

Cansas-II SiC_f/SiC 复合材料的高温拉伸蠕变行为

荆开开¹, 管崑阳¹, 朱思雨¹, 张超^{1,2}, 刘永胜^{1,3}, 王波^{2,4},
王晶^{1,3}, 李玫¹, 张程煜^{1,2}

(西北工业大学 1. 材料学院 NPU-SAS 联合研究中心; 2. 极端力学研究院; 3. 超高温结构复合材料重点实验室; 4. 航空学院, 西安 710072)

摘要: 连续碳化硅纤维增强碳化硅复合材料(SiC_f/SiC)是发展先进航空发动机的关键材料, 航空发动机长时服役要求材料具有优异的高温蠕变性能。本工作研究了平纹编织 Cansas-II 碳化硅纤维增强碳化硅复合材料(2D-SiC_f/SiC)在空气中的高温蠕变行为, 蠕变温度为 1200~1400 °C, 应力水平为 80~140 MPa。利用扫描电子显微镜(SEM)观察了 2D-SiC_f/SiC 复合材料的微观组织和断口形貌, 使用能谱分析仪(EDS)进行了成分分析。结果表明: 当蠕变应力低于比例极限应力(σ_{PLS})时, 2D-SiC_f/SiC 的蠕变断裂时间超过 500 h, 稳态蠕变速率为 $1 \times 10^{-10} \sim 5 \times 10^{-10}$ /s, 蠕变行为由基体和纤维共同控制。当蠕变应力高于 σ_{PLS} 时, 复合材料的基体、纤维和界面均发生氧化, 蠕变断裂时间显著降低, 稳态蠕变速率提高一个数量级, 蠕变行为主要由纤维控制。

关键词: Cansas-II SiC_f/SiC 复合材料; 蠕变; 蠕变断裂时间; 稳态蠕变速率; 基体开裂

中图分类号: TB332 文献标志码: A

Tensile Creep Behavior of Cansas-II SiC_f/SiC Composites at High Temperatures

JING Kaikai¹, GUAN Haoyang¹, ZHU Siyu¹, ZHANG Chao^{1,2}, LIU Yongsheng^{1,3},
WANG Bo^{2,4}, WANG Jing^{1,3}, LI Mei¹, ZHANG Chengyu^{1,2}

(1. NPU-SAS Joint Research Center, School of Materials, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China; 2. Institute of Extreme Mechanics, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China; 3. Key Laboratory of Ultra-High Temperature Structural Composites, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China; 4. School of Aeronautics, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

Abstract: Continuous silicon carbide fiber reinforced silicon carbide composite (SiC_f/SiC) is a key material for the advanced aero-engines. It is required to possess excellent high-temperature creep resistance for SiC_f/SiC to meet the long-term service lifetime of the aero-engines. Here, tensile creep behaviors of a plain woven Cansas-II SiC_f/SiC (2D-SiC_f/SiC) were investigated in the temperature of 1200–1400 °C with the stress levels of 80 to 140 MPa. Its microstructure and fracture morphology were observed, and composition was analyzed. Results show that creep-rupture time of 2D-SiC_f/SiC is more than 500 h and steady-state creep rate is $1 \times 10^{-10} \sim 5 \times 10^{-10}$ /s at stresses lower than the proportional limit stress (σ_{PLS}). The creep behaviors are controlled by matrix and fibers. The creep-rupture

收稿日期: 2022-07-29; 收到修改稿日期: 2022-09-10; 网络出版日期: 2022-09-15

基金项目: 国家自然科学基金(U2241239, 51572224, 12102336); 高等学校学科创新引智计划(BP0820014); 陕西省科技重点项目(2017KW-019)

National Natural Science Foundation of China (U2241239, 51572224, 12102336); Disciplinary Innovation and Talent Introducing Plan for Colleges and Universities (BP0820014); Key Project of Science and Technology of Shaanxi Province (2017KW-019)

作者简介: 荆开开(1997–), 男, 硕士研究生. E-mail: 2247436229@qq.com

JING Kaikai (1997–), male, Master candidate. E-mail: 2247436229@qq.com

通信作者: 张程煜, 教授. E-mail: cyzhang@nwpu.edu.cn

ZHANG Chengyu, professor. E-mail: cyzhang@nwpu.edu.cn

time is significantly reduced, and the steady-state creep rate is increased by an order of magnitude when the stress is higher than the σ_{PLS} . The matrix, fibers and interfaces of the composite are greatly oxidized, and the creep behaviors are mainly controlled by the fibers.

Key words: Cansas-II SiC_f/SiC ; creep; creep rupture time; steady-state creep rate; matrix cracking

碳化硅纤维增强碳化硅基复合材料(SiC_f/SiC)具有高比强度、低密度、抗蠕变等优异性能,在高推重比航空发动机中具有重大的应用前景^[1-6]。为满足航空发动机热端部件的长时间、高温、氧化和复杂载荷等苛刻服役要求, SiC_f/SiC 的蠕变性能已成为其选材、考核和应用的关键内容^[7-10]。

SiC_f/SiC 的蠕变性能与其纤维和基体等组元密切相关。三代 SiC 纤维具有良好的结晶度和化学计量比,其复合材料的抗蠕变性能显著优于一代和二代 SiC_f/SiC 复合材料^[8],如 Hi-NicalonTM SiC_f/SiC 的 1300 °C/120 MPa 蠕变断裂时间仅为 0.83 h^[11]。而采用三代 SylramicTM-iBN 纤维后, SiC_f/SiC 的抗蠕变性能显著提高, 1315 °C/120 MPa 蠕变断裂时间超过 180 h^[9]。对于不同基体的 SiC_f/SiC 来说,化学气相渗透(CVI) SiC 基体具有优异的抗蠕变性能,但 CVI SiC_f/SiC 的孔隙率较高,其抗蠕变性能比熔体渗透(MI)制备的 SiC_f/SiC (MI SiC_f/SiC)差。而 MI SiC_f/SiC 基体中的游离硅又限制了其最高使用温度。先驱体渗透裂解(PIP)制备的 SiC_f/SiC (PIP SiC_f/SiC)消除了游离硅,但是由于 PIP SiC 基体中存在严重微裂纹, PIP SiC_f/SiC 的抗蠕变性能远比 CVI SiC_f/SiC 和 MI SiC_f/SiC 差。 SiC_f/SiC 的抗蠕变性能还与温度和应力等外部因素有关,如 CVI Hi-NicalonTM SiC_f/SiC 的蠕变机制随应力和温度的不同而变化,当蠕变应力远低于比例极限应力(σ_{PLS})时,其 1315 °C/69 MPa 的蠕变断裂时间大于 300 h^[12-14],蠕变行为由 CVI SiC 基体控制;当应力大于 σ_{PLS} 时,材料在蠕变过程中发生基体开裂等损伤,氧化性气氛进入材料内部造成氧化损伤,材料的蠕变断裂时间显著缩短^[12],蠕变行为主要由纤维控制。

目前我国已经突破了碳化硅纤维和 SiC_f/SiC 制备的关键技术。为了推进 SiC_f/SiC 在我国航空发动机的应用,本工作研究了国产二代 Cansas-II SiC 纤维平纹编织布增强的 SiC_f/SiC (2D- SiC_f/SiC)在空气中的拉伸蠕变行为,蠕变温度为 1200~1400 °C,蠕变应力为 80~140 MPa,获得了应力和温度对蠕变性能的影响规律,并利用扫描电子显微镜(SEM)观察蠕变断口形貌,进一步揭示了 2D- SiC_f/SiC 的蠕变损伤机理。

1 实验方法

1.1 实验材料

实验材料为 2D- SiC_f/SiC ,其增强体为平纹编织布,用福建立亚新材料有限公司生产的 Cansas-II 二代碳化硅纤维制造,该纤维的基本性能见表 1。采用 CVI 方法制备 BN 界面和基体。2D- SiC_f/SiC 的纤维体积分数为 40%,密度为 2.5 g·cm⁻³,气孔率为 20%。2D- SiC_f/SiC 的室温、1200 和 1300 °C 拉伸性能如表 2 所示。

表 1 国产二代 Cansas-II 碳化硅纤维的基本性能

Table 1 Basic properties of domestic second-generation Cansas-II silicon carbide fibers

Diameter/ μm	Density/ (g·cm ⁻³)	Tensile strength/GPa	Tensile modulus/GPa
14	2.74	2.7	270

表 2 2D- SiC_f/SiC 的拉伸性能

Table 2 Tensile properties of 2D- SiC_f/SiC composites

Temperature/°C	E/GPa	σ_{PLS} /MPa	σ_{UTS} /MPa	ϵ /%
RT	273	115	282	0.57
1200	259	110	249	0.74
1300	223	92	229	0.60

σ_{UTS} : Ultimate Tensile Strength

1.2 实验方法

使用电子万能试验机(DDL 100,中机试验装备股份有限公司)测试 2D- SiC_f/SiC 的室温拉伸性能,试样形状和尺寸如图 1 所示。使用应变片(BE120-10AA,中航电测仪器股份有限公司)测量应变,加载速率为 0.5 mm/min,得到 2D- SiC_f/SiC 的拉伸应力-应变曲线,从而计算出弹性模量(E)、强度极限(σ_{UTS})、 σ_{PLS} 和断裂应变(ϵ)等性能。蠕变试验在电子蠕变试验机(RDL50,中机试验装备股份有限公司)上进行。高温拉伸蠕变试样如图 1 所示。蠕变试验在大气环境中进行,蠕变温度为 1200、1300 和 1400 °C,蠕变应力为 80~140 MPa。对于未发生蠕变断裂试样,开展室温拉伸试验,测量其剩余拉伸性能。

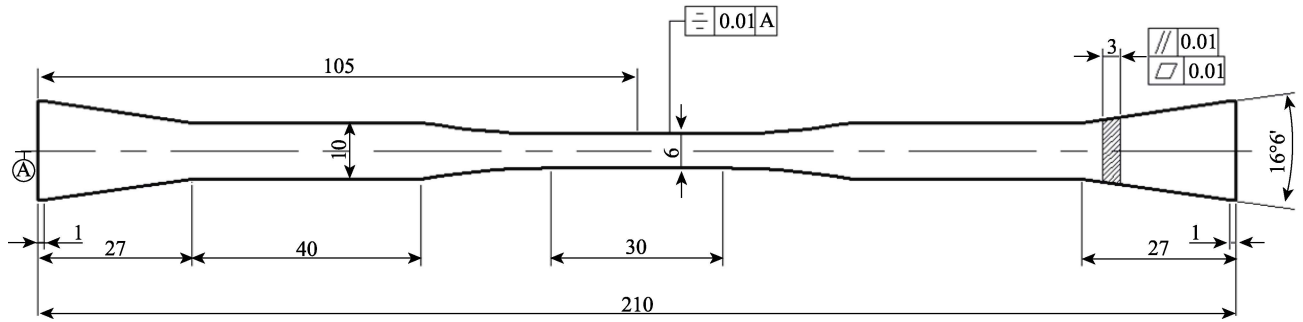


图 1 拉伸和拉伸蠕变试样形状与尺寸(单位: mm)

Fig. 1 Dimensions and shape of tensile and tensile creep specimen (unit: mm)

利用 SEM(TESCAN MIRA3, 捷克)观察试样的蠕变断裂断口形貌。切割试样近断口部分制成金相试样, 利用 SEM 观察纤维和基体损伤。利用 SEM 附带的电子能谱仪(EDS, OXFORD X-Max^N, 英国)分析纤维和基体的成分。

2 实验结果

2.1 蠕变曲线

图 2 显示了 2D-SiC_f/SiC 的 1200、1300 和 1400 °C 的典型蠕变曲线, 由图可见 2D-SiC_f/SiC 的蠕变曲线可分为减速蠕变和稳态蠕变两个阶段。随应力增加或温度升高, 稳态蠕变阶段缩短甚至会消失。

在相同温度下, 随应力增加, 蠕变断裂时间显著缩短, 如图 2(a~c)所示: 当蠕变温度为 1200 °C, 蠕变应力为 110 MPa 时, 2D-SiC_f/SiC 的蠕变断裂时间超过 560 h; 当应力增大至 140 MPa 时, 蠕变断裂时间不到 1 h。同时, 在相同应力下, 随温度升高, 蠕变断裂时间缩短, 蠕变断裂应变增加。当蠕变应力为 100 MPa 时, 2D-SiC_f/SiC 的 1200 °C 蠕变断裂时间超过 560 h, 蠕变断裂应变小于 0.2%; 当温度升高到 1300 °C 时, 蠕变断裂时间缩短至 70 h; 当温度达到 1400 °C 时, 蠕变断裂时间不到 2 h, 蠕变断裂应变增至 0.57%, 如图 2(d)所示。从图 2 还可以看出, 要延长 2D-SiC_f/SiC 的蠕变断裂时间, 应在提高温度的同时, 降低蠕变应力。当蠕变温度由 1200 °C 升高

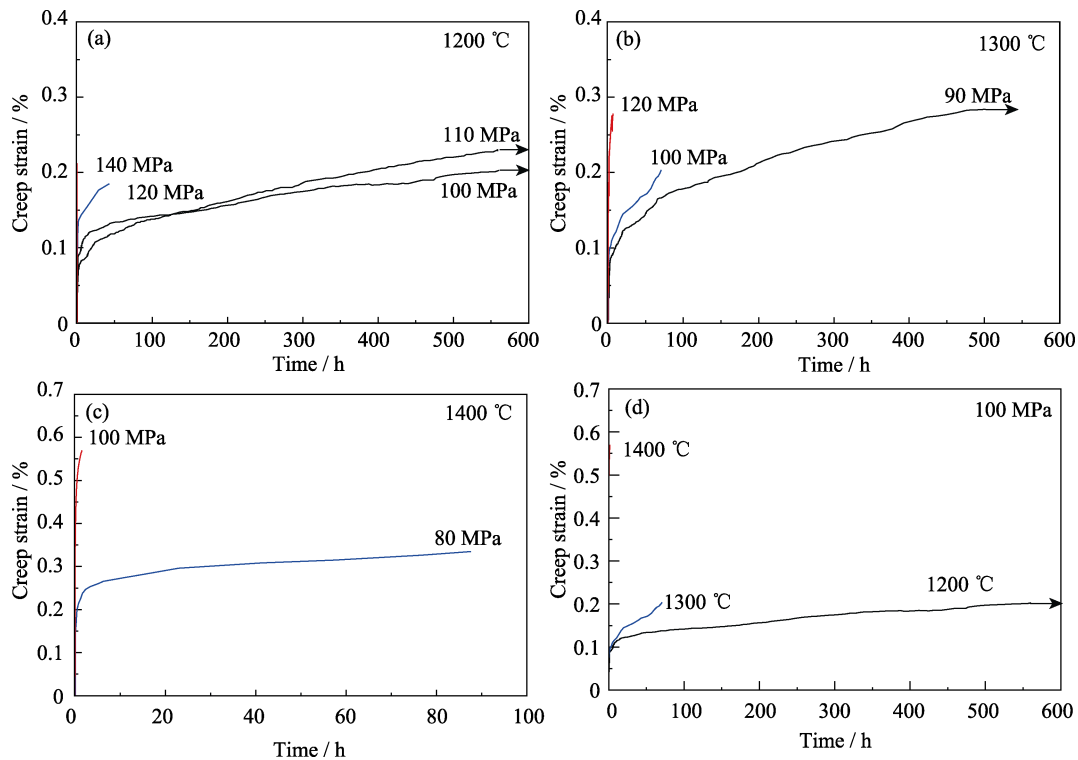


图 2 2D-SiC_f/SiC 的高温拉伸蠕变曲线

Fig. 2 Tensile creep curves of 2D-SiC_f/SiC at high temperatures

(a) 1200 °C, different stress; (b) 1300 °C, different stress; (c) 1400 °C, different stress; (d) Different temperatures, 100 MPa

到 1300 °C, 蠕变应力由 110 MPa 降低到 90 MPa 时, 2D-SiC_f/SiC 的蠕变断裂时间超过 500 h。进一步升高温度到 1400 °C, 即使蠕变应力降低至 80 MPa, 蠕变断裂时间也仅为 80 h。从图 2 还可看出, 在 1200 和 1300 °C 下, 蠕变断裂应变随应力升高, 表现出先减小后增大的趋势。文献研究表明: 在相同的蠕变时间内, 应力增加会提高蠕变速率, 2D-SiC_f/SiC 的蠕变断裂应变也随之升高; 当应力过高, 蠕变断裂时间大幅缩短, 导致应变降低^[11-14]。因此, 蠕变断裂应变的减小与增大受应力和蠕变断裂时间的影响。蠕变断裂应变先减小是由于蠕变断裂时间大幅缩短(从大于 500 h 降至几十小时), 后增大是因为应力增加导致蠕变速率增大了 1~2 个数量级。

根据图 2 所示的蠕变曲线, 可得到稳态蠕变速率、蠕变断裂应变, 蠕变断裂时间等性能参数, 见表 3。可以看出, 稳态蠕变速率随温度升高或应力增加而增大, 且蠕变断裂时间越长, 稳态蠕变速率越小。稳态蠕变速率在 $1 \times 10^{-10} \sim 5 \times 10^{-10}$ /s 之间时, 蠕变断裂时间超过 500 h; 稳态蠕变速率约为 10^{-9} /s 左右时, 蠕变断裂时间为 10~100 h; 稳态蠕变速率大于 10^{-8} /s 时, 蠕变断裂时间不到 10 h。表 3 同时列出了日本朱世杰^[13]和美国 GE^[15]等获得的 MI-SiC_f/SiC 和 CVI-SiC_f/SiC 两种国外二代材料在相近条件下的蠕变性能。可见, 国产 2D-SiC_f/SiC 的稳态蠕变速率与两种国外材料接近, 但是其蠕变断裂时间显著少于 MI-SiC_f/SiC。

表 3 2D-SiC_f/SiC 复合材料在空气中的高温拉伸蠕变性能

Table 3 Tensile creep properties of 2D-SiC_f/SiC composites in air at high temperatures

Specimen	Temperature/°C	Stress/MPa	Steady-state creep strain rate/s ⁻¹	Creep rupture time/h	Creep strain/%
2D-SiC _f /SiC	1200	100	1.86×10^{-10}	>560	0.20
	1200	110	4.95×10^{-10}	>560	0.23
	1200	120	2.16×10^{-9}	42	0.18
	1200	140	8.45×10^{-7}	0.1	0.21
	1300	90	5.62×10^{-10}	>500	0.28
	1300	100	1.73×10^{-9}	70	0.20
	1300	120	1.86×10^{-8}	6	0.28
	1400	80	1.32×10^{-9}	88	0.33
CVI-SiC _f /SiC ^[13]	1300	75	2.3×10^{-9}	111.1	—
	1300	90	6.2×10^{-8}	33.4	—
	1300	120	3.6×10^{-7}	0.83	—
	1300	150	3.0×10^{-6}	0.14	—
MI-SiC _f /SiC ^[15]	1204	125	3.0×10^{-11}	>1000	0.25
	1204	140	2.3×10^{-10}	>1000	0.31
	1204	150	—	82.1	0.29

2.2 剩余拉伸性能

对于未发生蠕变断裂的 2D-SiC_f/SiC, 进一步测试其室温拉伸性能, 获得了图 3 所示的剩余拉伸应力-应变曲线, 其剩余拉伸性能见表 4。可见, 不同条件蠕变后, 2D-SiC_f/SiC 的剩余拉伸性能显著低于原始材料。随着蠕变应力增加或温度提高, 2D-SiC_f/SiC 的剩余拉伸性能保持率降低。1200 °C/100 MPa 蠕变 560 h 后, 2D-SiC_f/SiC 的 σ_{UTS} 保持率为 75%; 若蠕变应力增大到 110 MPa, σ_{UTS} 保持率降低至 61%, σ_{PLS} 、 E 和 ε 降低至原始材料的 77%、77% 和 44%。当温度升高至 1300 °C, 蠕变应力降低至 90 MPa 时, 2D-SiC_f/SiC 的拉伸性能保持率约为 50%, 显著低于 2D-SiC_f/SiC 在 1200 °C 蠕变后的拉伸性能保持率, 说明蠕变温度对该材料的蠕变损伤影响更大。

2.3 断口形貌

为进一步揭示 2D-SiC_f/SiC 的蠕变机理, 观察了典型试样的断口形貌, 根据断口上的特征区域判断蠕变损伤。图 4(a) 为 2D-SiC_f/SiC 的室温拉伸断口形貌, 整个断口表面均能看到纤维拔出。图 4(b) 为 1200 °C/110 MPa 蠕变 560 h 后 2D-SiC_f/SiC 的室温拉伸断口形貌, 断口大部分区域的特点与图 4(a) 相似, 能从断口上看到明显的纤维拔出, 说明对应的区域基本没有发生氧化, 为瞬断区; 在该试样断口的边缘和穿刺纤维附近, 断口平齐, 基本无纤维拔出现象, 为氧化区^[16]。从两类区域面积大小可以判断,

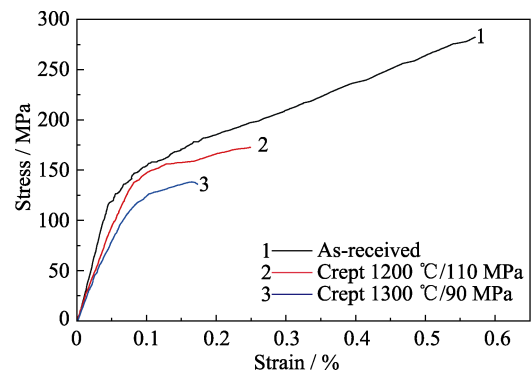
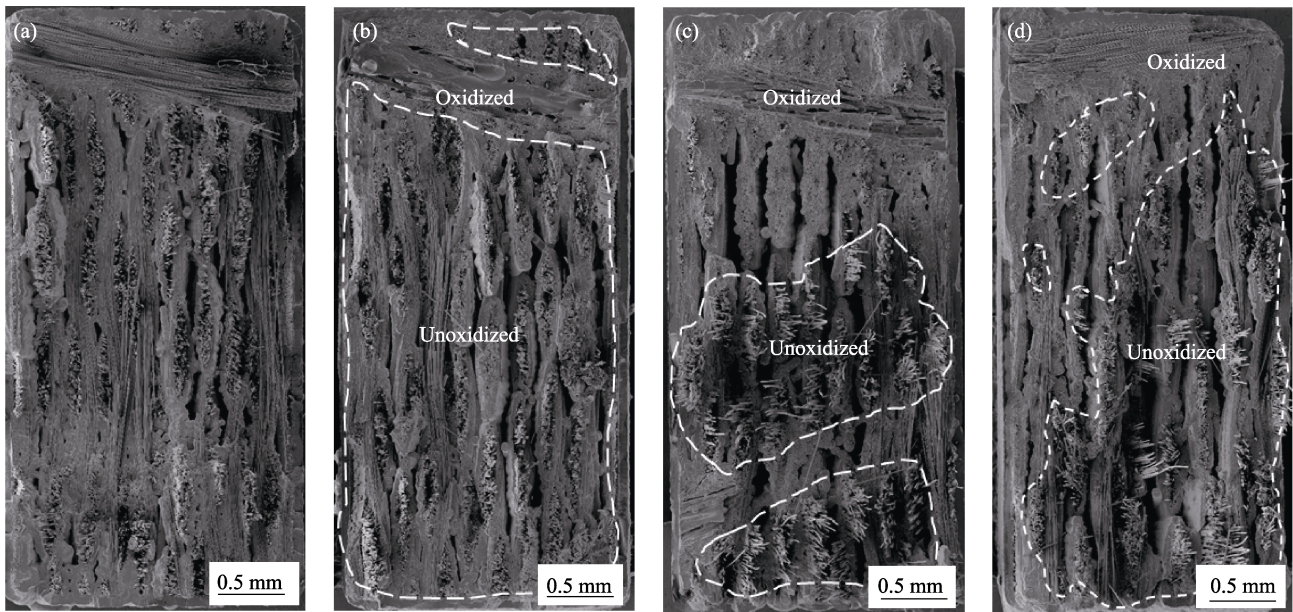


图 3 不同状态的 2D-SiC_f/SiC 的拉伸应力-应变曲线
Fig. 3 Tensile stress-strain curves of as-received and crept 2D-SiC_f/SiC

表 4 2D-SiC_f/SiC 蠕变后的剩余拉伸性能
Table 4 Residual tensile properties of 2D-SiC_f/SiC after creeping

	σ_{UTS}/MPa	E/GPa	σ_{PLS}/MPa	$\varepsilon/\%$
As-received	282	273	115	0.57
1200 °C/100 MPa	211	—	—	—
Crept 1200 °C/110 MPa	173	209	89	0.25
1300 °C/90 MPa	138	157	55	0.17

图 4 2D-SiC_f/SiC 在不同条件下的断口宏观形貌Fig. 4 Macroscopic morphologies of fractures of 2D-SiC_f/SiC under different conditions

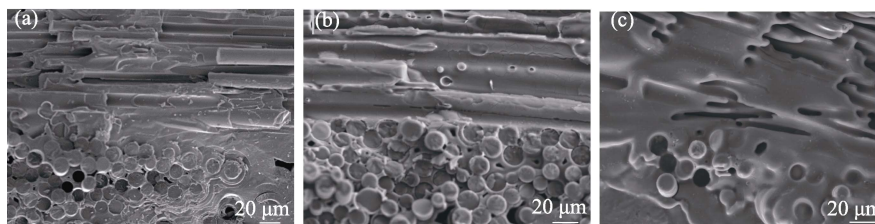
(a) As-received; (b) Crept at 1200 °C/110 MPa for 560 h; (c) Crept at 1200 °C/120 MPa; (d) Crept at 1200 °C/140 MPa

蠕变过程中材料内部没有发生明显氧化, 仅在试样边缘和穿刺纤维附近发生氧化。图 4(c, d)是蠕变温度为 1200 °C, 蠕变应力分别为 120 和 140 MPa 下 2D-SiC_f/SiC 蠕变断裂后的断口形貌。蠕变应力为 120 MPa 时, 蠕变断裂时间为 42 h, 其断口的氧化区面积显著增大。瞬断区面积缩小, 该区域上的纤维拔出长度明显增加(图 4(c))。蠕变应力为 140 MPa 时, 蠕变断裂时间仅为 0.1 h, 这时断口上也能够看到氧化区和瞬断区, 其氧化区面积小于图 4(c)。对比图 4(b~d)可知, 不同蠕变时间导致的蠕变断口呈现不同的断口特点, 即蠕变时间越长, 氧化区面积越大。当蠕变应力较小时, 材料的基体开裂程度低, 到达材料内部的氧含量少, 即使蠕变时间大于 560 h, 材料内部也没有发生明显氧化。蠕变应力增加, 基体开裂程度增大, 氧气能够通过基体裂纹或穿刺纤维等进入材料内部, 使得材料内部氧化程度增加。蠕变温度升高, 其断口宏观形貌也呈现类似特点。

前面结果可知 2D-SiC_f/SiC 蠕变断裂断口氧化区的形成与蠕变过程密切相关, 蠕变过程中材料的

氧化与蠕变温度、应力和时间等密切相关, 因此可从氧化区大小和形貌判断蠕变损伤过程。图 5 显示了 2D-SiC_f/SiC 的 3 个典型蠕变断口的氧化区形貌, 其蠕变断裂时间分别是 42、70 和 88 h。可以看出: 蠕变断口氧化区上没有纤维拔出现象, 纤维拔出长度短意味着纤维/基体界面结合强度高。2D-SiC_f/SiC 的不同温度断口氧化区形貌不同。1200 °C/120 MPa 蠕变断口氧化区表面形成氧化物(图 5(a)), 据 EDS 分析可知, 这些氧化物主要为 SiO₂。蠕变温度升高至 1300 °C, 氧化程度加剧, SiO₂ 熔体覆盖在材料断口氧化区表面, 同时可见图 5(b)所示的气体溢出气泡。蠕变温度升高到 1400 °C 时, 材料的氧化程度进一步加剧, 形成更多 SiO₂ 熔体覆盖于断口氧化区表面, 如图 5(c)所示。因此蠕变温度越高或蠕变断裂时间越长, 蠕变断口表面的氧化程度越大。

蠕变过程中, 界面处的 BN 氧化成 B₂O₃ 气体逐渐挥发会造成纤维/基体界面间隙^[17]。部分 B₂O₃ 熔体可与基体或纤维氧化生成的 SiO₂ 融合形成了硼硅酸盐熔体。随着基体或纤维氧化程度增大, 硼硅

图 5 2D-SiC_f/SiC 在不同条件蠕变断裂的断口氧化区形貌Fig. 5 Morphologies of fracture oxidation zone of 2D-SiC_f/SiC under different creep rupture conditions

(a) 1200 °C/120 MPa; (b) 1300 °C/100 MPa; (c) 1400 °C/80 MPa

酸盐熔体中 SiO_2 含量增加, 其黏度增大, 最终固化为高 SiO_2 含量的玻璃^[18], 从而造成界面粘结, 如图 6(a) 所示。界面粘结将导致纤维/基体界面结合强度变大, 裂纹无法偏转, SiO_2 的填充也会增大应力集中程度, 进而使蠕变裂纹扩展, 造成蠕变断裂。此外, 在 1200 和 1300 °C 蠕变断裂后, 还发现图 6(b) 所示的纤维氧化。这是因为在这两个温度下 SiC 的氧化速率低于 1400 °C 的氧化速率。研究表明: 1300 °C 条件下, SiC 氧化生成 SiO_2 的速率为 $3.76 \times 10^{-2} \mu\text{m}^2/\text{h}$ ^[19], 低于 1400 °C 的氧化速率 ($5.89 \times 10^{-2} \mu\text{m}^2/\text{h}$)。没有生成足够的 SiO_2 填充全部纤维/基体界面, 当 BN 界面被消耗形成空隙后, 纤维被氧化使其有效直径变小, 纤维强度降低, 进而造成纤维断裂。因此不论是界面粘结还是纤维氧化, 均会促使基体裂纹张开和扩展, 进而造成蠕变断裂。

2.4 截面形貌

由前述结果可知, 2D-SiC_f/SiC 在 1200 °C/110 MPa 和 1300 °C/90 MPa 两种条件下均未发生蠕变断裂, 但是 1300 °C/90 MPa 蠕变后, 复合材料的剩余拉伸性能显著下降。进一步分析两个试样的截面微观组织, 如图 7 所示, 1200 °C/110 MPa 蠕变 560 h 后, 纤维和界面保持相对完好, 复合材料内部没有看到明显的氧化; 1300 °C/90 MPa 蠕变 500 h 后, SiC 纤维发生了开裂, 说明纤维在蠕变过程中发生了严重损伤, 其性能退化。这就是 2D-SiC_f/SiC 经 1300 °C/90 MPa 蠕变 500 h 后的拉伸性能显著下降的原因。

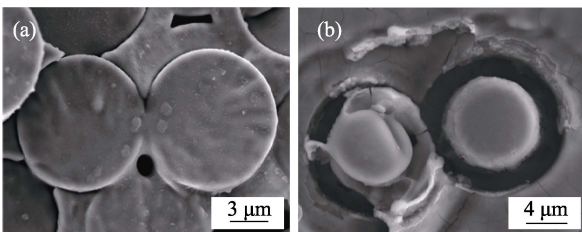


图 6 1300 °C/100 MPa 蠕变过程中 2D-SiC_f/SiC 中发生的界面和纤维损伤

Fig. 6 Interface and fiber damage in 2D-SiC_f/SiC during creeping at 1300 °C/100 MPa

(a) SiO_2 filled; (b) SiO_2 unfilled

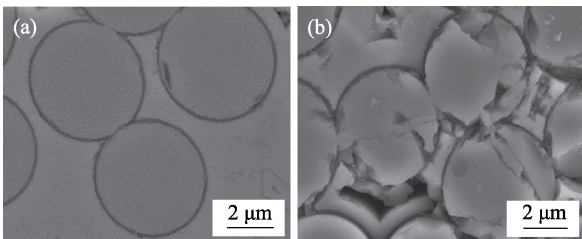


图 7 2D-SiC_f/SiC 蠕变后的纵向纤维微观组织

Fig. 7 Longitudinal fiber microstructures of 2D-SiC_f/SiC after crept (a) 1200 °C/110 MPa for 560 h; (b) 1300 °C/90 MPa for 500 h

3 分析与讨论

实验结果显示 2D-SiC_f/SiC 的蠕变行为和损伤模式与应力和温度密切相关, 当蠕变应力低于 σ_{PLS} 时, 2D-SiC_f/SiC 有良好的蠕变性能, 基体不会发生明显开裂, 氧气无法大量进入材料内部, 复合材料蠕变 560 h 后的拉伸断口也反映出这个特征。这时蠕变载荷由纤维和基体共同承担, 其蠕变行为由基体和纤维共同控制。当蠕变应力大于 σ_{PLS} 时, 基体发生明显开裂, 氧气通过基体裂纹进入材料内部, 使基体、纤维和界面发生氧化, 发生界面粘结和纤维氧化等损伤(如图 6 所示)。增加应力或提高温度, 基体开裂程度增大, 此时蠕变行为主要由纤维决定。更高的温度和应力造成纤维损伤程度加剧, 这与文献[9]的研究结果一致。

从表 2 可知, 随着温度升高, 2D-SiC_f/SiC 的 σ_{PLS} 下降。在相同应力下, 蠕变温度越高, σ_{PLS} 下降越小, 2D-SiC_f/SiC 的基体开裂程度越大, 因此抗蠕变性能越差。2D-SiC_f/SiC 的 σ_{PLS} 与其使用的纤维和基体工艺密切相关^[9]。本研究中 2D-SiC_f/SiC 的 σ_{PLS} 与 CVI Hi-Nicalon SiC_f/SiC 的接近^[13], 但低于 MI-SiC_f/SiC 的^[15]。为进一步说明基体类型对于蠕变性能的影响, 这里使用 Larson-Miller 参数(LMP)估计和比较了不同基体类型 SiC_f/SiC 的蠕变断裂时间^[9]。LMP 是将蠕变断裂时间与蠕变应力和温度建立联系的参数, 关系如公式(1)所示。对于 SiC_f/SiC, D 为 22^[20]。图 8 显示了 2D-SiC_f/SiC 在不同应力下的 LMP 参数, 为了对比还列出了部分不同基体和纤维的 SiC_f/SiC 的数据^[9,13,15]。从图中可以看出, 在相同条件下, 2D-SiC_f/SiC 的蠕变性能与其使用的纤维和基体类型密切相关。纤维代次越高, 2D-SiC_f/SiC 的抗蠕变性能越好。MI SiC_f/SiC 的抗蠕变性能优于 CVI SiC_f/SiC。

$$\text{LMP} = T(\lg t_{\text{R}} + D) \times 10^{-3} \quad (1)$$

其中 T 是温度(K), t_{R} 是蠕变断裂时间, D 是常数。

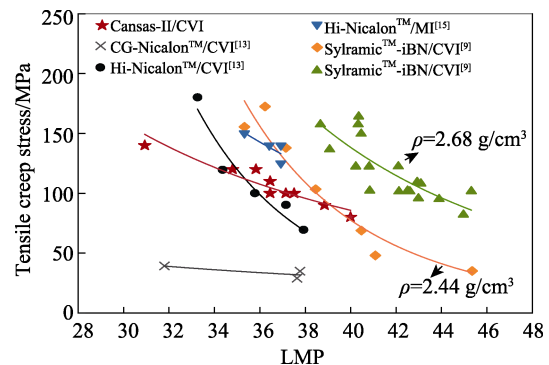


图 8 2D-SiC_f/SiC 的 Larson-Miller 曲线

Fig. 8 Larson-Miller plots for 2D-SiC_f/SiC

4 结论

1) 在 1200~1400 °C 温度范围内, 2D-SiC_f/SiC 的蠕变断裂时间随温度升高或应力增加而缩短。在 1200 °C/110 MPa 条件下, 其蠕变断裂时间大于 560 h, 最小蠕变速率为 4.95×10^{-10} /s, 蠕变性能达到国外类似材料水平。

2) 2D-SiC_f/SiC 的蠕变断裂时间与氧化损伤程度密切相关。在 1200 °C/110 MPa 条件下, 氧化区面积小, 蠕变断裂时间大于 560 h。增加应力或提高温度会使氧化区面积增大, 蠕变断裂时间缩短。

3) 2D-SiC_f/SiC 在 1200~1400 °C 的蠕变行为主要是基体开裂和氧化损伤。基体开裂后, BN 界面氧化形成间隙, 被氧化的纤维直径明显减小, SiC 氧化生成的 SiO₂ 填充界面导致界面粘结, 这进一步促使基体裂纹张开和扩展。

参考文献:

- [1] ALMANSOUR A. Characterizing ceramic-matrix composites to improve durability. *American Ceramic Society Bulletin*, 2016, **95(5)**: 35.
- [2] YUAN Q, SONG Y C. Research and development of continuous SiC fibers and SiC_f/SiC composites. *Journal of Inorganic Materials*, 2016, **31(11)**: 1157.
- [3] ZHAO S, YANG Z C, ZHOU X G. Fracture behavior of SiC/SiC composites with different interfaces. *Journal of Inorganic Materials*, 2016, **31(1)**: 58.
- [4] WANG X, SONG Z L, CHENG Z, *et al.* Tensile creep properties and damage mechanisms of 2D-SiC_f/SiC composites reinforced with low-oxygen high-carbon type SiC fiber. *Journal of the European Ceramic Society*, 2020, **40(14)**: 4872.
- [5] ALMANSOUR A, MAILET E, RAMASAMY S, *et al.* Effect of fiber content on single tow SiC minicomposite mechanical and damage properties using acoustic emission. *Journal of the European Ceramic Society*, 2015, **35(13)**: 3389.
- [6] PRYCE A W, SMITH P A. Matrix cracking in crossply ceramic matrix composites under quasi-static and cyclic loading. *Acta Metallurgica Et Materialia*, 1993, **42(3)**: 861.
- [7] CAO J, MIZUNO M, NAGANO Y. The stress dependence damage mechanism during tensile creep and fatigue in a SiC/SiC composite at 1400 °C. 22nd Annual Conference on Composites, Advanced Ceramics, Materials, and Structures: A. Florida, 1998: 251.
- [8] FARIZY G, CHERMANT J L, VICENS J, *et al.* Understanding of the behaviour and the influence of oxidation during creep of SiC_f-SiBC composites in air. *Advanced Engineering Materials*, 2005, **7(6)**: 529.
- [9] BHATT R T, KISER J D. Creep behavior and failure mechanisms of CVI and PIP SiC/SiC composites at temperatures to 1650 °C in air. *Journal of the European Ceramic Society*, 2021, **41(13)**: 6196.
- [10] WANG X, WANG K J, BAI H, *et al.* Creep properties and damage mechanisms of 2D-SiC_f/SiC composites prepared by CVI. *Journal of Inorganic Materials*, 2020, **35(7)**: 817.
- [11] MORSCHER G N. Tensile creep and rupture of 2D-woven SiC/SiC composites for high temperature applications. *Journal of the European Ceramic Society*, 2010, **30(11)**: 2209.
- [12] ZHU S, MIZUNO M, KAGAWA Y, *et al.* Creep and fatigue behavior in Hi-NicalonTM-fiber-reinforced silicon carbide composites at high temperatures. *Journal of the American Ceramic Society*, 1999, **82(1)**: 117.
- [13] ZHU S, MIZUNO M, KAGAWA Y, *et al.* Monotonic tension, fatigue and creep behavior of SiC-fiber-reinforced SiC-matrix composites: a review. *Composites Science and Technology*, 1999, **59(6)**: 833.
- [14] ZHU S, MIZUNO M, NAGANO Y, *et al.* Tensile creep behavior of a SiC-fiber/SiC composite at elevated temperatures. *Composites Science and Technology*, 1998, **57(12)**: 1629.
- [15] GREGORY S C, KRISHAN L L. GE Global Research. Melt Infiltrated Ceramic Composites (Hipercomp®) For Gas Turbine Engine Applications. Continuous Fiber Ceramic Composites Program Phase II Final Report, 2006: 153.
- [16] MORSCHER G N, CAWLEY J D. Intermediate temperature strength degradation in SiC/SiC composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 2002, **22(14/15)**: 2777.
- [17] LU Z L, YUE J, FU Z Y, *et al.* Microstructure and mechanical performance of SiC_f/BN/SiC mini-composites oxidized at elevated temperature from ambient temperature to 1500 °C in air. *Journal of the European Ceramic Society*, 2020, **40(8)**: 2821.
- [18] MORSCHER G N. Stress-environmental effects on fiber reinforced SiC-based composites. The American Ceramic Society. Ceramic Matrix Composites: Materials, Modeling and Technology. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2014: 334.
- [19] OGBUJI L U J T, OPILA E J, *et al.* A comparison of the oxidation kinetics of SiC and SiN. *Journal of the Electrochemical Society*, 1995, **142**: 925.
- [20] DICARLO J A. Creep of chemically vapor-deposited SiC fibers. *Journal of Materials Science*. 1986, **21(1)**: 217.