

# 氧化物纤维增强陶瓷基复合材料高温力学性能及微观形貌

慈吉良<sup>1</sup>, 高文博<sup>1</sup>, 刘健<sup>2</sup>, 张剑<sup>1</sup>, 井良霄<sup>3</sup>, 于志刚<sup>3</sup>

(1. 航天特种材料及工艺技术研究所, 北京 100074)

(2. 北京空天技术研究所, 北京 100074)

(3. 山东东珩国纤新材料有限公司, 山东 东营 257000)

**摘要:** 分别以氧化铝纤维和石英纤维作为增强体, 采用溶胶-凝胶成型工艺制备出了氧化铝纤维增强二氧化硅复合材料 ( $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ ) 和石英纤维增强二氧化硅复合材料 ( $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2$ ) 2 种氧化物纤维增强陶瓷基复合材料。分别研究了其在 25~1400 °C 温度条件下的抗拉强度及抗压强度, 并采用电子显微镜 (SEM) 和 X 射线衍射 (XRD) 对复合材料的微观形貌和物相进行了表征。结果表明, 在 25~1000 °C 条件下, 氧化铝纤维增强二氧化硅复合材料的力学性能远高于石英纤维增强二氧化硅复合材料。而当温度升高到 1200 °C 及以上温度时, 复合材料力学性能急剧下降, 基体中的二氧化硅颗粒与氧化铝纤维之间发生强结合。当温度进一步提升到 1300~1400 °C 时生成了莫来石相和  $\alpha$ -方石英相, 界面消失导致的脆性断裂是复合材料高温失效的主要机理。

**关键词:** 氧化铝; 二氧化硅; 氧化物连续纤维; 陶瓷基复合材料; 高温力学性能

中图分类号: TB332

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2024)11-3211-06

随着飞机、载人火箭、导弹等航天飞行器的高速发展, 对材料的力学性能、耐高温性、抗氧化性等特性提出了更高要求, 纤维增强陶瓷基复合材料 (ceramic matrix composites, CMCs) 不仅具有陶瓷材料的抗腐蚀、耐高温等优点, 还具有纤维的高强度、高韧性等优点。相比于高密度的高温合金材料, CMCs 的密度仅为 1.5~3.3 g/cm<sup>3</sup>, 使用温度高达 1000~1650 °C, 可以用于制备发动机的燃烧室衬套、内锥体、尾喷管及涡轮等部件, 因而在航天航空领域获得广泛应用<sup>[1]</sup>。石英纤维、氧化铝纤维、莫来石纤维等氧化物纤维由于其优异的力学性能、抗氧化性能等特点, 被研究者们广泛关注。连续氧化铝纤维是一种具有强度高、模量高、耐化学腐蚀能力强、耐高温等优点的高性能氧化物陶瓷纤维, 其可在 1200~1500 °C 条件下长期使用, 国外已有多种系列商品化的连续氧化铝纤维, 如美国 3M 公司的 Nextel 系列、日本住友公司的 Altex 系列、美国杜邦公司的 FP 系列等。采用连续氧化铝纤维作为增强体制备的连续氧化铝纤维增强氧化物陶瓷基复合材料具有耐高温、抗氧化、抗蠕变、优异的力学性能和隔热性能。该材料能够取代高温氧化性条件下强度与韧性表现不佳的金属以及

非氧化物基陶瓷复合材料, 满足新一代航天飞行器、航空发动机的应用要求, 在航天、航空、核能等领域具有广泛的应用前景<sup>[2-6]</sup>。

然而, 石英纤维、氧化铝纤维等纤维在高温条件下易发生结晶及晶粒长大导致纤维强度降低<sup>[7-8]</sup>, 并且基体与纤维之间易在高温条件下发生烧结而产生强界面结合, 导致其力学性能急剧下降<sup>[9-11]</sup>。因此, 研究氧化物纤维增强陶瓷基复合材料的高温力学性能及其损伤机理具有重要的意义。由于连续氧化铝纤维来源受限, 国内对连续氧化铝纤维增强陶瓷基复合材料的研究尚处于起步阶段, 大多集中在工艺研究和室温力学性能研究, 对其在高温条件下的力学性能和失效机理的研究更是少之又少。

氧化铝纤维增强陶瓷基复合材料制备工艺主要有溶胶-凝胶和预浸料成型工艺<sup>[5,12-14]</sup>。预浸料成型工艺适用于平板和薄壁回转体构件的制备, 而溶胶-凝胶成型工艺可以用于非回转体异型构件和复杂厚壁构件的制备, 应用范围更加广泛。本工作采用氧化铝纤维、石英纤维作为纤维增强体, 采用溶胶-凝胶工艺制备了纤维增强石英陶瓷基复合材料。对复合材料在 25~1400 °C 温度条件下

收稿日期: 2023-11-07

作者简介: 慈吉良, 男, 1988 年生, 博士, 高级工程师, 航天特种材料及工艺技术研究所, 北京 100074, 电话: 010-68774525, E-mail: cijiliang9910@126.com

的力学性能和微观形貌进行了表征，阐述了其随温度变化规律和损伤机理。

### 1 实验

氧化铝连续纤维是由山东东珩国纤新材料有限公司生产的 AF17 型氧化铝连续纤维，其是由 72%  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  和 28% 非晶态  $\text{SiO}_2$  组成。石英纤维购于湖北菲利华石英玻璃股份有限公司。纤维预制体的编织结构为三向正交结构，预制体的组成和纤维体积分数如表 1 所示。硅溶胶是本实验室采用离子交换法制备，详细步骤见文献[15]。

陶瓷基复合材料的制备工艺采用溶胶-凝胶成型工艺流程，其中包括纤维预制体的预处理、溶胶浸渍工艺及热处理工艺<sup>[16]</sup>。采用高温热处理方法对氧化铝纤维预制体和石英纤维预制体进行预处理，将纤维预制体置于马弗炉中烧结，将纤维表面的浸润剂完全去除。将去除浸润剂后的纤维预制体平板经过浸渍、干燥、烧结循环 6~10 个周期后，直至复合材料不再增重，得到氧化物纤维增强二氧化硅陶瓷复合材料平板。将陶瓷复合材料平板加工成样条用于测试表征。具体工艺流程如图 1 所示。

对复合材料的组成和结构进行表征，采用排水法测试复合材料的密度。

将氧化物增强二氧化硅陶瓷基复合材料样条置于万能试验机的加热腔中，夹持固定，以 20  $^\circ\text{C}/\text{min}$  的升温速

率升温至测试温度后保温 30 min，再进行加载测试，分别得到氧化物增强二氧化硅陶瓷基复合材料在 1000~1400  $^\circ\text{C}$  高温条件下的拉伸强度和压缩强度。

采用扫描电子显微镜 (Hitachi FE-SEM 4800) 对高温拉断后的样品断口截面微观形貌进行表征，采用 Bruker D8 Advance 型 X 射线衍射仪对经过高温处理后样条的物相进行表征。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 复合材料的组成

2 种不同的氧化物陶瓷基复合材料分别由氧化铝纤维和石英纤维作为增强体，二氧化硅作为基体，纤维增强体的体积分数分别为 47% 和 46%。2 种复合材料的密度分别为 2.05  $\text{g}/\text{cm}^3$  和 1.63  $\text{g}/\text{cm}^3$ ，如表 1 所示。在具有相近纤维体积分数的情况下， $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  复合材料的密度大于  $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2$  复合材料，这主要是由于氧化铝纤维的密度 (2.9  $\text{g}/\text{cm}^3$ ) 大于石英纤维的密度 (2.2  $\text{g}/\text{cm}^3$ ) 导致的。

#### 2.2 复合材料的力学性能

分别将 2 种不同氧化物陶瓷基复合材料在室温及 1000~1400  $^\circ\text{C}$  下保温 30 min 后在线测量其力学性能，测试结果如图 2 所示，数值详见表 2、3。 $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2$  复合材料试样在 1300  $^\circ\text{C}$  条件下保温 30 min 后，其在载荷作用下沿拉伸应力方向发生形变 (如图 2c 所示)，这主要是石英纤维耐温性较差导致的。因此，本研究未测定  $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2$  复合材料在 1300 和 1400  $^\circ\text{C}$  条件下的力学性能数据。

在室温条件下， $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  复合材料的抗拉伸强度和抗压缩强度是  $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2$  复合材料的 2 倍多，显示出了  $\text{Al}_2\text{O}_3$  纤维优异的力学性能。 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  复合材料在 1000  $^\circ\text{C}$  下抗拉伸强度为 82.15 MPa，高于其在室温下的抗拉伸强度 (65.80 MPa)。而随着温度进一步增加，其抗拉伸强度逐渐下降。其抗压缩强度随温度升高而逐渐降低，在 1200  $^\circ\text{C}$  时达到最低 72.88 MPa，当温度进一步升高，其抗压缩强度增加。其在 1100  $^\circ\text{C}$  下抗拉伸强度为 32.42 MPa，拉伸强度保留率为 49.27%，抗压缩强度为 161.32 MPa，压缩强度保留率为 80.75%。而在 1200  $^\circ\text{C}$  下，其抗拉伸强度保留率下降到 21.05% (13.90 MPa)，压缩强度保留率快速降低到 36.48% (72.88 MPa)。在 25~1100  $^\circ\text{C}$  条件下，由于氧化铝纤维的强度高于石英纤维， $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  复合材料的抗拉伸强度和抗压缩强度优于  $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2$  复合材料；而在 1200  $^\circ\text{C}$  条件下， $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$  复合材料仅与  $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2$  复合材料的力学性能相当，从原材料组成推测，可能是由于  $\text{Al}_2\text{O}_3$  纤维中的无定型二氧化硅在没有界面间隔的情况下，与基体中的二氧化硅高温熔融形成了强结合，影响了纤维的增强增韧作用，进而

表 1 复合材料的组成及密度

Table 1 Composition and density of composites

Sample	Composition	Density/ $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	Fabric volume fraction/%
1#	$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$	2.05	47
2#	$\text{SiO}_2/\text{SiO}_2$	1.63	46

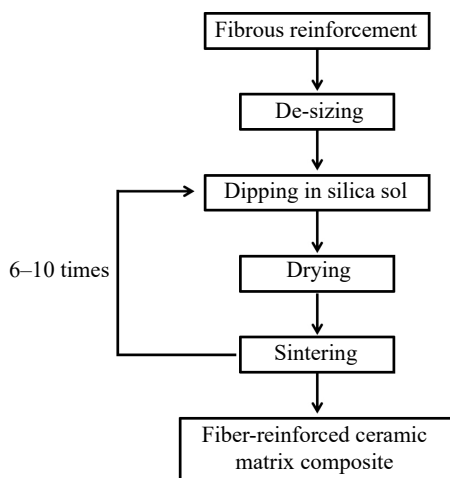


图 1 氧化物纤维增强陶瓷基复合材料成形工艺流程

Fig.1 Fabrication scheme of oxide fiber-reinforced CMCs

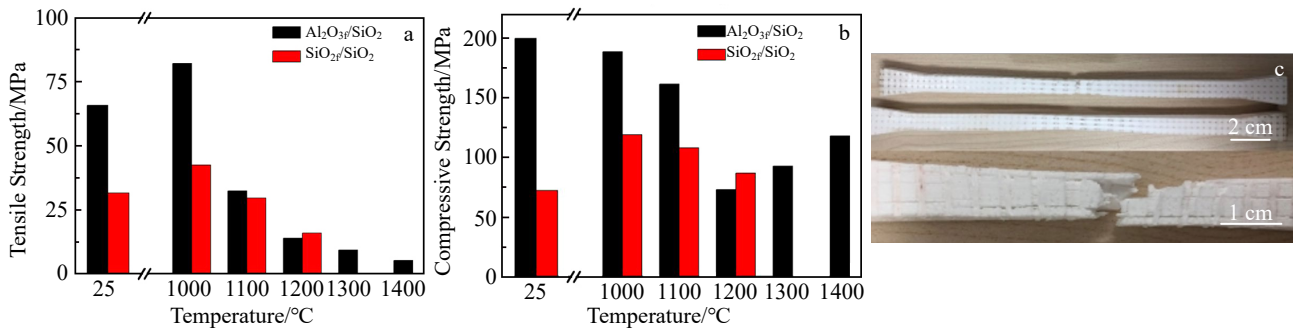


图 2  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$  和  $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料在不同温度下的抗拉伸强度和抗压缩强度;  $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料在 1300 °C 条件下加载后变形的照片  
Fig.2 Tensile strength (a) and compressive strength (b) of  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$  and  $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$  composites at different temperatures; photograph of  $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$  composites after treated at 1300 °C (c)

表 2  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料在不同温度下的力学性能

Table 2 Mechanical properties of  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$  composites at different temperature

Temperature/°C	Tensile strength/MPa	Retention of tensile strength/%	Compressive strength/MPa	Retention of compressive strength/%
25	65.80	100.00	199.78	100.00
1000	82.15	124.85	188.47	94.34
1100	32.42	49.27	161.32	80.75
1200	13.90	21.05	72.88	36.48
1300	9.25	11.26	92.73	46.42
1400	5.22	16.10	118.05	59.09

表 3  $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料在不同温度下的力学性能

Table 3 Mechanical properties of  $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$  composites at different temperatures

Temperature/°C	Tensile strength/MPa	Retention of tensile strength/%	Compressive strength/MPa	Retention of compressive strength/%
25	31.51	100.00	72.31	100.00
1000	42.45	134.73	118.90	164.43
1100	29.53	93.72	107.96	149.31
1200	15.83	50.24	86.86	120.13

导致其力学性能急剧下降。

### 2.3 复合材料的微观形貌及晶相

陶瓷基复合材料在载荷作用下主要依靠增加断裂表面和增加裂纹的扩展路径产生新的表面来吸收能量。纤维增韧机理主要包括因模量差异导致的载荷转移、纤维拔出、纤维脱粘、裂纹偏转、微裂纹增韧等<sup>[17]</sup>。为了研究 2 种复合材料在高温条件下的失效机理, 分析了  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料在不同温度下的显微结构, 如图 3 所示。由图 3a 可以看到, 在室温条件下  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料断面的纤维断裂不整齐, 主要呈现拔出的特征。纤维从基体中拔出, 引发微裂纹, 微裂纹扩展路径被纤维偏转, 增加了裂纹扩展阻力和路径, 使得复合材料在断裂过程中消耗更多的能量, 从而提高复合材料的强度和韧性<sup>[18]</sup>。图 3b~3c 分别是  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料在 1000

和 1100 °C 条件下保温 30 min 后的断面 SEM 图片, 纤维断裂不整齐, 主要呈现拔出的特征, 与复合材料在室温条件下的结果相似。说明, 在  $\leq 1100$  °C 温度条件下, 复合材料微观结构无明显变化, 这也与  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料在此条件下具有较高的力学性能结果相对应。图 3d~3f 分别是  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料在 1200~1400 °C 条件下的断面 SEM 照片, 可以看到复合材料的断面均主要呈现脆性断裂的特征, 且纤维与纤维、基体与纤维有明显的熔融, 与复合材料在室温条件下的形貌有了明显差异<sup>[19]</sup>。同时, 这也验证了在 1200~1400 °C 温度范围内, 纤维与基体之间的强结合导致了  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料的力学性能随温度升高而迅速下降的趋势。

$\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料在不同温度下的 XRD 图谱如图 4 所示。结果表明, 在 1000~1200 °C 下,  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$

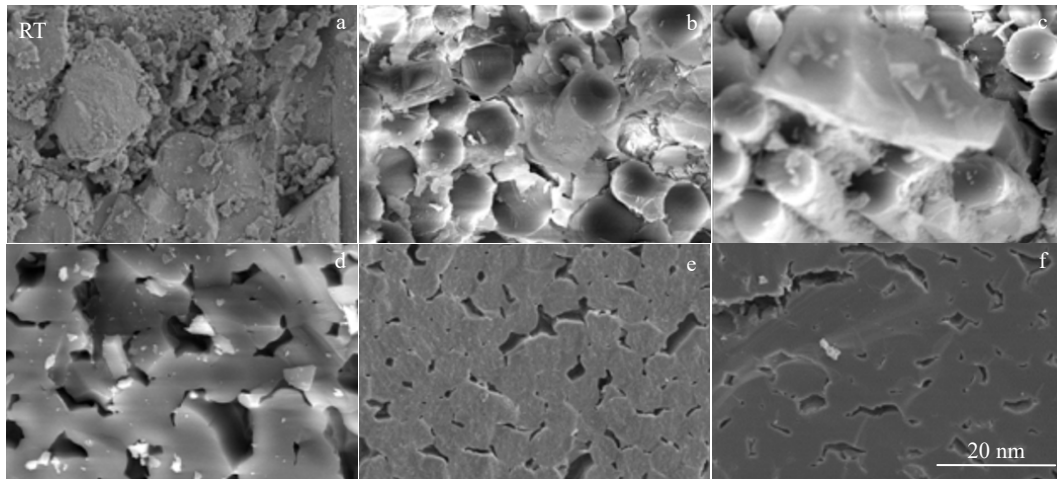


图 3  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料在不同温度保温后的断面 SEM 照片

Fig.3 SEM fracture images of  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$  composites after holding at different temperatures: (a) 25 °C, (b) 1000 °C, (c) 1100 °C, (d) 1200 °C, (e) 1300 °C, and (f) 1400 °C

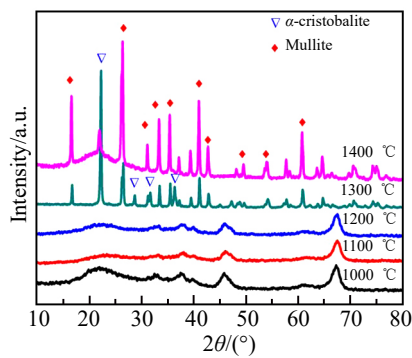


图 4  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料在不同温度保温后的 XRD 图谱

Fig.4 XRD patterns of  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$  composites after holding at different temperatures

复合材料的物相以  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  和非晶态二氧化硅为主；在 1300 °C 温度下，物相出现  $\alpha$ -方石英相和莫来石相，在 1400 °C 温度下， $\alpha$ -方石英的衍射峰强度减弱，莫来石相衍射峰增强。说明在 1200 °C 以下温度下保温 30 min 后， $\text{Al}_2\text{O}_3$  纤维与二氧化硅基体均未发生化学反应；而在 1300 °C 以上温度条件下保温 30 min 后，氧化铝与氧化硅组分反应生成了莫来石相<sup>[20-21]</sup>，部分非晶态二氧化硅在高温熔融冷却后转变为  $\alpha$ -方石英<sup>[22]</sup>。高温条件下二氧化硅基体的熔融和莫来石相的生成共同导致了  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料压缩性能的提升。一方面纤维与基体的强结合，使得纤维失去了增韧作用；另一方面，氧化铝纤维本身在 1200 °C 以上强度急剧下降。因此， $\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料在此温度下的拉伸性能急剧下降。

$\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料抗拉伸强度性能随温度变化的趋势（如图 2 和表 3 所示）与  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料的趋

势相似。其在 1000 °C 下抗拉伸强度为 42.4 MPa，高于其在室温下的抗拉伸强度（31.51 MPa）；随着温度进一步升高，其抗拉伸强度逐渐下降。其在 1100 °C 下抗拉伸强度保留率为 93.72%（29.53 MPa）；但是在 1200 °C 下，其抗拉伸强度急剧下降，强度保留率仅为 50.24%（15.83 MPa）。其抗压缩强度在 1000 °C 下为 118.90 MPa，随温度升高，其抗压缩强度逐渐降低，在 1200 °C 条件下为 86.86 MPa，强度保留率为 120.13%，仍高于其在室温下的抗压缩强度。测试结果表明， $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料在 1100 °C 也保持了较高的强度，但当温度继续升高到 1200 °C 之后其力学性能发生急剧下降，这主要是石英纤维在高温条件下力学性能下降导致的<sup>[23]</sup>。

同样，可以从微观结构的变化引起材料性能的变化做出解释。 $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料在不同温度下的断面 SEM 照片如图 5 所示。由图 5a 可以看到，在室温条件下  $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料断面的纤维断裂不整齐，主要呈现拔出的特征，与  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料的形貌特征相似，说明  $\text{SiO}_2$  纤维起到了很好的增强增韧作用。图 5b~5c 分别是  $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料在 1000 和 1100 °C 条件下保温 30 min 后的断面 SEM 照片，纤维断裂不整齐，主要呈现拔出的特征，与复合材料在室温条件下的结果相似。说明，在  $\leq 1100$  °C 温度条件下，复合材料微观结构无明显变化，这与  $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料在此条件下具有较高的力学性能结果相一致。图 5d~5f 分别是  $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料在 1200~1400 °C 下的断面 SEM 照片，可以看到复合材料的基体与纤维有熔融的趋势，主要呈现脆性断裂的特征。同时这也验证了随温度升高到 1200 °C 及以上温度后， $\text{SiO}_2\text{f}/\text{SiO}_2$  复合材料的力学性能迅速下降的趋势。



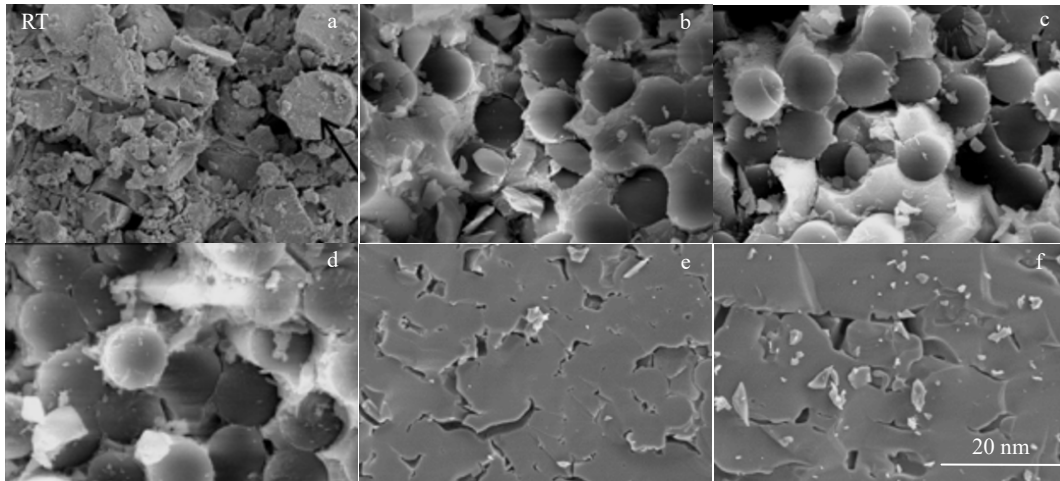


图 5  $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$  复合材料在不同温度保温后的断面 SEM 照片

Fig.5 SEM fracture images of  $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$  composites after holding at different temperatures: (a) 25 °C, (b) 1000 °C, (c) 1100 °C, (d) 1200 °C, (e) 1300 °C, and (f) 1400 °C

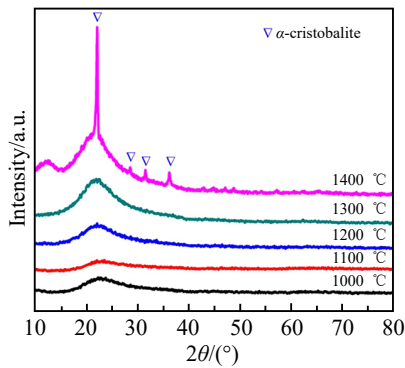


图 6  $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$  复合材料在不同温度下保温后的 XRD 图谱

Fig.6 XRD patterns of  $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$  composites after holding at different temperatures

可以发现  $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$  复合材料在 1200 °C 仍有纤维和基体的明显界面,但是对于  $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/\text{SiO}_2$  复合材料这个纤维和基体的界面已明显消失。这可能是由于  $\text{Al}_2\text{O}_3$  纤维在制备过程中添加了微量的烧结助剂用于降低纤维的烧结温度,导致在高温条件下  $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/\text{SiO}_2$  复合材料中的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  纤维烧结活性更高,更易与  $\text{SiO}_2$  基体发生熔融烧结。因此,可以推测  $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/\text{SiO}_2$  复合材料在 1200 °C 下,尽管没有莫来石相生成,但纤维中的  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  已与基体中的  $\text{SiO}_2$  在界面处逐渐发生了融合,随着温度进一步升高到 1300 °C 即生成莫来石相。界面的消失,使得纤维、基体的结合力增强,导致材料力学性能显著下降。这也是在 1200 °C 下,  $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/\text{SiO}_2$  复合材料强度低于  $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$  复合材料的原因,若制备合适的界面,将能解决这个问题,进一步提升  $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/\text{SiO}_2$  复合材料的使用温度,切实

发挥氧化铝纤维的强度优势。 $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$  复合材料在 1000~1300 °C 下,物相组成主要是非晶态的二氧化硅;而在 1400 °C 处理后,物相中出现了  $\alpha$ -方石英相,如图 6 所示。这是由于非晶态的二氧化硅在 1400 °C 高温条件下发生熔融,待降温冷却后转变为  $\alpha$ -方石英相二氧化硅。

### 3 结 论

1) 分别以氧化铝纤维、石英纤维为增强相,以二氧化硅为基体,通过溶胶-凝胶成型工艺制备了 2 种不同氧化物陶瓷基复合材料。

2) 力学强度方面,在 25~1100 °C 温度范围内,  $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/\text{SiO}_2$  复合材料的抗拉伸强度和抗压缩强度均优于  $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$  复合材料,显示出氧化铝纤维优异的性能。在 1200 °C 以上温度条件下,2 种复合材料的力学强度均发生急剧下降,两者的拉伸强度绝对值相当。

3) 物相方面,在 1200 °C 以上温度,尤其是在 1300~1400 °C 温度条件下,复合材料发生固相烧结,  $\text{Al}_2\text{O}_{3f}/\text{SiO}_2$  复合材料中的  $\text{Al}_2\text{O}_3$  纤维与  $\text{SiO}_2$  基体发生反应生成莫来石相,部分非晶态  $\text{SiO}_2$  转变为  $\alpha$ -方石英相的  $\text{SiO}_2$ ;  $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$  复合材料发生晶型转变,生成  $\alpha$ -方石英相。

#### 参考文献 References

- [1] Cao Xiaoyan, Lin Bin, Wang Yan *et al.* *Applied Surface Science*[J], 2014, 292: 181
- [2] Qiao Jian(乔 健), Liu Heyi(刘和义), Cui Hongliang(崔宏亮) *et al.* *China Ceramics*(中国陶瓷)[J], 2015, 51(8): 1
- [3] Zhu Chengxin, Cao Feng, Xiang Yang *et al.* *Journal of Sol-Gel Science and Technology*[J], 2020, 93(1): 185

- [4] Kozue Matsukawa, Masamitsu Imai, Toyohiko Yano *et al.* *Key Engineering Materials*[C], 2007, 352: 213
- [5] Dong Ruilan(冻瑞岚), Peng Zhihang(彭志航), Xiang Yang(向阳) *et al.* *Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2023, 51(8): 120
- [6] Carelli Eric, Fujita Hiroki, Yang James *et al.* *Journal of the American Ceramic Society*[J], 2010, 85(3): 595
- [7] Han Guifang(韩桂芳), Zhang Litong(张立同), Cheng Laifei(成来飞). *Journal of Inorganic Materials*(无机材料学报)[J], 2007, 22(4): 701
- [8] Qiao Jian(乔健). *Preparation and Properties of Alumina Fibers and Fiber Boards via a Sol-Gel Method* (溶胶-凝胶法制备氧化铝纤维和纤维板及其性能的研究)[D]. Nanjing: Nanjing University of Science and Technology, 2015
- [9] Tressler Richard. *Composites Part A Applied Science & Manufacturing*[J], 1999, 30(4): 429
- [10] Shi Ying(施鹰), Yang Wen(杨文). *Journal of Inorganic Materials*(无机材料学报)[J], 2001, 16(5): 883
- [11] Ci Jiliang(慈吉良), Zhang Lili(张丽丽), Yang Yadan(杨亚聃) *et al.* *Ordnance Material Science and Engineering*(兵器材料科学与工程)[J], 2022, 1: 109
- [12] Ci Jiliang(慈吉良), Wang Qian(王茜), Liu Yichang(刘一畅) *et al.* *Chinese Patent*(中国专利), CN114455962A[P], 2021
- [13] Yang Rui(杨瑞), Jiao Jian(焦健), Lv Xiaoxu(吕晓旭) *et al.* *Chinese Patent*(中国专利), CN110467473A[P], 2019
- [14] Dong Ruilan(冻瑞岚), Peng Zhihang(彭志航), Xiang Yang(向阳) *et al.* *Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2023, 51(10): 27
- [15] Yin Xin(殷馨), Dai Yuanjing(戴媛静). *Chem Propell Polym Mater*(化学推进剂与高分子材料)[J], 2005, 3(6): 27
- [16] Wang Hongsheng(王洪升), Wang Chonghai(王重海), Wei Qihong(韦其红) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2012, 4(S3): 178
- [17] Shi Guopu(史国普). *Ceramics*(陶瓷)[J], 2009, 5(1): 16
- [18] Zhou Kun, Xu Jiayu, Xiao Guijian *et al.* *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2022, 302: 117503
- [19] Ramachandran Karthikeyan, Leelavinodhan Subhashree, Antao Christian *et al.* *Journal of the European Ceramic Society*[J], 2022, 42(4): 1626
- [20] Burgos-Montes Olga, Nieto Isabel, Moreno Rodrigo. *Ceramics International*[J], 2007, 33(3): 327
- [21] Iwahiro T, Nakamura Y, Komatsu R *et al.* *Journal of the European Ceramic Society*[J], 2001, 21(14): 2515
- [22] Chen Hongshan(陈宏善), Ji Shengfu(季生福), Niu Jianzhong(牛建中) *et al.* *Acta Physico-Chimica Sinica*(物理化学学报)[J], 1999, 15(5): 454
- [23] Zheng Yu, Wang Shubin. *Applied Surface Science*[J], 2012, 258(10): 4698

## Mechanical Properties and Microstructure of Oxide Fiber Reinforced Ceramic Matrix Composites at High Temperature

Ci Jiliang<sup>1</sup>, Gao Wenbo<sup>1</sup>, Liu Jian<sup>2</sup>, Zhang Jian<sup>1</sup>, Jing Liangxiao<sup>3</sup>, Yu Zhigang<sup>3</sup>

(1. Aerospace Institute of Advanced Materials & Processing Technology, Beijing 100074, China)

(2. Beijing Institute of Aerospace Technology, Beijing 100074, China)

(3. Shandong Dongheng Sinofibre New Material Co., Ltd, Dongying 257000, China)

**Abstract:** Alumina fiber reinforced silica composite ( $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ ) and quartz fiber reinforced silica composite ( $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2$ ) were prepared by sol-gel process with alumina fiber and quartz fiber as reinforcement, respectively. The tensile strength and compressive strength of the composites at 25–1400 °C were investigated, and the microstructure and phases of the composites were characterized by scanning electron microscopy and X-ray diffraction. The results show that the mechanical properties of alumina fiber reinforced  $\text{SiO}_2$  composites are much better than those of quartz fiber reinforced  $\text{SiO}_2$  composites at 25–1000 °C. However, while the temperature is raised to 1200 °C, the mechanical properties decrease sharply, and strong bonding occurs between silica particles and fibers. As the temperature is further increased to 1300–1400 °C, mullite and  $\alpha$ -quartzite phases are formed. The mechanical properties of composites are sharply decreased due to brittle fracture under the action of stress. The brittle fracture caused by the disappearance of interfaces is the main mechanism of high temperature failure of composites.

**Key words:** alumina; silica; oxide continuous fiber; ceramic matrix composite; high temperature mechanical properties

Corresponding author: Ci Jiliang, Ph. D., Senior Engineer, Aerospace Institute of Advanced Materials & Processing Technology, Beijing 100074, P. R. China, Tel: 0086-10-68774525, E-mail: cijiliang9910@126.com