第 12 卷 第 2 期 复 合 材 料 学 报 Vol. 12 No. 2
1995 年 6 月 ACTA MATERIAE COMPOSITAE SINICA June 1995

SiC(Nicalon)/Al 复合材料的界面性能

黄玉东 刘宇艳 张志谦 魏月贞
(哈尔滨工业大学，哈尔滨 150001)
潘 进 杨德明
(国防科技大学，长沙 410073)

摘 要 本文建立了国内第一台复合材料界面强度原位测试仪(**ISISTI**)。对 **SiC(Nicalon)/Al** 复合材料中选定的单纤维进行了顶出测试，并对界面结合强度进行了分析。结果表明：**SiC(Nicalon)/Al** 复合材料的界面结合强度与复合工艺条件之间具有明显的对应关系。本文为进一步评价界面反应程度、指导复合材料工艺研究提供了有效的手段。

关键词 **SiC(Nicalon)/Al** 复合材料，纤维/基体界面，界面强度，顶出测试

1 前 言

由聚碳硅烷经纺丝、高温烧结制成的 SiC 纤维是用于金属基复合材料的一种高性能增强材料。为了制备出高性能的 SiC/Al 复合材料，需要严格把握工艺条件，控制纤维与铝基体的界面。因为 SiC/Al 界面的润湿性和反应性对 SiC/Al 的复合效能(如纤维的损伤程度及界面强度)具有重要的影响[1,2]，而它们都与复合工艺之间存在密切的关系。纤维强度的损伤程度可以通过熔掉复合材料中的基体 Al 而检测出；界面结合强度测试以往通常采用的单纤维拔出法(Pull－out test)[3]、临界断裂长度法(Critical fiber length)[4]，不仅试样制备及测试较为困难、要得到可信的数据需要大量的样品，而且，它们所采用的样品属于单纤维模型微复合材料(Single－fiber micro－composite)、需要特殊制备，其成型条件与真实复合材料工艺具有较大不同，由此形成的界面与实际复合材料界面性质存在较大的差异。所以不能反映复合材料界面结合的真实信息。可见：对实际 SiC/Al 复合材料界面强度直接进行表征，从而有效地控制工艺条件、最大限度地发挥 SiC/Al 的复合效能，已成为急待解决的课题。

单纤维顶出法(Push－out test)是新近出现的可对实际复合材料进行界面强度原位测试的技术，它已成功地应用于树脂基[5~7]、陶瓷基复合材料和 $SiC_{(CVD)}$ 纤维增强金属等材料中[8,9]，但尚未见到用于束丝纤维增强金属的研究报道。界面状态的表征对于束丝纤维增强金属而言，是一项更复杂、更难掌握的技术。由于束丝纤维较细，且与基体的界面结合相对较强，顶出实验在样品制作、加载控制等方面要求更严。

本文建立了国内第一台复合材料界面强度原位测试仪(in－situ interfacial strength testing instrument，ISISTI)，对 SiC/Al 复合材料中的单纤维进行顶出测试，得到界面结合强

本文于 1993 年 12 月 17 日收到修改稿，1993 年 6 月 15 日收到初稿

度，并对测试结果进行了统计分析。同时还初步讨论了界面强度与工艺条件的关系。

2 材料与工艺过程

2.1 原材料

纤维采用日本碳公司制造的 SiC 纤维（商品名 Nicalon），单根纤维直径为 13.0～14.0 μm，强度 2.5 GPa，模量 180～200 GPa，每束纤维根数为 500。基体为工业纯铝（L2：>99.6wt%Al）。

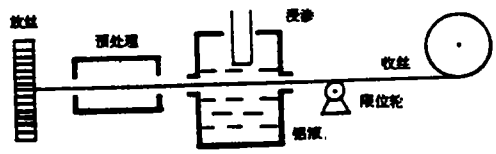

图 1 SiC(Nicalon)/Al 复合材料制备方法

2.2 工艺过程

丝状 SiC(Nicalon)/Al 复合材料采用超声液相浸渗法制备，工艺流程如图 1 所示，基于复合工艺影响到材料的界面状态，为验证界面强度测定的准确性，本文选用了三种工艺下制备的 SiC(Nicalon)/Al 复合材料（见表 1）。

表 1 三种 SiC(Nicalon)/Al 复合材料成型工艺参数

试件编号	成型工艺参数		
	复合温度(℃)	浸渗时间(s)	冷却方式，后处理
1－5N0	700	1.0	急冷
2－1NA	700	1.0	急冷后 750℃重熔，保温 3min
3－5N7	700	1.0	缓冷

3 ISISTI 的建立及测试过程

3.1 ISISTI 的建立

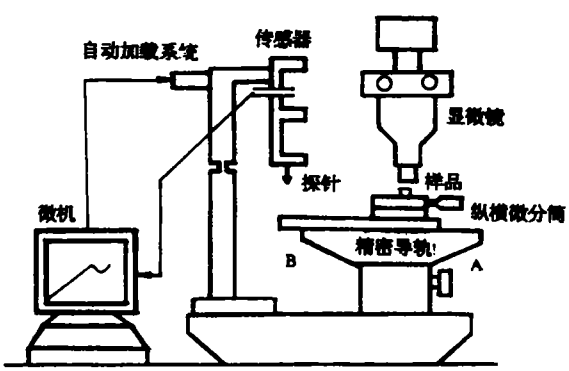

图 2 复合材料界面强度原位测试仪

建立了国内第一台复合材料界面强度原位测试仪（如图 2 所示），由以下几个部分构成：

（1）精密定位系统（样品台在精密导轨上 A 点的显微镜定点处与 B 点处的探针范围内重复移动，X、Y 向的误差≤0.5 μm）；（2）匀速自动加载系统（由微机控制使弹性体变形，连接于力值传感器上，加载速度为 0.02～1.0 μm/s 可调；固定在传感器上的金刚石探针，其尖端为半球体，直径 $D=4.0\sim6.0$ μm；总加载范围 0～20N）；（3）显微观察系统（放大 600 倍）；（4）力值数据采集与管理系统（由传感器输出的电信号经放大、A/D 转换，与微机相联，在屏幕上显示载荷－时间或位移曲线。采样频率为 1000Hz）。

3.2 测试过程

将 SiC(Nicalon)/Al 复合材料沿垂直于纤维的排列方向切成薄片，研磨抛光至 180 μm 的厚度，然后用橡皮泥固定于 ISISTI 的特制样品台上（如图 3）。样品台是由两个边角整齐的钢

板制成，将它们以一定的夹角粘在载物台上，在狭缝中存在许多根纤维。缓慢上升载物台，在显微镜下旋动纵横微分筒(注意控制于狭缝范围内)，在视场里找出样品中需要测试的纤维，使该纤维的中心处于视场中特定交叉点处。然后使样品台从 A 通过精密导轨左移至 B 点的探针下方(见图 2)。开始对该纤维端部中心以一定的速度施加轴向压力，通过计算机采集载荷－时间路径，直至纤维顶出为止。

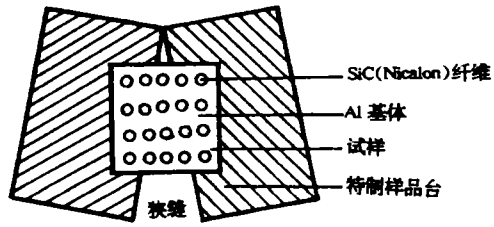

图 3　特制样品台示意图

4　结果与分析

4.1　界面结合强度的分析

分别对三种复合材料中选定的多根纤维(通常为 10 根左右)进行顶出测试，图 4 为一典型的单纤维顶出载荷与时间(位移)的关系曲线。可见：加在单纤维端部的载荷随着纤维端部位移的增加，基本上线性增加。但随着位移的进一步增加，载荷突然下降(如图 4 中的 P 点)，然后又有所上升。取 P 点为顶出载荷，建立如图 5 所示的细观模型，作用在界面上的平均剪应力：

$$\tau = \frac{F}{\pi D_f L_s} \tag{1}$$

其中：F——单纤维顶出载荷；D_f——纤维的直径；L_s——样品的厚度

由(1)式计算出三种 SiC(Nicalon)/Al 复合材料界面结合强度(见表 2)。可见：其离散系数在 8.0%以下，说明测试结果是可信的。

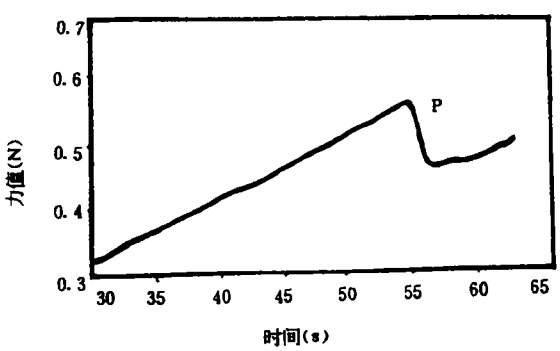

图 4　样品 1－5NO 纤维顶出过程的载荷－时间曲线

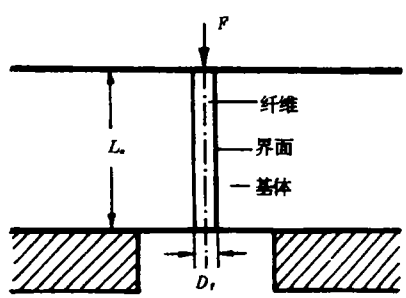

图 5　单纤维顶出细观模型

实际上，复合材料中，周围临近纤维的排布、受压过程中纤维的压缩变形、纤维端部所受载荷的非均匀分布以及样品台的孔径大小引起的基体 Al 塑性变形等因素都会对界面强度分析结果的准确性产生影响。如纤维的径向膨胀可能会使顶出载荷值变大，再由公式(1)计算得到的界面强度值有所偏高。尚需对此进行深入的分析才能最终将界面剪切强度作为一个力学参数定量地独立出来，这项工作正在开展中。

表 2 三种 SiC(Nicalon)/Al 复合材料界面结合强度

试件编号	测试次数	平均顶出载荷(N)	样品平均厚度(μm)	界面结合强度(MPa)	离散系数(%)
1—5N0	9	0.523	180	68.51	4.0
2—1NA	12	0.662	180	86.72	5.6
3—5N7	9	0.654	180	85.67	7.8

4.2 界面强度与复合材料工艺的关系

由表 2 还可以看出:三种不同处理工艺导致复合材料界面结合强度不同,即 $\tau_{2-1NA}>\tau_{3-5N7}>\tau_{1-5N0}$。这是由于 SiC 纤维在高温时与铝的接触时间不同,界面反应程度不同所致,材料 2—1NA 中,纤维与铝液接触的温度高、时间长(750℃重熔,保温 3min),SiC 纤维表面与铝发生化学反应的程度大,界面结合紧密,所以界面强度较高(86.72MPa)。材料 1—5N0 与材料 3—5N7,纤维与铝液接触的温度、时间相同,但接触后材料 1—5N0 被急剧冷却,SiC 纤维与铝反应的量较小,反应产生的界面结合较弱,所以界面强度较小。可见,所测得的界面强度与预想的界面结合状态是一致的。进而,由单纤维顶出法测得的界面强度来表征复合材料界面 SiC 与 Al 的反应程度,评价 SiC/Al(Nicalon)复合材料工艺是可行的。

5 结论

1. 建立了国内第一台复合材料界面强度原位测试仪(ISISTI),它具有定位精度高、不需要单独制备试样、测试速度快等一系列优点,可实现实际复合材料界面的现场原位测试。

2. 采用 ISISTI 首次对 SiC(Nicalon)/Al 复合材料进行了单纤维顶出测试,通过一简单的细观模型初步计算出了界面结合强度。结果表明 Nicalon/Al 复合材料的界面结合强度与复合工艺条件之间具有明显的对应关系。从而为评价 SiC(Nicalon)/Al 复合材料工艺提供了有效的手段。

参 考 文 献

1 黄大敦,谭军,杨德明. NICALON 纤维与纯铝相容性的研究. 第一届全国金属基复合材料讨论会,上海,1985

2 尹新方,杨德明,潘进,肖学山,李继新. 改进的 SiC/Al 预制丝及其组织与性能. 第七届全国复合材料学术会议论文集,北京,1992:B4

3 Marshall D B, Shaw M C, Morris W L. Measurement of interfacial debonding and sliding resistance in fiber reinforced intermetallics. Acta Metall Mater,1992;40:443—454

4 Kelly A, Tyson W R. Tensile properties of fiber reinforced metals. J Mech Phys Solids,1965;13:329—336

5 黄玉东,张嘉梅,魏月贞,张少实,谭志强. 树脂基复合材料界面剪切强度的测定. 材料科学进展,1992;6:84—87

6 Huang Y D, Zhang Z Q, Tong Z, Wei Y Z, Liu L X. Interfacial monitoring during the processing of carbon fiber/PMR—15 polyimide composites, Journal of Materials Processing Technology,1993;37:559—570

7 黄玉东,佟钊,魏月贞,张志谦. 界面监测系统对复合材料界面最佳界面性能的评价. 材料科学进展,1993;7:273—276

8 黄玉东,复合材料界面强度原位测试技术及其应用的研究. 哈尔滨工业大学博士学位论文,1993

9 Bright J D, Danchaivijit S, Shetty D K. Interfacial sliding friction in Silicon carbide—borosilicate glass composites: A comparison of pullout and pushout tests. J Am Ceram Soc, 1991;74:115122

THE INTERFACIAL PROPERTIES IN SiC(Nicalon)/Al COMPOSITES

Huang Yudong　Liu Yuyan　Zhang Zhiqian　Wei Yuezhen
(Harbin Institute of Technology, Harbin 150001)
Pan Jin　Yang Deming
(National University of Defence Technology, Changsha 410073)

Abstract　The processing parameter of SiC(Nicalon)/Al composites can influence interfacial bonding status between fiber and matrix. This paper established an in situ interfacial strength testing instrument (ISISTI). Based on this ISISTI, the single-fiber push-out test and the analysis of the interfacial bonding strength for Nicalon/Al composites have been carried out. The results indicate that the data of interfacial bonding strength in Nicalon/Al composites evidently correspond to the processing condition. Therefore, this paper offers a method available for evaluating the interfacial chemical reaction and directing composites processing.

Key words　SiC(Nicalon)/Al composites, fiber/matrix interface, interfacial strength, push-out test

《复合材料学报》被 Ei、CA 列为检索用刊

本刊讯：由中国科学技术信息研究所最近出版的《1993 中国科技论文统计与分析》获悉，本刊从 1993 年起开始进入国际工程界的权威检索刊物《工程索引》(Ei)和美国著名的《化学文摘》(CA)检索用刊之列。据 Ei 93、94 光盘检索，本刊从 1993 年第 1 期～1994 年第 1 期上几乎全部论文英文摘要均被 Ei 收录。

自 1992 年起，《复合材料学报》加强了审校、编排标准化等工作，尤其加强了英文摘要的审、校，为 Ei 及 CA 等摘编刊物的入选创造了条件。在提高内在质量的基础上，1994 年下半年又改为胶版印刷，提高了印刷质量，争取保持进入国际文摘刊物的地位。除编排质量外，英文摘要的撰写是保证质量的基础。

Ei 等索引刊物对英文摘要的撰写有以下一些基本要求：

1　正确、简明地反映主题内容

2　摘要按以下三部分撰写：

(1)目的：主要说明作者写此文章的目的或说明本文主要要解决的问题；

(2)过程及方法：主要说明作者主要工作过程及所用的方法，也包括众多的边界条件，使用的主要设备和仪器；

(3)结果：作者在此工作过程最后得的结果和结论，如有可能，尽量提一句作者结论和结果的应用范围和应用情况。

3　摘要长度一般不超 过 150 words，不少于 100 words。少数情况例外，视原始文献而定。

(孙丽娟)