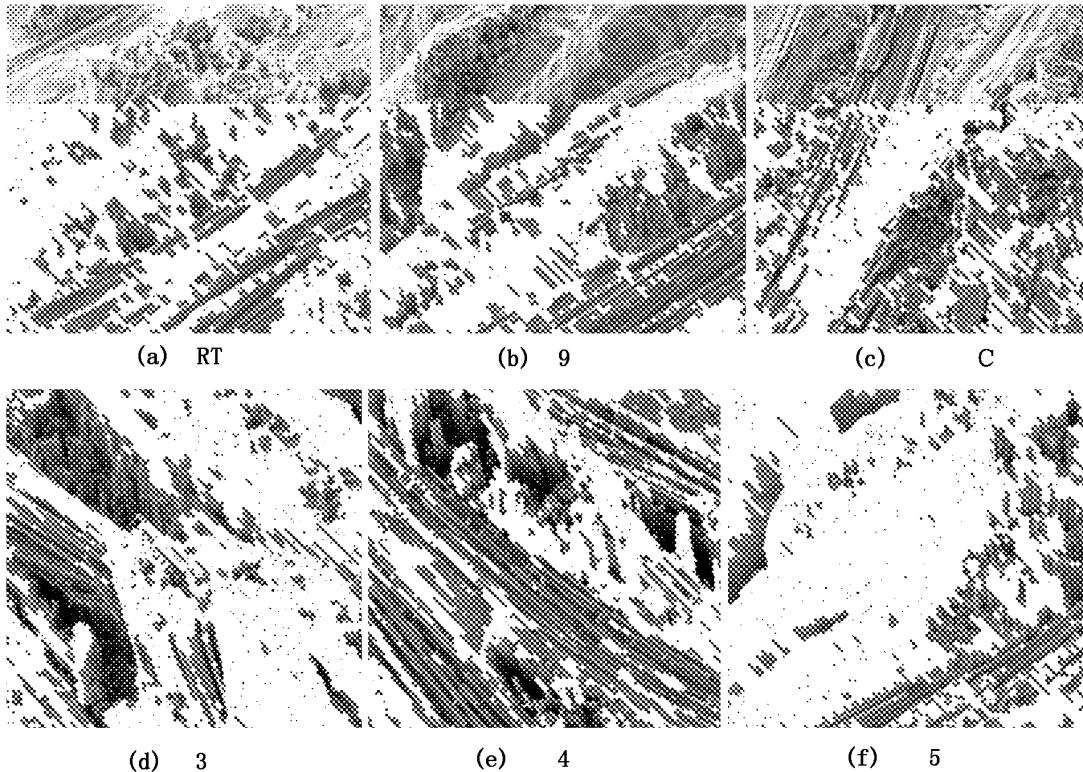


图 6 2D - C/SiC 缺口试样的拉伸断口形貌 200 ×

Fig 6 Tensile fracture morphology of 2D - C/SiC notched specimens

在断口表面上,承载纤维束既有纤维拔出现象,也有基本平行于断口的断裂小平面,纤维拔出多位于纤维束的中部。因纤维束交叠部位存在较大的孔隙,且该位置纤维束与基体的界面结合较弱,所以交叠处的承载纤维束易被拔出。对于承载纤维束平行于断口的断裂小平面,可能是两个原因共同导致的结果:一是该位置的纤维小集团内部纤维与基体结合较强,基体产生的裂纹容易发展到纤维内部,同时小集团同其周围的基体结合较弱;二是纤维小集团中的某一纤维的断裂造成对其他纤维承载的冲击。两者综合的作用,导致该纤维小集团脆性断裂形成小的平断面和小集团拔出。纤维束中部纤维拔出较多,可能是因制造中,气体是从外向内扩散沉积,纤维束中部基体沉积相对较少,界面结合较弱所决定的。从断口可知,2D-C/SiC复合材料总体上仍属于脆性断裂,局部上纤维或纤维束内小的纤维集团拔出,吸收了较多的能量,因此也存在增韧机制。

从图6中还可以看出,从室温到1100,断口的区别不大,而从1300~1500纤维及纤维束的拔出长度随温度的上升而增加,并且断裂小平面的层次也增多,这些增韧机制的增多,也相应地表现为复合材料拉伸强度和断裂应变的增加。这种现象可能是热解碳界面相中碳层结构由各向异性转变为各向同性,从而易于滑动的结果。此外,也与热残余应力的改变有关。

4 结论

(1) 2D-C/SiC材料除室温下缺口试样的拉伸强度低于光滑试样外,高温下两者基本相当,随温度的升高变化也基本一致。高温下缺口试样拉伸强度与光滑试样相当说明,该材料对应力集中不敏感;室温时对应力集中敏感。但缺口试样的断裂应变要远小于光滑试样的断裂应变。

(2) 2D-C/SiC材料缺口试样基体裂纹开裂应力随着试验温度的上升逐渐增加。缺口试样的相当模量高于同一温度下光滑试样的弹性模量,两者都随着试验温度的上升而增加,在1100达到最大值,然后开始下降。

(3) 电阻表征的损伤大体上随载荷增加而增加,1300和1500条件下,较小载荷范围内有下降现象。

(4) 从室温到1500,所有断口中与载荷方向垂直的纤维束断裂面平整,平行于载荷方向的纤维束断面参差不齐。2D-C/SiC复合材料总体上仍属于脆性断裂,局部有纤维或纤维束内小的纤维集团拔出,吸收了较多的能量,存在增韧机制。

参考文献

- 1 Hisaichi Ohnabe, Shoju Masaki, Masakazu Onazuka et al Potential application of ceramic matrix composites to aero-engine components Composites, 1999; Part A 30: 489 ~ 496
- 2 Janet J F, Lamicq P J. High-temperature ceramic matrix composites London: Woodhead Publication, 1993: 735
- 3 Paar R, Vallès J L, Danzer R. Influence of fibre properties on the mechanical behavior of unidirectional-reinforced ceramic matrix composite Materials Science and Engineering A, 1998; (250): 209
- 4 Lara-Curzio E, Russ C M. On the matrix cracking stress and the redistribution of internal stresses in brittle-matrix composites Materials Science and Engineering A, 1998; 250: 270 ~ 278
- 5 Heywood R B. Designing by photoelasticity Chapman & Hall, London: 1952
- 6 郑修麟. 材料的力学性能. 西安: 西北工业大学出版社, 1991: 57 ~ 61
- 7 杜双明. 3D-C/SiC复合材料疲劳行为的研究. 西北工业大学博士论文, 2003: 76 ~ 77
- 8 Marshall D B, Cox B A. Jintergral method for calculating steady-state matrix cracking stresses in composites Mech Mater, 1988; 7: 127 ~ 133
- 9 Zok F W, Spearing S M. Matrix crack spacing in brittle matrix composites Acta Metall Mater, 1992; 40 (8): 2 033 ~ 2 043
- 10 Budiansky B, Hutchinson J W, Evans A G Matrix fracture in fiber reinforced ceramics Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 1986; 34: 167 ~ 189
- 11 Nikhilesh Chawla, Tur Y K, Holmes J W et al High-frequency fatigue behavior of woven-fabric-reinforced polymer-derived ceramic-matrix composites J. Am. Ceram. Soc., 1998; 81: 1 221 ~ 1 230
- 12 G éald Camus, Laurent Guillaumat, Stéphane Baste Development of damage in a 2D woven C/SiC composite under mechanical loading: mechanical characterization Composites Science and Technology, 1996; 56: 1 363 ~ 1 372
- 13 Weber C H, Kim K T, Heredia F E et al High temperature deformation and rupture in SiC-C composites Mater Sci Eng, A, 1995; 196: 25 ~ 31
- 14 乔生儒, 杜双明, 纪岗昌等. 3D-C/SiC复合材料的损伤机理. 机械强度, 2004; 6 (3): 307 ~ 312
- 15 Jiang Yongqiu, Li Ge, Wang Weibo The analysis and measurement of residual stress in ceramic matrix composites interface Characterization and Ceramic Matrix Composites, Edited by: Anoush Poursartip and Ree street, 1995; 4; Woodhead Publishing Limited Proceedings of ICCM - 10. M - 665
- 16 乔生儒. 复合材料细观力学性能. 西安: 西北工业大学出版社, 1997: 21

(编辑 任涛)