

铝硅酸盐纤维增强 SiO₂ 复合材料的制备与性能研究

陈 健¹, 王 义^{1,2}, 黄 河¹, 孟海东¹, 王小亮¹

(1. 火箭军装备研究院, 北京 100094)

(2. 国防科技大学 新型陶瓷纤维及其复合材料重点实验室, 湖南 长沙 410073)

摘 要: 对 SiO₂ 凝胶的无机化与烧结特性进行了研究, 结果表明: SiO₂ 凝胶为无定形结构; 经 500 °C 煅烧后, 凝胶中 Si-OH 完全无机化, 随着煅烧温度的继续升高, 产物的结晶性逐渐增强, 经 1400 °C 煅烧后析出方石英; 随着烧结温度的升高, SiO₂ 陶瓷的相对密度、弹性模量和硬度均逐渐升高。采用溶胶-凝胶工艺制备了三维铝硅酸盐纤维增强 SiO₂ 复合材料, 并对热处理温度进行了优化。研究表明: 热处理温度为 900 °C 时制备的复合材料的力学性能最优, 其密度为 1.97 g/cm³, 弯曲强度、剪切强度和断裂韧性分别为 119.7±7.5 MPa、10.8±0.7 MPa 和 4.0±0.4 MPa·m^{1/2}。随着热处理温度的升高, 复合材料断面拔出纤维长度逐渐缩短直至消失。

关键词: 氧化物; 复合材料; 溶胶-凝胶工艺; 微观结构; 力学性能

中图分类号: TB332

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2018)04-1281-06

连续氧化物纤维增强氧化物 CMCs 具有高比强度和高比模量, 能有效克服对裂纹和热震的敏感, 介电性能优异, 且不存在氧化问题, 是目前高温结构功能材料研究的一个重要方向^[1-3]。SiO₂ 的烧结温度较低、介电性能和抗热震性能优异, 不存在氧化问题, 是高温透波陶瓷基复合材料的首选基体材料^[4-6]。

当前, 纤维增强 SiO₂ 透波材料的制备工艺主要有热压烧结 (HP-RS) 工艺和溶胶-凝胶 (Sol-Gel) 工艺^[7]。其中, HP-RS 工艺条件较为苛刻、对设备要求较高, 且对纤维的损伤较大, 复合材料的力学性能相对偏低^[8]。如哈尔滨工业大学贾德昌等^[9]采用真空热压烧结工艺制备了 SiO_{2s/f}/SiO₂ 复合材料, 发现其强度和韧性显著优于石英玻璃, 提高烧结温度有利于材料致密化, 但纤维强度降级明显。Sol-Gel 工艺烧结温度相对较低、基体可设计性强, 且可以实现近净尺寸成型, 工业应用前景十分广阔^[10,11]。如国防科技大学宋阳曦等^[12]采用 Sol-Gel 工艺制备了 2D SiO_{2f}/SiO₂ 复合材料, 发现 800 °C 制备的复合材料的弯曲强度最高 (97 MPa)、介电常数约为 2.6。此外, 国防科技大学 Tian 等^[13]采用 Sol-Gel 工艺制备了 3D SiO_{2f}/SiO₂ 复合材料, 通过引入 SiC 微粉调节复合材料的介电性能, 拓展了 SiO_{2f}/SiO₂ 复合材料在高温吸波材料领域的应用。

对于 Sol-Gel 工艺制备的复合材料, 在增强纤维一致的情况下, 复合材料的性能主要取决于基体与制备工

艺。因而, 本实验重点研究了 SiO₂ 凝胶的无机化与烧结特性, 以及热处理温度对铝硅酸盐 (AS) 纤维增强 SiO₂ (AS_f/SiO₂) 复合材料致密度、微观结构和力学性能的影响。

1 实 验

实验所用增强纤维为 3M 公司生产的 Nextel™440 纤维, 预制件为三维正交结构, 纤维体积分数约为 40%。所用 SiO₂ 溶胶由河北涿州鑫誉化工厂提供, 该溶胶固含量 (质量分数) 为 24.5%, 粘度为 4.5 mPa·s, pH 值为 3.0, 1000 °C 时陶瓷产率为 23.0% (质量分数)。

Sol-Gel 工艺制备 AS_f/SiO₂ 复合材料的工艺分为浸渍、干燥、热处理和冷却等步骤, 重复上述过程 10 次, 以提高坯体致密度, 具体过程见文献^[8]。

采用体积法测定试样的密度, 孔隙率通过理论密度计算得到; 采用纳米压痕 (nano-indentation) 技术表征复合材料中纤维与基体的弹性模量, 测试仪器为 MTS Nanoindenter XP, 采用的压头为 Berkovich 压头; 采用 Bruker Model D8 ADVANCED 型 X 射线衍射仪分析样品物相; 采用 HITACHI FEG S4800 型扫描电镜观察试样的微观形貌。

复合材料的力学性能测试均在 WDW-100 型电子万能试验机上完成, 测试结果取 3~5 根试样的平均值。其中, 弯曲性能采用三点弯曲法测试, 试样尺寸为 50

收稿日期: 2017-04-13

基金项目: 国家自然科学基金 (51202291)

作者简介: 陈 健, 男, 1972 年生, 博士, 副研究员, 火箭军装备研究院, 北京 100094, 电话: 010-66345410, E-mail: chenjsaea@163.com

mm×5 mm×3 mm (长×宽×厚), 试样跨高比为 12, 加载速率为 0.5 mm/min; 层间剪切强度采用短梁法测试, 试样跨高比为 5, 加载速率为 0.5 mm/min; 断裂韧性采用单边切口梁测试, 试样尺寸为 40 mm×3 mm×6 mm (长×宽×厚), 切口深度为 3 mm, 试样跨高比为 4, 加载速率为 0.05 mm/min。

2 SiO₂ 凝胶的无机化与烧结特性

对 SiO₂ 凝胶的高温煅烧产物进行了 XRD 分析, 结果如图 1 所示。由图可见, 当煅烧温度低于 1300 °C 时, 产物的 XRD 谱图均不显示明显的特征衍射峰, 仅在 2θ≈22° 出现非晶态馒头状衍射峰, 该峰归属于无定形 SiO₂, 表明此温度煅烧产物中 SiO₂ 以非晶态形式存在; 1300 °C 煅烧后, 该峰明显变强, 表明产物中 SiO₂ 开始结晶。1400 °C 煅烧产物的 XRD 谱图中观察不到上述馒头峰, 取而代之的是方石英 (cristobalite) 的特征衍射峰, 表明此温度煅烧产物中 SiO₂ 发生了析晶现象。李凯等^[14]的研究表明: 石英玻璃与其它非晶态物质一样, 在热力学上是不稳定的, 其自由能大于任何石英晶态变体。因此, 在条件合适时 (高温、高压下长时处理等), 石英玻璃倾向于析晶。由于石英玻璃的结构与方石英更为相近, 因此在石英玻璃析晶时趋向于生成方石英。

采用径向收缩 (LS1) 和厚度收缩 (LS2) 来表征烧结陶瓷的体积收缩率, 其物理意义分别为坯体的面内收缩和体内收缩, 计算公式为:

$$LS1 = \frac{D - D_0}{D_0} \times 100\% \quad (1)$$

$$LS2 = \frac{t - t_0}{t_0} \times 100\% \quad (2)$$

式中, D₀、D 和 t₀、t 分别为烧结前后陶瓷片的直径和厚度。

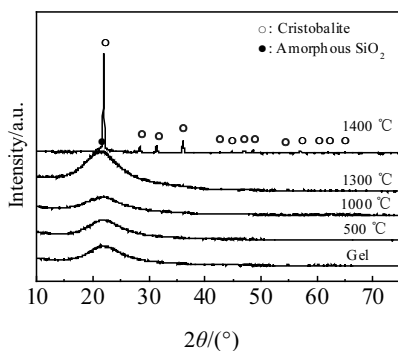


图 1 不同温度煅烧 SiO₂ 凝胶产物的 XRD 图谱

Fig.1 XRD patterns of SiO₂ gel powders calcined at different temperatures

不同温度烧结的 SiO₂ 陶瓷的物性参数如表 1 所示。由表可见, 随着烧结温度的升高, SiO₂ 陶瓷的径向收缩和厚度收缩均逐渐增加、致密度逐渐升高、孔隙率逐渐降低。此外, SiO₂ 陶瓷的径向收缩始终大于厚度收缩, 表明其烧结过程中的面内收缩强于体内收缩。1000 °C 是 SiO₂ 陶瓷烧结程度的分水岭, 当温度低于 1000 °C 时, 其径向收缩和厚度收缩均较小、致密度较低 (<80%), 意味着烧结程度较低; 当温度高于 1000 °C 时, 其径向收缩和厚度收缩均显著增加, 致密度较高 (>90%), 意味着烧结程度较高。

3 AS_f/SiO₂ 复合材料的制备与性能

3.1 AS_f/SiO₂ 复合材料的微观形貌

不同热处理温度制备的 AS_f/SiO₂ 复合材料的截面微观形貌如图 2 所示。由低倍形貌可见, 复合材料中存在较多的闭孔, 其中, 纤维束内部的孔隙尺寸较小, 纤维束之间的孔隙尺寸较大。一般来说, CFRCMCs 中纤维束内部的适量小孔可以降低界面反应概率、弱化界面结合, 且能阻碍和偏转基体裂纹, 有利于复合材料力学性能的提高; 而纤维束之间的大孔容易导致应力集中, 通常是复合材料破坏的起点, 不利于复合材料力学性能的提高。随着热处理温度的升高, 基体致密度逐渐增加, 表现为纤维束之间的孔隙尺寸逐渐减小且数量增多。由高倍形貌可见, 纤维束内部基体填充较为完全, 基体随着热处理温度的升高变得越来越致密。此外, 复合材料中纤维的轮廓清晰可见, 也预示着纤维/基体界面没有发生强扩散反应, 表明在上述制备温度下, AS 纤维和 SiO₂ 基体具有较好的化学相容性。

3.2 AS_f/SiO₂ 复合材料的力学性能

不同热处理温度制备的 AS_f/SiO₂ 复合材料的主要性能如表 2 所示。由表可见, 随着热处理温度的升高, 复合材料的密度逐渐升高、孔隙率逐渐降低, 这主要是由于高温处理导致基体烧结程度提高所致, 这与图 2 的结果是一致的。此外, 随着热处理温度的升高,

表 1 不同温度烧结 SiO₂ 陶瓷的物性

Table 1 Physical properties of SiO₂ ceramics sintered at different temperatures

| Temperature/ °C | Linear shrinkage/% | | Relative density/ % | Porosity/ % |
|--------------------|--------------------|------|------------------------|----------------|
| | LS1 | LS2 | | |
| 800 | 2.7 | 2.5 | 63.9 | 36.1 |
| 900 | 9.5 | 7.9 | 79.8 | 20.2 |
| 1000 | 19.0 | 13.9 | 90.8 | 9.2 |
| 1200 | 19.6 | 16.1 | 92.8 | 7.2 |
| 1400 | 20.2 | 17.2 | 94.5 | 5.5 |

Parameters: heating and cooling rate, 5 °C/min; holding time, 2 h

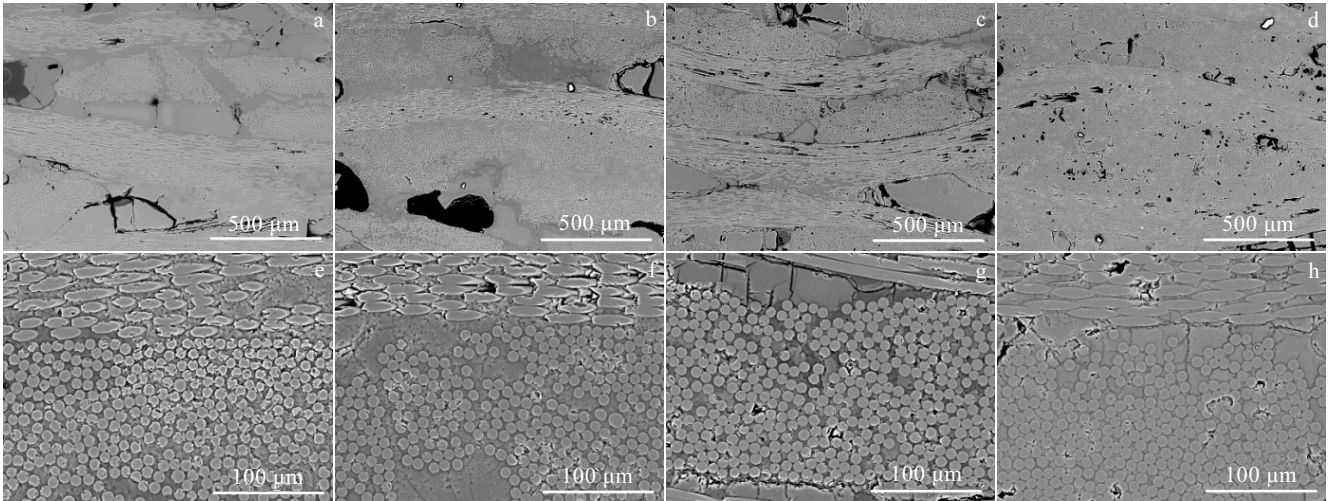


图 2 不同热处理温度制备的 AS₇/SiO₂ 复合材料的截面微观形貌

Fig.2 Cross-section morphologies of AS₇/SiO₂ composites fabricated at different temperatures: (a, e) 800 °C, (b, f) 900 °C, (c, g) 1000 °C, and (d, h) 1100 °C

表 2 不同热处理温度制备的 AS₇/SiO₂ 复合材料的主要性能

Table 2 Properties of AS₇/SiO₂ composites fabricated at different temperatures

| Temperature/°C | Density/g·cm ⁻³ | Porosity/% | Flexural strength/MPa | Elastic modulus/GPa | Shear strength/MPa | Fracture toughness/MPa·m ^{1/2} |
|----------------|----------------------------|------------|-----------------------|---------------------|--------------------|---|
| 800 | 1.90 | 24.6 | 90.1±16.0 | 17.2±2.7 | 9.0±0.8 | 3.4±0.4 |
| 900 | 1.97 | 21.8 | 119.7±7.5 | 25.6±1.6 | 10.8±0.7 | 4.0±0.4 |
| 1000 | 2.11 | 16.3 | 86.3±7.3 | 26.7±1.0 | 8.7±1.8 | 2.1±0.2 |
| 1100 | 2.13 | 15.5 | 45.2±2.1 | 28.2±1.8 | 7.0±0.5 | 1.3±0.2 |

复合材料的弯曲强度、剪切强度和断裂韧性均呈现先升高后降低的趋势，这主要是由于基体致密度逐渐升高、纤维/基体界面结合逐渐增强，导致复合材料的破坏模式发生变化所致。900 °C 制备的复合材料的力学性能最优，其弯曲强度、剪切强度和断裂韧性分别为 119.7±7.5 MPa、10.8±0.7 MPa 和 4.0±0.4 MPa·m^{1/2}。而复合材料的弹性模量则随温度的升高一直升高，这主要是由于基体的弹性模量一直在升高，由体积混合法则可知，复合材料的弹性模量也会一直升高。1100 °C 制备的复合材料的弹性模量最高，为 28.2±1.8 GPa。

不同热处理温度制备的 AS₇/SiO₂ 复合材料的典型弯曲载荷-位移曲线如图 3 所示。由图可见，热处理温度对复合材料的断裂模式影响较大。800、900 和 1000 °C 制备的复合材料均表现为典型的韧性断裂行为，而 1100 °C 制备的复合材料则表现为脆性断裂行为。800 °C 制备的复合材料表现为单一长裂纹破坏，载荷-位移曲线呈现出典型的平台期，复合材料的弯曲强度和弹性模量均较低。这主要是由于基体致密度较低、界面结合过弱，导致载荷无法有效传递至纤维，纤维增强

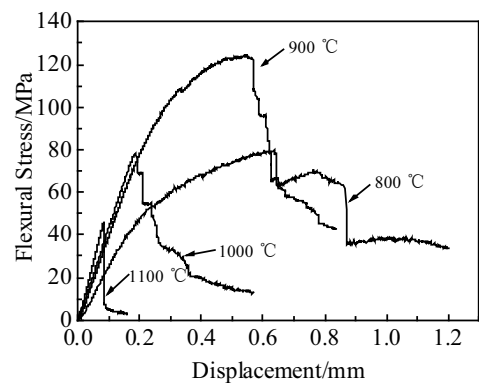


图 3 AS₇/SiO₂ 复合材料的典型弯曲载荷-位移曲线

Fig.3 Typical flexural load-displacement curves of AS₇/SiO₂ composites

效果不理想。当热处理温度高于 900 °C 时，复合材料的弹性模量趋于一致，但弯曲强度逐渐降低，且载荷-位移曲线的积分面积逐渐减小，意味着复合材料断裂过程中消耗的能量逐渐减少。

不同热处理温度制备的 AS₇/SiO₂ 复合材料的断面

形貌如图 4 所示。由低倍形貌可见，随着热处理温度的升高，复合材料断面的纤维拔出现象越来越不明显直至消失。其中，800、900 和 1000 °C 制备的复合材料的断面均存在明显的纤维拔出现象，且拔出纤维表面有大量的基体附着，表明在上述制备温度下，纤维/基体界面结合较弱，基体裂纹能够在界面处发生有效偏转；而 1100 °C 制备的复合材料的断面较为平整，已观察不到纤维拔出和界面脱粘现象，纤维束内部的纤维和基体结合十分紧密，意味着界面结合较强。此外，随着热处理温度从 800 °C 升至 1000 °C，还可以观察到 3 个现象：(1) 纤维束和基体交界处拔出纤维的长度逐渐变短直至无拔出；(2) 纤维束内部拔出纤维的长度逐渐变短且趋于一致；(3) 拔出纤维表面附着的基体越来越少。这主要是由于随着热处理温度的升高，基体致密度逐渐升高、界面结合逐渐增强。此外，从 800 °C 制备的复合材料的断面高倍形貌还可以观察到纤维束与基体交界处存在较大的孔隙，这也进一步证实了该复合材料中基体致密度较低，载荷无法有效传递，纤维增强效果不理想，因而该复合材料的弹性模量最低。

从图 4 的结果可知，800、900 和 1000 °C 制备的复合材料中界面结合均较弱。热处理温度对这 3 类复合材料力学性能的影响规律可以利用 CFRCMCs 的强度理论进行解释。对于弱界面结合的 CFRCMCs，在载荷增加至基体开裂应力的过程中，材料发生弹性变形。当载荷达到基体应力时，基体会产生贯穿性裂纹，纤维开始承载并发生断裂，材料发生非弹性变形。

由于基体开裂应力一般较小，因而基体对复合材

料断裂强度的贡献也较小。复合材料的断裂强度 (σ_u) 主要取决于增强纤维^[15]：

$$\sigma_u = \bar{\sigma}_{fu} V_f \quad (3)$$

式中， $\bar{\sigma}_{fu}$ 为纤维的平均断裂强度，可表示为：

$$\bar{\sigma}_{fu} = \sigma_{fu}^* \left(1 - \frac{1-\beta}{l/l_c}\right) \quad (4)$$

式中， σ_{fu}^* 是纤维的原位断裂强度； l 为纤维长度； l_c 为纤维临界长度（理论上等于纤维的拔出长度）； l/l_c 称为比长度； β 为载荷传递因子，是表征载荷传递效率的参数，其计算公式为：

$$\beta = \sqrt{\frac{2}{l_c r_f \ln(\phi_{max}/V_f)}} \quad (5)$$

式中， ϕ_{max} 为纤维几何排布参数，取值范围为 3.14~3.63。显然，在纤维半径、几何排布参数和体积分数一定的情况下，载荷传递效率越高，纤维临界长度越短。结合公式 (4) 和 (5) 可知，复合材料的断裂强度可以表示为：

$$\sigma_u = \sigma_{fu}^* V_f \left(1 - \frac{1-\beta}{l/l_c}\right) \quad (6)$$

可见，CFRCMCs 的断裂强度与纤维的体积分数 (V_f) 和原位断裂强度 (σ_{fu}^*) 成正比，而与纤维临界长度 (l_c) 成反比。在不发生界面滑移的情况下，CFRCMCs 的纤维临界长度与纤维和基体的弹性模量比成正比：

$$\frac{l_c}{r_f} = (1 + \nu_m) \frac{E_f}{E_m} \quad (7)$$

式中， ν_m 为基体的泊松比。如果弹性模量比太大，则纤维的临界长度太长，载荷无法有效传递，复合材料

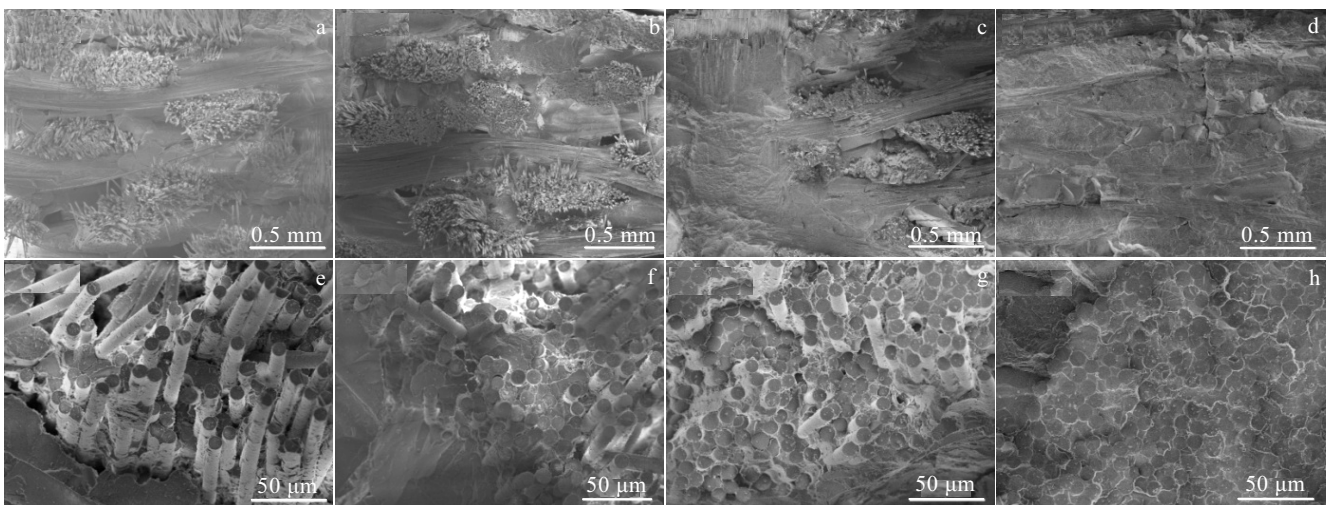


图 4 不同热处理温度制备的 AS_f/SiO₂ 复合材料的断面形貌

Fig.4 Fracture surfaces morphologies of AS_f/SiO₂ composites fabricated at different temperatures:

(a, e) 800 °C, (b, f) 900 °C, (c, g) 1000 °C, and (d, h) 1100 °C

主要发生非积聚型破坏(韧性断裂), 强度低而韧性相对较高, 纤维拔出较长; 如果弹性模量比适中, 纤维临界长度在合理范围内, 复合材料发生混合型破坏, 强度和韧性均较高, 纤维拔出长度适中; 如果弹性模量比太小, 纤维临界长度太短, 复合材料主要发生积聚型破坏(脆性断裂), 强度和韧性均较低, 无纤维拔出现象。

上述研究表明: 在纤维体积分数一定的情况下, AS_f/SiO₂ 复合材料的断裂强度主要取决于纤维原位强度和纤维临界长度。由前面的研究^[16]可知, 当热处理温度低于 1100 °C 时, AS 纤维的强度保留率高于 90%。因而, AS_f/SiO₂ 复合材料的断裂强度主要取决于纤维临界长度, 即与纤维和基体的弹性模量比相关。

采用纳米压痕技术对不同热处理温度制备的 AS_f/SiO₂ 复合材料中纤维和基体的弹性模量进行了测试, 结果如表 3 所示。由表可见, 当热处理温度低于 1000 °C 时, 复合材料中纤维和基体的弹性模量受热处理温度影响较小, 表明纤维的微观结构变化不大且基体的致密度相当。而当热处理温度为 1100 °C 时, 复合材料中纤维和基体的弹性模量显著增加, 相比于 1000 °C 制备的复合材料, 增幅分别为 20% 和 123%。纤维的弹性模量增加主要是由于纤维中莫来石的形成, 而基体的弹性模量增加则主要是由于致密度的升高。需要指出的是, 复合材料中 SiO₂ 基体的弹性模量

低于表 2 中同等条件下的 SiO₂ 陶瓷, 主要原因有两点:

(1) 复合材料中 SiO₂ 基体没有冷压预成型, 初始孔隙率相对较高; (2) 复合材料中纤维骨架对 SiO₂ 基体的扩散传质过程有一定的阻碍作用, 导致其烧结效率相对低于单体陶瓷。

由表 3 还可见, 随着热处理温度逐渐升高, 纤维和基体的弹性模量比逐渐降低。利用公式 (5) 和 (7) 分别对复合材料断裂过程中的载荷传递因子和纤维临界长度进行了计算, 结果如表 3 所示。可见, 随着热处理温度的升高, 载荷传递因子逐渐增加, 表明复合材料中载荷从基体传递至纤维的效率逐渐增加; 纤维临界长度逐渐缩短, 这就很好地解释了图 4 中复合材料断面拔出纤维长度随热处理温度升高逐渐变短的现象。

不同热处理温度制备的 AS_f/SiO₂ 复合材料的典型剪切载荷-位移曲线如图 5 所示。由图可见, 当热处理温度为 800 °C 时, 曲线呈非线性上升趋势, 载荷达到最大后缓慢降低, 层间剪切强度为 8.4 MPa; 当热处理温度为 900 和 1000 °C 时, 曲线呈线性上升趋势, 载荷达到最大后缓慢降低, 层间剪切强度分别为 11.3 和 7.7 MPa; 当热处理温度为 1100 °C 时, 曲线同样呈线性上升趋势, 但当载荷达到最大后发生陡降, 层间剪切强度为 7.0 MPa。由 Wang 等^[17]的研究结果可知, 不同热处理温度制备的 AS_f/SiO₂ 复合材料层间剪切强度的差异, 主要源于复合材料破坏模式的差异: 800 和 900

表 3 不同热处理温度制备的 AS_f/SiO₂ 复合材料中纤维和基体的特性

| Temperature/°C | Elastic modulus | | | Critical fiber length, $l_c/\mu\text{m}$ | Load transfer factor, β |
|----------------|-----------------|------------|-----------|--|-------------------------------|
| | Fiber/GPa | Matrix/GPa | E_f/E_m | | |
| 800 | 115.1±6.7 | 11.9±0.6 | 9.67 | 39.0 | 0.070 |
| 900 | 116.6±4.2 | 23.6±1.4 | 4.94 | 26.6 | 0.084 |
| 1000 | 119.9±8.3 | 28.3±0.5 | 4.24 | 22.8 | 0.091 |
| 1100 | 140.3±0.9 | 56.3±7.3 | - | - | - |

$r_f=5 \mu\text{m}$, $v_m=0.078$, $\phi_{\max}=3.3$, $V_f=40\%$

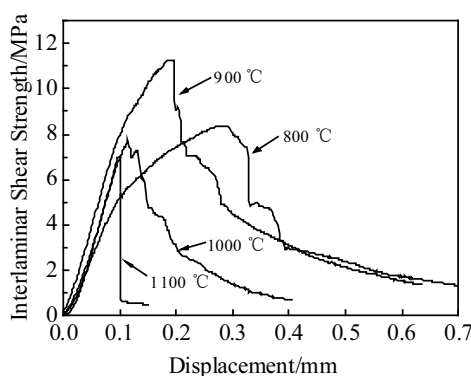


图 5 AS_f/SiO₂ 复合材料的典型剪切载荷-位移曲线

Fig.5 Typical shear load-displacement curves of AS_f/SiO₂ composites

°C 制备的复合材料的破坏模式为剪切破坏, 1100 °C 制备的复合材料的破坏模式为拉伸破坏, 1000 °C 制备的复合材料的破坏模式为混合模式(含剪切和拉伸破坏)。

4 结 论

1) SiO₂ 凝胶为无定形结构, 经 500 °C 煅烧后, SiO₂ 凝胶中 Si-OH 完全无机化, 随着煅烧温度的继续升高, 产物结晶性逐渐增强, 经 1400 °C 煅烧后析出方石英。SiO₂ 基体的烧结温度较低 (~1000 °C), 意味着纤维增强 SiO₂ 复合材料制备过程的热处理温度相对较低, 纤维的热损伤较小。

2) 随着热处理温度的升高, 复合材料的密度逐渐

升高、孔隙率逐渐降低, 弯曲强度、剪切强度和断裂韧性均呈现先升高后降低的趋势。900 °C 制备的复合材料的力学性能最优, 其弯曲强度、剪切强度和断裂韧性分别为 119.7 ± 7.5 MPa、 10.8 ± 0.7 MPa 和 4.0 ± 0.4 MPa·m^{1/2}。

3) 随着热处理温度的升高, AS_p/SiO₂ 复合材料断面拔出纤维长度逐渐缩短直至消失, 主要是由于纤维与基体的弹性模量比逐渐降低, 引起纤维临界长度逐渐缩短和载荷传递因子逐渐增大。

参考文献 References

- [1] Di Salvo D T, Sackett E E, Johnston R E *et al.* *J Eur Ceram Soc*[J], 2015, 35(16): 4513
- [2] Volkmann E, Tushev K, Koch D *et al.* *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*[J], 2015, 68: 19
- [3] Wang Yi(王 义), Liu Haitao(刘海韬), Cheng Haifeng(程海峰) *et al.* *Journal of Inorganic Materials*(无机材料学报)[J], 2014, 29(7): 673
- [4] Qi Gongjin, Zhang Changrui, Hu Haifeng. *J Non-Cryst Solids* [J], 2006, 352(36-37): 3794
- [5] Han Shuang(韩 爽), Jiang Kaihui(蒋凯辉), Tang Junwu(唐军务) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2009, 38(S2): 458
- [6] Li Duan, Zhang Changrui, Li Bin *et al.* *Mater Des*[J], 2012, 34: 401
- [7] Li Binbin, Lin Long, Zhu Jianxun *et al.* *Ceram Int*[J], 2012, 38(5): 4017
- [8] Wang Yi, Cheng Haifeng, Liu Haitao *et al.* *Ceram Int*[J], 2013, 39(8): 9229
- [9] Jia Dechang(贾德昌), Zhou Yu(周 玉), Lei Tingquan(雷廷权). *Aerospace Materials & Technology*(宇航材料工艺)[J], 2001, 31(1): 29
- [10] Wang Hongsheng, Wang Chonghai, Wei Qihong *et al.* *Rare Metal Mat Eng*[J], 2012, 41(S3): 178
- [11] Zhou Shaojian(周绍建), Lian Yunqing(廉云清), Yang Jie(杨杰) *et al.* *Fiber Reinforced Plastics/Composites*(玻璃钢/复合材料)[J], 2014(8): 27
- [12] Song Yangxi(宋阳曦). *Thesis for Master*(硕士论文)[D]. Changsha: National University of Defense Technology, 2010
- [13] Tian Hao, Liu Haitao, Cheng Haifeng. *Powder Technol*[J], 2013, 239: 374
- [14] Li Kai(李 凯), Xia Feng(夏 风), Xiao Jianzhong(肖建中) *et al.* *Bulletin of the Chinese Ceramic Society*(硅酸盐通报)[J], 2010, 29(6): 1451
- [15] Zhang Litong(张立同). *Fiber-reinforced Silicon Carbide Ceramic Composites—Modelling, Characterization & Design* (纤维增韧碳化硅陶瓷复合材料—模拟、表征与设计)[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2009: 45
- [16] Wang Yi, Cheng Haifeng, Liu Haitao *et al.* *Mater Sci Eng A*[J], 2013, 578: 287
- [17] Wang Yi, Liu Haitao, Cheng Haifeng *et al.* *Ceram Int*[J], 2015, 41(1): 1065

Fabrication and Properties of Aluminosilicate Fiber-Reinforced SiO₂ Composites

Chen Jian¹, Wang Yi^{1,2}, Huang He¹, Meng Haidong¹, Wang Xiaoliang¹

(1. Equipment Academy of The Rocket Force, Beijing 100094, China)

(2. Science and Technology on Advanced Ceramic Fibers and Composites Laboratory, National University of Defense Technology, Changsha 410073, China)

Abstract: The mineralization and sintering behaviors of SiO₂ gels were investigated. Results show that after calcining at 500 °C, the decomposition of Si-OH in the amorphous gels finishes. With the sintering temperature increasing, crystallinity of the products strengthens gradually. After calcining at 1400 °C, cristobalite is precipitated from amorphous SiO₂. As sintering temperature increases, the relative density, elastic modulus and hardness of SiO₂ ceramics all increase gradually. Three-dimensional aluminosilicate fiber-reinforced silica matrix composites were fabricated by sol-gel process and the effects of sintering temperature on the density, microstructure and mechanical properties of the composites were investigated. The results indicate that the composites prepared at 900 °C display the highest mechanical properties, whose density is 1.97 g/cm³. The average flexural strength, interlaminar shear strength and fracture toughness of the composites are 119.7 ± 7.5 Mpa, 10.8 ± 0.7 MPa and 4.0 ± 0.4 MPa·m^{1/2}, respectively. Moreover, with the sintering temperature increasing, the pullout fiber shortens gradually and eventually disappears at the composite fracture surface.

Key words: oxide; composites; sol-gel process; microstructure; mechanical properties

Corresponding author: Chen Jian, Ph. D., Associate Researcher, Equipment Academy of The Rocket Force, Beijing 100094, P. R. China, Tel: 0086-10-66345410, E-mail: chenjsaea@163.com