SiC纤维束及SiC/SiC小复合材料 力学性能试验方法研究



蒙怡¹,杨胜春¹,毕宜春²,屈孙涛¹ 1.中国飞机强度研究所强度与结构完整性全国重点实验室,陕西西安 710065 2.西北工业大学 超高温结构复合材料重点实验室,陕西西安 710072

摘 要:单向小复合材料拉伸应力—应变行为与块状复合材料十分相似,研究小复合材料力学性能对准确表征块状复合材料在不同载荷条件下的力学行为具有重要意义。本文针对SiC纤维束及SiC/SiC小复合材料,通过试验方法对比了单调拉伸试验中接触式/非接触式应变测量方式的适用性,得出了分别适用于两种材料的最佳应变测量方案。使用聚类算法分析纤维束试样测试中的声发射信号,识别出了单丝、少量、巨量纤维断裂时对应的信号特征,可以为块状复合材料试样的声发射 信号聚类分析提供依据。

关键词:纤维束; 小复合材料; 应变测量; 聚类; 声发射

中图分类号:V257

文献标识码:A

陶瓷基复合材料(CMC)以其低密度、高韧性、抗氧化、 抗蠕变和优异的疲劳性能,已成为高温热结构应用的潜在 材料^[1-2]。块状复合材料由多个不同方向和排列的纤维束 组成,而由单个纤维束和基体组成的小复合材料试样与块 状复合材料的基本尺度相对应。单向小复合材料的拉伸应 力一应变行为与块状复合材料十分相似^[3],通过较低成本 制作的小复合材料,可以更加准确地表征其在不同载荷条 件下的力学行为。

目前,小复合材料的力学性能测试方法与损伤失效已 成为研究热点^[4-6]。Almansour等^[7]对各种类型的SiC纤维 组成的小复合材料开展室温拉伸测试,采用声发射技术来 确定基体裂纹与外加载荷的关系。Chateau等^[8]采用原位X 射线断层扫描监测SiC/SiC小复合材料在拉伸载荷下的基 体裂纹扩展与纤维断裂。Yang等^[9]观测了两种不同界面层 小复合材料在不同氧化温度下的微观结构演变,并通过拉 伸测试研究了复合材料的力学性能。Maillet等^[10]和张盛^[11] 对小复合材料受拉伸载荷下的变形测量通常采用引伸计或 使用试验机夹头位移粗略替代,由于夹具间隙的存在,使用 夹头位移替代试样变形显然是不准确的,而使用引伸计测

DOI: 10.19452/j.issn1007-5453.2023.10.003

量时,由于材料本身的脆性大,在安装引伸计过程及测试中 会存在意外损坏试样的风险。数字图像相关(DIC)作为一 种非接触应变测量方式^[12],应用于小复合材料的应变测量 时可以避免损伤试样,但其应用在文献中鲜有提及。

本文以SiC纤维束及SiC/SiC小复合材料为研究对象, 通过试验方法对比了引伸计、DIC两种应变测量方式的适 用性,得出了纤维束及小复合材料的最佳应变测量方案。 纤维束及小复合材料应力一应变响应的准确获取可以为块 状复合材料的力学性能表征提供支撑。此外,通过对SiC 纤维束试样在单调拉伸试验中的声发射信号聚类分析,识 别出了单丝、少量、巨量纤维断裂时的信号特征,可以为小 复合材料与块状复合材料在拉伸载荷下的损伤机制分析提 供可靠依据,具有一定的工程应用价值。

1 试验方法

1.1 试样

本文研究的SiC纤维束及SiC/SiC小复合材料试样由 西北工业大学提供,SiC纤维束使用国产三代SiC纤维,纤 维束规格为0.5K,纤维平均半径6.75µm。SiC/SiC小复合

收稿日期: 2023-05-31; 退修日期: 2023-08-08; 录用日期: 2023-09-06

引用格式: Meng Yi, Yang Shengchun, Bi Yichun, et al. Study on mechanical properties of SiC fiber bundle and SiC/SiC mini composite[J]. Aeronautical Science & Technology, 2023, 34(10): 17-23. 蒙怡, 杨胜春, 毕宜春, 等. SiC 纤维束及 SiC/SiC 小复合材料力学性能试验 方法研究[J]. 航空科学技术, 2023, 34(10): 17-23.

材料是通过在上述单纤维束表面采用化学气相沉积技术沉积 BN界面与SiC基体制备而成,SiC/SiC小复合材料平均截面面积为0.65mm²。

将纤维束与小复合材料剪裁至固定长度,并用AB胶粘贴于两片铝片中心位置,如图1所示,保证铝片中间段试样工作区长度为50mm,为避免试样受外力损坏,试样底部通过一长铝片夹持固定。共制备试样三件,其中纤维束试样一件,小复合材料试样两件。



图 1 SiC/SiC 小复合材料试样 Fig.1 SiC/SiC mini composite specimen

1.2 应变测量

试样的变形测量方法通常分为接触式与非接触式两种。接触式测量通常采用应变片与引伸计测量变形,以 DIC为代表的非接触测量方法通过识别图像中散斑的位置 变化测量全场应变。考虑到试样的尺寸因素,传统的应变 片无法粘贴,拟采用引伸计与DIC测量材料应变。

对两类试样表面喷涂随机散斑,白色底漆需少量多次 喷涂试样直至表面均匀着色,待底漆风干后使用黑色自喷 漆沉积适量散斑,散斑喷涂效果应保证黑白两色面积占比 相对均匀,由于试样尺寸原因,对散斑的制作要求较高。在 散斑制备过程中发现,纤维束试样表面白色底漆难以沉积, 无法制备出符合要求的散斑,而采用在试样表面粘贴黑白 标记点作为虚拟引伸计的非接触测量方式,经前期测试发 现,模量测量结果离散系数较大(*C_v*=31%),并不适用于纤 维束材料的应变测量,其原因是由于纤维束未沉积界面与 基体,与小复合材料相比更软,纤维间接触并不紧密,粘贴 的标记点仅与表面纤维接触,无法准确测量到整个纤维束 材料的应变。

在使用引伸计测量时,刀口会对试样表面造成损伤,文 献[11]提及使用热缩管套于试样上以避免损伤,但操作比较 复杂且引伸计自重对试样额外施加的力也会对测试结果产 生影响。综上考虑,选用引伸计测量纤维束材料的应变,将 50mm标距引伸计刀口使用 502 胶粘贴于试样上下铝片端 部,并在引伸计下方放置支撑物以消除引伸计自重产生的 影响。如图2所示,针对小复合材料试样,采用在试样表面 喷涂散斑与粘贴黑白标记点作为虚拟引伸计两种方式测量 工作区变形,以对比两种测量方式的适用性。试样编号及 应变测量方式见表1。



图 2 试样安装图 Fig.2 Schematic diagram of specimen installation

表1 试样编号及应变测量方式

Table 1 Specimen number and strainmeasurement method

	编号	试样类型	应变测量方式		
1# 2# 3#		纤维束	引伸计		
		小复合材料	散斑/标记点		
		小复合材料	标记点		

1.3 试验过程

图2为2#试样安装示意图,试验机型号为Instron5943, 载荷量程1kN,使用销钉连接试样与试验机夹头,小复合材 料在纤维方向上强度较高,但易弯折损伤,故在铝片与夹头 之间安装足量垫片保证试样对中且避免试样在加载过程中 滑动。为监测试验过程中的声发射信号,在试样安装完成 后使用704硅橡胶将声发射探头粘贴于铝片上,并用胶带 固定,待固化15min后可进行测试。

单调拉伸试验采用位移控制加载,加载速率为 0.2mm/min。试验全程采集载荷和应变数据。采用VIC-3D QX非接触应变测量系统采集应变数据,采样频率为 1Hz,使用PCI型声发射系统进行全程实时监测,前置放大器增益为40dB,带通滤波为100~1000kHz,采样频率为2MHz,门槛值设置为45dB。声发射探头并未粘贴在试样表面,因此声发射信号在试样和夹具之间的传递和衰减需要进行测试,通过断铅模拟声发射源的方式在试样和夹具表面进行多次测试,观察到声发射信号从试样到夹具的幅值衰减小于3dB,证明测试方案可行。

2 结果与讨论

2.1 纤维束试样基本力学性能

1#纤维束试样应力一应变曲线与破坏模式如图3所示,其基本力学性能测试结果见表2,文献[11]中获得的125 根原始单丝平均强度为1.52GPa,与本文纤维束强度测量结 果基本一致。本文采用的引伸计测量方式,操作便捷,不易 对试样造成损伤,且测量结果为纤维束材料真实应变值,避 免了1.2节中提及的采用标记点测量时出现的测量结果不 可靠问题。

2.2 小复合材料试样基本力学性能

图4所示为2#试样加载过程中t=50s(加载前期)与t= 120s(加载后期)两个时刻的应变云图。加载方向记为Y方 向,图中选取 L_0 =18.68mm范围内(L_0 的选取可为工作区的 任意段长度,但应避免长度过小)沿Y方向的平均应变作为 散斑应变,两个标记点长度的改变量与两点间原长度的比 值作为标记点应变。

标记点应变记为应变1、散斑应变记为应变2,与应力的曲线如图5(a)所示,可以得出,二者应变测量结果十分吻合,采用标记点的应变测量方式操作便捷、测量结果可靠,同时根据测试需求,可以灵活增加多个标记点。2#试样的破坏模式如图5(b)所示,为工作区中部断裂。

2#、3#小复合材料试样的应力一应变曲线及基本力学 性能测试结果如图6和表3所示。由图6可得,小复合材料 拉伸应力一应变曲线具有明显的非线性特征,其中3#试样 的曲线可分为4个区域:初始线性区、第一非线性区、第二 线性区及最终断裂前的第二非线性区,与文献[13]中提及 的一致,而2#试样在第一非线性区阶段后即出现断裂。两 件试样的破坏应变差距较大,这也体现了纤维的初始缺陷 与界面结合强度等因素对试验结果的影响,3#试样体现了 材料很好的韧性,2#试样在裂纹偏折至纤维与基体界面处 会由于纤维存在初始缺陷及界面结合强度较高而发生纤维 断裂破坏。





图3 1#纤维束试样应力一应变曲线与破坏模式

Fig.3 Stress-strain curve and destruction mode of 1# fiber bundle specimen

表2 1#纤维束试样基本力学性能测试结果

Table 2 Basic mechanical property test results of 1# fiber bundle specimen

编号	拉伸强度/MPa	弹性模量/GPa	破坏应变/%		
1#	1756.66	142.8	1.302		

2.3 纤维束试样声发射信号分析

单调拉伸试验过程中,采用声发射探头采集到加载过 程中一系列声发射信号波形,根据波形可以得到幅值、能 量、上升时间、计数、持续时间、平均频率,中心频率等简化 波形参数。根据幅值、能量两参数将声发射信号数据聚类, 聚类分析属于无监督学习,分类标准和类别数目并非预先



图 4 2#试样应变测量结果 Fig.4 Strain measurement results of 2# specimen





(b) 破坏模式
 图 5 2#试样应力—应变曲线与破坏模式
 Fig.5 Stress-strain curve and destruction mode of 2# specimen

确定,使用误差平方和(SSE)函数与Silhouette系数作为类别数目k的选取依据,两种聚类有效性判断方法可通过





表3 2#和3#小复合材料试样基本力学性能测试结果

Table 3Basic mechanical property test results of 2# and
3# mini composite material specimens

编号	拉伸强度/MPa	弹性模量/GPa	破坏应变/%	破坏模式	
2#	282.11	350	0.203	中部断裂	
3#	304.26	329	0.885	中部断裂	

Matlab 程序实现

SSE =
$$\sum_{i=1}^{k} \sum_{p \in C_i} |p - m_i|^2$$
 (1)

式中,*C_i*是第*i*个簇;*p*是*C_i*中的样本点;*m_i*是*C_i*的质心。 SSE变化过程中,会出现一个拐点也即"肘"点,下降率突然 变缓时即认为是最佳的*k*值

Silhouette =
$$\frac{(b-a)}{\max(a,b)}$$
 (2)

式中,*a*为样本*i*到同一簇内其他点不相似程度的平均值;*b*为样本*i*到其他簇的平均不相似程度的最小值。Silhouette 系数的取值范围为[-1,1],系数越大,聚类效果越好。

不同特征参数的量纲不同,需要预先对两项特征参数进行归一化处理,使用 *k* 均值聚类算法对预处理后的数据聚类,通过两种聚类有效性判断方法选择合适的聚 类数 *k* 值,不同 *k* 值下 SSE 与 Silhouette 系数得分如图 7 所示。

由图 7(a)可得,在*k*=3 和*k*=4处出现明显拐点,而图 7(b) 中 *k*=3 时的 Silhouette 系数得分更优。综合判断,*k* 取 值为3。

k=3时的幅值--能量聚类结果如图8所示,图中星号代



图 7 不同 *k* 值聚类偏差图 Fig.7 Cluster bias plots of different *k*-values



表各簇的聚类中心,可以看到,三簇数据可以清楚地区分, 簇间无交叉重叠。将各簇数据的9项特征参数取平均值列 于表4,从表4中可以看出,簇1的信号数最多,占比67%,簇

Table 4The average value of the characteristicparameters of each cluster data

簇	幅值	能量	上升 时间	计数	持续 时间	平均 频率	峰值 频率	反算 频率	初始 频率	占比
1	49.84	4.31	49.05	8.47	187.65	67.98	3.35	39.86	289.59	0.67
2	83.14	184	11.86	116.55	1830.18	64	3.45	61.95	294.5	0.17
3	72.81	50.33	13	62.05	789.14	85	4.14	79.33	355.24	0.16

2、簇3的信号数基本持平,簇1、簇3、簇2的幅值、能量、计数、持续时间平均值依次递增,三类信号特征相似,为同类型损伤信号。

试样应力一应变曲线及试验过程中各簇声发射信号幅 值、能量随应力的分布如图9所示,从图9(a)中可以看到,在 加载初期没有声发射信号出现,加载至459MPa时出现第一 类信号,且该类信号一直延续至试样最终破坏,随后在 940MPa时第三类信号出现,加载后期在应力1128MPa时出 现第二类信号,且在试样最终破坏前阶段该类信号密集 出现。

综上分析,簇1对应单丝纤维断裂产生的声发射信号, 出现时间最早,能量、幅值最低,且延续至试样断裂。簇3 对应少量纤维断裂产生的声发射信号,出现在加载中期,能 量、幅值在三类信号中居中。簇2对应巨量纤维断裂产生 的声发射信号,能量、幅值最大,图9(b)中可以看到,加载至 应力1100MPa左右,大量高能量事件开始出现,加载后期巨 量纤维的断裂导致试样最终破坏。

3 结论

通过研究,可以得出以下结论:

(1)针对 SiC 纤维束及 SiC/SiC 小复合材料试样,对比 了单调拉伸试验中不同应变测量方式的适用性,引伸计测 量方式适用于纤维束试样的应变测量,采用散斑或标记点 的非接触应变测量方式适用于小复合材料的应变测量,采 用上述测量方式可以获取有效、可靠的试验数据。

(2)采用声发射探头获取纤维束试样单调拉伸过程中的损伤信号,通过聚类分析识别出了单丝、少量、巨量纤维断裂时的信号特征,可以为复合材料试样的声发射信号聚 类分析提供依据。

参考文献

[1] 张立同.纤维增韧碳化硅陶瓷复合材料:模拟、表征与设计 [M].北京:化学工业出版社,2009.



图 9 1#试样应力—应变曲线及声发射信号幅值、能量分布 Fig.9 Stress-strain curve of 1# specimen and amplitude and energy distribution of acoustic emission signal

Zhang Litong. Fiber toughened silicon carbide ceramic composites: simulation, characterization and design[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2009.(in Chinese)

- [2] 郭广达,成来飞,叶昉. 航空发动机热结构部件的RMI工艺研究进展[J].航空科学技术, 2022,33(8):1-8.
 Guo Guangda, Cheng Laifei, Ye Fang. Research progress of RMI process for aero-engine thermal structural components[J].
 Aeronautical Science & Technology, 2022, 33(8): 1-8. (in
- [3] Whitlow T, Jones E, Przybyla C. In-situ damage monitoring of a SiC/SiC ceramic matrix composite using acoustic emission and digital image correlation[J]. Composite Structures, 2016, 58:245-251.

Chinese)

[4] Yang Haitang, Xu Shenwei, Yang Pingping, et al. Mechanical

properties of SiC_{f}/SiC mini-composites reinforcements for SiC_{f}/SiC composites[C]. Journal of Physics: Conference Series. IOP Publishing,2019,1347(1):012047.

- [5] Lu Zilong, Yue Jianling, Fu Zeyu, 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[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2020,40(8):2821-2827.
- [6] 倪迎鸽,杨宇,吕毅,等.声发射在复合材料损伤机理研究的应用现状及发展趋势[J].玻璃钢/复合材料.2019(8):115-126.
 Ni Yingge, Yang Yu, Lyu Yi, et al. Application status and development trend of acoustic emission in the study of damage mechanism of composite materials[J]. FRP/Composites, 2019 (8):115-126. (in Chinese)
- [7] Almansour A, Maillet E, Ramasamy S, et al. Effect of fiber content on single tow SiC minicomposite mechanical and damage properties using acoustic emission[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2015,35(13):3389-3399.
- [8] Chateau C, Gélébart L, Bornert M, et al. In situ X-ray microtomography characterization of damage in SiC_f/SiC minicomposites[J]. Composites Science and Technology, 2011, 71(6):916-924.
- [9] Yang Haitang, Lu Zilong, Bie Bixiong, et al. Microstructure and damage evolution of SiC_f/PyC/SiC and SiC_f/BN/SiC minicomposites: A synchrotron X-ray computed microtomography study[J].Ceramics International, 2019,45(9): 11395-11402.
- [10] Maillet E, Godin N, R' Mili M, et al. Damage monitoring and identification in SiC/SiC minicomposites using combined acousto-ultrasonics and acoustic emission[J]. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2014,57:8-15.
- [11] 张盛. 编织陶瓷基复合材料力学行为的多尺度分析[D]. 南京: 南京航空航天大学, 2018.
 Zhang Sheng. Multi-scale analysis of mechanical behavior of woven ceramic matrix composites[D]. Nanjing: Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2018.(in Chinese)
- [12] 秦强,张翔宇,郭翔,等.基于数字图像的高温光学变形测量 方法研究[J]. 航空科学技术,2021,32(10):1-12.
 Qin Qiang, Zhang Xiangyu, Guo Xiang, et al.Research on high temperature optical deformation measurement method based on digital image[J]. Aeronautical Science & Technology, 2021,

32(10):1-12.(in Chinese)

[13] Chateau C, Gélébart L, Bornert M, et al. Modeling of damage in unidirectional ceramic matrix composites and multi-scale experimental validation on third generation SiC/SiC minicomposites[J]. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 2014, 63: 298-319.

Study on Mechanical Properties of SiC Fiber Bundle and SiC/SiC Mini Composite

Meng Yi¹, Yang Shengchun¹, Bi Yichun², Qu Suntao¹

1. National Key Laboratory of Strength and Structural Integrity, Aircraft Strength Research Institute of China, Xi' an 710065, China

2. Science and Technology on Thermostructural Composite Materials Laboratory, Northwestern Polytechnical University, Xi' an 710072, China

Abstract: The tensile stress-strain behavior of unidirectional small composites is very similar to that of bulk composites, and it is of great significance to study the mechanical properties of small composites to accurately characterize the mechanical behavior of bulk composites under different load conditions. In this paper, for SiC fiber bundles and SiC/SiC mini composites, the applicability of contact/non-contact strain measurement methods in monotonic tensile test was compared by experimental methods, and the optimal strain measurement scheme suitable for the two materials was obtained. The clustering algorithm was used to analyze the acoustic emission signal in the fiber bundle specimen test, and the corresponding signal characteristics of monofilament, small amount and macro fiber fracture were identified, which could provide a basis for the acoustic emission signal clustering analysis on composite specimens.

Key Words: fiber bundles; mini composites; strain measurement; clustering; acoustic emission