

C/SiC 复合材料微观结构及其纳米力学性能

袁建宇 谢国君 房金铭 逢锦程 韩 露 卢 鹂

(航天材料及工艺研究所, 北京 100076)

文 摘 C/SiC 复合材料是一种包括 C 纤维、SiC 基体以及二者间热解碳界面层的多相材料, 本文对纤维、基体和界面的微观结构及纳米力学性能进行了分析和测试, 从而与宏观力学性能测试结果形成互补。采用光学显微镜(OM)、扫描电镜(SEM)、能谱分析仪(EDS)等手段对 C/SiC 复合材料截面精细化结构进行了表征, 并采用纳米压痕技术对典型代表区域的硬度和折合模量进行了测试。结果发现: C/SiC 复合材料中的 C 纤维呈“皮芯”结构, 其直径约为 $7\text{ }\mu\text{m}$, 表皮 $1.5\text{ }\mu\text{m}$ 范围内的环状区域硬度为 $(5.45\pm0.28)\text{ GPa}$, 折合模量为 $(33.1\pm1.4)\text{ GPa}$; 芯部区域硬度为 $(6.85\pm0.21)\text{ GPa}$, 折合模量为 $(33.8\pm0.34)\text{ GPa}$ 。SiC 基体包括三种形态: 纤维布层间分布的大块基体; 大块基体周围分布的小块基体; 在单个纤维束内、不同纤维丝间分布的细小基体。由于上述三类基体经历的高温裂解环境不同, 因此在硬度和折合模量上均存在明显差异, 硬度分别为 (34.8 ± 2.64) 、 (23.6 ± 2.27) 以及 $(21.3\pm1.81)\text{ GPa}$, 折合模量分别为 (210 ± 19.7) 、 (165 ± 8.58) 、 $(124\pm10.8)\text{ GPa}$ 。C 纤维和 SiC 基体之间的界面层厚度约为 $0.3\text{ }\mu\text{m}$, 力学性能测试方差较大, 介于纤维和基体之间, 起到了性能过渡的作用, 其硬度为 $(13.6\pm3.03)\text{ GPa}$, 折合模量为 $(99.3\pm13.0)\text{ GPa}$ 。

关键词 C/SiC 复合材料, 纤维, 基体, 界面, 硬度, 折合模量

中图分类号: TB33

DOI: 10.12044/j.issn.1007-2330.2025.04.015

Microscopic Structure and Nano-mechanical Properties of C/SiC Composites

YUAN Jianyu XIE Guojun FANG Jinming PANG Jincheng HAN Lu LU Wu

(Aerospace Research Institute of Materials & Processing Technology, Beijing 100076)

Abstract C/SiC composites were multi-phase materials consisting of C fibers, SiC matrix, and a thermally decomposed carbon interface layer between the two. This paper analyzed and tested the microstructure and nano-mechanical properties of the fibers, matrix, and interface, thereby complementing the results of macro-mechanical property tests. Optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM), and energy dispersive spectroscopy (EDS) were employed to characterize the refined microstructure of the C/SiC cross-section. Nanoscratch testing was conducted to measure the hardness and equivalent modulus of representative regions. The results reveal that the C fibers in the C/SiC composite exhibit a “skin-core” structure, with a diameter of approximately $7\text{ }\mu\text{m}$. The ring-shaped region within a $1.5\text{ }\mu\text{m}$ range of the outer layer has a hardness of $(5.45\pm0.28)\text{ GPa}$ and a reduced modulus of $(33.1\pm1.4)\text{ GPa}$; the core region has a hardness of $(6.85\pm0.21)\text{ GPa}$ and a reduced modulus of $(33.8\pm0.34)\text{ GPa}$. The SiC matrix comprises three forms: large matrix blocks distributed between fiber layers; small matrix blocks distributed around the large matrix blocks; and fine matrix particles distributed within individual fiber bundles and between different fiber strands. Due to the differing high-temperature pyrolysis environments experienced by these three types of matrix, there are significant differences in hardness and reduced modulus, with hardness values of (34.8 ± 2.64) , (23.6 ± 2.27) , and $(21.3\pm1.81)\text{ GPa}$, respectively, with reduced modulus of (210 ± 19.7) , (165 ± 8.58) , and $(124\pm10.8)\text{ GPa}$, respectively. The interface layer thickness between C fibers and the SiC matrix is approximately $0.3\text{ }\mu\text{m}$. Its mechanical properties exhibit significant variability, lying between those of the fibers and the matrix, thereby serving as a performance transition layer. Its hardness is $(13.6\pm3.03)\text{ GPa}$, and its reduced modulus is $(99.3\pm13.0)\text{ GPa}$.

Key words C/SiC composite, Fiber, Matrix, Interface, Hardness, Reduced modulus

收稿日期: 2023-09-17

第一作者简介: 袁建宇, 1988 年出生, 博士, 主要从事复合材料力学性能的测试分析工作。E-mail: yuanjianyu-2006@163.com

0 引言

C/SiC复合材料是一种包括C纤维、SiC基体以及位于二者间热解碳界面层的多相材料^[1]。作为一种新型先进陶瓷基复合材料,结合了C纤维和SiC陶瓷的诸多优点,已被美、德、法等国证明为最具应用前景的碳纤维增强陶瓷基复合材料(CFCCs)^[2]。受到制备工艺的影响,C/SiC复合材料微观结构及力学性能极为复杂,表现在以下方面:(1)C纤维经历了多轮次高温处理过程,导致产品状态下的碳纤维力学性能数据难以测量;(2)SiC基体在多轮次浸渍、裂解后内部存在大量孔洞、裂纹,不同位置的基体微观结构和性能存在差异;(3)C/SiC复合材料界面层一般为采用化学气相沉积制备得到的热解碳,该层极薄,其性能在C纤维与SiC基体之间如何过渡尚不得而知。

目前一般认为材料是均质的,常用的分析手段忽略C/SiC复合材料微观结构特征,通过实验或理论分析给出复合材料的宏观平均表象性能,不考虑复合材料中各相的具体区别^[3]。然而,随着对C/SiC复合材料微观形貌、结构、性能认识的进一步深入,将C/SiC复合材料假定为均质材料难以满足许多特定场合的分析需求,急需对C/SiC复合材料更精细化的基本结构单元(包括纤维、基体和界面)进行更精细的表征。由于C/SiC复合材料的基本结构单元尺寸大多处于微纳米数量级范围,因此只有通过纳米力学性能测试技术才能实现上述目的。

纳米压痕技术提供了一种测试微纳米尺度复合材料原位力学性能的有效方法,相对于传统方法,它具有分辨率高、可原位测试、测点可控等优点,虽然对样品表面粗糙度要求较高,但可以简单快捷对材料微区的硬度、模量及本构关系模型等进行分析和研究^[4-6]。大量学者在不同参数范围内对C纤维和SiC基体进行了纳米压痕测试,得到了有益的结果。CHEN等人^[7]采用深度-载荷模式测量,发现C纤维平均硬度为6.6 GPa,平均弹性模量为53.2 GPa(加载载荷5~10 mN);SiC基体平均硬度为35.3 GPa,平均弹性模量为279 GPa(加载载荷25~300 mN)。张韩斌^[8]采用连续刚度法测试了压深在50~300 nm的载荷-位移曲线,结果发现C纤维的硬度值为5.0~5.7 GPa,模量值为61.0~63.0 GPa;而SiC基体硬度值为22.4~22.6 GPa,模量值为128.5~129.2 GPa。此外,张东生等人^[9-10]对不同方向、不同类型的碳纤维硬度和弹性模量给出了大量实验数据;例如,T800SC碳纤维的硬度垂直纤维轴向时为(5.24±0.91) GPa,弹性模量垂直纤维轴向时为(50.96±5.73) GPa。孙渊^[11]对直径6~7 μm的C纤维进行了纳米压痕测试,发现C纤维的硬度约为7.75~

8.45 GPa,接触弹性模量为46~52 GPa。

对于C/SiC复合材料界面层而言,其微观结构和成分受到C纤维和SiC基体的影响,其力学性能有何表现,尚不得而知^[12]。彭雪锋等人^[13]采用纳米压痕方法对C/C复合材料不同碳基体的性能进行了研究;发现树脂碳的弹性模量和硬度最大,分别为(23.17±0.54)和(3.26±0.10) GPa;热解碳的弹性模量和硬度次之,分别为(15.31±1.82)和(0.77±0.15) GPa;沥青碳弹性模量和硬度最小,分别为(12.53±2.29)和(0.72±0.14) GPa。由于C/SiC复合材料界面层为一层极薄的热解碳,最薄仅为200 nm^[14-15],即使采用纳米压痕测试技术也较难实现测试,因此目前尚缺乏该结构的测试数据。

由于C/SiC复合材料结构复杂,存在C纤维、SiC基体以及PyC界面多相结构,精细结构的力学性能能够对宏观试样力学性能测试得到的数据进行补充和验证,因此本文开展除传统拉、压、弯、剪及高温力学性能测试之外的精细化表征手段研究,给设计提供基于实际实验结果的测量数据,拟为本构模型和失效准则的建立奠定基础。

1 实验

1.1 材料制备

C/SiC复合材料为铺层板结构,所用C纤维为T300-1k国产C纤维,纤维预制体采用五枚缎纹布缝合织物,C纤维铺层厚度约为0.15 mm;纤维预制体编织完成后,采用化学气相浸渗(CVI)工艺,在C纤维表面沉积一层热解碳;以聚碳硅烷为前驱体,采用先驱体浸渍裂解(PIP)工艺对纤维预制体进行多轮次致密化浸渍处理,制备得到的C/SiC复合材料纤维体积分数约为45%,密度为2.0 g/cm³。

1.2 金相制备

采用高硬度保边型镶嵌粉对C/SiC复合材料试样进行金相镶嵌,制备成Φ40 mm×35 mm圆柱试样;分别采用200#、800#、2 000#砂纸在ATM Saphir 560自动磨抛机上对C/SiC复合材料金相试样进行研磨,最后采用3、1.5、0.06 μm氧化铝悬浮液对试样进行抛光。

1.3 微观检测

采用Leica DM 4000M光学显微镜进行金相组织观察,并利用偏光功能在90°消光角下对纤维束截面进行观察;采用Quanta FEG 650场发射扫描电镜对金相试样进行观察,加速电压为30 kV;采用牛津X-Max能谱仪进行线扫描元素分析。

1.4 纳米压痕实验

采用Bruker公司Hysitron TI 980纳米压痕仪对金相试样进行测试,采用LEXT OLS5100-SAF激光显微

镜对局部微区粗糙度进行检测。选择立方角压头进行测试,载荷分辨率为 $\leq 1\text{ nN}$,位移分辨率为 $\leq 0.006\text{ nm}$,热漂移 $\leq 0.05\text{ nm/s}$ 。采用快速压痕模块进行纳米压痕测试,加载载荷为 2 mN ,在 $10\text{ }\mu\text{m}\times 10\text{ }\mu\text{m}$ 范围内每隔 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 布点,共布设 20×20 点,分别对纤维、基体以及界面的形貌、硬度以及弹性模量进行观察和测试。

2 结果及分析

2.1 微观结构观察

C/SiC复合材料形貌见图1。从图1中可看出,C/SiC复合材料为铺层结构,碳布铺层由 x 向C纤维和 y 向C纤维编织而成(图1中,垂直于纸面方向的C纤维即为 x 向C纤维,平行于纸面方向的C纤维即为 y 向C纤维),铺层厚度约为 0.15 mm 。C纤维铺层之间分布着SiC基体,SiC基体内部存在大量裂纹,局部位置可见孔洞存在。图2为C/SiC复合材料金相试样粗糙度(Ra)的测试结果。由图2看出,在约 $130\text{ }\mu\text{m}$ 长度范围内, Ra 约为 $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 。

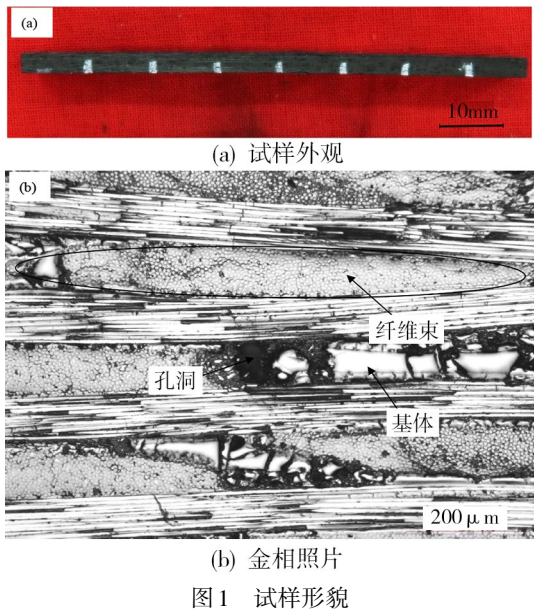


图1 试样形貌

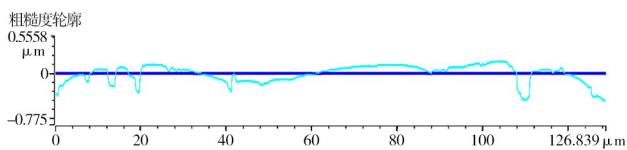


图2 金相试样局部粗糙度测试结果

进一步放大观察,C/SiC复合材料截面形貌金相照片如图3所示。从图3(a)中可以看到,不同位置的基体形貌存在明显差异,在碳布铺层之间的基体尺寸较大,宽度在 $50\text{ }\mu\text{m}$ 量级,长度在 0.5 mm 量级,基体内部存在大量 z 向裂纹,如图3(a)中区域A所示。在区域A所示的大块基体周围,还可见大量松散的、呈“卫星”态分布于大块基体周围的小块基体,其内

部的裂纹数量更多,将“卫星”基体割裂成尺寸约为 $20\sim 30\text{ }\mu\text{m}$ 的小块,如图3(a)中区域B所示。此外,在C纤维束内、单根C纤维之间,还可见尺寸更小的细小基体,如图3(a)中区域C所示。上述基体形态的差异应与材料制备工艺有关。基体内部产生裂纹的主要原因是在裂解过程中有大量小分子逸出,生成的陶瓷产物产生较大的体积收缩。当一轮体积收缩之后,下一轮聚碳硅烷前驱体进一步填充,并继续裂解,重复上述过程。从上述分析可知,区域A中的SiC基体应是最先形成的,经历最多轮次的浸渍、裂解;而区域B中的SiC基体应是后形成的,因此在形态上与区域A中的基体存在差异。而对于区域C而言,由于该处位于纤维束内部,相比C纤维铺层之间更难浸渍,因此该处的基体应经历了更少轮次的浸渍、裂解过程。

从图3(b)中可以看到,C纤维尺寸约为 $7\text{ }\mu\text{m}$,C纤维内部还有更为精细的结构,C纤维芯部与距表面 $1.5\text{ }\mu\text{m}$ 的环状区域结构不同,上述差异是由于C纤维中微晶的完整性、择优取向性的差异引起的^[9-11]。此外,C纤维表面还可见厚度约 $0.3\text{ }\mu\text{m}$ 的热解碳,在偏光作用下,C纤维表面、C纤维靠近表面的外缘、C纤维芯部颜色存在明显差异,上述差异与PAN(聚丙烯腈)基C纤维制备过程以及复合材料CVI(化学气相浸渗)过程有关^[16]。

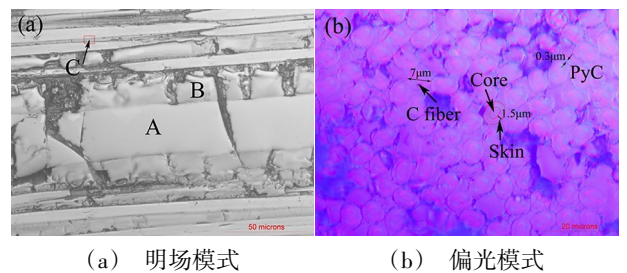


图3 C/SiC复合材料截面金相照片

图3 Metallographic view of C/SiC composite material section

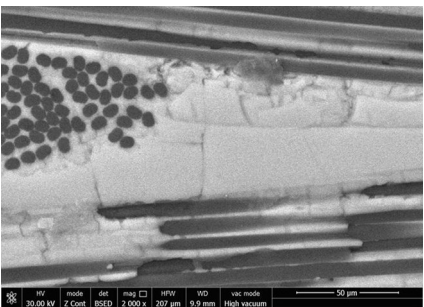


图4 C/SiC复合材料截面背散射照片

图4显示了C/SiC复合材料截面背散射照片。图4中可以看到 x 、 y 方向的C纤维以及纤维之间的SiC

基体。在金相制备过程中, SiC 基体与 C 纤维的硬度不同, 加之 SiC 基体内部存在大量裂纹、孔洞, 因此制备的金相试样必然存在一定程度的“凹凸”, 但合适的磨抛过程保证了金相试样粗糙度为 $0.1\ \mu\text{m}$, 不影响后续的纳米压痕测试过程, 因此可以排除由于试样表面质量不佳而对纳米压痕测试结果产生的影响。

图 5 显示了 C/SiC 复合材料元素线扫描分布图。从图 5 中可以看到, C/SiC 复合材料主要含有 Si、C、O 三种元素, 其中 O 元素含量较低, 应为尚未完全裂解的前驱体中所含的 O 元素。对界面的成分进行观察, 可见无论是 Si 元素, 还是 C 元素, 在界面处均存在过渡, 表明界面层的成分受到了附近 SiC 基体以及 C 纤维的影响。

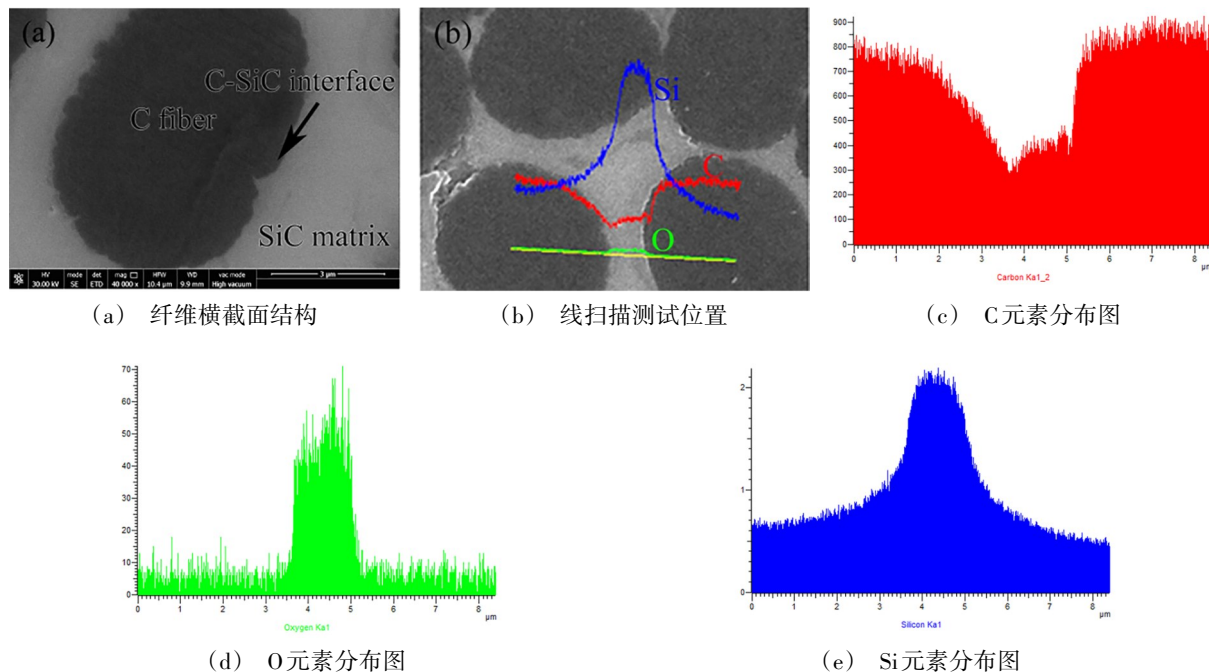


图 5 C/SiC 复合材料元素线扫描分布图

Fig. 5 Element line distribution graph of C/SiC composite material

2.2 纳米力学性能

C 纤维、SiC 基体及 PyC 界面处载荷-深度曲线如图 6 所示, 其中实线所示为测试曲线, 圆圈所示为各条曲线平均值。从图 6(a) 中可以看到, C 纤维的载荷-深度曲线较为集中, 最大载荷 $P_{\max}$ 为 2 mN, 最大深度 $h_{\max}$ 为 310 nm。对于 C 纤维而言, 可以看到加载曲线和卸载曲线相隔非常近, 因此材料回弹非常严重。最终压入深度 h_f 为 47 nm, 因此在压入-卸载过程中的回弹率 $(h_{\max} - h_f)/h_{\max}$ 为 84.8%。C 纤维的载荷-深度曲线也表明, 金属材料中常用的显微硬度测试方法, 不适合用来对 C 纤维材料的力学性能进行测试。显微硬度测试方法利用材料表面塑性形变所导致的压痕尺寸来确定材料硬度, 在加载过程中, 金属材料表面几乎不回弹, 和 C 纤维材料动辄回弹 70% 以上存在明显差异。

从图 6(b) 中可以看到, SiC 基体的载荷-深度曲线也较为集中, 最大载荷 $P_{\max}$ 为 2 mN, 最大深度 $h_{\max}$ 为 122 nm, 最终压入深度 $h_{\max}$ 为 69 nm, 因此回弹率为 43%。通过 C 纤维和 SiC 基体二者的对比可以看到,

尽管测试过程中 C 纤维上的压入深度较大, SiC 基体上的压入深度较小, 但是由于 C 纤维材料回弹较为严重, 因此最终 SiC 基体上的残余压痕更为明显。SiC 基体的载荷-深度曲线表明, 相比于 C 纤维上的几乎纯弹性变形, SiC 基体上发生了弹-塑性变形, 但材料的回弹率依然较大, 因此也难以通过显微硬度测试方法对其进行测试。

从图 6(c) 可以看到在界面上测试的载荷-深度曲线特点。第一, 在界面上测试得到的最大深度 $h_{\max}$ 介于 C 纤维和 SiC 基体之间, 因此上述载荷-深度曲线也基本位于 C 纤维和 SiC 基体载荷-位移曲线(圆圈所示)所框定的范围之间。第二, 界面上的载荷-深度曲线分散性较大, 这反映了测试结果的不稳定性。上述不稳定可能与三方面因素有关: 一是该处材料微观结构受到 C 纤维和 SiC 基体的影响, 本身力学性能存在不稳定性; 二是测试过程中测试点压痕尺寸(约 200~300 nm)与界面层厚度(约 300 nm)在同一数量级, 尽管位于界面层上, 但不能保证完全排除附近 C 纤维和 SiC 基体的影响; 三是金相制备过程中在界面上可能存在高度差, 尽管

表面 Ra 已达 $0.1\ \mu\text{m}$,尽量排除了 Ra 的影响,但上述影响依然存在。第三,部分界面的载荷-深度曲线形态存在“畸形”^[6],即卸载曲线无法按照幂函数进行拟合;特别是在卸载阶段末期,当载荷降低到一定程度之后深度出现急剧减小的现象,表明在卸载过程中材料表现出明显的“弹性”特点,上述现象恰恰说明,在卸载的过程中,压头接触到了一个明显的界面或者其他异常区域,上述结构特征对弹性恢复的阻力相对小一些。

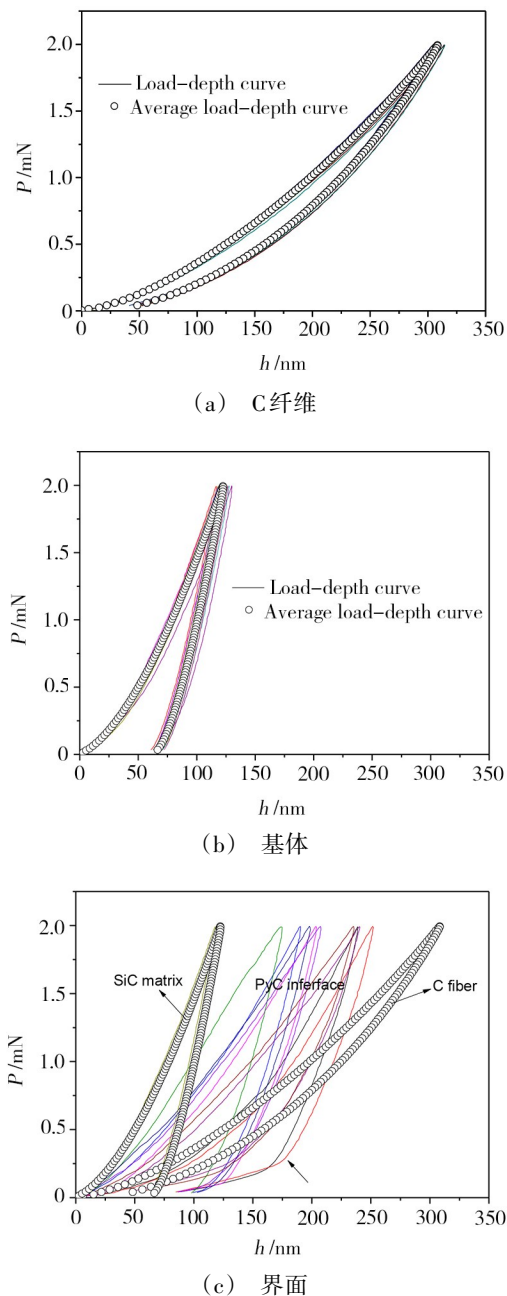


图6 载荷-深度曲线
Fig. 6 Load-depth curves

综合上述分析结果,可以对C纤维、SiC基体以及PyC界面的载荷-深度曲线特征进行总结,C纤维和SiC纤维载荷-深度曲线较为集中和稳定,其中C

纤维硬度和弹性模量远低于SiC基体,加载过程中的压痕最大深度也大于SiC基体,但由于C纤维在卸载过程中回弹率较高,因此残余压痕不明显;而PyC界面的载荷-深度曲线在C纤维和SiC基体曲线之间,且分散性较大。

2.3 典型微观结构力学性能

图7显示了在C纤维横截面方向包含C纤维、SiC基体(分布于单根C纤维之间)以及C-SiC界面在内的硬度和折合模量分布。图8显示了纤维布层间分布的大块基体以及大块基体周围分布的小块基体的硬度和折合模量分布。通过图7、图8中的结果,C纤维的不同位置、不同形态的SiC基体以及C-SiC界面的力学性能均可以得到表征。

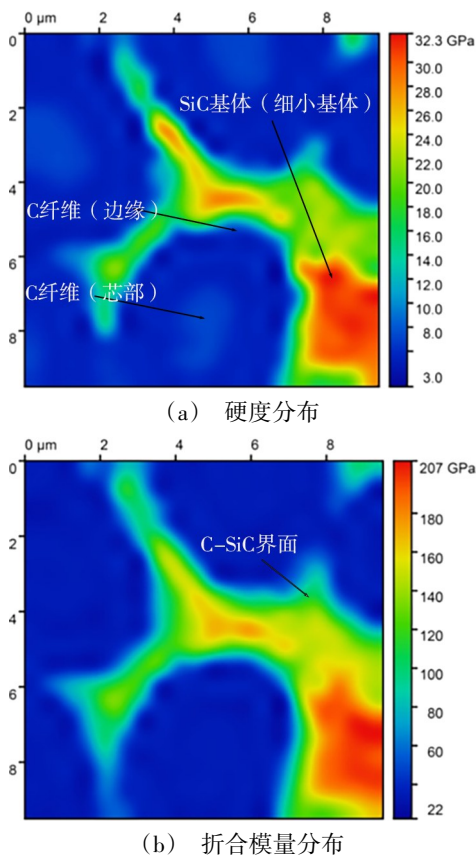


图7 纳米力学性能分布(C纤维横截面方向)
Fig. 7 Mechanical performance distribution of C/SiC composite
(transverse direction of C fiber)

注意到,在前文的描述中,不同研究人员在研究中给出了接触刚度、弹性模量、接触弹性模量等多个概念。本文在此给出一些说明和澄清。在经典弹性接触力学中,压头为理想刚形体,但实际上压头在加载过程中一定会发生变形,因此TABOR等人^[17-18]提出了式(1)用以建立本构方程:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} \quad (1)$$

式中, E 和 ν 分别为材料的弹性模量和泊松比, E_1 和 ν_1

分别为压头的弹性模量和泊松比, E_r 即为接触弹性模量, 或者称为折合模量。

而折合模量与接触刚度的关系可以用式(2)^[6]表示:

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{max}} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \tag{2}$$

式中, P 为加载载荷, h 为压入深度, A 为压头与材料接触区域的投影面积, 而 S 一般被称为接触刚度。为了方便起见, 本文中的所有结果均为纳米压痕仪测出的未经修正的折合模量, 因为该数值减少了不必要参数的引入, 使得测试结果具有较好的可比性。

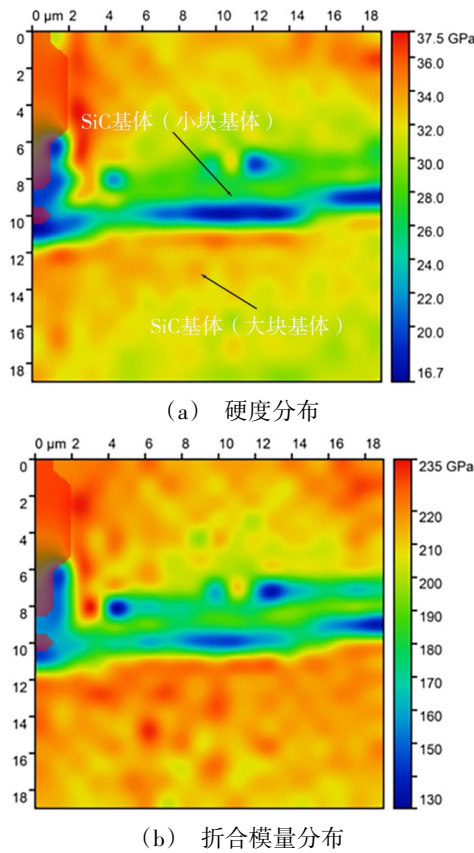


图8 不同形态SiC基体性能分布

Fig. 8 The performance distribution of different kinds of SiC matrix

对图7中的C纤维硬度及折合模量数值进行统计, 可以得到, C纤维的平均硬度为(5.79±0.64) GPa, 折合模量为(33.2±1.28) GPa。从图7(a)中可以直观看到, C纤维芯部的硬度稍大于C纤维边缘环状区域, 而不同区域的折合模量则未见明显差异。统计结果表明, 芯部硬度约为(6.85±0.21) GPa, 折合模量为(33.8±0.34) GPa; 而边缘硬度约为(5.45±0.28) GPa, 折合模量为(33.1±1.39) GPa。从上述分析结果中可以看到, 不同位置的C纤维弹性模量接近, 而芯部的硬度比整体硬度高约19%, 边

缘的硬度比整体硬度低约6%。上述观察结果与微观观察结果可以相互印证, 表明由于C纤维中微晶的完整性、择优取向性的差异, C纤维“皮芯”结构中的表皮和芯部的硬度存在一定差异, 而折合模量则差异不大。

对图7、图8中不同形态的SiC基体硬度(图7(a)及图8(a))及折合模量(图7(b)及图8(b))数值进行统计。可以得到, 层间大块的SiC基体硬度为(34.8±2.64) GPa, 折合模量为(210±19.7) GPa; C纤维之间的细小基体硬度为(21.3±1.81) GPa, 折合模量为(124±10.8) GPa。而大块基体周围的小块基体硬度和弹性模量则居中。从上述分析中可以得到, 不同位置的SiC基体无论是硬度还是弹性模量均存在一定差异, 与微观结构相对照, 应为上述三类基体经历的高温裂解环境不同所致。

对图7中的C-SiC界面力学性能进行统计, 结果表明, C-SiC界面的性能居于C纤维和SiC基体之间, 硬度为(13.6±3.03) GPa, 折合模量为(99.3±13.0) GPa。从测试结果来看, C-SiC界面力学性能的方差是最大的, 其硬度和折合模量位于C纤维和SiC基体的性能之间, 起到了性能过渡的作用。C/SiC复合材料基本微结构单元力学性能如表1所示。

表1 C/SiC复合材料基本微结构单元力学性能
Tab. 1 Mechanical properties of basic micro structural units of C/SiC composite material

位置	硬度/GPa	$C_v/\%$	折合模量/GPa	$C_v/\%$
C纤维(整体)	5.79	11	33.2	1.3
C纤维(芯部)	6.85	3.1	33.8	1.0
C纤维(边缘)	5.45	5.1	33.1	4.2
SiC基体(大块基体)	34.8	7.6	210	9.4
SiC基体(细小基体)	21.3	8.5	124	8.7
SiC基体(小块基体)	23.6	9.6	165	5.2
C-SiC界面	13.6	22.3	99.3	13.1

3 分析与讨论

根据上述测试结果, C纤维的硬度约为SiC基体的20%, 而界面PyC层硬度则介于C纤维和SiC基体之间。上述结果充分证明, 对于C/SiC复合材料而言, C纤维起到的是“增韧”的作用, 而界面层则起到了在C纤维和SiC基体之间的性能过渡效果。本文测试得到了C/SiC复合材料纤维、基体、界面的硬度值, 如果能够建立上述微观测试结果(如硬度)与材料宏观性能(如强度)之间的关系, 将使本文得到的结果更有意义。

建立C/SiC宏微观力学性能之间的联系, 需要通宇航材料工艺 <http://www.yhclgy.com> 2025年 第4期

过细观尺度进行过渡,即宏观 80 mm×80 mm×5 mm 力学性能试样→细观 0.15 mm 厚碳布铺层→细观 0.54 mm×0.08 mm“纺锤形”纤维束→微观 7 μm 直径 C 纤维→微观 0.3 μm 厚度 C-SiC 界面。然而,目前大多数陶瓷基复合材料本构模型的研究思路中,将 C/SiC 复合材料视为连续、均质材料,忽略了该材料复杂的细观编织结构^[19]。

本文有助于将纳米压痕测试得到的力学性能数据与宏观力学性能测试结果联系起来,建立一个宏观→细观→微观三级分析框架,通过 C 纤维、SiC 基体以及界面的纳米压痕微观测试数据,结合纤维体积分数以及纤维分布,通过理论分析或者有限元计算的方式得到“纺锤形”纤维束的力学性能,然后以纤维束的力学性能为基础,根据纤维束的编织方式、孔洞分布等信息,建立合适的有限元单胞模型并进行计算,从而得到材料的宏观力学性能。

4 结论

(1) C/SiC 复合材料中的 C 纤维呈“皮芯”结构,其直径约为 7 μm,表皮 1.5 μm 范围内的环状区域硬度为 (5.45±0.28) GPa,折合模量为 (33.1±1.4) GPa;芯部区域硬度为 (6.85±0.21) GPa,折合模量为 (33.8±0.34) GPa。

(2) SiC 基体包括三种形态:纤维布层间分布的大块基体,大块基体周围分布的小块基体以及在单个纤维束内、不同纤维丝间分布的细小基体。由于上述三类基体经历的高温裂解环境不同,因此在硬度和折合模量上均存在明显差异,硬度分别为 (34.8±2.64)、(23.6±2.27) 以及 (21.3±1.81) GPa,折合模量分别为 (210±19.7)、(165±8.58)、(124±10.8) GPa。

(3) C 纤维和 SiC 基体之间的界面层厚度约为 0.3 μm,力学性能测试方差较大,介于纤维和基体之间,起到了性能过渡的作用,其硬度为 (13.6±3.03) GPa,折合模量为 (99.3±13.0) GPa。

参考文献

[1] 高希光. 陶瓷基复合材料损伤耦合的宏细观统一本构模型研究[D]. 南京:南京航空航天大学,2007.

GAO X G. The Damage Coupled Macro-and Micro-Constitutive Models for Ceramic Matrix Composites[D]. Nanjing: Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2007.

[2] 孟志新,周影影,张毅,等. PIP-SiC 基体改性 C/SiC 复合材料的微观结构与强韧性[J]. 航空材料学报, 2020, 40 (06): 16-22.

MENG Z X, ZHOU Y Y, ZHANG Y, et al. Microstructure, strength and toughness of C/SiC composite modified by PIP-SiC matrix [J]. Journal of Aeronautical Materials, 2020, 40 (06): 16-22.

[3] YANG C P, ZHANG L, WANG B, et al. Tensile behavior of 2D-C/SiC composites at elevated temperatures: Experiment and modeling [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2017, 37: 281-1290.

[4] 李言,孔祥健,郭伟超,等. 纳米压痕技术研究现状与发展趋势[J]. 机械科学与技术, 2017, 36(03): 469-474.

LI Y, KONG X J, GUO W C et al. Current state and development trends of nano-indentation technology [J]. Mechanical Science and Technology for Aerospace Engineering, 2017, 36(03): 469-474.

[5] 张泰华,杨业敏. 纳米硬度技术的发展和应[J]. 力学进展, 2002, 32(03): 349-364.

ZHANG T H, YANG Y M. Developments and applications of nano-hardness techniques [J]. Advances in Mechanics, 2002, 32(03): 349-364.

[6] 龚江宏. 准静态纳米压痕的理论基础与数据分析 [J]. 陶瓷学报, 2021, 42(02): 181-242.

GONG J H. Theoretical foundation and data analyses of quasi-static nanoindentation [J]. Journal of Ceramics, 2021, 42 (02): 181-242.

[7] CHEN X H, SUN Z G, NIU X M, et al. In situ investigation of tensile behavior of C/SiC mini composites [J]. International Journal of Applied Ceramic Technology, 2021, 18 (05): 1-14.

[8] 张韩斌,任成组,张立峰,等. C/SiC 复合材料纳米压痕有限元仿真[J]. 材料科学与工程学报, 2016, 34(01): 49-53.

ZHANG H B, REN C Z, ZHANG L F, et al. Finite element simulation of nanoindentation of C/SiC composites [J]. 2016, 34 (01): 49-53.

[9] 张东生,李新涛,夏汇浩,等. 三种不同碳纤维的纳米压痕行为[J]. 复合材料学报, 2017, 34(06): 1340-1346.

ZHANG D S, LI X T, XIA H H, et al. Nano indentaion behavior of three different types of carbon fibers [J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2017, 34(06): 1340-1346.

[10] 张东生,李新涛,夏汇浩,等. 纳米压痕技术表征 T800 碳纤维的弹性模量和硬度[J]. 宇航材料工艺, 2017, 47 (04): 79-85.

ZHANG D S, LI X T, XIA H H, et al. Characterization of elastic modulus and hardness of T800 carbon fiber via nanoindentation technique [J]. Aerospace Materials & Technology, 2017, 47(04): 79-85.

[11] 孙渊. 碳纤维的纳米压痕行为[J]. 上海电机学院学报, 2014, 17(04): 187-191.

SUN Y. Nano-indentation behavior of carbon fibres [J]. Journal of Shanghai Dianji University, 2014, 17(04): 187-191.

[12] ZHAO D L, GUO T, FAN X M, et al. Effect of pyrolytic carbon interphase on mechanical properties of mini T800-C/SiC composites [J]. Journal of Advanced Ceramics, 2021, 10(02): 219-226.

[13] 彭雪锋,戴宗妙,蒋建军,等. C/C复合材料不同碳基体的纳米压痕行为研究[J]. 装备环境工程, 2019, 16(10): 64–70.

PENG X F, DAI Z M, JIANG J J, et al. Nanoindentation behavior of C/C composites with the different carbon matrices [J]. Equipment Environmental Engineering, 2019, 16 (10) : 64–70.

[14] 房金铭,李钰梅,龚晓冬,等. SiC基体结构及其对C/SiC复合材料性能的影响研究[J]. 宇航材料工艺, 2022, 52 (04): 49–53.

FANG J M, LI Y M, GONG X D, et al. Study on the structure of SiC matrix and its effect on the properties of C/SiC composites [J]. Aerospace Materials & Technology, 2022, 52 (04): 49–53.

[15] 房金铭,许正辉,张中伟,等. 碳布缝合预制体孔隙与热解碳沉积时变相依的多尺度研究[J]. 宇航材料工艺, 2015, 45(05): 36–43.

FANG J M, XU Z H, ZHANG Z W, et al. Multi-scale

relationship of pores in carbon cloth stitched preform and deposition of pyrocarbon[J]. Aerospace Materials & Technology, 2015, 45(05): 36–43.

[16] HUANG X. Fabrication and properties of carbon fibers [J]. Materials, 2009, 2(04): 2369–2403.

[17] TABOR D. A simple theory of static and dynamic hardness [J]. Proceedings of the Royal Society A, 1948, 192: 247–274.

[18] STILLWELL N A, TABOR D. Elastic recovery of conical indentations [J]. Proceedings of the Physical Society of London, 1961, 78(02): 169–179.

[19] 张鸿. 陶瓷基复合材料结构失效机理及模型研究 [D]. 南京: 南京航空航天大学, 2009.

ZHANG H. Failure Mechanisms and Damage Model of Fiber-reinforced Ceramic Matrix Composite [D]. Nanjing: Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2009.