复合材料学报 第28卷 第2期 4月 2011年
Acta Materiae Compositae Sinica Vol. 28 No. 2 April 2011

文章编号：1000-3851(2011)02-0100-05

循环加载周期对二维 C/C 复合材料弯曲疲劳强度的影响

周海浩，李克智*，李贺军，张守阳，杨 茜
（西北工业大学 凝固技术国家重点实验室，西安 710072）

摘 要： 采用频率为 10 Hz、应力比为 0.1 的正弦波研究了室温下循环次数对二维炭毡 C/C 复合材料（2D 炭毡 C/C 复合材料）的弯曲疲劳强度的影响，并利用偏光显微镜和扫描电子显微镜对该材料的热解碳组织形貌以及疲劳前后的断口形貌和微观结构进行了观察。结果表明，2D 炭毡 C/C 复合材料的热解碳结构由光滑层和各向同性层组成，其疲劳极限为 76.5 MPa，是静态弯曲强度的 90%。在不同循环周次的疲劳载荷作用后，材料的剩余弯曲强度和韧性都得到了提高。在疲劳加载过程中，纤维/基体的界面结合强度发生弱化，纤维的协同承载能力得到提高，使 C/C 复合材料出现了疲劳强化现象。

关键词： 二维炭毡 C/C 复合材料；弯曲疲劳；剩余强度；断裂行为；疲劳强化
中图分类号： TB332 **文献标志码：** A

Effect of cycles on flexural fatigue strength for 2D C/C composites

ZHOU Haihao, LI Kezhi*, LI Hejun, ZHANG Shouyang, YANG Xi
(State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

Abstract: The effect of cycles on the flexural fatigue strength for 2D carbon-felt C/C composites at room temperature was studied under the sinusoidal loading frequency of 10 Hz and stress ratio of 0.1. The microstructure of the pyrolytic carbon and the morphology of the fractured surfaces of the samples before and after being fatigued were observed by polarized light microscope(PLM) and SEM. The results show that the pyrolytic carbon consists of smooth laminar and isotropic structure. The fatigue limit of 2D carbon-felt reinforced carbon composites is found to be 76.5 MPa, 90% of the static flexural strength. The residual flexural strength and toughness of the materials after being fatigued are improved. The fiber/matrix interface bonding strength is weaken during fatigue-loading, while collaborative carrying capacity of fiber is improved. Therefore, the fatigue strength-enhancing behavior of C/C composites appears.

Keywords: 2D carbon-felt C/C composites; flexural fatigue; residual strength; fracture behaviors; fatigue enhancing

C/C 复合材料具有高的比强度和比模量、优异的抗烧蚀和耐摩擦性能、良好的热稳定性和生物相容性等，是目前唯一可以用于 2800 ℃高温的复合材料，已成功地应用于航空、航天、民用及医学领域[1-3]。但是，在作为高温结构材料的使用过程中，C/C 复合材料不可避免地会遇到疲劳加载的情况，而疲劳损伤的逐步积累会在某一循环次数下导致材料的突然断裂，这种断裂往往无明显征兆，危害性极大[4]。Hatta[5]、Ozturk[6]、Tanabe[7] 和 Liao[8] 等认为 C/C 复合材料的疲劳极限为静弯曲强度的 80%以上，具有优异的抗疲劳性能。疲劳加载后，C/C 复合材料的剩余强度没有下降反而提高，出现了疲劳强化现象。另外 Goto 等[9]还发现，室温下如果 C/C 复合材料疲劳加载循环到 10^4 次没有发生断裂，则在此应力水平下材料不会发生疲劳断裂。但是由于影响 C/C 复合材料的疲劳行为的因素很多，如加载频率、应力比、循环周期、预制体结构、制备工艺及界面状态等，使得对其疲劳性能的研究具有很大难度，另外对 C/C 复合材料疲劳行为微观机制的研究也不够深入。

收到初稿日期： 2010-04-16；**收到修改稿日期：** 2010-08-26
基金项目： 国家自然科学基金重点项目(50832004)；国家自然科学基金面上项目(50972120)；凝固技术国家重点实验室基金(G8QT0222)
通讯作者： 李克智，教授，博士生导师，目前主要从事炭/炭复合材料制备及计算机仿真等研究 E-mail：likezhi@nwpu.edu.cn

本文中主要研究了不同循环加载周期对其疲劳行为及断裂模式的影响，并分析了其疲劳强化机制，对于丰富 C/C 复合材料疲劳理论具有一定的实际意义和科研价值。

1 实 验

1.1 试样准备

实验材料由西北工业大学 C/C 工程技术中心提供，采用 2D 炭毡作为增强体，经过热梯度化学气相工艺进行致密化，然后进行石墨化处理，最终得到尺寸为 Φ100 mm×200 mm 的 C/C 复合材料圆柱状构件，密度为(1.70±0.03) g/cm^3，纤维体积分数为 22%～24%，孔隙率为 23%～25%。最后利用机加工的方式将构件切割成 50 mm×7 mm×3.5 mm 的长条状试样进行性能试验。

1.2 性能测试

弯曲实验按航天工业总公司第四研究院的三点弯曲企业标准(Q/GB 95－92)，有效试样个数不少于 20 个。弯曲实验和弯曲疲劳实验均在西安力创材料检测技术有限公司FLD-10 高温电液伺服疲劳试验机上进行，跨距为 40 mm。弯曲疲劳实验采用正弦波形的弯-弯载荷控制，应力比 $R=0.1$，频率 $f=10$ Hz，室温、空气下进行。为叙述方便，定义疲劳-静弯曲实验：试样首先经过若干次弯曲循环加载实验后，再进行静态弯曲实验。

疲劳试验的结果往往有很大的分散性，C/C 复合材料的疲劳试验数据更是如此，分散度高达 20%以上[10-12]。本文中利用双参数 Weibull 分布来评价 2D 炭毡 C/C 复合材料的可靠度，并以 50%的可靠度作为其弯曲强度的衡量标准。双参数 Weibull 分布密度函数为

$$H(\sigma)=1-\exp\left[-\left(\frac{\sigma}{\beta}\right)^{\alpha}\right],\quad \sigma>0.$$

其中：α 为形状参数；β 为尺寸参数。

利用 Leica DMLP 金相显微镜和捷克 TESCAN 公司 VEGA TS5136XM 型扫描电子显微镜对该材料的热解碳组织及疲劳前后试样断口形貌及微观结构进行观察。

2 结果与讨论

2.1 2D 炭毡 C/C 复合材料的偏光组织形貌

图 1 为本实验所用的 2D 炭毡 C/C 复合材料试样的典型偏光显微组织照片。可见热解碳围绕着碳纤维生长，具有两种组织结构。在偏光下，靠近纤维中心的热解碳表现出一定的光学活性，明显的消光十字，是典型的光滑层组织。而在外层的热解碳光学性能较差，无消光十字，为各向同性结构。这主要是由制备工艺过程决定的。

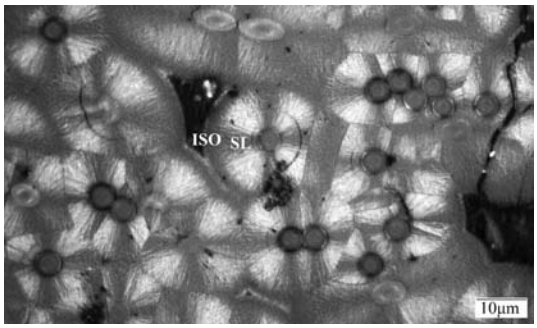


图 1 2D 炭毡 C/C 复合材料的偏光组织照片

Fig. 1 PLM micrograph of the 2D carbon-felt C/C composites

2.2 2D 炭毡 C/C 复合材料的弯曲疲劳寿命

由双参数 Weibull 分布得到的原始 C/C 复合材料的静态弯曲强度为 85 MPa。图 2 为 2D 炭毡 C/C 复合材料的弯曲疲劳S-N 曲线。可以看出，2D 炭毡 C/C 复合材料的弯曲疲劳极限约为 76.5 MPa，为静态弯曲强度(85 MPa)的 90%。同时发现，一旦该材料在 10^4 循环周次以内没有发生破坏，则更多的疲劳循环下也不会被破坏。这是 C/C 复合材料疲劳性能的一个特有特征，与国外的一些报道相吻合[9]。

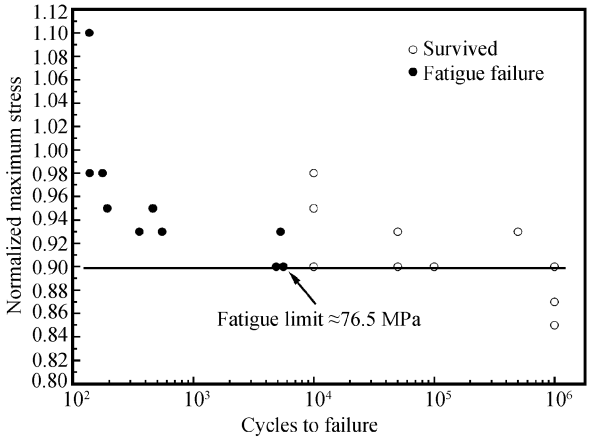


图 2 2D 炭毡 C/C 复合材料最大应力水平与疲劳循环周期关系

Fig. 2 Maximum stress level versus cycles of the 2D carbon-felt C/C composites

2.3 2D 炭毡 C/C 复合材料的剩余弯曲强度

2D 炭毡 C/C 复合材料在弯曲疲劳极限(76.5 MPa)条件下循环 10^4、10^5 和 10^6 后的疲劳-

静弯试样弯曲强度如图 3 所示。可以看出，C/C 复合材料在疲劳极限条件下循环 10^4、10^5 和 10^6 后的疲劳-静弯试样弯曲强度分别为 110 MPa、111 MPa 和88 MPa，与疲劳实验前静态弯曲强度相比，都有所增加，增加幅度分别为 29.4%、30.6%和 3.5%。随着循环周期的增加，强度增加幅度不会无限升高，存在极限水平。同时发现，10^4 和 10^5 循环次数的疲劳-静弯试样强度较为接近，但是明显高于 10^6 循环次数疲劳-静弯试样的强度。

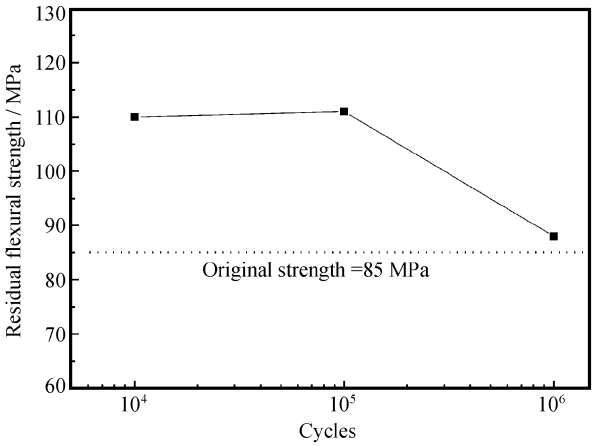


图 3　弯曲疲劳极限下循环不同周次后疲劳-静弯 2D 炭毡 C/C 复合材料的弯曲强度

Fig. 3　Flexural strength of the fatigued-static flexural specimens as a function of fatigue cycles under the flexural fatigue limit

图 4 给出了疲劳极限作用下循环不同周次后，各疲劳-静弯试样的载荷-位移曲线。可以看出，2D 炭毡 C/C 复合材料在疲劳载荷的循环作用下强度

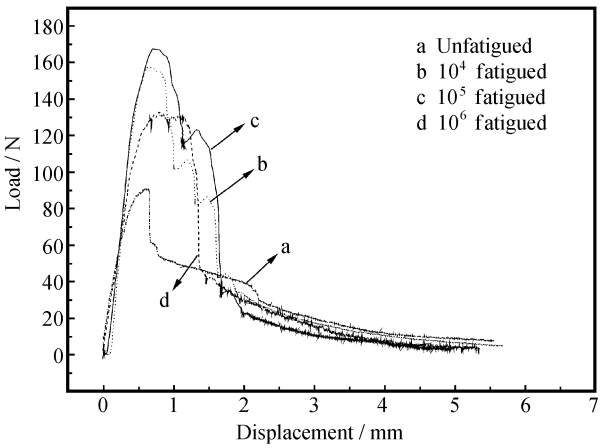


图 4　弯曲疲劳极限下循环不同周次后各疲劳-静弯 2D 炭毡 C/C 复合材料的典型载荷-位移曲线

Fig. 4　Typical flexural load versus displacement curves of the fatigued-static flexural specimens as a function of fatigue cycles under the flexural fatigue limit

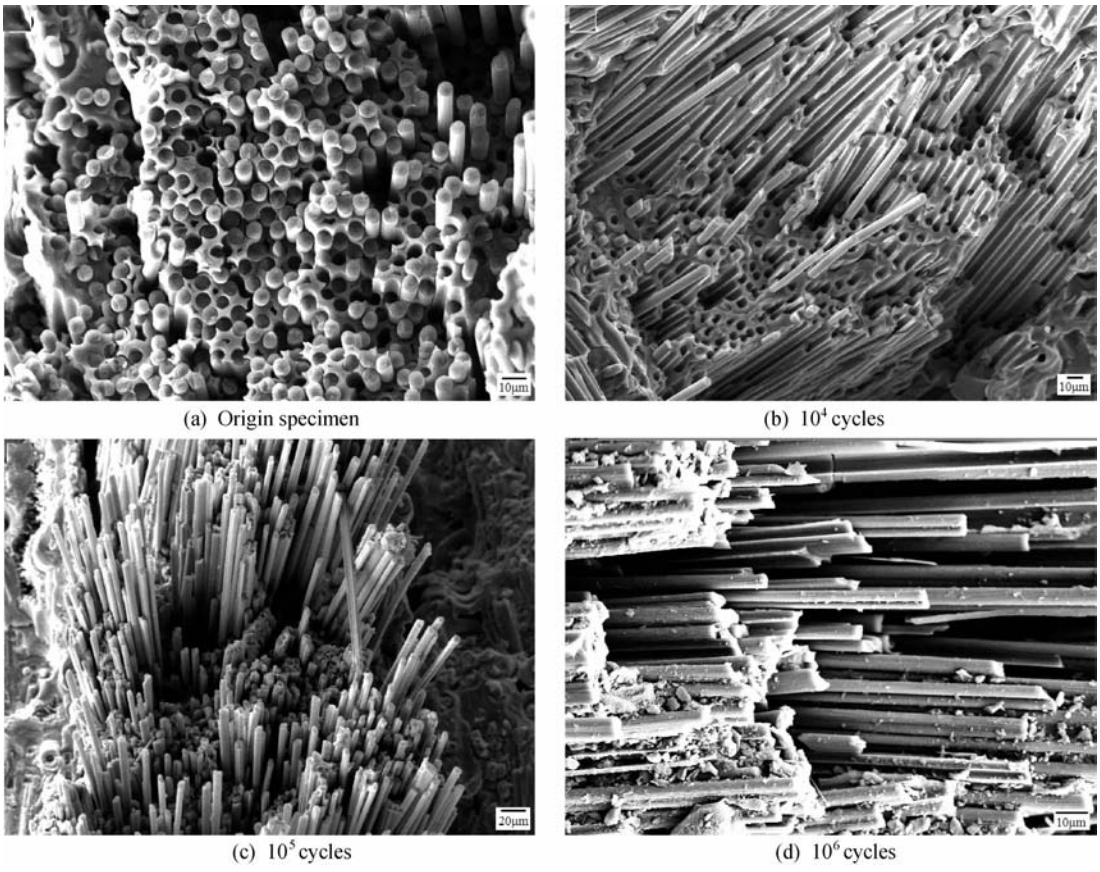
得到很大的提高。通过对比几种试样的载荷-位移曲线形状，可以发现，未经疲劳实验的试样 a 的载荷达到最大值后，迅速下降，试样断裂，呈现出典型的脆性断裂特征。经 10^4、10^5 和 10^6 疲劳加载循环周次的疲劳-静弯曲试样 b、c 和 d 对应的载荷-位移曲线在达到最大载荷后，并未出现迅速降低的情况，而是出现了一个弧形区域；其应变仍然可以继续发展，试样没有立即断裂，比试样 a 更接近假塑性断裂。另外还可以看到疲劳-静弯试样 d 的韧性要高于疲劳-静弯试样 b 和 c。

2.4　疲劳强化机制分析

图 5 给出了对应于图 4 各曲线的疲劳-静弯试样断口形貌 SEM 照片。可以看出，未疲劳加载试样(图 5(a))的弯曲断口比较平整，没有出现明显的纤维束和纤维拔出现象，具有脆性断裂特征。疲劳-静弯试样(图 5(b)、5(c)和 5(d))的弯曲断口都存在不同程度的纤维拔出现象，断口表面极不平整，能够清晰地看到拔出的纤维及留下的孔洞，其断裂模式也发生了改变。

C/C 复合材料的弯曲力学性能主要是由增强体决定的，碳纤维的协同承载能力越高，材料的强度就越高，而纤维的损伤则会严重降低材料的强度[7-9]。图 6 给出了未疲劳试样和疲劳-静弯试样的疲劳前后试样界面 SEM 照片，对于未疲劳试样(图 6(a))，纤维与基体的界面结合比较完整，界面结合强度较高，裂纹在扩展过程中会逐次穿过纤维，造成纤维的逐根破坏和损伤，协同承载能力较差，试样断口平整，无纤维拔出和界面脱粘。但是，对于疲劳-静弯试样(图 6(b))，经过弯曲疲劳循环加载作用后，碳纤维/基体界面发生了脱粘。当裂纹扩展到界面后，由于部分纤维比较松弛，纤维可以按照裂纹尖端附近的应力而进行一定的排列微调，导致多根纤维同时阻挡裂纹扩展，纤维的协同承载作用得到较充分的发挥。这种机制作用下试样断口不齐，出现了纤维的拔出和界面脱粘。与此同时，裂纹会绕过纤维扩展，间接地保护了纤维，提高了材料的强度。另外，疲劳加载过程弱化了界面结合，使得原本的强界面结合变成弱界面结合，承受静载荷时，弱界面易于发生界面脱粘、裂纹偏转等增韧机制，提高材料韧性。

同时，界面的弱化也减少了 C/C 复合材料在制备过程中由碳纤维和碳基体的热膨胀系数不匹配引起的残余热应力，有利于材料强度的提高[10]。

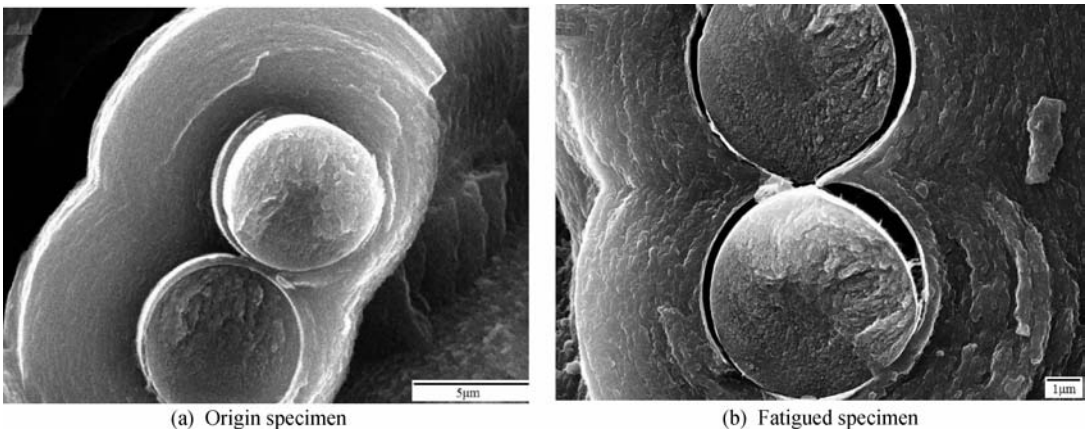


(a) Origin specimen (b) 10^4 cycles

(c) 10^5 cycles (d) 10^6 cycles

图 5 弯曲疲劳极限下循环不同周次后疲劳-静弯 2D 炭毡 C/C 复合材料的断口形貌

Fig. 5 Fracture surfaces of the fatigued-static flexural specimens as a function of fatigue cycles under the flexural fatigue limit



(a) Origin specimen (b) Fatigued specimen

图 6 疲劳前后 2D 炭毡 C/C 复合材料的界面结合 SEM 照片

Fig. 6 SEM micrographs of the specimens fatigued and unfatigued

但是，当界面结合强度很弱（如疲劳-静弯试样图 5(d)）时，大量的纤维脱粘和拔出，会导致材料整体纤维之间难以有效传递载荷，降低协同承载能力，从而减弱了疲劳强化行为，但是提高了材料的形变能力。

3 结 论

（1）2D 炭毡 C/C 复合材料的热解碳结构具有两种组织结构，内层为光滑层，外层为各向同性层。

（2）利用双参数 Weibull 分布评价 2D 炭毡 C/C

复合材料的可靠度，并以 50%的可靠度衡量得出该材料的静态弯曲强度为 85 MPa。2D 炭毡 C/C 复合材料的疲劳极限为 76.5 MPa，是静态弯曲强度的 90%。

（3）材料在疲劳极限下循环 10^4、10^5 和 10^6 周次后的疲劳-静弯试样弯曲强度分别为 110 MPa、111 MPa 和 88 MPa，与原始试样弯曲强度相比，增加幅度分别为 29.4%、30.6%和 3.5%。由此可见，随疲劳循环次数的增加，强度增加幅度不会无限地提高，存在极限水平。未疲劳 C/C 复合材料呈现出脆性断裂特征，经疲劳循环后试样韧性有所提高。

（4）不同循环加载周期下 2D 炭毡 C/C 复合材料的疲劳强化现象主要是由于疲劳加载过程弱化了纤维/基体的界面结合强度，纤维的协同承载能力得到提高。

参考文献：

[1] 李贺军. 炭/炭复合材料 [J]. 新型炭材料，2001，16(2)：79.
Li Hejun. Carbon/carbon composites [J]. New Carbon Materials，2001，16(2)：79.

[2] 刘持栋，成来飞，栾新刚，等. SiC 涂层 C/C 复合材料在 1300 ℃湿氧环境中的疲劳行为 [J]. 复合材料学报，2009，26(4)：136.
Liu Chidong，Chen Laifei，Luan Xingang. Fatigue behavior of SiC coated C/C composites in wet oxygen atmosphere at 1300 ℃ [J]. Acta Materiae Compositae Sinica，2009，26(4)：136.

[3] Donald L S，Kenneth E，Theibert L S，et al. Unique applications of carbon/carbon composite materials [J]. SAMPE Journal，1999，35(3)：27-39.

[4] Han Hongmei，Li Hejun. Micro-pleating in carbon/carbon composites under a cyclic load [J]. Sci China：Ser E，2003，46(4)：337.

[5] Hatta H，Kogo Y，Tanimoto T，et al. Static and fatigue fracture behavior of C/C composites [C]// Proc of 4th Japan Int SAMPE Symposium. Toyko：SAMPE，1995：368-373.

[6] Ozturk A，Moore R E. Tensile fatigue behavior of tightly woven carbon-carbon composites [J]. Composites，1992，23：39-46.

[7] Tanabe Y. Fatigue of C/C composites in bending and in shear modes [J]. Carbon，2004，42：1665-1670.

[8] Liao Xiaoling，Li Hejun，Xu Wenfeng，et al. Effects of tensile fatigue loads on flexural behavior of 3D braided C/C composites [J]. Compos Sci Technol，2008，68：333-336.

[9] Goto K，Hatta H，Katsu D，et al. Tensile fatigue of a laminated carbon/carbon composite at room temperature [J]. Carbon，2003，41：1249-1255.

[10] 韩红梅. C/C 复合材料的力学性能及损伤演变研究 [D]. 西安：西北工业大学，2002.
Han Hongmei. The mechanical properties and damage evolution of C/C composites [D]. Xi'an：Northwestern Polytechnical University，2002.

[11] Mahfuz H. Effects of stress ratio on fatigue life of carbon/carbon composites [J]. Theoretical and Applied Fracture Mechanics，1995，24：2131.

[12] 廖晓玲，李贺军，韩红梅，等. 炭/炭复合材料的疲劳行为研究 [J]. 材料科学与工程学报，2005，23(3)：453-455.
Liao Xiaoling，Li Hejun，Han Hongmei，et al. Study on the fatigue behavior of carbon/carbon composites [J]. Journal of Materials Science and Engineering，2005，23(3)：453-455.