

SiC_f/Ti6242 复合材料热机械疲劳损伤原位研究

孔旭^{1,2}, 王玉敏¹, 杨青¹, 边舫¹, 张旭¹, 张国兴¹, 杨丽娜¹,
吴颖¹, 杨锐¹

(1. 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016)

(2. 中国科学院大学, 北京 100049)

摘要:采用声发射技术和高分辨 X 射线成像技术对 SiC_f/Ti6242 复合材料在热机械疲劳过程中的损伤进行了原位监测。实验中采用同相位梯形波加载来模拟钛基复合材料整体叶环服役时的实际载荷工况, 应力变化范围 130~1300 MPa, 温度变化范围 100~500 °C, 500 °C 时保持最大载荷 2 min。结果表明, 声发射信号主要出现在加载阶段和保载阶段, 声发射系统检测到纤维断裂、基体裂纹信号, 而在卸载阶段声发射信号非常稀少。利用高分辨 X 射线成像技术对声发射确认已损伤的样品进行检查, 发现试样内部存在连接多个纤维的基体裂纹; 在样品裂纹区域, 部分断裂纤维的钨芯出现缩颈。声发射技术和高分辨 X 射线成像技术均表明 SiC_f/Ti6242 复合材料热机械疲劳损伤机制由纤维断裂和基体裂纹共同控制。

关键词: 钛基复合材料; 热机械疲劳; 声发射; X 射线成像

中图分类号: TB333

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)03-0933-06

连续 SiC 纤维增强钛基复合材料 (TMCs) 具有高比强度、高比模量、抗疲劳和抗蠕变等优点, 在航空航天领域中具有广阔的应用前景^[1-3]。其在航空发动机上的潜在应用包括风扇叶片、低压涡轮轴、尾部活塞杆和整体叶环等。使用 TMCs 替换原有钛合金或高温合金构件, 可以大幅减轻构件质量, 提高发动机推重比。整体叶环相比传统叶片轮盘结构减重可达 50%~70%^[4,5], 有利于实现轻量化和高效率的目标, 是先进航空发动机的重点突破方向之一。美国、英国、德国、法国和日本等均开展了 TMCs 整体叶环的研发制造工作, 并完成了试验件超转实验^[6]。但是, TMCs 整体叶环作为转子件, 在航空发动机上实际应用还是具有一定的风险性, 纤维的引入使得其承载损伤机制完全不同于传统的金属材料, 为确保该类构件安全可靠服役, 必须对 TMCs 在近服役载荷下的损伤失效机制进行深入研究。

国外对此项工作的研究较早^[7], 研究结果表明 TMCs 整体叶环在服役过程中承受热机械疲劳载荷 (温度变化和机械载荷相互叠加)。总体上来说, 同相位加载时 (最大应力对应最高温度), TMCs 失效机制由纤维断裂主导, 反相位加载 (最大应力对应最小温度) 时, TMCs 失效机制由基体裂纹主导。具体的损伤机制还与制备工艺水平、基体合金性质和实际加载

条件等息息相关。法国研究人员通过研究发动机叶盘实际载荷谱得出, TMCs 整体叶环工作时实际受载波形与三角波不同, 其更接近同相位梯形波^[8]。作为基体材料的 Ti6242 钛合金, 其保载疲劳寿命显著低于普通疲劳寿命^[9]。上述影响因素导致 TMCs 热机械疲劳行为非常复杂。TMCs 损伤失效机制研究多采用断口分析, 缺乏失效过程中的原位数据支撑, 损伤过程和机理尚不十分明晰。为深入理解 TMCs 在热机械疲劳载荷下的损伤失效机理, 原位表征 TMCs 的损伤演进显得尤为必要。

TMCs 的原位无损检测手段有超声扫描、声发射技术和 X 射线检测等^[10]。其中超声扫描分辨率在毫米量级, 难以检测到 TMCs 中微米尺度的微小裂纹和纤维断裂。而声发射技术通过检测复合材料受力时局域源释放的应力波, 可以得到纤维断裂、基体裂纹等损伤信息, 具有实时动态检测、分辨率高等优点。随着 X 射线光源和图像分析技术的发展, 高分辨 X 射线成像技术可以得到材料内部微米量级损伤信息^[11], 也是一种 TMCs 原位损伤检测手段。

针对已有研究的不足, 本研究综合采用声发射技术和高分辨 X 射线成像技术, 对 SiC_f/Ti6242 复合材料在热机械疲劳载荷下的损伤进行了原位监测。热机械疲劳实验采用同相位梯形加载来模拟整体叶环服役

收稿日期: 2019-03-20

作者简介: 孔旭, 男, 1991 年生, 博士生, 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016, 电话: 024-83978948, E-mail: evolutioni@qq.com

时实际载荷，重点关注复合材料内部纤维断裂、基体裂纹等损伤演变规律，为 SiC_f/Ti6242 复合材料整体叶环失效分析提供必要的支撑，最终推动 SiC_f/Ti6242 复合材料整体叶环在发动机上的应用。

1 实验

本实验中的钨芯 SiC 纤维由中国科学院金属研究所生产，纤维直径约 100 μm，纤维平均强度 3600 MPa。SiC_f/Ti6242 复合材料采用先驱丝+等静压工艺制备，具体制备工艺如下：首先采用磁控溅射技术在 SiC 纤维表面涂覆 40 μm 厚的 Ti6242 基体涂层，然后将覆有基体涂层的纤维装入 Ti6242 包套，电子束密封后，经热等静压工艺致密化成型，最终采用机械加工方法得到热机械疲劳试样，样品尺寸如图 1 所示。样品平行段内直径为 4.0 mm，整个截面内纤维体积分数约 38%。

热机械疲劳实验在 MTS 810 疲劳试验机上进行，加载波形采用同相位梯形波加载，如图 2 所示，应力变化范围 130~1300 MPa，温度变化范围 100~500 °C，升降温速率 5 °C/s，500 °C 时保持最大载荷 1300 MPa，保载时间 120 s。单次循环包括加载阶段、保载阶段和卸载阶段，总计 280 s。样品平行段内焊接热电偶，设定值与测量值之差小于±5 °C。热机械疲劳实验过程中采用美国物理声学公司 PCI-2 声发射系统原位监测内部损伤演进。实验中将声发射探头安装在加载轴上，前置放大器设为 20 dB，声发射信号门槛设为 70 dB 以排除机械噪声干扰。热机械疲劳过程中，数字化声发射仪实时显示样品的损伤信息。为了保证样品损伤程度高于高分辨 X 射线成像仪的分辨率（单个像素分辨率 5.5 μm），高分辨 X 射线成像检测在样品发生严重损伤（纤维集簇断裂）后再开展。第 32 次循环时声发射系统检测到纤维集簇断裂信号，中止试验，利用 Xradia 公司 Versa XRM-500 型高分辨 X 射线三维成像仪对样品进行扫描。高分辨 X 射线三维成像检测完成后，继续实验，样品在第 33 次循环断裂。

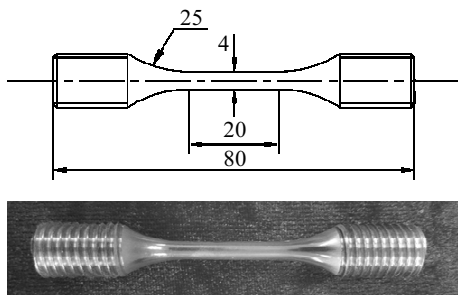


图 1 SiC_f/Ti6242 复合材料热机械疲劳试样尺寸

Fig.1 Specimen geometry for the thermomechanical fatigue test

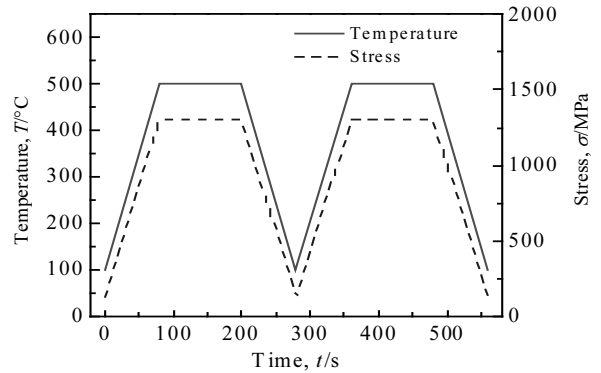


图 2 热机械疲劳加载波形

Fig.2 Thermomechanical fatigue loading with the trapezoidal waveform

2 结果与讨论

2.1 SiC_f/Ti6242 复合材料微观形貌和力学性能

SiC_f/Ti6242 复合材料微观形貌如图 3 所示。SiC 纤维芯部为直径 14 μm 细钨丝（白色部分），中间为 SiC 沉积层，外部为 1~2 μm 碳涂层。致密化过程中纤维碳层与 Ti6242 发生反应，生成 TiC 为主的反应层^[12]。致密化后复合材料中 SiC 纤维呈六方均匀排布，纤维之间间隙被基体填充，材料充分致密，没有发现孔洞、裂纹等缺陷。Ti6242 基体由等轴 α 相和晶间 β 相组成，等轴 α 相平均直径约 4 μm。

表 1 中列出了 500 °C 时基体和复合材料的力学性能。Ti6242 基体在 500 °C 时平均抗拉强度为 756 MPa，由于纤维增强作用，SiC_f/Ti6242 复合材料在 500 °C 时平均抗拉强度为 1625 MPa。相比于 Ti6242 基体，SiC_f/Ti6242 复合材料高温强度提高了 1 倍以上。在热

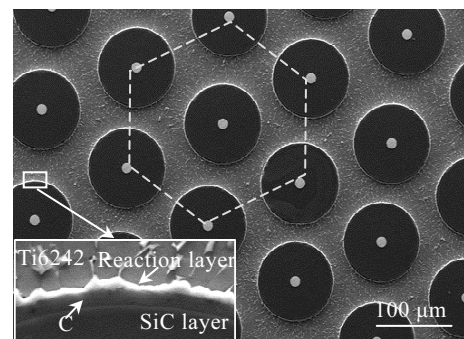


图 3 SiC_f/Ti6242 复合材料横截面微观形貌

Fig.3 Microstructure of the SiC_f/Ti6242 composite in the cross section

机械疲劳实验中, 500 °C时最大应力达到 1300 MPa, 远高于 Ti6242 基体抗拉强度。SiC_f/Ti6242 复合材料热机械疲劳寿命为 33 个循环。

2.2 声发射技术原位监测损伤演进

SiC_f/Ti6242 复合材料在热机械疲劳实验中的声发射响应如图 4 所示。整个实验过程中, 声发射活动性强, 信号幅值高, 表明声发射技术适合用来表征钛基复合材料损伤行为。在第 1 次加载期间, 材料内部局域源能量快速释放, 产生大量声发射信号, 这些信号包括基体变形、薄弱纤维断裂等。金属材料在重复加载时, 达到先前最大应力之前几乎不产生声发射信号, 该现象称为 Kaiser 效应^[13,14]。而 SiC_f/Ti6242 复合材料在第 1 个循环之后仍有一定量的声发射信号, 这些信号反映了复合材料热机械疲劳过程中的损伤信息。以幅值 90 dB 为界, 大致可以将声发射信号分为 2 大类: 碳化硅纤维断裂信号通常高于 90 dB^[15,16], 平均幅值约 100 dB; 70~90 dB 声发射信号主要与基体疲劳裂纹萌生与扩展有关^[17,18]。从图 4 中可以看出, 随着循环周次增加, 高于 90 dB 的声发射信号数量平缓增多, 纤维断裂数量增多; 70~90 dB 的声发射信号也明显增多, 其反映了基体裂纹的萌生与扩展。声发射结果表明, 纤维断裂和基体裂纹在热机械疲劳过程中同时存在, 复合材料损伤机制由纤维断裂和基体裂纹共同控制。

在第 32 次循环的保载阶段, 探测到一个幅值为 112 dB 的声发射信号, 该信号明显高于单个纤维断裂信号幅值。经分析认为, 此信号由多根纤维集簇断裂产生, 这些纤维之间已经存在桥连裂纹。高分辨 X 射线成像技术对样品损伤检测结果也验证了这一点。多根纤维的集簇断裂对复合材料的承载能力产生严重影响, 继续加载, 在第 33 个循环时, 声发射活动性急剧增强, 试样发生断裂。

为进一步弄清复合材料损伤出现的时间阶段, 在得到声发射整体行为特征之后, 又对循环周期内不同阶段的声发射行为进行了进一步分析, 如图 5 所示。从图 5 中可以看到, 声发射活动性集中在加载阶段和保载阶段, 而在卸载阶段声发射信号数量非常稀少。

表 1 基体和复合材料 500 °C力学性能

Table 1 Tensile test results of the unreinforced matrix and the composite at 500 °C

Specimen	Material	T/°C	R _m /MPa
1	Ti6242	500	764
2	Ti6242	500	749
3	SiC _f /Ti6242	500	1600
4	SiC _f /Ti6242	500	1650

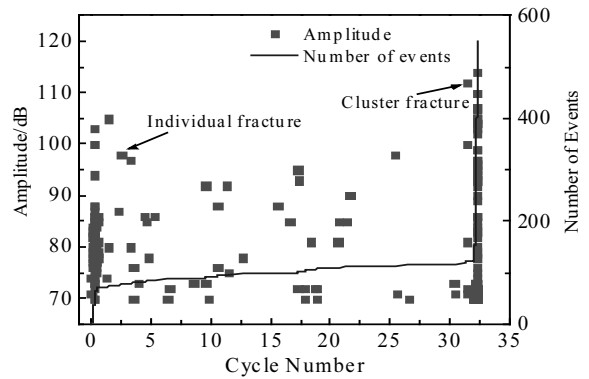


图 4 热机械疲劳过程中的声发射行为

Fig.4 Acoustic emission behavior of the SiC_f/Ti6242 composite in the thermomechanical fatigue test

纤维断裂信号在加载阶段(1100~1300 MPa)和保载阶段均有出现。保载阶段的声发射活动性表明保载加剧了复合材料内部损伤。

2.3 高分辨 X 射线成像技术检测损伤

X 射线穿过 SiC_f/Ti6242 复合材料时与样品相互作用, 由于不同微观结构的衬度不同, 最终得到了数千张不同衬度信息的二维图像, 图 6 给出了样品横截面高分辨 X 射线成像图。从图中可以看到, 钨丝呈白色, 碳化硅纤维呈深灰色, 钛合金基体呈浅灰色。如果复合材料内部出现基体裂纹以及发生纤维断裂, 在图像的衬度上都会有明显变化。从图 6 中发现了疲劳裂纹区域, 该区域相比未损伤区域, 钛合金基体颜色明显加深。

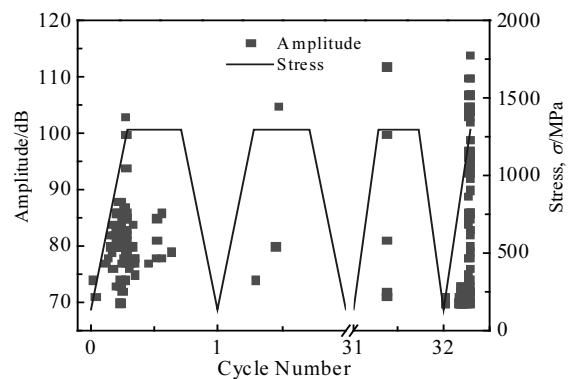


图 5 循环周期内不同阶段的声发射信号行为

Fig.5 Acoustic emission behavior of the SiC_f/Ti6242 composite in different stages for the cycle

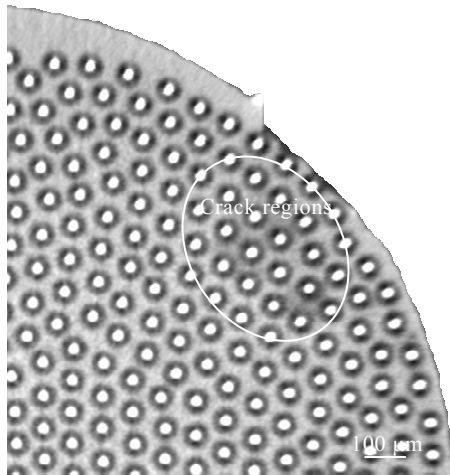


图 6 高分辨 X 射线成像技术得到的二维图像

Fig.6 2D image acquired by high-resolution X-ray tomography

对采集到的数千张图像经过三维重构之后，可以得到样品的三维信息，如图 7 所示。从图中可以看到，复合材料样品大部分区域仍处于未损伤状态，仅有少部分区域发生损伤。图 7 中损伤区域纵剖面显示，样品中存在连接多根纤维的基体裂纹，由于样品仍处于未断状态，裂纹张开位移很小，沿纤维轴向约 20 μm，裂纹出现的位置与图 6 存在对应关系。在复合材料损伤过程中，基体裂纹与纤维断裂存在相互作用：基体裂纹会导致裂纹附近的 SiC 纤维应力增加，加速纤维断裂；纤维断裂后会引引起附近基体应力增加，导致基体裂纹的萌生与扩展。但在图 7 中未发现明显的纤维断裂情况，而声发射检测结果表明，复合材料内部已经存在纤维断裂。造成这一现象的原因有两方面：一是受仪器检测精度限制。高分辨 X 射线成像单个像素 5.5 μm，其在检测纤维断裂时受到分辨率限制；钨与碳化硅吸收衬度差距过大，钨丝会干扰周围碳化硅成像，图 6 中白色部分直径约 30 μm，这与图 3 中钨丝直径 14 μm 存在差异；二是受纤维断裂形式影响。图 8 中给出了复合材料中钨芯碳化硅纤维断裂的典型扫描照片。从图中可以看到，虽然纤维中脆性碳化硅层断裂为许多碎屑，但是芯部韧性钨丝仍未发生断裂。由于纤维和基体的界面结合强度较弱，纤维断裂发生后裂纹并未扩展进入基体，而是裂纹发生偏转导致界面脱粘^[19-21]。热机械疲劳中未断样品由于裂纹张开位移有限，裂纹处断裂纤维和界面脱粘张开位移小，断裂的 SiC 碎屑依然存留在断裂位置处，导致纤维断裂处衬度信息变化不明显，这给 X 射线检测纤维断裂造成很大难度。

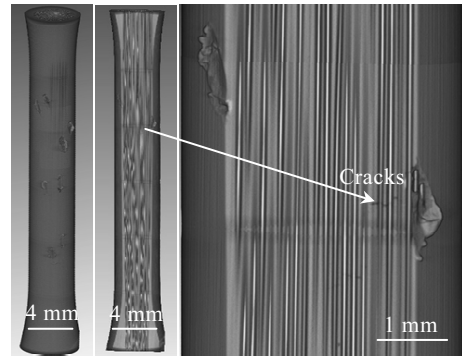


图 7 SiC_f/Ti6242 复合材料疲劳裂纹

Fig.7 Fatigue cracks of the SiC_f/Ti6242 composite

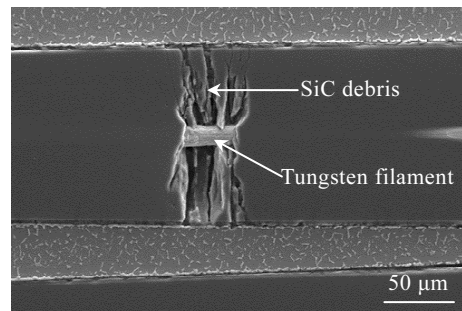


图 8 复合材料中钨芯 SiC 纤维断裂形貌

Fig.8 Morphology of fiber fracture in the composite

SiC 纤维芯部的细钨丝具有良好的塑性，在裂纹张开位移较小时不易发生断裂。X 射线成像结果显示样品中未发现钨丝断裂，但是在损伤区域内发现部分钨丝存在一定程度的缩颈现象。图 9 给出了未断样品损伤区域钨丝的衬度信息。为了方便观察，图中压暗了钨丝的亮度。这些缩颈现象是纤维断裂处钨丝被不断拉长所致，说明此处的纤维已经发生断裂，这与声发射检测结果是一致的。

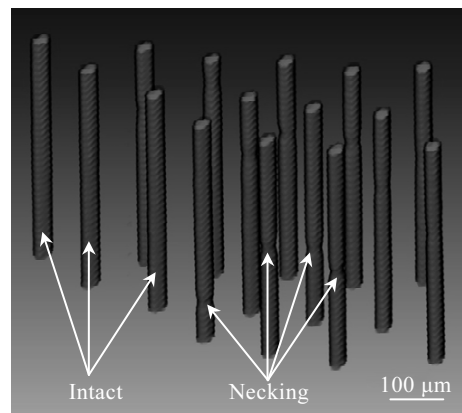


图 9 未断样品损伤区域内部分纤维出现钨芯缩颈

Fig.9 Necking of the tungsten filament in the SiC fiber for the unbroken specimen

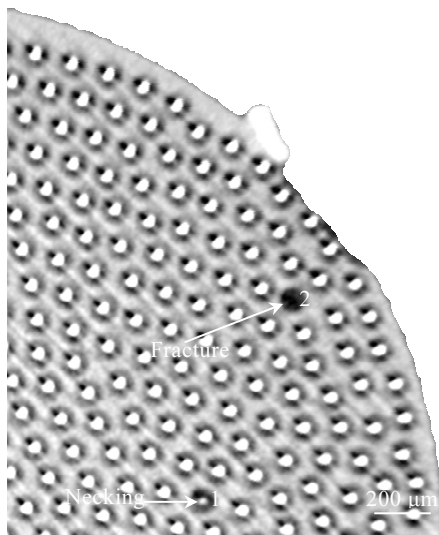


图 10 已断样品损伤区域内的钨丝缩颈与钨丝断裂

Fig.10 Necking and fracture of the tungsten filament in the SiC fiber for the broken specimen

高分辨 X 射线成像检测完成后, 继续加载, 样品在损伤位置处发生断裂。此时样品整体已经发生破坏, 钨丝缩颈处被不断拉长后最终发生断裂。图 10 中给出了样品断裂后损伤区域的钨丝断裂图像。图中位置 1 处钨丝已经发生严重缩颈, 继续拉长, 钨丝发生断裂, 如图中位置 2 所示。上述现象进一步验证, 钨芯缩颈现象可以用来表征纤维断裂。

3 结论

1) 热机械疲劳实验中声发射信号集中出现在加载阶段和保载阶段, 在卸载阶段声发射信号非常稀少, 表明热机械疲劳损伤主要集中在加载阶段和保载阶段。

2) 实验中利用声发射技术检测到单纤维断裂和纤维集簇断裂。

3) 利用高分辨 X 射线成像技术对复合材料样品检查, 发现试样内部存在桥连多根纤维的基体裂纹。

4) 高分辨 X 射线成像技术在样品损伤区域内发现部分纤维钨芯发生缩颈, 钨芯缩颈可以用来表征纤维断裂。

5) 复合材料在热机械疲劳载荷下, 其损伤机制由纤维断裂和基体裂纹共同控制。

参考文献 References

[1] Hayat M, Singh H, He Z *et al.* *Composites Part A*[J], 2019, 121: 418
 [2] Kong X, Wang Y, Yang Q *et al.* *Materials Letters*[J], 2019, 245:

37

[3] Rahman K, Vorontsov V, Flitcroft S *et al.* *Advanced Engineering Materials*[J], 2017, 19: 3
 [4] Zhou Yigang(周义刚), Yang Yanqing(杨延清). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2002, 38(S1): 461
 [5] Hooker J, Doorbar P. *Materials Science and Technology*[J], 2000, 16(7-8): 725
 [6] Wang Yumin(王玉敏), Zhang Guoxing(张国兴), Zhang Xu(张旭) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2016, 52(10): 1153
 [7] Bettge D, Günther B, Wedell W *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2007, 452-453: 536
 [8] Hertz-Clemens S, Aumont C, Remy L. *European Structural Integrity Society*[M]. Paris: Elsevier, 2002: 125
 [9] Qiu Jianke(邱建科), Xi Guoqiang(席国强), Ma Yingjie(马英杰) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(S1): 124
 [10] Ji Xing(吉幸), Luo Xian(罗贤), Yan Yanqing(杨延清) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(S2): 401
 [11] Wang Shaogang(王绍钢), Wang Sucheng(王苏程), Zhang Lei(张磊). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2013, 49(8): 897
 [12] Kong Xu(孔旭), Wang Yumin(王玉敏), Zhang Xu(张旭) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(S1): 71
 [13] Dobroň P, Bohlen J, Chmelík F *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2007, 462(1-2): 307
 [14] Drozdenko D, Bohlen J, Chmelík F *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2016, 650: 20
 [15] Majumdar B, Matikas T, Miracle D. *Composites Part B: Engineering*[J], 1998, 29(2): 131
 [16] Rousset G, Martin E, Lamon J. *Composites Science and Technology*[J], 2009, 69(15-16): 2580
 [17] Bakuckas J, Prosser W, Johnson W. *Journal of Composite Materials*[J], 1994, 28(4): 305
 [18] Kohn D, Ducheyne P, Awerbuch J. *Journal of Materials Science*[J], 1992, 27(12): 3133
 [19] Preuss M, Withers P, Maire E *et al.* *Acta Materialia*[J], 2002, 50(12): 3177
 [20] Hung Y, Bennett J, Garcia-Pastor F *et al.* *Acta Materialia*[J], 2009, 57(2): 590
 [21] Withers P, Bennett J, Kuroda M *et al.* *Acta Materialia*[J], 2010, 58(18): 6090

In Situ Detection of Damage in the SiC_f/Ti6242 Composite During the Thermomechanical Fatigue Test

Kong Xu^{1,2}, Wang Yumin¹, Yang Qing¹, Bian Fang¹, Zhang Xu¹, Zhang Guoxing¹, Yang Lina¹,
Wu Ying¹, Yang Rui¹

(1. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

(2. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

Abstract: The damage of the SiC_f/Ti6242 composite in the thermomechanical fatigue test was monitored by the acoustic emission (AE) technique and the high-resolution X-ray tomography. The thermomechanical fatigue test was conducted with a trapezoidal waveform to simulate the actual loading of the bladed ring. The applied stress range was 130~1300 MPa and the temperature range was 100~500 °C. The maximum stress was held for 2 min at 500 °C. The AE events emerged mainly in the loading stage and the dwell stage for the cycle where the AE signals of fiber fracture and matrix cracking were found. The matrix cracks of the unbroken specimen were detected by the high-resolution X-ray tomography. The necking of the tungsten filament in the broken fiber in the cracking region was also found. These results show that the damage mechanism of the specimen is dominated by a mixture of fiber fracture and matrix cracking.

Key words: titanium matrix composites; thermomechanical fatigue; acoustic emission; X-ray tomography

Corresponding author: Wang Yumin, Ph. D., Professor, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, P. R. China, Tel: 0086-24-83978948, E-mail: yuminwang@imr.ac.cn