

SiC_f/Ti-6Al-4V 复合材料的界面性能

符跃春^{1,2}, 石南林², 张德志², 杨锐²

(1. 广西大学, 广西 南宁 530004)

(2. 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016)

摘要: 采用纤维推出法测量了 SiC_f/Ti-6Al-4V 复合材料的界面剪切强度。结果表明, 热压态碳涂层和未涂层纤维与基体的界面剪切强度分别为 118.2 MPa 和 230 MPa, 界面脱粘发生在碳涂层或纤维与界面反应层之间。500℃, 600℃ 和 800℃ 退火处理后, 界面剪切强度均低于热压态的强度, 随退火时间的增加, 500℃ 处理后的界面剪切强度呈下降趋势, 600℃ 和 800℃ 处理后呈微弱上升趋势, 而且 800℃ 处理后, 界面脱粘可发生在基体/界面反应层和碳涂层或纤维/界面反应层 2 个界面。

关键词: 界面剪切强度; SiC_f/Ti-6Al-4V 复合材料; 碳涂层

中图法分类号: TB333

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2006)11-1757-04

1 前言

纤维/基体界面性能是影响连续 SiC 纤维增强钛基复合材料 (TMCs) 力学性能的重要因素, 复合材料内载荷的传递、微区应力和应变分布、残余应力、增强机制和断裂过程等力学性能都与界面性能有关^[1,2]。Ochiai^[3]等指出, 存在一个最佳界面结合强度使复合材料的性能最好。因此, 作为复合材料性能分析的可靠性依据, 必须对 SiC_f/Ti 基复合材料的界面性能进行实验测量, 而且这也将为界面性能优化提供表征方法。

目前表征纤维/基体界面性能的最佳途径是测量其界面剪切强度, 其中纤维推出法得到了广泛应用。Yang^[4]和 Watson^[5]等首先采用显微硬度计测量了一些 SiC_f/Ti 基复合材料的界面剪切强度, 但由于不能连续加载, 无法准确判断纤维推出的时机。Eldridge^[6,7]等后来设计了专门用于纤维推出的室温和高温设备, 但并未能对 SiC_f/Ti 基复合材料的界面性能进行系统分析。黄玉东^[8]研制出国内第 1 台界面力学性能原位测定仪, 在 SiC(Nicalon)/Al 等复合材料界面强度的测量上都取得了一定结果, 所以本研究采用该设备来测量 SiC_f/Ti-6Al-4V 复合材料的界面剪切强度。由于 SiC 纤维和 Ti 基体形成复杂的界面结构, 而测试设备没有统一的标准, 各文献报道的实验结果有很大出入, 因此本文研究了在其他条件相同的情况下, 未涂层纤维和具有碳涂层纤维与基体的界面剪切强度, 分析了纤维表面碳涂层的作用, 对热处理后的界面剪切强度和

影响因素也进行了探讨。

2 实验方法

实验中所用的两种复合材料采用粉末布法制备, 基体均是 Ti-6Al-4V 粉末, 热压参数均采用 870℃, 50 MPa, 热压 2 h。SiC 纤维由中国科学院金属研究所化学气相沉积法制备, 一种是表面有 1 层约 3 μm 的碳涂层, 另一种是纯的 SiC 纤维。

测量界面剪切强度的示意图如图 1 所示。将复合材料样品垂直于纤维轴向打磨并抛光成薄片, 然后将其固定在带有狭缝的载物台上。在单根纤维上施加连续增加的载荷, 在载荷突然下降时纤维即被推出, 界面剪切强度的计算公式为, $\tau = P / 2\pi rd$, 其中 P 为最大载荷, r 为纤维半径, d 为样品厚度。为了避免样品厚度对测试结果产生影响, 对每个界面测量了不同样品厚度下的界面剪切强度。对 500℃, 600℃ 和 800℃ 不同时间真空退火热处理后的样品也进行了测量, 以观察热处理对界面剪切强度的影响。采用扫描电镜观察了被推出后的纤维形貌以确定界面脱粘的位置。

3 实验结果

3.1 热压态复合材料的界面剪切强度

2 种 SiC_f/Ti-6Al-4V 复合材料的界面剪切强度随样品厚度增加的变化见图 2。可以看到, 随着样品厚度的增加, 碳涂层纤维与基体的界面剪切强度稍有增加并达到一稳定值; 未涂层纤维与基体的界面剪切强

收稿日期: 2005-11-10

基金项目: 中国科学院“百人计划”项目

作者简介: 符跃春, 女, 1977 年生, 博士, 广西大学物理科学与工程技术学院, 广西 南宁 530004, 电话: 0771-3236394

度在样品厚度为 70 μm 时只有 181 MPa, 随后迅速增加并也达到一稳定值。因此本实验中, 在样品厚度较薄时的较低的界面剪切强度可能是由边界效应和制备过程中的损伤引起的, 样品厚度是纤维直径的 1 倍~2.5 倍时, 界面剪切强度是不依赖于其厚度的, 可以真实地反映界面剪切强度。所以碳涂层纤维与基体的界面剪切强度为 118.2 MPa, 而未涂层纤维与基体的剪切强度为 230 MPa, 远远大于碳涂层纤维与基体的剪切强度, 即碳涂层降低了纤维/基体的界面剪切强度。

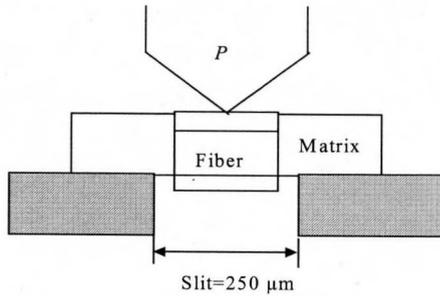


图 1 界面剪切强度测量示意图

Fig.1 Schematic diagram of interfacial shear strength measurement

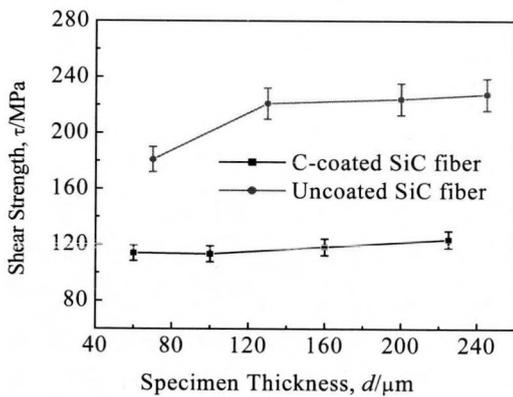


图 2 SiC_f/Ti-6Al-4V 复合材料的界面剪切强度与样品厚度的关系

Fig.2 Relationship between interfacial shear strength and specimen thickness of SiC_f/Ti-6Al-4V composites

对推出后的纤维 SEM 观察发现 (见图 3), 白色的界面反应层仍然紧紧地粘附在基体上, 因此碳涂层纤维与基体的脱粘发生在碳涂层和界面反应层之间, 而未涂层纤维与基体的脱粘位置在纤维和界面反应层之间。

3.2 热处理后的界面剪切强度

图 4 是 2 种复合材料在 500 $^{\circ}\text{C}$, 600 $^{\circ}\text{C}$ 和 800 $^{\circ}\text{C}$ 3 种温度退火热处理时, 界面剪切强度随热处理时间的变化情况。

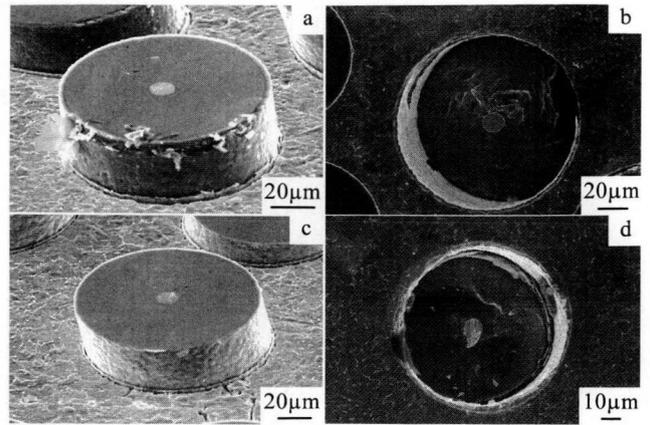


图 3 2 种 SiC 纤维被推出复合材料后的 SEM 形貌

Fig.3 SEM micrographs of two kinds of SiC fibers pushed out of composites: (a) and (b) C-coated fiber from the top and the bottom; (c) and (d) uncoated fiber from the top and the bottom

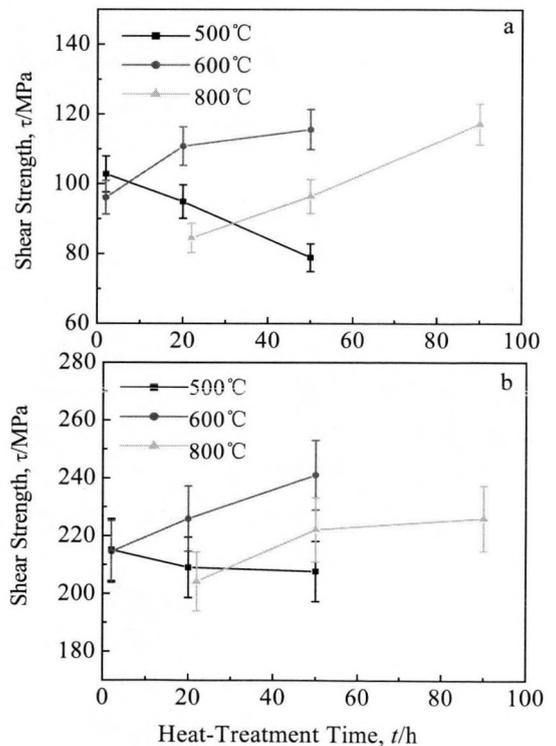


图 4 热处理对 SiC_f/Ti-6Al-4V 复合材料界面剪切强度的影响
Fig.4 Effect of heat treatment on the interfacial shear strength of SiC_f/Ti-6Al-4V composites: (a) C-coated fiber; (b) uncoated fiber

由于 SiC_f/Ti 基复合材料的界面反应层在 650 $^{\circ}\text{C}$ 以下是很稳定的^[9], 因此对复合材料进行 500 $^{\circ}\text{C}$ 和 600 $^{\circ}\text{C}$ 退火热处理主要是为了观察基体变化对界面剪切强度的影响。可以看到, 在 2 个温度下热处理 2 h 后, 2 种复

复合材料的界面剪切强度均低于热压态的强度。随着退火处理时间的增加, 2 种界面剪切强度在 500℃ 时继续降低, 其中碳涂层 SiC 纤维与基体的界面剪切强度下降得比较明显, 退火处理 50 h 后强度降为 80 MPa; 而 600℃ 处理时界面剪切强度随退火时间的增加略有上升。在 Yang^[4]等的实验中也发现, 经 500℃ 退火处理后, SCS-6/Ti-15-3 复合材料的界面剪切强度随退火时间的增加而降低, 但是 Chandra^[10]等的研究认为, 退火时间对界面剪切强度的影响微弱。

观察被推出后的纤维形貌发现, 退火处理后 2 种复合材料的界面脱粘位置没有发生变化, 仍然在碳涂层或纤维和界面反应层之间。

在 800℃ 热处理时, SiC_f/Ti 基复合材料的界面不稳定性将使得界面反应层厚度随着热处理时间的增加而增加, 由图 4 可知此时界面剪切强度也呈上升趋势, 但强度与热压态相比还是降低了, 这与 Yang^[4]等的实验结果是一致的。

图 5 是 800℃ 热处理后纤维被推出的 SEM 形貌。当纤维刚被推出时, 界面脱粘发生在基体/界面反应层之间, 见图 5a 和 5c; 随着纤维被推出距离的增加, 脱粘主要还是发生在碳涂层或纤维和界面反应层之间, 见图 5b 和 5d。

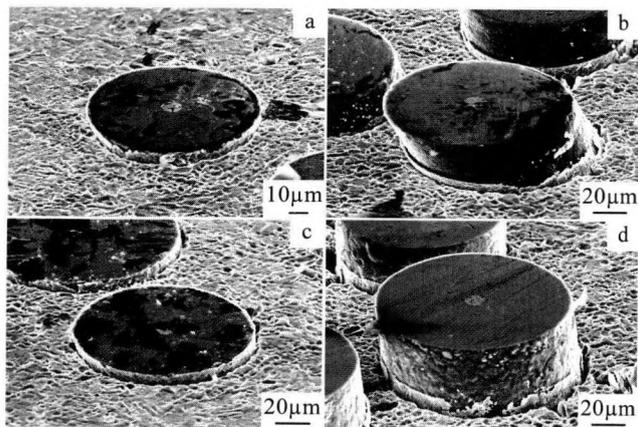


图 5 800℃ 热处理后 SiC 纤维被推出后的形貌

Fig.5 Morphologies of SiC fibers, pushed out of composite treated at 800℃: (a) and (b) C-coated fiber; (c) and (d) uncoated fiber

4 讨论

4.1 碳涂层对界面剪切强度的影响

在 SiC 纤维表面沉积碳涂层是为了缓解纤维表面的损伤敏感性^[11], 防止纤维在处理过程中受到损伤, 而且碳涂层将首先与基体发生反应, 因此又称为缓冲

层或反应阻挡层。由上面的实验结果可知, 碳涂层还可显著降低 SiC_f/Ti 基复合材料的界面剪切强度。纤维/基体的界面结合力是机械结合力、物理结合力和化学结合力共同作用的结果。机械结合力就是摩擦力, 它决定于纤维的表面粗糙度, 碳涂层沉积到 SiC 纤维表面后, 纤维表面明显细化^[11], 因此在纤维与基体的相对运动过程中摩擦力就小。从物理结合力来看, 碳涂层是由热解碳组成^[11], 它在一定程度上起到了润滑剂的作用, 因而有利于减小阻力, 同时涂层区的碳较软, 容易变形, 这也可以减小纤维推出过程中的阻力。对碳涂层和未涂层的 SiC 纤维, 它与 Ti-6Al-4V 基体的界面反应产物在靠近纤维一侧均是 TiC^[12,13], 所以可以说 2 种复合材料的界面脱粘分别发生在 TiC/C 界面和 TiC/SiC 界面。从化学结合力的角度看, TiC/C 界面有 C/C 键和 Ti/C 键, TiC/SiC 界面有 C/C 键, Ti/C 键和 Ti/Si 键。通常, Ti/Si 键结合较强, 因而可以推测, TiC/SiC 界面的化学结合力较强。综上可知, 碳涂层纤维与基体的界面剪切强度要低于未涂层 SiC 纤维与基体的界面剪切强度, 这有利于复合材料受载时的纤维拔出, 增强复合材料性能。

4.2 热处理对界面剪切强度的影响

在 500℃ 或 600℃ 退火处理时, 热压在基体中产生的内应力会得到一定程度的释放, 基体的塑性得到提高, 降低了其对纤维的束缚作用, 使得纤维的推出阻碍减小, 因此退火处理 2 h 后 2 种复合材料的界面剪切强度均低于热压态的强度。同时, 由纤维和基体热膨胀系数不同产生的界面热残余应力, 经过退火处理后也有可能得到缓解, Jeffrey^[7]等的实验证明, 当测量温度为 650℃ 时, 测得的界面剪切强度很低, 只有 20 MPa 左右, 主要是因为升温解除了热残余应力的作用。虽然本实验的界面剪切强度都是在室温测得, 但是退火处理对界面残余应力也有一定的影响, 总体来讲会降低界面剪切强度。随着热处理时间的增加, Ti-6Al-4V 基体中的 α 相发生长大, 降低了基体的强度, 因此界面剪切强度在 500℃ 处理后随时间的增加而降低; 当提高退火温度, 如 600℃, 基体还可能发生 $\beta \rightarrow \alpha$ 的相变强化基体, 使得界面剪切强度随时间的增加而增加。

在 800℃ 的高温下, Ti-6Al-4V 基体中的 β 相发生长大, 基体的塑性增加, 强度下降, 降低了对纤维的束缚作用, 也降低了界面剪切强度, 并使得基体/界面反应层界面成为弱结合界面。同时在此温度下, 纤维/基体界面反应层发生长大, 增强了界面化学结合力, 而且界面变得比较粗糙, 使得界面机械摩擦力也增强, 所以界面剪切强度随处理时间的增加而增加。由

Gundel^[14]等的研究可知, SiC_f/Ti-6Al-4V 复合材料的界面反应层在 800℃ 时的生长速率较慢, 因此在热处理时间较短时, 基体的软化作用控制着界面结合的强弱, 当增加热处理时间, 界面反应层的强化作用逐渐显现, 使得界面剪切强度逐渐增加。

5 结 论

1) 采用纤维推出法测量了 SiC_f/Ti-6Al-4V 复合材料的界面剪切强度。热压态碳涂层纤维与基体的界面剪切强度为 118.2 MPa, 未涂层纤维与基体的界面剪切强度为 230 MPa, 界面脱粘分别发生在碳涂层或纤维与界面反应层之间。

2) 500℃, 600℃ 和 800℃ 退火热处理后, 界面剪切强度均低于热压后的样品, 随退火时间的增加, 500℃ 处理后的界面剪切强度呈下降趋势, 600℃ 和 800℃ 处理后呈微弱上升趋势。800℃ 处理后界面脱粘位置发生变化, 可以在基体/界面反应层和纤维/界面反应层 2 个界面发生脱粘。

参考文献 References

[1] Fukushima A, Fujiwara C, Kagawa Y *et al.* *Mater Sci Eng*[J], 2000, A276: 243

- [2] Wu X, Cooper C, Bowen P. *Metall Mater Trans*[J], 2001, 32A: 1851
- [3] Ochiai S, Osamura K. *Metall Trans*[J], 1990, 21A: 971
- [4] Yang C J, Jeng S M, Yang J M. *Scripta Metal Mater*[J], 1990, 24: 469
- [5] Watson M C, Clyne T W. *Acta Metall Mater*[J], 1992, 40(1): 141
- [6] Eldridge J I, Brindley P K. *J Mater Sci Lett* [J], 1989, 8: 1451
- [7] Jeffrey I Eldridge, Ben T Ebihara. *J Mater Res*[J], 1994, 9(4): 1035
- [8] Huang Yudong(黄玉东), Liu Yuyan(刘宇艳), Zhang Zhiqian(张志谦)*et al.* *Materials Engineering*(材料工程)[J], 1993, 11: 35
- [9] Guo Z X, Derby B. *Prog Mater Sci*[J], 1995, 39(4~5): 411
- [10] Chandra N, Ghonem H. *Comp A*[J], 2001, 32: 575
- [11] Shi N L, Liu Q M, Chang X C *et al.* *Acta Metall Sinica (English Edition)*[J], 1990, 3B(6): 439
- [12] Rhodes C G, Ghosh A K, Spurling R A. *Metall Trans*[J], 1987, 18A(12): 2151
- [13] Baik K H, Grant P S. *Scripta Mater*[J], 2001, 44: 607
- [14] Gundel D B, Wawner F E. *Scripta Metall Mater*[J], 1991, 25: 437

Interfacial Properties of SiC_f/Ti-6Al-4V Composites

Fu Yuechun^{1,2}, Shi Nanlin², Zhang Dezhi², Yang Rui²

(1. Guangxi University, Nanning 530004, China)

(2. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

Abstract: The interfacial shear strength of SiC_f/Ti-6Al-4V composites was investigated by the fiber push-out method. The results showed that the interfacial shear strength between c-coated, uncoated fiber and the matrix reached 118.2 MPa and 230 MPa, respectively. The interfacial debonding occurred between the C-coating or SiC fiber and the interfacial reaction layer. After annealing treatment at 500℃, 600℃ and 800℃, the interfacial shear strength was lower than that of the as-fabricated samples. The strength trends decreasing after annealing at 500℃ and a little increasing after annealing at 600℃ and 800℃. Debonding possibly took place at interfaces of matrix /interfacial reaction products and C-coating or SiC fiber/ interfacial reaction products after treated at 800℃ .

Key words: interfacial shear strength; SiC_f/Ti-6Al-4V composites; C-coating

Biography: Fu Yuechun, Ph. D., College of Physics Sciences and Engineering, Guangxi University, Nanning 530004, P. R. China, Tel: 0086-771-3236394, E-mail: ycfu@gxu.edu.cn