

研究论文

SiO_{2f}/SiO₂ 陶瓷基复合材料高温水氧腐蚀及原位微观性能

张丽娟¹, 郝健超¹, 程源¹, 杨硕², 刘鹏辉², 张幸红^{1*}

摘要 SiO_{2f}/SiO₂ 陶瓷基复合材料具备优异的高温力学性能及热稳定性,在航空航天热防护领域具有重要应用前景。然而,其在高温水氧耦合环境下易发生基体腐蚀与力学性能退化,且现有研究难以真实反映服役条件下热-力-环境耦合作用对材料失效行为的影响。基于此,提出了一种基于高频感应加热的可控水汽气氛力学性能在线测试技术和原位微观观察技术,通过模拟 SiO_{2f}/SiO₂ 复合材料的一种复杂近服役状态的水氧腐蚀环境,对 SiO_{2f}/SiO₂ 陶瓷基复合材料进行了水氧腐蚀试验,使用扫描电子显微镜和显微计算机断层扫描仪(computed tomography, CT)对复合材料的断口进行表征分析。结果表明,在高温水蒸气环境下,复合材料的 SiO₂ 基体受到腐蚀并与表面基团发生反应,水蒸气通过复合材料内部空隙进行扩散,沿纤维分布产生狭长裂纹;石英纤维基体也受到腐蚀,在 20 h 的水氧腐蚀作用下,力学性能保留率仅为 23%。在高温 600℃、1000℃ 条件下进行断口形貌及失效模式分析,发现随温度升高,纤维和基体明显脆化,陶瓷基体发生坍塌,内部空隙增多,材料由纤维拔出和界面脱黏主导的耗能断裂逐渐转变为基体脆断和纤维脆断主导的脆性失效。这为 SiO_{2f}/SiO₂ 陶瓷基复合材料的长期贮存、结构性能优化及失效机理研究提供支撑。

关键词 陶瓷基复合材料;力学性能;水氧腐蚀;原位微观观察

陶瓷基复合材料(ceramic matrix composites, CMCs)具有低密度、高比模量、高比强度的特点以及优异的高温力学性能和高温热稳定性^[1-3]。SiC/SiC 陶瓷基复合材料、Al₂O₃/Al₂O₃ 陶瓷基复合材料、SiO_{2f}/SiO₂ 陶瓷基复合材料等已广泛应用于航空航天领域。其中, SiC/SiC 复合材料主要用于航空发动机燃烧室衬套、涡轮导向叶片及喷管等高温承力构件; Al₂O₃/Al₂O₃ 复合材料多应用于中高温隔热结构^[4-7];而 SiO_{2f}/SiO₂ 复合材料因其低介电常数、优异透波性能及良好的抗热

震性能,广泛应用于飞行器天线罩、导弹整流罩及高超声速飞行器的透波结构部件,同时也可作为热防护系统中的功能隔热层或发动机高温传感器窗口等关键部位材料^[8-10]。但在高温水氧环境(如航空发动机的燃气冲刷环境、飞行器进入大气层时的气动加热环境)中,水蒸气与氧气的耦合作用会显著加速陶瓷基复合材料的腐蚀,同时在水蒸气环境下, SiO₂ 基体及其表面基团会进一步与水蒸气结合,生成气态 Si(OH)₄ 后脱水分解,持续破坏基体结构的完整性,从而加速基体裂纹扩展,造成力学性能退化。此外, SiO_{2f}/SiO₂ 陶瓷基复合材料在航空航天中的关键应用是在天线罩部位,水氧环境同样影响材料功能性^[11-12]。目前。

1. 哈尔滨工业大学复合材料与结构研究所, 哈尔滨 150001

2. 航天特种材料及工艺技术研究所, 北京 100074

收稿日期: 2025-12-11; 修回日期: 2026-03-26

基金项目: 国家自然科学基金面上项目(52472091); 国家自然科学基金专项项目(52541021)

作者简介: 张丽娟, 博士研究生, 研究方向为热防护材料研发, 电子信箱: zhanglijuan0913@126.com; 郝健超(共同第一作者), 博士研究生, 研究方向为超高温陶瓷复合材料, 电子信箱: haojc1122@163.com; 张幸红(通信作者), 教授, 研究方向为超高温陶瓷基复合材料研发, 电子信箱: zhangxh@hit.edu.cn

引用格式: 张丽娟, 郝健超, 程源, 等. SiO_{2f}/SiO₂ 陶瓷基复合材料高温水氧腐蚀及原位微观性能[J]. 科技导报, 2026, 44(13): 141-150;

doi:10.3981/j.issn.1000-7857.2025.12.00057

高温水氧环境下 CMCs 力学性能研究多采用静态水氧腐蚀试验与离线力学性能测试相结合的方法^[13-15], 该方法无法真实反映材料加载状态与水氧环境的耦合损伤效应; 同时, 传统辐射加热方法的升温速率较低, 难以模拟材料实际服役中的瞬态热冲击^[16-18]。SiO_{2f}/SiO₂ 复合材料具有优异的力学性能, 但高温-水蒸气环境等极端环境下对 SiO₂ 的腐蚀效应及力学性能影响亟待研究。

SiO_{2f}/SiO₂ 陶瓷基复合材料在服役过程中面临复杂的大气环境和严苛的气动热^[19], 其在高温加载环境下的微观结构特征及失效机理尚未有公开报道。原位观察技术在复合材料失效分析中的应用逐渐深入, 近年来原位表征技术在 CMCs 中的应用聚焦于裂纹动态追踪与界面行为分析, 如北京航空航天大学主导研究了 CMCs(SiC_f/SiC)的高温原位透射电子显微镜(transmission electron microscopy, TEM)多模态表征体系, 实现了界面脱黏与三维裂纹扩展的同步观测, 为航空发动机热端部件失效机理提供关键理论支撑^[20]。中国科学技术大学理化科学实验中心成功建立了纳米力学测试系统, 集成了超高分辨场发射扫描电镜(scanning electron microscope, SEM5000X)平台, 实现了微/纳米尺度下拉伸、压缩、断裂、疲劳与蠕变的动态实时观测, 可精准捕捉陶瓷、金属合金及复合材料的裂纹萌生与扩展路径。张忠科等^[21]利用带动态拉伸台的 SEM 对焊接接头的不同位置进行原位观察, 并结合断口形貌分析了接头的断裂机理。Chen 等^[22]在 SEM 下观察了 TiAl 合金的裂纹萌生、扩展至断裂的过程并对材料的断裂失效机理进行了分析。Chateau 等^[23]通过 X 射线断层扫描法原位观测了 SiC_f/SiC 复合材料的裂纹扩展情况。相对于金属材料, 纤维增强复合材料因其结构的复杂性, 在失效分析方向的研究尚未成熟, Shibayama 等^[24]通过透射电镜观察了 SiC_f/SiC 复合材料的剪切破坏行为。刘易卓^[25]在 SEM 下观察了碳纤维增强复合材料局部位置在不同载荷下的微观状态变化过程。因此, 采用原位观察方法对 SiO_{2f}/SiO₂ 陶瓷基复合材料开展高温加载状态下的结构特征研究, 揭示其在极端环境下的损伤演化规律、建立服役性能评价方法, 对推动 SiO_{2f}/SiO₂ 陶瓷基复合材料在航空航天中的工程应用具有重要意义。

针对以上问题, 本文提出了一种基于高频感应加

热的高温可控水汽气氛力学性能在线测试技术及材料可控气氛水氧腐蚀性能研究。通过设计多物理场耦合加载腔体结构, 集成高频感应加热系统及力学加载系统, 开展 SiO_{2f}/SiO₂ 陶瓷基复合材料在 1000℃ 水氧环境下的力学行为研究。基于 SEM 的原位观察技术, 对 SiO_{2f}/SiO₂ 复合材料在不同温度下的拉伸破坏行为进行了动态观察, 结合断口形貌, 研究了温度对断裂行为的影响规律及温度效应下材料断裂与失效机理。

1 实验设计

1.1 复合材料平板制备

通过自研硅溶胶和石英编织预制体制备 SiO_{2f}/SiO₂ 陶瓷基复合材料, 其中自研硅溶胶密度为 1.12~1.16 g/cm³, 石英编织预制体来自南京新立织造有限公司。所用石英纤维直径为(10.0±0.5)μm, 编织密度为 5×5 根/cm, 纤维体积分数为 45%±3%。

将处理好的石英针刺预制体与硅溶胶进行循环真空浸渍和压力浸渍, 待其固化后在高温烘箱中进行烧结固化, 之后进行表面致密化处理, 多次循环工艺过程制备的 SiO_{2f}/SiO₂ 陶瓷基复合材料的密度及拉伸数据如表 1 所示。

表 1 SiO_{2f}/SiO₂ 陶瓷基复合材料的室温力学性能

序号	密度/ (g·cm ⁻³)	拉伸强度/ MPa	拉伸模量/ GPa	断裂应变/ %
1	1.60	32.8	17.5	0.18
2	1.62	33.5	18.2	0.22
3	1.61	33.0	17.8	0.19
4	1.63	33.4	18.1	0.21
5	1.59	32.9	17.6	0.18
平均值	1.61	33.1	17.8	0.20
标准偏差	0.016	0.311	0.305	0.018
离散系数/%	0.98	0.94	1.71	9.29

1.2 参数控制

1.2.1 水氧环境参数

为模拟不同的环境试验参数, 尤其是航空发动机应用背景下可能存在的水汽/氧气状态的比例影响, 依据航空发动机燃气冲刷、飞行器气动加热等真实服役环境中水汽含量范围(0%~100%), 结合现有文献^[13,15]

中高温水氧腐蚀试验的典型参数区间,设计了 30% 水蒸气-70% 空气、60% 水蒸气-40% 空气和 100% 水蒸气 3 种环境参数,以及 1.65 cm/s 和 0.99 cm/s 2 种气体流速。2 种气体流速基于试验设备可控气流强度范围,模拟不同飞行工况下气流冲刷强度对材料腐蚀的影响,通过预试验验证该流速区间可稳定控制气氛组成。采用 PR203A(PANRAN, CHINA)湿度巡检仪对设备的水蒸气控制精度进行测试,测试方法为在室温下向环境腔内持续通入水蒸气与空气的混合气体,使用湿度巡检仪测试环境腔内部的相对湿度,并随时间记录,如图 1 所示。

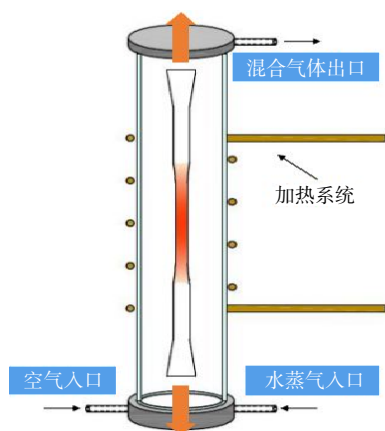


图 1 可控水汽气氛装置和试样安装示意

1.2.2 原位拉伸参数

开展不同温度载荷状态下微观形貌观察,调控载荷施加速率和形变速率,温度可控范围设定室温、600℃、1000℃;拉伸速率为 5 N/s;最大施加载荷为 5000 N,断口观察放大倍数为 15~1000 倍。

1.3 测试样件制备及设备

1.3.1 水氧试验

将复合材料平板加工为如图 2 所示试样,用于力-热-水-氧耦合试验。首先在环境腔内通入固定比例的水蒸气和空气的混合气体,气体达到稳定状态后将试样升温至 1000℃,升温速度为 200℃/min。在该环



图 2 水氧腐蚀试验的拉伸试样型式

境下处理一定时间后,将试样拉伸至断裂。采用测试系统集成的 KAPPA 100DS 型万能力学试验机(Zwick/Roell, German)进行拉伸试验,加载速度 1 mm/s。试验结束后,采用 Sigma 300 型场发射扫描电镜(ZEISS, German)和 Phoenix NANOTOM 型显微 CT 系统(GE, America)观察试样断口表面形貌和内部结构。

1.3.2 原位拉伸试验

由于 SEM 观察视野范围较小,为快速实现裂纹定位与追踪,采用人工预置缺陷的方式使裂纹萌生于可预测区域,且考虑试样中有效结构单元的数量,人工预制缺陷模拟真实服役过程中材料表面可能产生的机械划痕、微小裂纹等典型损伤(尺寸与真实服役初期损伤量级一致);该设计通过应力集中效应使裂纹萌生于可预测区域,未改变材料本征断裂模式(如纤维拔出、界面脱黏等核心特征与无缺陷试样一致),仅提升裂纹追踪效率,未对材料本征断裂行为产生显著影响。按照图 3 进行试样尺寸和预制缺陷的加工。采用 Sigma 300 型场发射扫描电镜(ZEISS, German)和拉伸热台匹配开展原位微观观察。

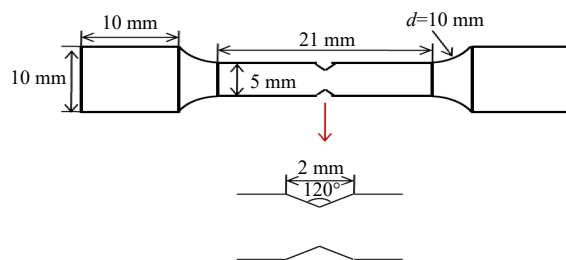


图 3 原位拉伸样条的形状及尺寸示意

1.3.3 透射电镜试验

实验所用二氧化硅基体颗粒为自制样品。采用日本电子 JEM-2100PlusTEM 进行微观形貌观察,观察不同温度处理后样品中颗粒的变化情况。

2 结果与分析

2.1 水氧环境参数控制

对室温状态的水氧环境参数进行监测,测试结果如图 4 所示。初始环境下,气体的相对湿度为 40%~42%,通入混合气体后,反应腔中的相对湿度逐渐上升,在通入气体后 20~30 min 趋于平衡。气体流速为 0.99 cm/s 时,3 种气氛环境的最终相对湿度分别为 87%、98% 和 100%;气体流速为 1.65 cm/s,3 种气氛

环境的最终相对湿度分别为 91%、98% 和 100%，说明该水氧控制装置能实现混合气体成分的稳定控制；

但 30% 水蒸气-70% 空气环境参数达到平衡所需时间很长。

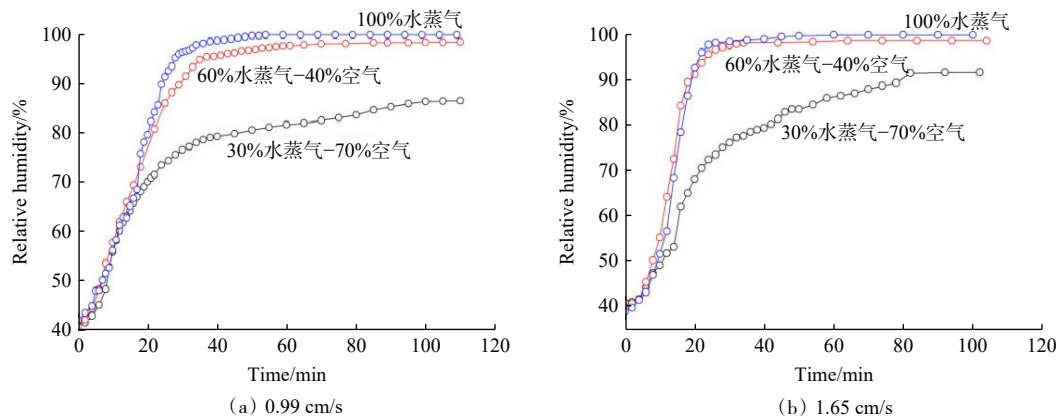


图 4 相对湿度随水气气氛环境的变化

2.2 力学性能分析

复合材料试样经高温水蒸气环境处理后进行拉伸性能测试,其应力—应变曲线如图 5 所示,试样经历了一个标准的线性变形段,达到最大载荷后发生断裂,说明试样破坏形式均为典型的脆性断裂。试样在经过不同气氛环境和处理时间后的拉伸强度如表 2

所示。对比材料的室温原始性能,拉伸强度保留率分别为 70%、73%、65%、28% 和 23%。测试结果显示,在相同的处理环境下(以 100% 水蒸气环境为例),经过短时间(10 min)高温水蒸气环境处理,试样的力学性能损失较小;试样的拉伸强度随处理时间的延长呈下降趋势,在处理时间至 300 min 时,力学强度保留率为 28%,持续处理 1200 min 后,力学性能仍持续退化,强度保留率仅有 23%。当处理时间相同时,不同气氛环境下试样的拉伸性能变化较小,基本保持在同一水平。力学性能显著下降的原因主要是在高温水蒸气环境下, SiO₂ 基体及其表面基团会进一步与水蒸气结合,生成气态 Si(OH)₄ 后脱水分解,持续破坏基体结构的完整性,从而造成基体裂纹扩展加速,力学性能退化。

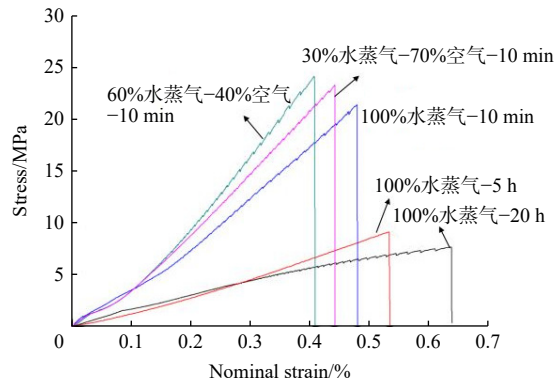


图 5 SiO_{2f}/SiO₂ 复合材料在不同环境处理后的应力-应变曲线

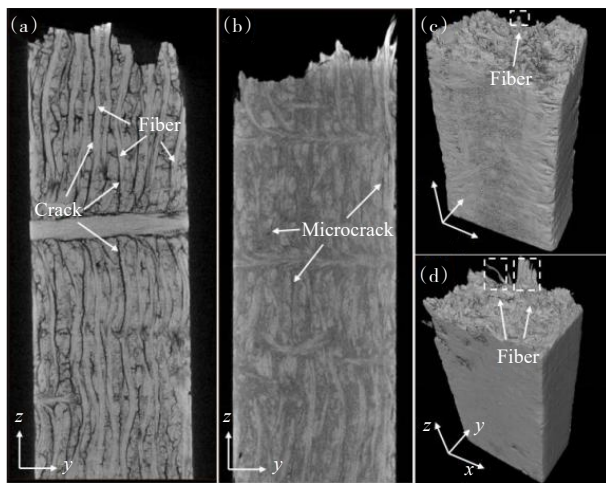
表 2 针刺结构 SiO_{2f}/SiO₂ 复合材料的室温原始性能

气氛环境	处理时间/min	拉伸强度/MPa	强度保留率/%
空气环境	0	33.10	—
30%水蒸气-70%空气	10	23.30	70
60%水蒸气-40%空气	10	24.20	73
100%水蒸气	10	21.40	65
100%水蒸气	300	9.19	28
100%水蒸气	1200	7.71	23

2.3 断面形貌分析

图 6 所示为 SiO_{2f}/SiO₂ 复合材料断口的显微 CT 图像。如图 6(a)所示, 100% 水蒸气-20 h 试样的断口中存在大量狭长的裂纹,说明环境处理过程中, SiO₂ 基体出现明显的破坏作用,同时裂纹主要沿纤维预制体分布。如图 6(b)所示, 100% 水蒸气-10 min 试样内部的 SiO₂ 基体保持良好,在纤维预制体附近分布有一些细微的孔隙和裂纹。对比两试样断口的 3D 渲染图,可以发现 100% 水蒸气-20 h 试样的断口表面比较平整,仅有少量短纤维。100% 水蒸气-10 min 试样的断口表面形貌复杂,存在大量的石英纤维束。图 7、图 8 所示为试样断口的 SEM 图像(图 7), 100% 水蒸

气-20 h 试样的断口表面可以观察到狭长的裂纹,与 CT 图像的内部结构一致。纤维束断裂面平整,与基体平齐,呈现脆性断裂的特点,说明在拉伸破坏过程中,纤维与基体几乎同时破坏,未起到增韧作用。如图 8 所示,100% 水蒸气-10 min 试样的表面有较多的长纤维束,同时纤维束的表面有黏连的 SiO_2 基体,说明在试样断裂过程中经历了纤维破坏与纤维拔出,石英纤维的强度和韧性保持良好。



(a)、(c)100% 水蒸气-20 h 试样断口的 Y-Z 截面图和 3D 渲染图;
(b)、(d)100% 水蒸气-10 min 试样断口的 Y-Z 截面图和 3D 渲染图
图 6 试样断口的显微 CT 图像

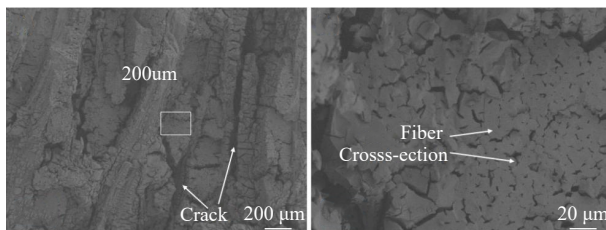


图 7 100% 水蒸气-20 h 试样断口的 SEM 图像

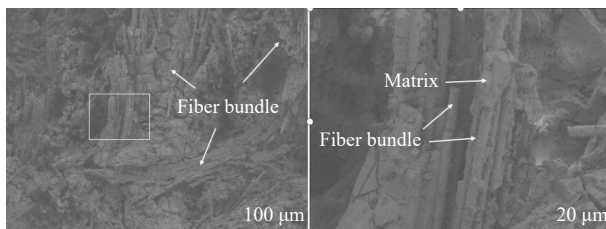


图 8 100% 水蒸气-10 min 试样断口的 SEM 图像

通过观察断口的内部结构和表面形貌,可以判断在 $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2$ 复合材料中实际存在高温水蒸气对 SiO_2 基体的腐蚀过程。受工艺影响, $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2$ 复合材料

中存在微小的初始孔隙和初始裂纹,高温水蒸气会通过这些孔隙和裂纹进入材料内部并扩散。相较于基体,纤维预制体与基体的结合位置缺陷数量多,高温水蒸气扩散速度快,导致基体消耗主要沿纤维预制体分布。石英纤维暴露在高温水蒸气中也具有一定的腐蚀效应,纤维韧性和承载能力下降。以上原因共同导致材料的力学性能下降。

2.4 有限元模拟分析

对 $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2$ 复合材料进行细观几何建模,完整的纤维编织结构包含复杂的纤维间交织与接触,直接进行高保真度建模会导致单元数量极大,计算成本过高。因此,在保证主要力学特征的前提下,对经纱采用“倾斜直线+圆弧”的波浪状简化,对纬纱采用直线简化,可显著降低网格规模,同时保留纤维走向与整体编织架构的关键信息。在拉伸载荷下,复合材料宏观刚度与强度主要受纤维轴向承载能力、纤维体积分数及基体传递荷载机制的影响。经纱作为主要承载组分,其轴向连续性与波浪形态已被保留;纬纱主要起横向约束作用,直线简化在宏观应变范围内对其约束功能的模拟影响有限。为了简化计算模型,提高计算效率,截取试样的中心部分进行建模。为了便于建模,对石英纤维编织结构进行简化:经纱由倾斜直线与圆弧构成,轴线呈规则波浪状,横截面为圆形,纱线轴线具有统一的截面形状且纤维排列均匀;纬纱截面形状为圆形,轴线为直线。最终模型见图 9,石英纤维编织体和 SiO_2 基体以 Voxel 格式进行网格划分,纤维与基体的网格被整合为同一几何实体,二者在拓扑结构上形成连续整体,纤维与基体的网格单元在界面处实现节点共享与几何耦合,不存在独立界面间隙。

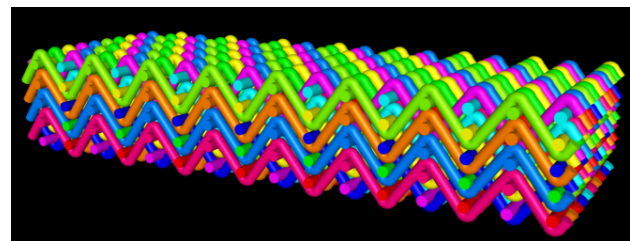


图 9 石英纤维编织结构几何模型

SiO_2 基体为脆性材料,采用线弹性本构描述材料的变形,采用脆性损伤模型描述材料的失效行为,该模型基于最大主应力准则定义损伤的起始阈值。材料的参数如表 3 所示。参数体系主要包括如下力学

参数。石英纤维力学参数:通过单向纤维复合材料拉伸实验并结合混合定律反推及单丝拉伸测试获得。 SiO_2 基体力学参数:通过RTM单独成型与复合材料制备工艺相同的基体材料,制备纯基体试样,进行拉伸、压缩实验获得。边界条件设置如图10所示,模型底部限制Z向位移,模型顶部施加均布应力,应力幅值设置为65 MPa。采用ABAQUS动力显示分析方法进行计算,从仿真结果(图11)可知,在受力过程中,编织的纤维基体起到主要受力作用。

表 3 石英纤维和 SiO_2 基体的材料参数

分类	拉伸模量/GPa	泊松比	拉伸强度/MPa
石英纤维	70	0.17	1000
SiO_2 基体	40	0.17	30

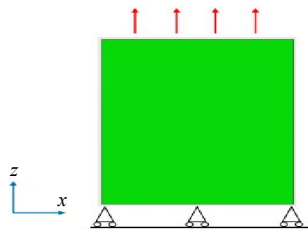


图 10 仿真边界条件设计

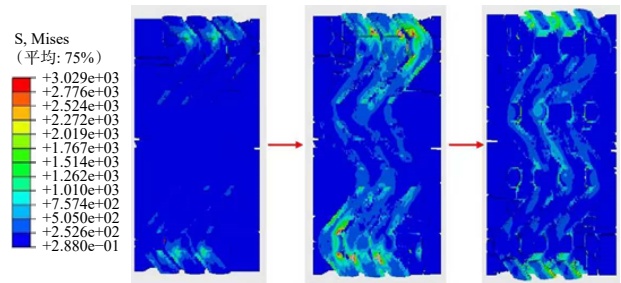
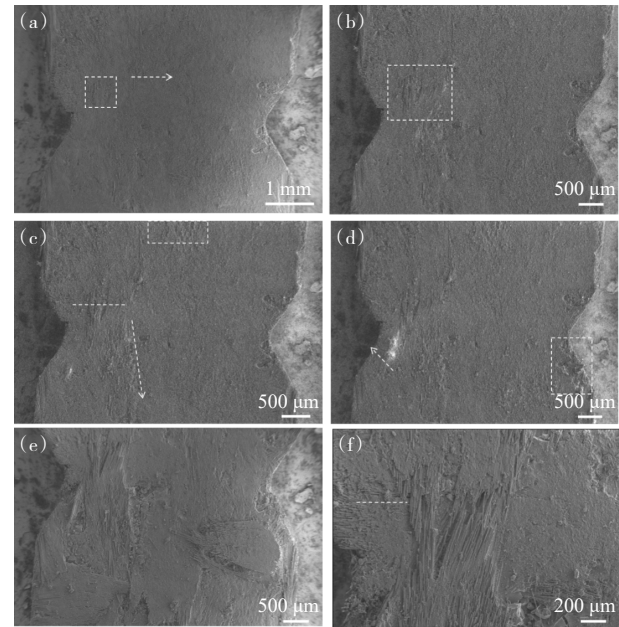


图 11 $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2$ 复合材料模型应力分布及损伤过程

2.5 室温断裂行为的原位观察与分析

图12为采用全过程录屏中截取的部分断裂照片。根据图12(a),未施加载荷时,样条表面本身存在机械加工导致极少量断裂的纤维;当施加一定载荷后,该位置表面明显可见纤维断裂数量增多(图12(b));增加至更大载荷后(图12(c)),表面发生多处微裂纹,图像顶端发现新的纤维断裂,原纤维断裂处厚度方向隐约可见基体裂纹。由于纤维与基体间结合力较弱,裂纹沿界面向下发生偏转,基体发生开裂。继续增加载荷,样条右侧缺陷下方出现少量基体脱落,这是由

于基体与纤维之间界面强度低,且基体韧性比纤维韧性差,断裂应变小。载荷继续增大,直至样条完全断裂(图12(e)、(f)),样条断口参差不齐,发生了大量的纤维断裂及拔出,90°纤维层与0°纤维层发生分离,呈现伪塑性断裂特征。对局部进行观察,可发现大量承受拉伸载荷的0°纤维发生断裂,0°纤维层下方与90°纤维层之间发生界面脱黏。

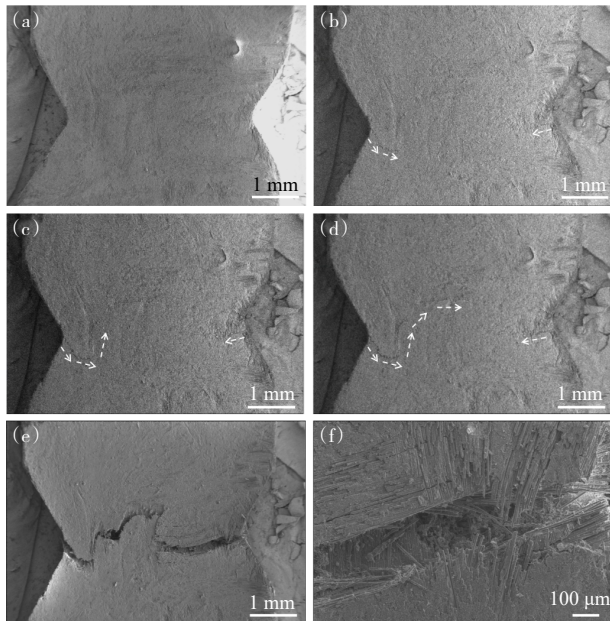


(a) 初始形态; (b)~(d) 载荷逐渐增加时过程形态; (e) 断裂形态; (f) 断裂位置局部形态

图 12 $\text{SiO}_2/\text{SiO}_2$ 复合材料室温原位拉伸断裂过程照片

2.6 温度效应对断裂行为影响分析

将原位拉伸热台设置为600℃,并保温10 min,以与室温条件下同样的拉伸速率施加载荷,观察样条的断裂过程,如图13所示。由于预置缺陷处发生应力集中,裂纹最先从左右两侧缺陷顶端处萌生(图13(b)),多条局部微裂纹共同扩展。随着载荷增加,样条表面的基体裂纹逐步延伸、扩展,并发生偏转,一是由于样条细观结构各处受力不均,二是由于界面强度强弱不一,所以裂纹扩展至界面弱的位置发生偏转。载荷继续增大,裂纹继续扩展,同时裂纹张开位移增大,这可能是内部纤维发生了断裂,消耗了大量断裂能,增加了材料的断裂韧性,最终两端裂纹扩展至贯通,造成材料的断裂。从图13(e)中可以看出,样条的宏观断口虽仍不大规则,纤维束层间可见不明显分层现象,但与室温拉伸后的样条断口相比,600℃拉伸断口较



(a) 初始形貌; (b)~(d) 载荷逐渐增加时过程形貌; (e) 断裂形貌;
(f) 断裂位置局部形貌

图 13 $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$ 复合材料 600℃ 原位拉伸断裂过程照片

为平齐, 纤维拔出较少, 呈现相对脆性特征。图 13(f) 表明, 最终的断裂形式仍是大量 0° 纤维发生断裂, 90° 纤维层之间发生界面脱黏。

对断裂后样条局部进行观察(图 14), 可见纤维束从基体中脱落, 产生纤维脱黏现象, 纤维表面黏附大量的基体碎渣, 纤维的脱落导致材料整体强度的下降, 基体也随之发生了开裂, 产生横向裂纹。这表明, 样条在 600℃ 环境中, 与室温环境相比, 脆性特征增加, 但也存在少量纤维脱黏、纤维拔出等现象, 增加了材料的整体韧性。

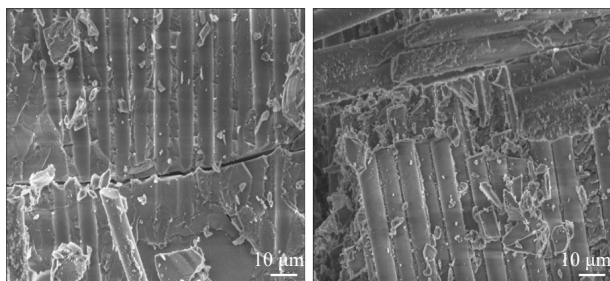
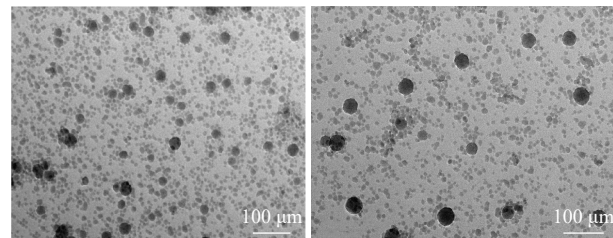


图 14 $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$ 复合材料 600℃ 断裂局部微观照片

对断裂后的界面上的 SiO_2 基体进行透射电镜制样观察, 图 15 展示了二氧化硅颗粒在室温状态和经过 600℃ 处理后的粒径微观结构。在室温状态的照片中, 二氧化硅纳米颗粒分布相对分散, 颗粒之间的

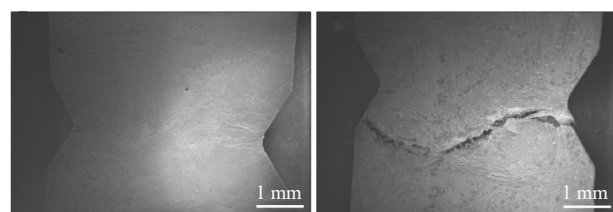
界限较为清晰, 团聚现象不明显, 粒径相对较为均匀一致。这表明在室温条件下, 纳米颗粒具有较好的分散性, 颗粒能够保持相对独立的个体状态, 彼此之间的相互作用较弱。而经过 600℃ 处理后的图像中可以看出, 部分颗粒由于高温烧结的作用尺寸有所增大。在高温环境下, 颗粒间团聚现象相较于室温状态更为明显。综上所述, 600℃ 高温处理对二氧化硅纳米颗粒的微观结构产生了显著影响, 导致粒径增大和团聚现象加剧。



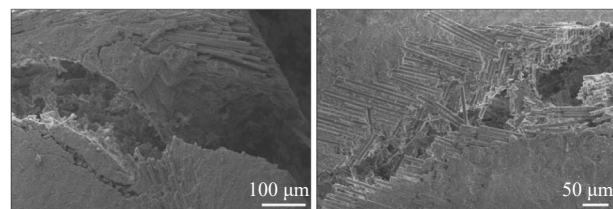
(a) 初始形貌 (b) 600℃ 处理后形貌

图 15 SiO_2 基体微观结构表征

进一步观察 1000℃ $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$ 复合材料在 SEM 下的断裂过程。温度的升高导致 $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$ 复合材料的脆性特征更加明显, 受 SEM 扫描速度的限制, 样条断裂的瞬间无法捕捉。如图 16(b) 所示, 相比 600℃, 1000℃ 环境下样条断裂后宏观断口更为整齐, 未发生不同方向纤维分层现象。图 16(c)、(d) 处长度较短, 纤维及基体断口都较为平整, 呈现出脆性的显著特征。随着热处理温度的增加, 样条断裂的脆性特征逐渐显著, 这可能是因为热处理使得纤维与基体的结合力增加, 界面强度的提升减少了裂纹偏转, 使得基体裂纹



(a) 初始形貌 (b) 断裂形貌



(c)、(d) 断裂位置局部形貌

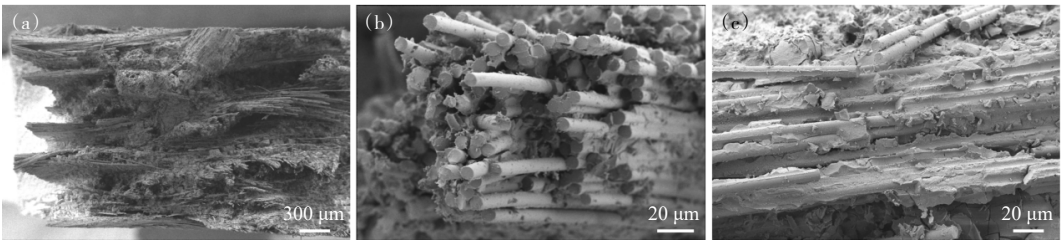
图 16 $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$ 复合材料 1000℃ 断裂照片

扩展至界面后直接穿过纤维,形成更为平整的断口。

2.7 不同温度下拉伸断口形貌特征

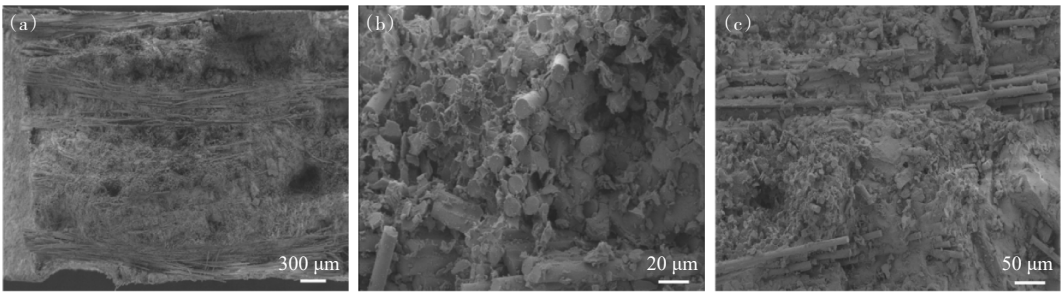
将原位拉伸断裂后的样条取出,然后在 SEM 中观察其截面的断口形貌。图 17 所示为 $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$ 复合材料室温拉伸断裂后的断口形貌照片,与原位观察结果一致,样条断口参差不齐,不同纤维层之间存在着不同程度的纤维拔出现象。放大后对局部微观形貌进行观察,图 17(b)可观察到纤维束断裂,纤维断口十分整齐,呈现脆性断裂特征,同时看到较长的纤维束从基体拔出;图 17(c)可观察到 90° 纤维从基体中脱落,发生了界面脱黏及纤维束内基体开裂现象。尽管纤维断口呈现脆性断裂,但是大量的纤维拔出、界面

脱黏等现象,吸收了大量能量,对复合材料进行了增韧,最终表现出伪塑性断裂模式。图 18 所示为 600°C 复合材料拉伸断裂后的断口形貌照片。和室温相比,断口更为整齐,经放大后观察,虽有少量的纤维拔出,但拔出长度较短,纤维脱黏现象也较少,呈现脆性断裂的趋势。图 19 所示为 1000°C 环境下拉伸断裂后样条断口形貌照片,宏观上看,断口较为整齐,无分层现象。微观尺度观察断口,可以观察到 1000°C 条件下,纤维拔出的长度和数量均低于 600°C 的结果, 90° 纤维束内发生开裂,纤维表面均有大量残留基体,表明纤维与基体的结合更为紧密,以上现象充分证实 1000°C 下样条发生了脆性断裂。



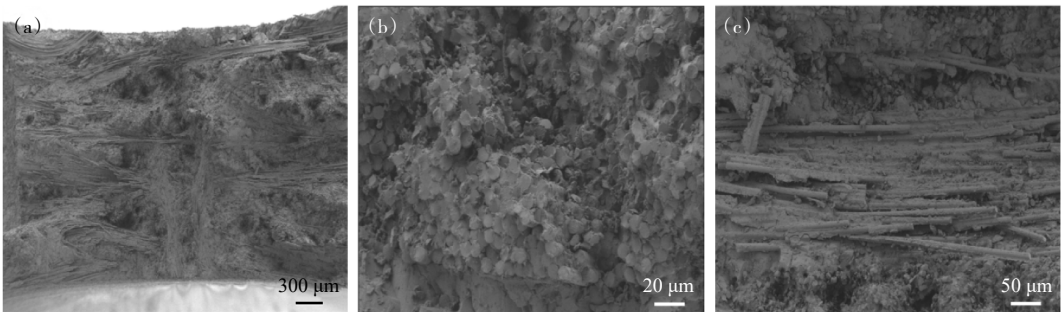
(a) 断口形貌; (b)、(c) 断裂位置局部放大形貌

图 17 $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$ 复合材料室温拉伸断裂后的断口形貌照片



(a) 断口形貌; (b)、(c) 断裂位置局部放大形貌

图 18 $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$ 复合材料 600°C 拉伸断裂后的断口形貌照片



(a) 断口形貌; (b)、(c) 断裂位置局部放大形貌

图 19 $\text{SiO}_{2f}/\text{SiO}_2$ 复合材料 1000°C 拉伸断裂后的断口形貌照片

通过上述分析发现,室温条件下拉伸断裂, SiO_{2f}/SiO₂ 复合材料作为一种本征脆性的陶瓷材料,由于存在大量纤维拔出、界面脱黏、裂纹偏转等现象,产生了参差不齐的断口形貌,使复合材料表现出一定的伪塑性断裂模式。随着热环境温度的升高,纤维拔出数量和长度减小,界面脱黏、裂纹偏转特征也大大减少,形成了较为平齐的断口形貌,使复合材料的破坏模式趋于脆性断裂。进一步地,对复合材料的断裂载荷进行统计,如表 4 所示。当室温拉伸时,样条可承受载荷较低,当在 600℃ 环境中保温 10 min 后,断裂载荷大大提高。结合原位观察与材料特性可知,600℃ 高温状态下,基体内部微孔由于烧结粒径长大被填充,转变为更为致密的基体,增大与纤维的接触面积,导致与纤维的结合力增加。良好的界面强度使复合材料向脆性断裂模式转变,实现了载荷更好的传递效果,也导致力学性能大幅度提高。但是在 1000℃ 环境中 SiO_{2f}/SiO₂ 复合材料的断裂载荷减小,根据相关文献[26–28],二氧化硅在较高温度下,处于热力学不稳定状态,纤维发生脆化,基体坍塌,以上结果中的裂纹及界面变化与水氧腐蚀过程力学性能变化一致。1000℃ 时水氧腐蚀环境下力学性能下降,源于 SiO₂ 与水蒸气的反应,同时受高温作用,颗粒团聚长大,内部孔隙增加,与微观下原位力学加载作用下观察到的纤维脆化、基体的团聚与基体坍塌现象一致。

表 4 SiO_{2f}/SiO₂ 复合材料不同温度下的拉伸断裂载荷

温度/℃	断裂载荷/N
室温	231
600	457
1000	289

3 结论

1) 高温水蒸气环境对 SiO_{2f}/SiO₂ 复合材料表现出显著的“时间累积型腐蚀”特征。短时间内材料仍能保持较高强度与典型纤维增韧特征,随着时间的推移,水蒸气沿材料内部孔隙及纤维/基体界面持续渗透,引发 SiO₂ 基体挥发损耗与纤维腐蚀脆化,导致界面退化、裂纹快速扩展及承载能力持续衰减,最终强度保留率仅 23%。说明水蒸气环境下界面稳定性是

决定 SiO_{2f}/SiO₂ 复合材料长期服役可靠性的关键因素。

2) SiO_{2f}/SiO₂ 复合材料的断裂行为对温度具有显著敏感性,随着温度的升高,其断裂行为由“非脆性断裂”逐渐向“脆性断裂”转变。室温下,大量纤维拔出、界面脱黏及裂纹偏转能够有效耗散断裂能;而在 600~1000℃ 条件下, SiO₂ 基体颗粒烧结团聚使材料界面结合增强,裂纹偏转能力下降,纤维与基体趋于协同脆断,断口逐渐平整化。由此可见,随着温度的升高,材料韧化机制被显著削弱。

3) 水氧腐蚀与高温环境对 SiO_{2f}/SiO₂ 复合材料产生协同损伤效应,二者共同作用下,复合材料发生基体损耗、纤维脆化及界面状态演化,削弱了裂纹偏转与纤维增韧作用,并最终引起力学性能退化。

参考文献(References)

[1] Morscher G N, DiCarlo J A, Kiser J D, et al. Effects of fiber architecture on matrix cracking for melt-infiltrated SiC/SiC composites[J]. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 2010, 7(3): 276–290.

[2] 张宗波, 曾凡, 刘伟, 等. SiBCN陶瓷的抗氧化性能[J]. *宇航材料工艺*, 2012(2): 91–94.

[3] Chen M W, Qiu H P, Xie W J, et al. Research progress of continuous fiber reinforced ceramic matrix composite in hot section components of aero engine[J]. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2019, 678(1): 012043.

[4] Yin X W, Cheng L F, Zhang L T, et al. Fibre-reinforced multifunctional SiC matrix composite materials[J]. *International Materials Reviews*, 2017, 62(3): 117–172.

[5] 陈玉峰, 洪长青, 胡成龙, 等. 空天飞行器用热防护陶瓷材料[J]. *现代技术陶瓷*, 2017, 38(5): 311–390.

[6] Radhakrishnan J, Marimuthu S. Machining of Ox–Ox (Al₂O₃/Al₂O₃) ceramics matrix composites by ultrafast laser[J]. *Ceramics International*, 2024, 50(20): 39678–39686.

[7] Liang Y Y, Jin J Y, Yan J, et al. Preparation and properties of Al₂O_{3f}/Al₂O₃–SiC ceramic matrix composite[J]. *Advanced Ceramics*, 2025, 46(3/4): 377–388.

[8] Wen S P, Hu W, Chen Z L, et al. High-performance SiO_{2f}/SiO₂ wave-transparent composites based on laminated puncture method[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2026, 46(8): 118181.

[9] Yang C B, Pan Y N, Li W Z, et al. Lightweight and robust SiO_{2f}/SiO₂ composites with superior dielectric properties via three-dimensional woven spacer technique[J]. *Ceramics International*, 2025, 51(7): 8329–8338.

[10] Han S A, Jiang K H, Tang J W. Studies on preparation and property of 2.5D SiO_{2f}/SiO₂ composites[J]. *Advanced Materials Research*, 2009, 79–82: 1767–1770.

[11] Wang L Y, Luo R Y, Cui G Y, et al. Oxidation resistance of

- SiC_f/SiC composites with a PyC/SiC multilayer interface at 500 °C to 1100 °C[J]. *Corrosion Science*, 2020, 167: 108522.
- [12] 杨金华, 丁宁, 刘伟, 等. 不同工艺制备的SiC_f/SiC复合材料水氧腐蚀行为[J]. *航空材料学报*, 2024, 44(4): 57–67.
- [13] 魏子涵, 彭雨晴, 徐海明, 等. 3D SiC_f/SiBCN复合材料在水氧环境下的氧化行为[J]. *陶瓷学报*, 2021, 42(3): 430–437.
- [14] Yan P P, Luo H Y, Yang C X, et al. The tensile damage behavior of SiC_f/SiC composites after oxidation in wet atmosphere[J]. *Ceramics International*, 2024, 50(18): 32420–32429.
- [15] 曹鑫鑫, 栾新刚, 王钰磊, 等. 带BSAS体系EBC的SiC/SiC复合材料在1300 °C水氧耦合气氛中的损伤行为[J]. *航空科学技术*, 2024, 35(12): 67–77.
- [16] 闫联生, 李贺军, 崔红. 高温陶瓷透波材料研究进展[J]. *宇航材料工艺*, 2004, 34(2): 14–16.
- [17] 张剑, 吕毅, 赵英民. 2.5D衍生结构SiO_{2f}/SiO₂复合材料的经向力学性能[J]. *宇航材料工艺*, 2015, 45(4): 87–91.
- [18] 高龙飞, 万业强, 路秋勉, 等. 连续石英纤维增强二氧化硅复合材料研究概况[J]. *玻璃钢/复合材料*, 2019(12): 114–117.
- [19] 陈晨. 新型石英纤维的表征及其石英基复合材料的制备与性能[D]. 长沙: 国防科学技术大学, 2014.
- [20] 吴晓晨, 郑瑞晓, 李露, 等. SiC_f/SiC陶瓷基复合材料高温环境损伤原位监测研究进展[J]. *无机材料学报*, 2024, 39(6): 609–622.
- [21] 张忠科, 刘旭峰, 李昭, 等. P92钢等离子弧焊接接头原位拉伸的SEM观察研究[J]. *材料导报*, 2021, 35(24): 24128–24133.
- [22] Chen Y F, Zheng S Q, Tu J P, et al. Fracture characteristics of notched investment cast TiAl alloy through *in situ* SEM observation[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2012, 22(10): 2389–2394.
- [23] Chateau C, Gélébart L, Bornert M, et al. *In situ* X-ray microtomography characterization of damage in SiC_f/SiC Minicomposites[J]. *Composites Science and Technology*, 2011, 71(6): 916–924.
- [24] Shibayama T, Matsuo G, Hamada K, et al. *In-situ* observation of fracture behavior on nano structure in NITE SiC/SiC composite by HVEM[J]. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2011, 18(16): 162013.
- [25] 刘易卓. 大飞机用国产复合材料裂纹扩展与断裂模式的研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工程大学, 2009.
- [26] 肖云健. 微量杂质元素对石英纤维析晶行为的影响研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2017.
- [27] 徐道新. 3D SiO_{2f}/SiO₂复合材料的制备与性能研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2017.
- [28] Zheng Y, Wang S B. Effect of moderately high temperature heat treatment on surface morphology and structure of quartz fibers[J]. *Applied Surface Science*, 2012, 258(10): 4698–4701.

High-temperature water-oxygen corrosion and in-situ micromechanical properties of SiO_{2f}/SiO₂ ceramic matrix composites

ZHANG Lijuan¹, HAO Jianchao¹, CHENG Yuan¹, YANG Shuo², LIU Penghui², ZHANG Xinghong^{1*}

1. Center for Composite Materials and Structure, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China

2. Research Institute of Aerospace Special Materials and Processing Technology, Beijing 100074, China

Abstract SiO_{2f}/SiO₂ ceramic matrix composites exhibit excellent high-temperature mechanical properties and thermal stability. It proposes an on-line testing technology for mechanical properties and an in-situ micro-observation technology under a controllable water vapor atmosphere based on high-frequency induction heating. A complex near-service water-oxygen corrosion environment for SiO_{2f}/SiO₂ composites was simulated, and water-oxygen corrosion tests were conducted on the SiO_{2f}/SiO₂ ceramic matrix composites. The fracture surfaces of the composites were characterized and analyzed using scanning electron microscopy (SEM) and micro-computed tomography (micro-CT). The results show that in a high-temperature water vapor environment, the SiO₂ matrix of the composite was corroded and reacted with surface groups. Water vapor diffuses through the internal voids of the composite, generating elongated cracks along the fiber distribution, and the quartz fiber matrix was also corroded. After 20 hours of water-oxygen corrosion, the mechanical property retention rate was only 23%. Fracture morphology and failure mode analysis were performed under high-temperature conditions of 600 °C and 1000 °C, yielding the fracture behaviors of the material in the high-temperature loading environment. Which provides essential support for the long-term storage, structural performance optimization, and failure mechanism investigation of SiO_{2f}/SiO₂ ceramic matrix composites.

Keywords ceramic matrix composites; mechanical properties; water-oxygen corrosion; in-situ micro-observation ●



(责任编辑 魏来)