

DOI: 10.13801/j.cnki.fhclxb.20151228.002

先驱体浸渍-裂解 SiC 界面改性涂层对气相渗硅 3D-C_f/SiC 复合材料力学性能的影响

刘荣军^{*}, 曹英斌, 龙宪海, 杨会永, 曹宇

(国防科学技术大学 航天科学与工程学院, 新型陶瓷纤维及其复合材料重点实验室, 长沙 410073)

摘 要: 界面改性涂层对调节复合材料的力学性能起到重要作用。特别是在气相渗硅(GSI)制备 C_f/SiC 复合材料时,合适的界面改性涂层一方面保护 C 纤维不受 Si 反应侵蚀,另一方面调节 C 纤维和 SiC 基体的界面结合状况。通过在 3D-C 纤维预制件中制备先驱体浸渍-裂解(PIP)SiC 涂层来进行界面改性,研究了 PIP-SiC 涂层对 GSI C_f/SiC 复合材料力学性能的影响。结果表明:无涂层改性的 GSI C_f/SiC 复合材料力学性能较差,呈现脆性断裂特征,其弯曲强度、弯曲模量和断裂韧性分别为 87.6 MPa、56.9 GPa 和 2.1 MPa·m^{1/2}。具有 PIP-SiC 界面改性涂层的 C_f/SiC 复合材料力学性能得到改善,PIP-SiC 涂层改性后,GSI C_f/SiC 复合材料的弯曲强度、弯曲模量和断裂韧性随着 PIP-SiC 周期数的增加而降低,PIP-SiC 为 1 个周期制备的 GSI C_f/SiC 复合材料的力学性能最高,其弯曲强度、弯曲模量、断裂韧性分别为 185.2 MPa、91.1 GPa 和 5.5 MPa·m^{1/2}。PIP-SiC 界面改性涂层的作用机制主要体现在载荷传递和“阻挡”Si 的侵蚀 2 个方面。

关键词: 先驱体浸渍-裂解; SiC; 界面改性; 气相渗硅; C_f/SiC

中图分类号: TB332 **文献标志码:** A **文章编号:** 1000-3851(2016)06-1266-08

连续纤维增强的 C_f/SiC 陶瓷基复合材料具有高的比强度、高的比模量、优异的高温力学性能、抗氧化性能和抗烧蚀性能等,能够在 1 650℃ 以下长时间使用,在航空航天等领域具有广阔的应用前景,如用作高超声速飞行器热防护系统^[1-3]、火箭发动机推力室和高超声速导弹机翼前缘等^[4-6]。

目前,对于 C_f/SiC 复合材料的制备方法主要有 3 种:先驱体浸渍-裂解^[7-9](Precursor Infiltration-Pyrolysis, PIP)技术、化学气相渗透^[10-12](Chemical Vapor Infiltration, CVI)技术和渗硅(Silicon Infiltration, SI)烧结^[13-16]技术。PIP 和 CVI 技术经过多年的发展已经比较成熟,被广泛用于制备 C_f/SiC 复合材料及构件。相比于 PIP 和 CVI 技术,SI 技术具有制备周期短、制品致密度高及热导率高的优点,是新近发展起来的一种制备 C_f/SiC 复合材料的新方法,根据 Si 反应时形态的不同,可分为液相渗硅(Liquid Silicon Infiltration,

LSI)和气相渗硅(Gaseous Silicon Infiltration, GSI)2 种工艺。其中,LSI 过程是在高温真空环境中用熔融的 Si 对多孔 C/C 复合材料进行浸渗处理,液态 Si 与 C 基体发生反应生成 SiC 基体^[17]。LSI 过程中 Si-C 反应剧烈,易在复合材料表面形成闭孔,影响渗透深度,造成复合材料组成不均匀。为了克服 LSI 的缺点,研究者发展了 GSI 工艺^[18-22],以气相硅代替液相硅作为渗透物质和反应物。GSI 反应过程温和,气相 Si 容易渗透到预制件内部。制备的 SiC 复合材料具有组成均匀、残留 Si 少及后加工容易实现等优点。

由于在 GSI 工艺过程中, Si 蒸气除了与 C/C 预制件中的 C 基体反应外,还不可避免与 C 纤维反应,因此, GSI 工艺中, C 纤维的界面改性非常重要,界面改性涂层一方面起到阻止 Si 与增强体 C 纤维的反应,一方面起到调节纤维/基体界面结合状态的作用,对复合材料的力学性能影响很

收稿日期: 2015-11-04; 录用日期: 2015-11-06; 网络出版时间: 2015-12-28 16:50
网络出版地址: www.cnki.net/kcms/detail/11.1801.TB.20151228.1650.004.html
基金项目: 国家自然科学基金(51102282); 国防科学技术大学科研计划(JC14-01-01)
通讯作者: 刘荣军, 博士, 副研究员, 硕士生导师, 研究方向为陶瓷基复合材料。 E-mail: Rongjunliu@163.com

引用格式: 刘荣军, 曹英斌, 龙宪海, 等. 先驱体浸渍-裂解 SiC 界面改性涂层对气相渗硅 3D-C_f/SiC 复合材料力学性能的影响[J]. 复合材料学报, 2016, 33(6): 1266-1273. LIU R J, CAO Y B, LONG X H, et al. Effects of precursor infiltration-pyrolysis SiC interphase modified coating on mechanical properties of 3D-C_f/SiC composites prepared by gaseous silicon infiltration process[J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2016, 33(6): 1266-1273 (in Chinese).

大^[23-24], 对于 GSI 制备 C_f/SiC 复合材料中的界面改性问题, 目前开展的研究工作还很少, 相关的机制问题还有待研究透彻。对界面改性涂层来说, 常用的涂层组分有 C、SiC 和 BN 等, SiC 涂层能够很好地防止 Si 对 C 纤维的侵蚀, 且 SiC 涂层与 SiC 基体的热物理性能一致, 利于缓解纤维/基体间应力。因此, 本文采用 PIP 技术在 3D-C 纤维预制件内制备 SiC 涂层来进行界面改性, 系统研究 PIP-SiC 涂层对 GSI C_f/SiC 复合材料力学性能和断裂特征的影响, 并分析其影响机制。

1 试验材料及方法

C 纤维增强体为三维编织结构, 纤维体积分数为 45%。首先在 3D C 纤维编织件的基础上, 采用质量分数为 50% 的聚碳硅烷-二甲苯溶液对 C 纤维预制件分别进行 0~4 个周期的浸渍-裂解, 制备了 4 组具有 PIP-SiC 界面改性涂层的预制件和 1 组无界面改性涂层的空白样; 然后, 使用 50% 的酚醛-乙醇溶液对 5 组预制件进行了 2 个周期的浸渍-裂解, 得到了具有 SiC 界面改性的 C_f/SiC-C 或 C_f/C 素坯; 最后在真空烧结炉中进行气相渗硅, 制备了 GSI C_f/SiC 复合材料, GSI 温度为 1 650 °C, 反应时间为 1 h, 真空度为 50~100 Pa。

采用阿基米德排水法测定试样的密度及孔隙率; 通过 HF-HNO₃ 混酸腐蚀除去复合材料中残留 Si, 随后将试样在马弗炉 (SX2-12-10 型, 长沙工大电炉试验有限公司) 中 800 °C 下保温 6 h 除去碳, 通过该方法测定复合材料各相的具体组成; 采用扫描电子显微镜 (SEM, Hitachi S-4800 型, 日本东芝) 对复合材料的微观结构进行分析。采用三点弯曲法在万能材料试验机 (WDW-100 型, 长春试验机厂) 上测定复合材料的弯曲强度、弯曲模量以及断裂韧性, 测试弯曲强度和弯曲模量采用的试样尺寸为 45 mm×4 mm×3 mm (长×宽×高), 跨距为 30 mm, 测试断裂韧性采用的试样尺寸为 30 mm×

2 mm×4 mm (长×宽×高), 跨距为 20 mm, 切口深度约为 2 mm。

2 结果与讨论

2.1 界面改性涂层对组成的影响

表 1 为 C_f/SiC-C 素坯的孔隙率与 PIP-SiC 周期数的关系。可知, PIP-SiC 1~4 个周期制备的 C_f/SiC-C 素坯的孔隙率差异较大, 未经任何涂层的 C_f/C 素坯的孔隙率为 30.2%, 而经过 4 个周期的 C_f/SiC-C 素坯的孔隙率只有 15.6%, 这将对 GSI C_f/SiC 复合材料的组成产生较大影响。C_f/SiC 组成与 PIP-SiC 周期数的关系列于表 2。可以看出, 未经 PIP-SiC 处理的 C_f/C 素坯由于孔隙率最大, 渗硅后得到的 C_f/SiC 复合材料密度最大, 残留硅较多; 同时, 由于 C 纤维得不到有效保护, 复合材料中 C 的体积分数最小。PIP-SiC 周期为 1~4 时, 由于 PIP-SiC 涂层处理 1 个周期的 C_f/SiC-C 素坯的孔隙率最大, 所以渗 Si 后的 C_f/SiC 复合材料孔隙率最小、残余 Si 最多且密度较高; 而 PIP-SiC 涂层处理 2~4 个周期的 C_f/SiC-C 素坯中 PIP-SiC 组元所占的体积较大, 所剩余的孔隙率变小, 渗硅效果变差, 制备的 C_f/SiC 复合材料的闭孔率明显地比 PIP-SiC 1 个周期的大, 残余 Si 含量也减少。

图 1 为具有 PIP-SiC 界面改性涂层的 C_f/SiC 复合材料表面打磨后宏观照片。可以看出, PIP-SiC 涂层处理 1 个周期的 C_f/SiC 复合材料的渗 Si 效果较好, 闭孔较少。而 PIP-SiC 涂层处理 2~4 个

表 1 C_f/SiC-C 素坯的孔隙率与 PIP-SiC 周期数的关系

Table 1 Relationship between porosities of C_f/SiC-C performs and PIP-SiC cycles

PIP-SiC cycle	0	1	2	3	4
Porosity of C _f /SiC-C preform/%	30.2	23.3	18.2	17.4	15.6

表 2 C_f/SiC 组成与 PIP-SiC 周期数的关系

Table 2 Relationship between compositions of C_f/SiC and PIP-SiC cycles

PIP-SiC cycle	$\rho_{C_f/SiC}/(g \cdot cm^{-3})$	$P_O/vol\%$	$P_C/vol\%$	$V_{SiC}/\%$	$V_{Si}/\%$	$V_C/\%$
0	2.17	4.6	10.5	30.3	29.4	25.2
1	2.00	4.9	12.9	32.7	18.6	31.5
2	1.82	5.2	20.6	31.6	9.8	32.8
3	1.81	4.8	22.4	35.4	6.2	31.2
4	1.83	3.5	25.5	37.7	4.7	28.6

Notes: P_O , P_C — Open and close porosities of C_f/SiC; V_{SiC} , V_{Si} , V_C — Volume fractions of SiC, Si and C in C_f/SiC.

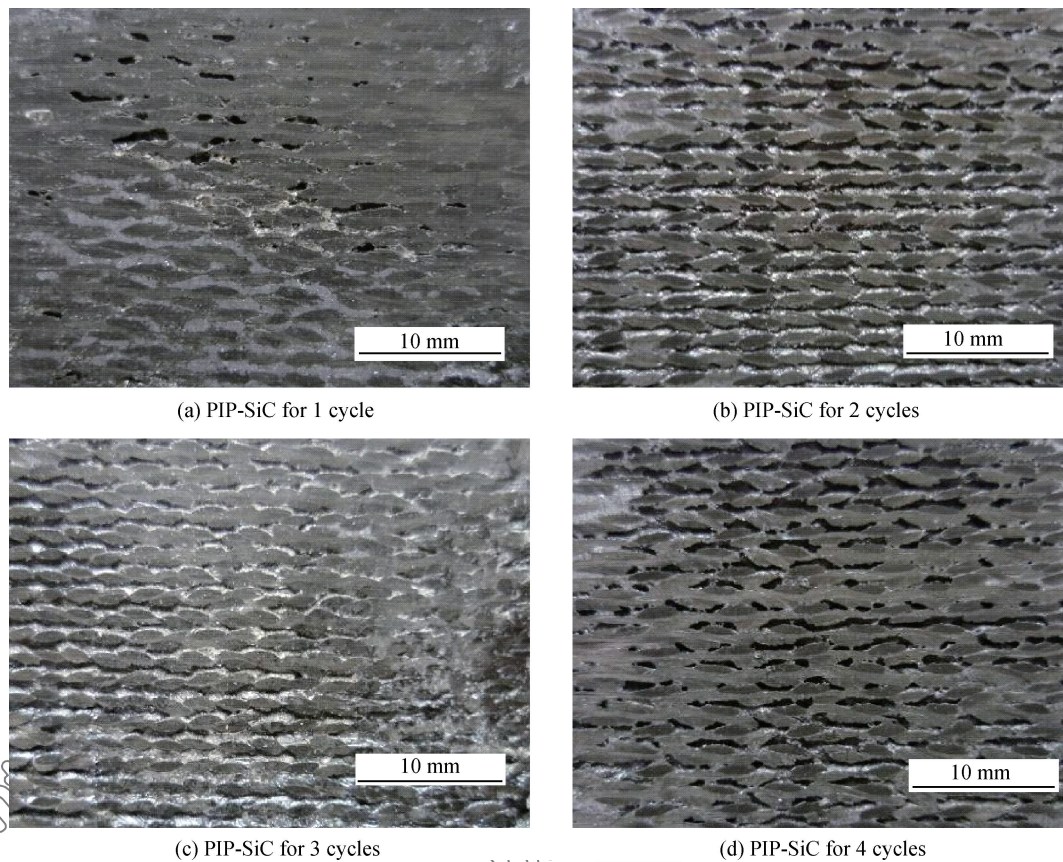


图 1 具有 PIP-SiC 界面改性涂层的 C_t/SiC 复合材料表面打磨后宏观照片

Fig. 1 Surface polished macro photographs of C_t/SiC composites with PIP-SiC interphase modified coating

周期的 C_t/SiC 复合材料的闭孔明显增加，闭孔主要集中在 C 纤维丝束之间。PIP-SiC 处理 2~3 个周期的 C_t/SiC 复合材料的丝束之间还有少量 Si 沉积，而处理 4 个周期的 C_t/SiC 复合材料中丝束间几乎看不到有 Si 渗入，闭孔较多，这也进一步验证了表 2 中复合材料成分分析的结果。

2.2 界面改性涂层对力学性能的影响

图 2 为 PIP-SiC 周期数与 C_t/SiC 复合材料力学性能的关系。可以看出，无 PIP-SiC 界面改性涂层的 C_t/SiC 复合材料弯曲强度和弯曲模量最低，其弯曲强度和弯曲模量分别为 87.6 MPa 和 56.9 GPa。PIP-SiC 周期为 1 次的 GSI C_t/SiC 复合材料力学性能最好，其弯曲强度和弯曲模量分别为 185.2 MPa 和 91.1 GPa，这说明 PIP-SiC 界面改性涂层在载荷传递方面发挥了有效作用。随着 PIP-SiC 界面涂层周期数的增加，C_t/SiC 复合材料的弯曲强度和弯曲模量都呈现出下降的趋势，PIP-SiC 周期为 4 次的 GSI C_t/SiC 复合材料弯曲强度和弯曲模量分别降为 110.6 MPa 和 61.2 GPa，但仍高

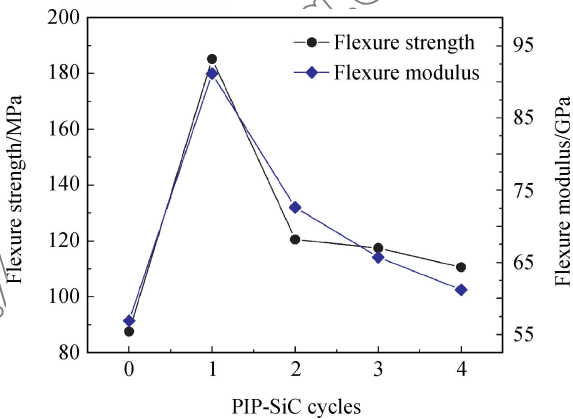


图 2 PIP-SiC 周期数与 C_t/SiC 复合材料力学性能的关系

Fig. 2 Relationship between PIP-SiC cycles and mechanical properties of C_t/SiC composites

于无界面改性涂层时复合材料的性能。这是由于无界面改性涂层时，GSI 过程中对 C 纤维损伤严重，纤维无法充分发挥载荷传递作用，导致复合材料力学性能不高。PIP-SiC 周期为 1 次的素坯孔隙率适中，同时 SiC 涂层对 C 纤维起到一定保护作用，因

此, 复合材料力学性能较好, 随着 PIP-SiC 周期数增加, C_f/SiC-C 素坯的孔隙率降低, 渗硅通道减少, C_f/SiC 复合材料中闭孔增多, 导致复合材料力学性能下降。

无 PIP-SiC 界面改性涂层时, GSI C_f/SiC 复合材料的断裂韧性为 2.1 MPa · m^{1/2}, 图 3 为无 PIP-SiC 界面改性涂层时 C_f/SiC 复合材料的微观形貌。可以明显看出, 断口无纤维拔出, C_f/SiC 复合材料表现出典型的脆性断裂特征。

图 4 为 PIP-SiC 周期数与 C_f/SiC 复合材料载荷-位移曲线的关系。可以看出 4 组材料的断裂行为: 随着位移的增加, 应力基本上呈线性增加, 界面改性涂层有效地发挥了载荷传递作用, 当载荷增加到最大值后, 1~4 个周期 PIP-SiC 改性复合材料的断裂曲线基本相同, 都表现出一定的韧性断裂特征, PIP-SiC 周期为 1 时得到的 C_f/SiC 复合材料的性能最好, 其断裂韧性为 5.5 MPa · m^{1/2}。

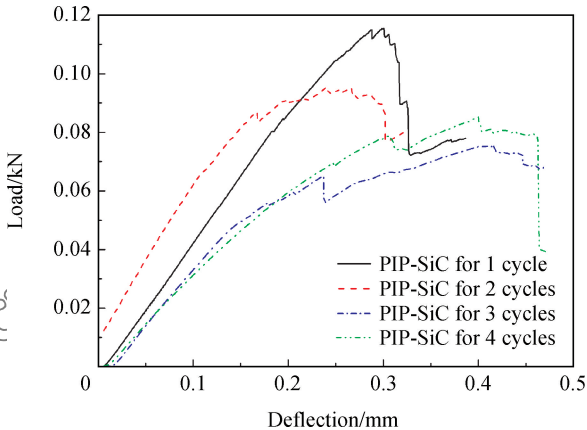


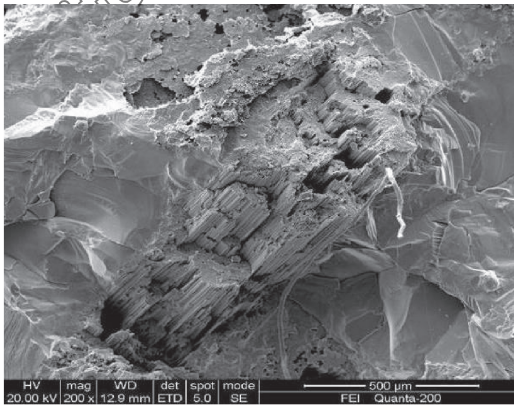
图 4 PIP-SiC 周期数与 C_f/SiC 复合材料载荷-位移曲线的关系
Fig. 4 Relationship between PIP-SiC cycles and load-deflection curves of C_f/SiC composites

图 5 为具有 PIP-SiC 界面改性涂层的 C_f/SiC 复合材料的断口形貌。可以进一步看出, 1~4 个周期 PIP-SiC 涂层改性的 C_f/SiC 复合材料断口都有纤维拔出, 表现出一定的韧性断裂特征。

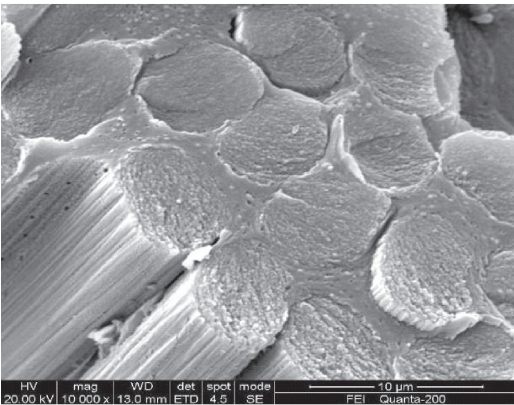
2.3 界面改性涂层对力学性能的影响机制

在讨论 PIP-SiC 界面改性涂层对 C_f/SiC 复合材料力学性能的影响机制前, 先对复合材料中纤维束的位置关系进行描述。图 6 为 C_f/SiC 复合材料中相邻 2 束 C 纤维丝束示意图。1 束 C 纤维丝束由上千根 C 纤维单丝组成, 小圆表示 C 纤维单丝, 实线大圆表示 1 束 C 纤维, 将相邻的 2 个 C 纤维丝束的中间位置 A 称为“丝束中间”, 将紧临 C 纤维丝束外延的区域 B (虚线圆和实线圆之间的区域) 称为“丝束周边”, 将单束 C 纤维丝束中靠近外缘的区域 C 称为“丝束外缘”, 将单束 C 纤维中心的区域 D 称为“束芯”。

图 7 为具有 PIP-SiC 界面改性涂层的 C_f/SiC 复合材料微观形貌。图 8 为 C_f/SiC 复合材料腐蚀断口形貌。通过能谱分析可知, 在“丝束周边”(见图 7(a))分布着 1 层较厚的 SiC, 同时也有游离 Si 存在; 由图 7(b)看出, 1 层较厚的 SiC 层在“丝束周边”将 C 纤维丝束包裹着, 这就阻碍了气相 Si 渗透到丝束内部腐蚀 C 纤维, 因而 C 纤维得到了一定的保护, 但从试样腐蚀的断口(见图 7(b)和图 8)进一步可以看出, “丝束周边”的 SiC 凹凸不平, 涂层上生成了约 10~20 μm 的 SiC 颗粒, SiC 颗粒间观察到了有裂纹的存在和扩展情况(如图 8 中引线所指), 裂纹的存在和扩展可能导致 C 纤维在应力集中下很快出现断裂, 不能产生界面解离的现象, 因此,



(a) Cross-section micromorphology of sample



(b) Cross-section micromorphology of C fiber bundle

图 3 无 PIP-SiC 界面改性涂层时 C_f/SiC 复合材料的微观形貌
Fig. 3 Micromorphologies of C_f/SiC composites without PIP-SiC interphase modified coating

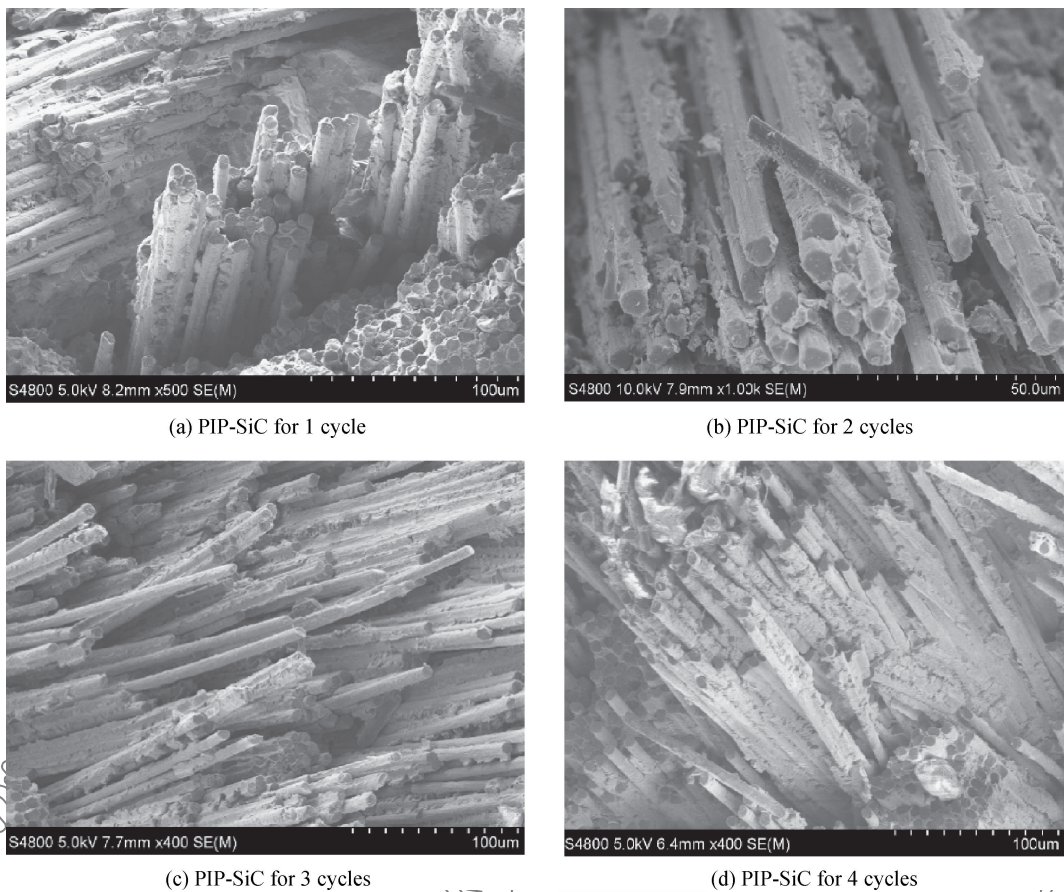


图 5 具有 PIP-SiC 界面改性涂层的 C_f/SiC 复合材料的断口形貌

Fig. 5 Fracture morphologies of C_f/SiC composites with PIP-SiC interphase modified coating

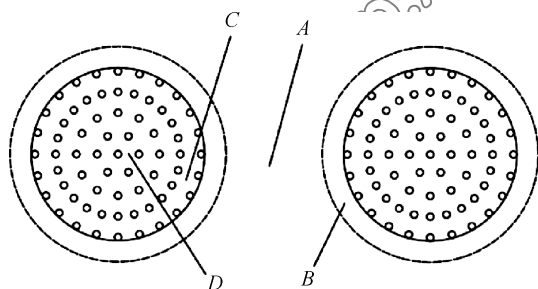


图 6 C_f/SiC 复合材料中相邻 2 束 C 纤维束示意图

Fig. 6 Schematic of two adjacent C fiber bundles in C_f/SiC composites

在图 8 中丝束外缘的纤维断口较平，纤维拔出较短。

由图 7(c)的纤维束“束芯”区域形貌可以看出，丝束内部的纤维单丝之间填充的是由聚碳硅烷 (Poly Carbosilane, PCS) 高温裂解生成的 SiC 颗粒。由图 7(d) C 纤维表面形貌可以进一步看出，单丝 C 纤维表面粘附着 SiC 碎屑，这说明对于 PIP-SiC 涂层改性的 C_f/SiC 复合材料来说，C 纤维丝束与基体以及丝束内部的单根纤维之间是较强的界面

结合，所以如图 7(b)和图 8 所示，复合材料断口的纤维拔出较短。因此，当裂纹扩展至“丝束周边”区时，由于 C 纤维和 SiC 涂层的界面结合较强，纤维和涂层不能快速地解离，当裂纹尖端产生的应力集中超过纤维的断裂强度时，纤维开始断裂，所以载荷-位移曲线上没有出现宽的平台，而是随着纤维地不断断裂， C_f/SiC 复合材料的承受载荷的能力不断下降，在载荷-位移曲线上载荷逐渐下降。总的来看，PIP 界面改性涂层在载荷传递、阻挡“Si”对纤维特别是束芯部分纤维的侵蚀方面起到了一定的作用。因此，相比于未涂层改性的 C_f/SiC 复合材料，PIP-SiC 改性后复合材料的力学性能有大幅度改善，但由于缺少了界面解离的增韧机制，导致 PIP-SiC 涂层改性的 C_f/SiC 复合材料的弯曲强度和韧性整体不高。

综上所述，PIP-SiC 涂层对 C_f/SiC 复合材料力学性能改善的作用机制体现在载荷传递和“阻挡”Si 的侵蚀 2 个方面，缺乏界面解离增韧机制。

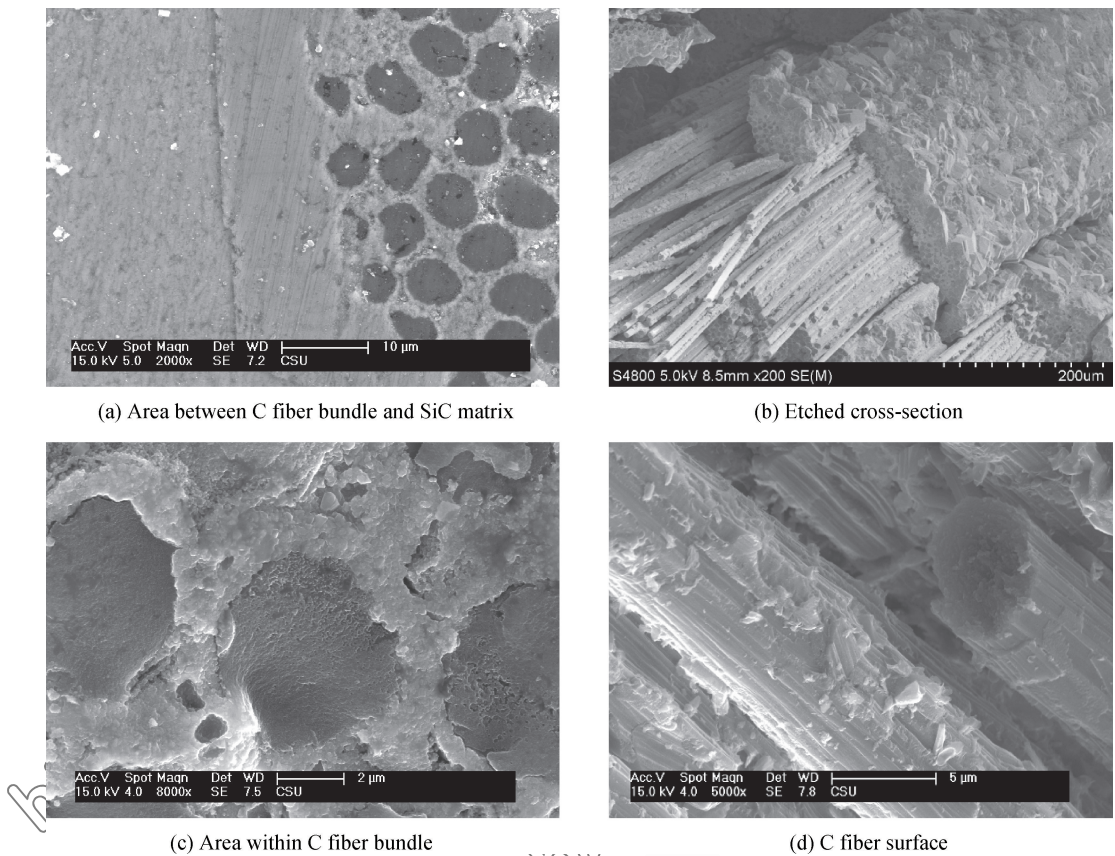


图 7 具有 PIP-SiC 界面改性涂层的 C_f/SiC 复合材料微观形貌
Fig. 7 Micromorphologies of C_f/SiC composites with PIP-SiC interphase modified coating

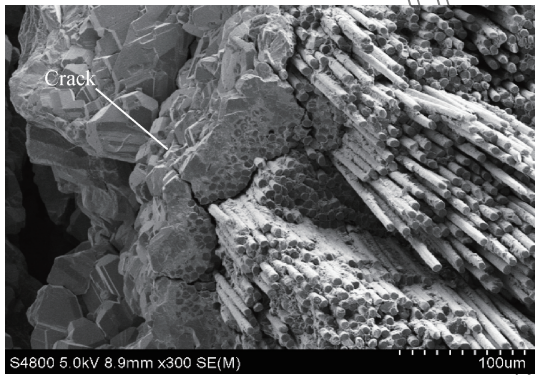


图 8 C_f/SiC 复合材料腐蚀断面形貌
Fig. 8 Morphologies of etched cross-section for C_f/SiC composites

3 结 论

(1) 无涂层改性的气相渗硅 (Gaseous Silicon infiltration, GSI) C_f/SiC 复合材料力学性能较差, 呈现脆性断裂特征, 其弯曲强度、弯曲模量和断裂韧性分别为 87.6 MPa、56.9 GPa 和 2.1 MPa·m^{1/2}。

(2) 随着先驱体浸渍-裂解 (Precursor infiltration and pyrolysis, PIP) SiC 界面涂层周期数的增

加, C_f/SiC 复合材料的弯曲强度和弯曲模量都呈现出下降的趋势, 1 个周期 PIP-SiC 涂层改性的 C_f/SiC 复合材料力学性能最好, 其弯曲强度、弯曲模量和断裂韧性分别为 185.2 MPa、91.1 GPa、5.5 MPa·m^{1/2}。

(3) 2~4 个周期 PIP-SiC 涂层改性的 C_f/C 素坯的 SiC 涂层所占的体积较大, C_f/C 素坯剩余的孔隙率变小, 渗 Si 的效果不如 1 个周期 PIP-SiC 涂层改性的 C_f/SiC 复合材料, 因此力学性能比 1 个周期 PIP-SiC 涂层改性的 C_f/SiC 复合材料低。

(4) PIP-SiC 界面改性涂层的作用机制主要体现在载荷传递和“阻挡”Si 的侵蚀 2 个方面。

参考文献:

[1] KRENKEL W, BERNDT F. C/C-SiC composites for space applications and advanced friction systems[J]. Materials Science and Engineering: A, 2005, 412(1-2): 177-181.

[2] NASLAIN R. SiC-matrix composites: Nonbrittle ceramics for thermo-structural application[J]. International Journal of Applied Ceramic Technology, 2005, 2(2): 75-84.

- [3] MANISH P, KUMAR S. High temperature C/C-SiC composite by liquid silicon infiltration[J]. Bulletin of Materials Science, 2012, 35(1): 63-73.
- [4] 马青松, 刘海韬, 潘余, 等. C/SiC 复合材料在超燃冲压发动机中的应用研究进展[J]. 无机材料学报, 2013, 28(3): 247-255.
MA Q S, LIU H T, PAN Y, et al. Research progress on the application of C/SiC composites in scramjet[J]. Journal of Inorganic Materials, 2013, 28(3): 247-255 (in Chinese).
- [5] 何柏林, 孙佳. 碳纤维增强碳化硅陶瓷基复合材料的研究进展及应用[J]. 硅酸盐通报, 2009, 28(6): 1198-1201.
HE B L, SUN J. Progress and application of carbon fibers reinforced silicon carbide ceramic matrix composite[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2009, 28(6): 1198-1201 (in Chinese).
- [6] 王鸣, 董志国, 张晓越, 等. 连续纤维增强碳化硅陶瓷基复合材料在航空发动机上的应用[J]. 航空制造工程, 2014(6): 10-13.
WANG M, DONG Z G, ZHANG X Y, et al. Application of continuous fiber reinforced ceramic matrix composites in aero-engine[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2014(6): 10-13 (in Chinese).
- [7] 张长瑞, 郝远恺. 陶瓷基复合材料-原理、工艺、性能与设计[M]. 长沙: 国防科技大学出版社, 2001: 307-308.
ZHANG C R, HAO Y K. Ceramic matrix composites-principle, technology, property and design[M]. Changsha: National University of Defense Technology Press, 2001: 307-308 (in Chinese).
- [8] ZHOU C C, ZHANG C R, HU H F, et al. Preparation of 3D-Cf/SiC composites at low temperatures[J]. Materials Science and Engineering: A, 2008, 488: 569-572.
- [9] MAURICE F C, STUART H. Comparison of two processes for manufacturing ceramic matrix composites from organometallic precursors[J]. Journal of European Ceramic Society, 1999, 19: 285-291.
- [10] NASLAIN R. Fibre-matrix interphases and interfaces in ceramic matrix composites processed by CVI[J]. Composite Interfaces, 1993, 1(3): 253-286.
- [11] BYUNG J O, YOUNG J L, DOO J C. Fabrication of carbon-silicon carbide composites by isothermal chemical vapor infiltration using the in situ whisker-growing and matrix-filling process[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2001, 84(1): 245-247.
- [12] LIU S H, ZHANG L T, YIN X W. Microstructure and mechanical properties of SiC and carbon hybrid fiber reinforced SiC matrix composite[J]. International Journal of Applied Ceramic Technology, 2011, 8(2): 308-316.
- [13] 王静, 曹英斌, 刘荣军, 等. C/C-SiC 复合材料的反应烧结法制备及应用进展[J]. 材料导报, 2013, 27(3): 29-33.
WANG J, CAO Y B, LIU R J, et al. Advances in C/C-SiC composites: Preparation by reaction bonding technique and applications[J]. Materials Review, 2013, 27(3): 29-33 (in Chinese).
- [14] WILLAM B H. Making ceramic composites by melt infiltration[J]. American Ceramic Society Bulletin, 1994, 73(4): 56-62.
- [15] SHOBU K, TANI E, KISHI K, et al. SiC-intermetallics composites fabricated by melt infiltration[J]. Key Engineering Materials, 1999, 159-160: 325-330.
- [16] KRENKEL W, HEIDENREICH B, RENZ R. C/C-SiC composites for advanced friction systems[J]. Advanced Engineering Materials, 2002, 4(7): 427-436.
- [17] 刘建功, 殷小玮, 成来飞, 等. 液硅渗透法制备 Si-B-C 改性 C/C-SiC 复合材料[J]. 复合材料学报, 2012, 29(6): 78-82.
LIU J G, YIN X W, CHENG L F, et al. Fabrication of Si-B-C modified C/C-SiC composite by liquid silicon infiltration[J]. Acta Materiae Compositae Sinica, 2012, 29(6): 78-82 (in Chinese).
- [18] 严春雷, 刘荣军, 张长瑞, 等. 气相渗硅制备 C/SiC 复合材料[J]. 航空制造工程, 2014, 450(6): 122-128.
YAN C R, LIU R J, ZHANG C R, et al. Preparation of C/SiC composites by gaseous Si infiltration[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2014, 450(6): 122-128 (in Chinese).
- [19] ZHOU Q, DONG S M, DING Y S, et al. Three-dimensional carbon fiber-reinforced silicon carbide matrix composites by vapor silicon infiltration[J]. Ceramics International, 2009, 35: 2161-2169.
- [20] WANG H L, ZHOU X G, Yu J S, et al. Microstructure, mechanical properties and reaction mechanism of KD-1 SiC_f/SiC composites fabricated by chemical vapor infiltration and vapor silicon infiltration[J]. Materials Science and Engineering: A, 2011, 528: 2441-2445.
- [21] QIAN M, JIN Z H, WANG X W. Porous SiC ceramics fabricated by reactive infiltration of gaseous silicon into charcoal[J]. Ceramics International, 2004, 30: 947-951.
- [22] YANG H Y, LIU R J, CAO Y B, et al. Effect of PyC content in C/C greenbody on structure and properties of 3D-C/SiC composite fabricated by gas silicon infiltration[J]. Applied Mechanics and Materials, 2011, 71-78: 4994-4998.
- [23] CAO X Y, YIN X W, FAN X M, et al. Effect of PyC interphase thickness on mechanical behaviors of SiBC matrix modified C/SiC composites fabricated by reactive infiltration[J]. Carbon, 2014, 77: 886-895.
- [24] 周清, 董绍明, 丁玉生, 等. 界面涂层对气相渗硅 C_f/SiC 复合材料力学性能的影响[J]. 无机材料学报, 2007, 22(6): 1142-1146.
ZHOU Q, DONG S M, DING Y S, et al. Effect of interphase on mechanical properties of C_f/SiC composites fabricated by vapor silicon infiltration[J]. Journal of Inorganic Materials, 2007, 22(6): 1142-1146 (in Chinese).

Effects of precursor infiltration-pyrolysis SiC interphase modified coating on mechanical properties of 3D-C_f/SiC composites prepared by gaseous silicon infiltration process

LIU Rongjun*, CAO Yingbin, LONG Xianhai, YANG Huiyong, CAO Yu

(National Key Laboratory of Science and Technology on Advanced Ceramic Fibers and Composites, College of Aerospace Science and Engineering, National University of Defense Technology, Changsha 410073, China)

Abstract: The interphase modified coating plays a vital role in adjusting the mechanical properties of composites, in particular for those C_f/SiC composites prepared from the gaseous silicon infiltration (GSI) process. The ideal interphase modified coating should not only prevent the etching of C fiber by Si vapor, but also render a good interface bonding between C fiber and SiC matrix. With SiC coatings from the precursor infiltration-pyrolysis (PIP) route as the interphase modified coating in 3D-C fiber preform, we discuss the effects of PIP-SiC coating on mechanical properties of C_f/SiC composites made from GSI. The results show that, without coating modification, the GSI C_f/SiC composites have poor mechanical properties and show brittle fracture characteristic, with the flexure strength, flexure modulus and fracture toughness 87.6 MPa, 56.9 GPa and 2.1 MPa·m^{1/2}, respectively. Those composites with PIP-SiC interphase modified coating exhibit better mechanical properties, with PIP-SiC coating modification, with the increase of the PIP-SiC cycles, flexure strength, flexure modulus and fracture toughness of GSI C_f/SiC composites decrease, in particular those with the PIP-SiC coatings after one cycle, with the flexure strength, flexure modulus and fracture toughness 185.2 MPa, 91.1 GPa and 5.5 MPa·m^{1/2}, respectively. The improvement effects from the PIP-SiC interphase modified coating are attributed to the transfer loading and prevention of etching by Si.

Keywords: precursor infiltration-pyrolysis; SiC; interphase modified; gaseous silicon infiltration; C_f/SiC