

C/SiC 复合材料高温蠕变的声发射特性

方 鹏, 成来飞, 张立同, 栾新刚, 梅 辉

(西北工业大学 超高温结构复合材料国防科技重点实验室, 西安 710072)

摘 要:利用声发射技术(AE)对 C/SiC 复合材料高温蠕变试验过程进行动态监测。通过声发射参数分析法对蠕变过程中的声发射累计能量随蠕变时间变化进行了分析;同时对蠕变过程中典型 AE 信号的频率特征进行了分析,揭示了 C/SiC 复合材料蠕变损伤的演化过程及规律,给出了材料蠕变损伤发展的不同阶段以及各阶段损伤类型。

关键词:声发射技术;C/SiC 复合材料;蠕变;动态监测

中图分类号: TG115. 28

文献标识码: A

文章编号: 1000-6656(2008)02-0081-03

Acoustic Emission Characteristic of C/SiC Composite During Creep at High Temperature

FANG Peng, CHENG Lai-Fei, ZHANG Li-Tong, LUAN Xin-Gang, MEI Hui

(National Key Laboratory of Thermostructure Composite Materials, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

Abstract: Acoustic emission (AE) was used to inspect the creep test at high temperature in real time. A parameter-analyzing approach was introduced to analyze energy, different damage phases and types of damage by AE data. The spectrum of typical AE signals was analyzed to reveal the damage evolution of C/SiC composite during creep. The mechanism in different stages of damage evolution was also differentiated.

Keywords: Acoustic emission technique; C/SiC composite; Creep; Dynamic monitoring

碳纤维增强的碳化硅(C/SiC)复合材料具有低密度、高模量、高强度、耐高温和一定的韧性,因此在高温结构中有许多潜在用途。作为长时服役的热结构材料,高温蠕变性能是必须掌握的关键力学性能指标。因此,对 C/SiC 复合材料高温蠕变行为的考察是评价此材料应用潜力的基础^[1]。对于 C/SiC 复合材料的蠕变行为虽已有一些研究^[2-5],但对其高温蠕变行为的研究却相对较少。

声发射检测(简称 AE)具有实时、连续监测的特点,能反映出声发射源在载荷作用下的动态响应特性^[6]。大量研究表明,尽管复合材料的损伤形式具有各自不同的复杂性,发生发展时都有明显的声发射特征,而且声发射对于损伤过程的分析非常有

效。M Surgeon 等人^[7]对 SiC/BMAS 复合材料层合板在拉伸作用下的损伤作了 AE 研究,利用 AE 事件数、幅值、能量以及持续时间等参数,对应加载曲线描述不同铺层的试件损伤演化模式和破坏机理。Gregory N Morscher^[8]对二维编织 SiC/SiC 复合材料进行了拉伸、卸载、再加载实验。实验过程采用双探头线定位全程动态 AE 检测,给出不同载荷下试件损伤 AE 波形及其 FFT 变换,通过 AE 波形 FFT 描述不同损伤模式,并且探讨了损伤对材料弹性模量和声波传播速度影响,指出了一些 AE 参数对 SiC/SiC 复合材料检测的不足。Bakvckas J G 等人^[9]通过对钛基复合材料损伤过程的声发射研究,揭示了几种主要的损伤形式发生时对应的 AE 事件幅度。Jyi-Jiin Luo 等^[10]通过陶瓷基复合材料纵向拉伸试验的深入研究,发现应力水平同声发射信号计数的关系。金周庚等人^[11]研究了 B/Al 复合材料变形和断裂过程声发射特性,给出了用声发射振幅、振铃计数和费利西蒂比等参数评价材料损伤的方法。朱祖铭等^[12]通过对 SiC 纤维铝基复合材料声

收稿日期: 2006-11-13

基金项目: 国家杰出青年科学基金(50425208);国家自然科学基金重大计划重点项目(90405015);西北工业大学博士创新基金(CX200406)

作者简介: 方 鹏(1980—),男,博士研究生,主要从事陶瓷基复合材料声发射研究。

发射研究,发现用 AE 技术能准确测定单纤维金属基复合材料中纤维断枝数和纤维断枝的平均长度,由此能测定 SiC 纤维的断裂强度和纤维与铝基体间的界面强度。目前,尚未发现国内外利用声发射研究 C/SiC 复合材料高温蠕变行为的报道。

笔者采用声发射技术监测 C/SiC 复合材料蠕变损伤的整个过程,分析研究了高温蠕变中声发射信号的特性,揭示了其蠕变的损伤机制。

1 试验

1.1 试验材料及试样

试件所用纤维采用日本东丽 T300 碳纤维束,体积含量为 40%。C/SiC 复合材料采用三向四步法编织。试件制备采用 CVI 工艺成型,见图 1。

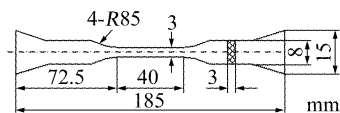


图 1 试样形状示意图

1.2 仪器及设备

加载设备采用 Instron8801 电子拉力试验机(美国 INSTRON 公司生产)。监测仪器采用 PCI-2 两通道声发射仪(美国 PAC 公司生产)。

1.3 试验过程

在 Instron8801 试验机上进行蠕变试验,恒定应力为 160 MPa,试验温度为 1 300 °C。试验至稳态蠕变阶段后停止。同时用 PCI-2 声发射系统对整个试验过程进行声发射监测。声发射传感器型号为 WD,其接收到的声发射信号经过前置放大器、滤波器和信号处理器进入计算机分析处理。前置放大器增益为 40 dB,采样率为 4 MByte,信号长度为 2 kByte,滤波带通为 10~1 200 kHz,阈值值为 40 dB。

2 C/SiC 复合材料早期蠕变的声发射特性

2.1 声发射累计能量与蠕变时间的关系

图 2 是 C/SiC 复合材料蠕变时 AE 累计能量和蠕变时间关系曲线。与典型的早期蠕变曲线(图 3)非常类似。从图 2 可见,C/SiC 复合材料的早期蠕变行为是减速蠕变。初始 AE 信号累计能量迅速增加,蠕变速率很高;随着时间的推移,AE 信号累计能量增加速率逐渐减小,蠕变速率逐渐减小。当减小为一恒定值时,便进入了蠕变的第二阶段。

纤维断裂、基体开裂和界面解离等特性对复合

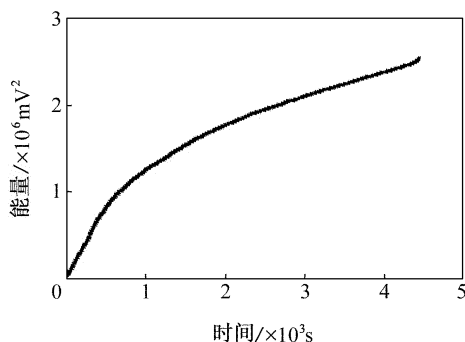


图 2 AE 累计能量和蠕变时间关系

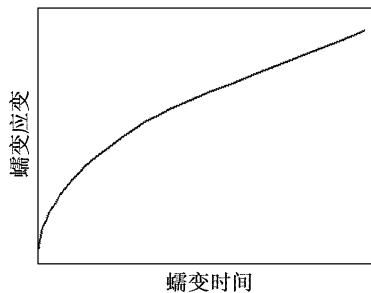


图 3 典型的早期蠕变曲线

材料的蠕变行为及其组分之间的关系影响很大。当纤维和基体完好和界面结合未被破坏时,复合材料的蠕变变形与组分性能之间呈线性关系,AE 信号的累计能量随时间呈线性增长;复合材料中基体发生蠕变且沿纤维方向加载时,纤维断裂的界面处开始出现滑动,复合材料的蠕变变形与组分性能之间呈非线性关系,AE 信号的累计能量随时间呈现非线性增长。这个过程的时间要比初始应变转变时间长得多。当纤维中的应力达到其强度时,复合材料被破坏。复合材料早期蠕变行为常用下式描述^[1]:

$$\epsilon = At^m \quad (1)$$

式中 ϵ 为某一时间的总应变, t 为时间, A 和 m 均为常数。将图 2 所示数据拟合,亦可得到类似公式:

$$E = Bt^n \quad (2)$$

式中 E 为某一时间的 AE 信号累计能量总和, t 为时间, B 和 n 为常数。

因此,在 C/SiC 复合材料高温蠕变过程中,AE 信号累计能量同复合材料的蠕变应变有一致的变化趋势,故可以用 AE 信号累计能量表征和描述 C/SiC 复合材料的高温蠕变。

2.2 C/SiC 复合材料早期蠕变机理分析

T300 碳纤维属于高强型碳纤维,其热处理温度较低,并显著低于试验温度,石墨化程度极不完善^[13]。T300 碳纤维是由微晶组成的原纤构成的,微晶原纤并非沿纤维轴向笔直排列,而是呈弯曲、皱

折和彼此交叉的带状结构。带状结构间有沿纤维轴向的微孔隙,高温恒应力作用下的蠕变类似于对碳纤维高温应力牵引下的热处理。故可设想在蠕变中微晶直径和微晶厚度增大,面层间距减小,石墨化程度提高,微晶间的孔隙合并变大,原纤维皱折减小,并沿纵向的取向性增加。相邻原纤之间的交联键断裂,应力和温度都促使上述变化的产生。这些内部的微观变化在宏观上均产生蠕变变形。同时,碳纤维的蠕变与基体蠕变变形相互钳制。由于两者模量的差别,在相同变形条件下必然造成纤维与基体界面的剪切应力。碳纤维所受正应力与基体正应力正是通过界面剪切应力来进行协调的。基体在蠕变过程中可以认为是弹性体。基体和碳纤维分别受到 σ_m (基体所受正应力)与 σ_f (纤维所受正应力)和界面剪切应力 τ ,且 $\sigma_m \neq \sigma_f$ 。经过一段时间,纤维的伸长导致应力松弛,即 σ_f 下降,蠕变减速。相应的 σ_m 则增加, σ_m 与 σ_f 通过界面剪切应力 τ 重新协调, τ 本身也在不断变化。随着蠕变的进行,同时材料应力场逐渐均匀,蠕变速率越来越慢,进入稳态蠕变阶段。

2.3 声发射信号频率特征

在 C/SiC 复合材料的蠕变过程中,AE 信号组成比较单一。蠕变过程中典型的 AE 信号频率组成如图 4 所示。从图中可以看出,蠕变时 AE 典型的信号只包含在 115 kHz 处频率主峰,该主峰主要为纤维损伤产生。碳纤维作为 C/SiC 复合材料增强体,在蠕变过程中,纤维自始至终承担着大部分应力。由于纤维受力大,纤维的蠕变行为控制着整个 C/SiC 复合材料的蠕变过程。C 和 SiC 开始扩散的温度很高,C 为 2 423 K,SiC 为 1 828 K^[13-14]。试验温度为 1 573 K,因此不会出现扩散蠕变。SiC 抗蠕变能力很高,而 C 纤维的抗蠕变能力更高^[15]。C 纤维的基本结构单元 BSUs(basic structural units)和局部分子取向区 LMOs(areas of local molecular orientation)在蠕变中平均直径增加,但仅仅是纳米尺度,对宏观蠕变变形贡献不大^[16]。因此可以认为 C/SiC 复合材料的蠕变是纤维损伤引起的。

另外,图 4 中的中低频范围内仍有小幅度信号的频率分布,这主要由界面的损伤产生。在 C/SiC 蠕变过程中,热解碳界面相也能承受少量应力,这种应力在高温蠕变时促进热解碳的石墨化转变。热解碳为硬脆相,属易石墨化碳,在高温拉伸时可使层状结构的微晶基面、孔隙等择优取向而发生蠕变,但蠕变量小,不是蠕变的主要贡献者^[17]。因此,该频段信号幅度要比纤维产生的高频信号小。热解碳与碳

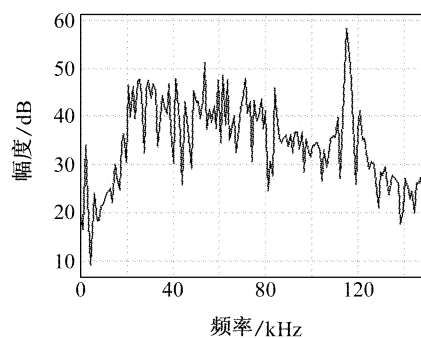


图 4 C/SiC 复合材料高温疲劳典型声发射信号频域图

纤维良好的界面结合使之可均匀地将载荷传递给每根纤维,而且可能使其处于三轴应力状态以阻止塑性变形^[3]。界面状况差别可引起蠕变值数量级的差别,故界面对 C/SiC 复合材料的蠕变有深刻影响。

3 结论

利用声发射技术研究了 C/SiC 复合材料在高温环境下的蠕变过程。在此过程中,AE 信号累计能量同复合材料的蠕变应变有一致的变化趋势,故可以用 AE 信号累计能量表征和描述其高温蠕变。C/SiC 复合材料的蠕变是纤维损伤引起的。界面状况的差别可引起蠕变值数量级的差别,对 C/SiC 复合材料的蠕变有深刻的影响。

参考文献:

- [1] Holmes J W, Chermant J L. Creep behavior of fiber-reinforced ceramic matrix composites[C]. Naslain R, Lamon J. Doumeingts D. High Temperature Ceramic Matrix Composites. Cambridge: Woodhead Publishing, 1994:633—647.
- [2] Boitier G, Chermant J L, Cubero H, et al. CMC creep mechanism under argon[C]. Krenkel W, Naslain R, Schneider H. High Temperature Ceramic Matrix Composites. Wileyvce Verlag Gmb H, D-69469 Weinheim, 2001:492—497.
- [3] Zhu S, Mizuno M, Kagawa Y, et al. Monotonic tension, fatigue and creep behavior of SiC-fiber reinforced SiC-matrix composites; a review[J]. Comp Sci Eng, 1999, (59):833—851.
- [4] Boitier G, Chermant J L, Vicens J. Multiscal investigation of the creep behavior of 2. 5D C_f-SiC composites [J]. J of Materials Science, 1999, (34):2759—2767.
- [5] Boitier G, Chermant J L. Nanostructure study by TEM and HREM of carbon fiber in C_f-SiC composites [J]. J of Materials Science, 1997, (16):1402—1405.

(下转第 90 页)

试样中三个位置的小波变换模极大值平均幅值图。

3.3 涂层厚度计算

由信号突变原理可知,在耦合剂/铝涂层界面和铝涂层/低碳钢板的界面处,信号发生明显突变,小波系数模极大值,且小波系数模极大值平均值最大,能量最大。图5中 $|W_{m_1}f(t)|$ 处小波系数模极大值平均值最大,能量最大,奇异性最大。在 $|W_{m_2}f(t)|$ 位置上,其平均值能量要超过其附近模极大平均值的能量,因此具有较大奇异性。依小波变换模极大值检测信号突变的原理可判断出, $|W_{m_1}f(t)|$ 和 $|W_{m_2}f(t)|$ 位置分别对应耦合剂/铝涂层界面和铝涂层/低碳钢板的界面回波到达的时刻。进而对两界面回波到达的时间点作差值,即为超声波在铝涂层中传播的往返时间。取铝涂层中的声速为6375 m/s,按超声测厚公式 $\delta=vt/2$ 计算铝涂层的厚度。3个位置的厚度计算值分别为185,96和159 μm 。超声测量的铝涂层厚度值(96~185 μm)与图2中光学显微镜下测量值(100~200 μm)基本处于同一范围,因此基于小波变换模极大值的超声无损检测方法可用于测量热喷涂薄涂层。

4 结论

超声波在多层介质及薄层中传播时,由于异质

界面回波波形信号会发生叠加而突变,因此可用小波变换模极大值法对信号突变奇异点进行检测。研究了利用Mexh小波对厚度在100~200 μm 的纯铝涂层的超声信号进行小波变换,并求其模极大值,计算所得厚度值与金相测量值基本处于同一范围。因此,该方法对薄涂层厚度进行超声检测是可行的。

参考文献:

- [1] 史春元,李小刚,刘宪军,等. 电弧喷铝防腐涂层组织与性能的研究[J]. 大连铁道学院学报,2000,12(21):64—67.
- [2] 胡昌华,张军波,夏 军,等. 基于 Matlab 的系统分析与设计——小波分析[M]. 西安:西安电子科技大学出版社,2001:4—11.
- [3] 赵学智,林 颖,陈文戈,等. 奇异性信号检测时小波基的选择[J]. 华南理工大学学报,2000,10(28):75—80.
- [4] Li Ximeng, Lin Li, Xu Zhihui, et al. Thickness measurement approach for plasma sprayed coating using ultrasonic testing[J]. Transactions of Nonferrous Metals of China,2004,14(10):88—91.
- [5] 彭玉华. 小波变换与工程应用[M]. 北京:北京科学出版社,2004.
- [6] 郭先定,李敏,何光普. 小波变换模极大值法检测信号突变点[J]. 电气应用,2006,25(11):90—92.
- [7] 裂过程声发射特性[J]. 稀有金属,1999,23(3):162—165.
- [8] 朱祖铭,石南林,王中光,等. SiC 单纤维钴基复合材料界面的声发射研究[C]. 峨眉山:第六届全国声发射学术年会,1995.
- [9] 唐纳特 J B, 班萨尔 R C. 碳纤维[M]. 李仍元,过梅丽,译. 北京:科学出版社,1989.
- [10] Chawla K K. Ceramic Matrix composites[M]. London: Chapman & Hall,1993.
- [11] Zhu S J. Fatigue and creep characteristics of fiber reinforced ceramics (Overview) [J]. Materia Japan, 1999,(38):420—424.
- [12] Mizuno M, Zhu S J, Kagawa Y, et al. Stress, strain and elastic modulus behavior of SiC-fiber/SiC composites during creep and cyclic fatigue tests[J]. J Euro Ceram Soc,1998,(18):1869—1878.
- [13] Zhu S J, Mizuno M, Nagano Y, et al. Tensile creep behavior of SiC-fiber reinforced SiC composites at high temperatures[J]. Mater Sci Eng,1997,(A225):69—77.
- [14] 胜山邦久,著. 声发射(AE)技术的应用[M]. 冯夏庭,译. 北京:冶金工业出版社,1996.
- [15] Surgeon M, Vanswijgenhoven E, Wevers M, et al. Acoustic emission during tensile testing of SiC-fiber-reinforced BMAS glass-ceramic composites[J]. Composites Part A,1997,(28A):473—480.
- [16] Gregory N, Morscher. Modal acoustic emission of damage accumulation in a woven SiC/SiC composite [J]. Composites Science and Technology,1999,(59):687—697.
- [17] Bakuckas J G. Monitoring damage growth in titanium matrix composites using acoustic emission[J]. Journal of Composite Materials,1994,28(4):305—328.
- [18] Jyi-Jiin Luo, Shi-Chang Woob, Isaac M Daniel. Acoustic emission study of failure mechanism of ceramic matrix composite under longitudinal tensile loading [J]. Journal of Composite Materials,1995,29(15):1946—1961.
- [19] 金周庚,刘哲军,王 健,等. B/Al 复合材料变形和断

(上接第83页)