

CVD 纤维及其增强金属基 复合材料强度的分布特征研究

蔡 杉, 李 占 一, 董 妍, 颜 鸣 皋

(北京航空材料研究院, 北京 100095)

摘要: 采用单一 Weibull 统计分布函数来描述 CVD 纤维抗拉强度的分散性, 发现具有不同断裂机制的缺陷所引发的断裂其拉伸强度分布分别符合 Weibull 分布, 并具有各自独特的形态和参数; 对热压复合前后的纤维的抗拉强度分布特征进行分析比较, 结果表明热压复合过程对纤维的性能及抗拉强度分布特征有一定的影响, 这主要是因为热压改变了纤维内部缺陷的类型和分布。另外还就以上研究结论在纤维的生产及其产品的性能表征方法、纤维增强金属基复合材料性能的非破坏性评估方法上的应用进行了讨论。

关键词: CVD 纤维; 金属基复合材料; 缺陷类型; 热压; Weibull 分布

中图分类号: TB331 文献标识码: A 文章编号: 1005-5053(2005)03-0032-05

碳化硅纤维及硼纤维具有很高的比强度、比模量, 是高性能复合材料如铝基、钛基复合材料选用的主要增强剂之一。该类纤维一般用化学气相沉积工艺 (CVD) 制备, 是一种脆性材料, 其由某一类缺陷引发的抗拉强度分布可由单一 Weibull 分布函数 (以下未作说明均指单一 Weibull 函数) 来处理, 强度分布直方图呈单峰状态; 而纤维与金属基体经热压扩散复合后, 其强度分布频率图呈双峰甚至多峰现象。对纤维及其热压后抗拉强度的 Weibull 分布进行深入研究将对纤维产品化的完成及其增强金属基复合材料在航空航天领域应用进程的加快均有重要作用。

1 Weibull 分布理论

CVD 纤维中含有多种类型的缺陷, 含每种类型缺陷的 CVD 纤维对应的抗拉强度都可用 Weibull 函数进行处理^[1], 且具有自己独特的分布特征。若一次纤维生产中含有的缺陷不止一种, 则不能简单地用单一 Weibull 函数来处理, 而应将含不同缺陷的纤维抗拉强度值分别用单一 Weibull 函数处理。

Weibull 函数的分布函数和概率密度函数为:

$$F(\sigma) = P(\delta \leq \sigma) = 1 - e^{-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m}, \sigma > 0$$

$$f(\sigma) = \frac{m}{\sigma_0} \left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^{m-1} e^{-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m}, \sigma > 0$$

其中参数 m 和 σ_0 分别为形状参数和特征强度。本文采用精度较高的极大似然法估计其值。由于是统计处理, 对于一组强度试验值, 可通过计算出强度的数学期望值也即此组强度值所代表纤维总体的平均强度 $E(\sigma)$:

$$E(\sigma) = \sigma_0 \int_0^{\infty} e^{-y} y^{\left(\frac{1}{m} + 1\right)} dy = \sigma_0 \Gamma\left(\frac{1}{m} + 1\right)$$

其中 $\Gamma(1/m + 1)$ 可由高斯-拉盖尔求积公式近似计算得出^[2]。

本研究采用皮尔逊检验法—又称 χ^2 -检验法判断一组数据是否符合 weibull 分布^[3]。以上的统计计算和处理均用 VB5.0 编程进行^[4]。

2 实验及讨论

对纤维 (直径均为 100~140 μ m) 进行拉伸试验 (标距为 50mm, 以下同) 后再用光学显微镜及扫描电子显微镜观察断口, 发现断口形态主要由以下几类缺陷引发: 界面弱点、钨芯弱点、近似孔洞、径裂、夹质、外边界、环状裂纹和复合缺陷。对由它们引发的抗拉强度进行统计处理。

从带保护涂层纤维总体的抗拉强度数据中随机抽取 200 个数据进行 Weibull 统计处理, 结果表明: 200 个数据的强度直方图呈复杂多峰状态, 断口观察表明此组纤维断裂由多种缺陷引发, 经 χ^2 -检验法检验不符合 Weibull 分布。这说明当纤维中含有不

止一种缺陷时,其强度分布不符合 Weibull 分布。对以上纤维总体中由界面弱点、钨芯弱点、近似孔洞、环状裂纹、夹质五种缺陷引发的断裂强度数据分别进行 Weibull 统计处理。结果发现它们的强度分布直方图都呈如图 1 近似孔洞对应强度的单峰分布形态,且经 χ^2 -检验法检验均符合 Weibull 分布。这说明对一纤维总体中各类缺陷引发断裂的强度数值分别用 Weibull 函数处理是适宜的,且各缺陷对应的强度分布有自己独特的形态及参数,其结果见表 1。从统计学的角度来说,实验数据越多,参数的估计值越准确,并将趋向一定值,此定值代表一纤维总体中此类缺陷分布特征参数的标准值。从由界面弱点引发的断裂强度数据中随机抽取 50 个进行处理的结果见表 1。经 χ^2 -检验法检验符合 Weibull 分布,从二者比较中可知,50 个数据统计处理的结果中,其形状系数 m 和特征强度与 114 个数据的结果

有一定的偏差,但二者计算出的平均强度却大致相等。可见,当数据较少时,统计处理的结果中平均强度较稳定,比其它参数更接近真实值。其原因可从统计学得到解释。

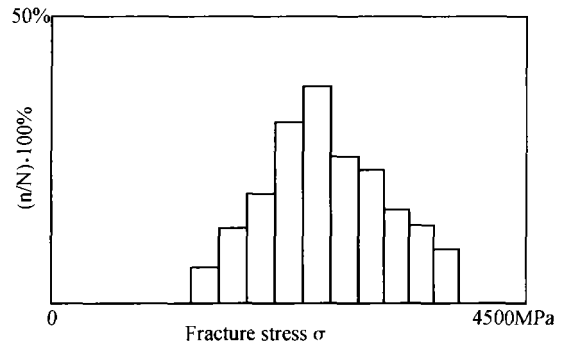


图 1 近似孔洞引发的断裂强度分布

Fig 1 Fracture stress histograms corresponding to proximate voids defects

表 1 各类缺陷对应的 Weibull 统计处理结果

Table 1 Weibull distribution character parameter of tensile strength corresponding to all types of defects

Type of defect	Shape parameter m	Scaling parameter σ_c / MPa	Average strength $\bar{\sigma}$ / MPa	Number of failures	Data percentage (n/N) / %	Correctness of fitting Weibull distribution (χ^2 -test)
Core-mantle interface	5.63	3205	2988	114	18.5	+
Interface (Random sample)	6.355	3163	2968	50	8.1	+
Fiber core	5.57	3132	2919	41	6.6	+
Proximate voids	4.86	3006	2780	134	21.8	+
Radial cracks (all types)	2.88	2718	2443	30	4.9	-
Impurity	4.18	1521	1395	42	6.8	+
Surface notches	5.867	1744	1629	57	9.2	+
Surface point defect	7.292	3253	3073	139	22.6	+
Circularity crack	5.22	3112	2890	33	5.4	+
Multiplex defect	2.93	2593	2333	25	4.1	-
Total	3.69	2895	2636	615	100	-

Note + means fitting Weibull distribution; - not fitting Weibull distribution

带涂层纤维总体中由外边界引发的抗拉强度分布直方图如图 2 所示呈双峰状态,经 χ^2 -检验法检验不符合 Weibull 分布,说明它们不是一种类型的缺陷。对其断裂面用扫描电镜观察发现:抗拉强度值落在前一个峰值范围内的断裂引发原因大多为结晶瘤等异常大胞的外边界沟槽或沉积层与保护涂层结

合处的大开裂所致;抗拉强度值落在后一个峰值范围内的断裂引发原因大致为涂层表面的一些点状缺陷如小孔、小裂等等,或是由沉积层本身胞状结构与保护涂层在沉积结合时留下的点状空隙引发的。因此,本工作认为外边界缺陷应再分为外边界沟槽缺陷、外边界点状缺陷两类,它们对应各自不同的

Weibull分布,二者经 χ^2 检验法检验均符合Weibull分布,其统计结果见表1。无涂层纤维的断裂经观察都是主要由纤维本身胞状结构沟槽引发的,其强度数据经 χ^2 检验法检验均符合Weibull分布。但国产的及俄罗斯的无涂层纤维由外边界沟槽缺陷引发的抗拉强度分布特征不同,这说明不同的系统总体中同类缺陷对应的抗拉强度具有对应各自系统不同的Weibull分布。

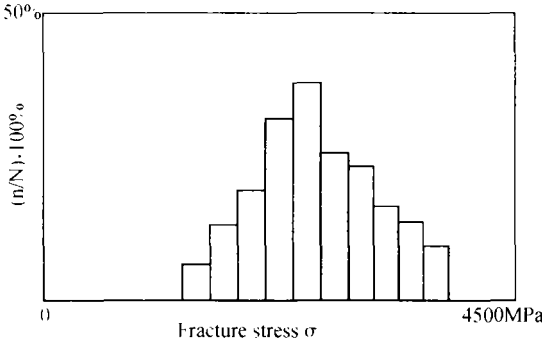


图 2 外边界引发的断裂强度分布

Fig 2 Fracture stress histograms corresponding to outer surface

纤维中引发断裂的另一种严重缺陷为径向裂纹。其对应的抗拉强度分布直方图呈复杂分布状,且经 χ^2 检验法检验不符合Weibull分布,说明径裂不应视为单一缺陷类型。对其进行断面观察得知径裂引发断裂的形态有很多,如:径裂外端引发的断

裂、径裂界面引发的断裂、近芯小径裂、径裂剪切等。虽然实验中每一小分类都无足够的数据进行统计处理,但发现热压后由径裂外端引发的断裂情况较多,于是对此作了统计处理发现其强度分布直方图呈单峰状,经 χ^2 检验符合Weibull分布,其统计结果见表2。从中可知,径裂外端应视为具有自己独特分布特征的一类缺陷。至于径裂中的其它小分类缺陷是否也有自己独特的分布特征有待进一步的研究。

纤维中引发断裂最复杂的一类缺陷为复合缺陷。由于其情况复杂且数量小,本工作未作研究。

综上所述,从统计分布的角度看,可将引发纤维断裂的缺陷分为以下几种具有各自独特分布的类型(按平均强度从小到大的排列)为:夹杂、径裂外端、外边界沟槽、复合断裂、近似孔洞、环状裂纹、钨芯缺陷、界面弱点、外边界点状缺陷。

纤维中各类缺陷对应的抗拉强度具有不同的Weibull分布形态,其原因是它们具有不同的断裂机制。引入包括应力强度因子及断裂韧性概念在内的Iwin断裂模型来分析,结果表明^[5]:由于各类缺陷的大小、形态及所处位置的不同而造成引发纤维断裂的不同力学模型,也即各缺陷引发断裂的强度计算公式各不相同,所以各类缺陷对应的强度分布特征才各不相同。

另外,从复合材料中淬取出热压后的纤维进行相同的抗拉强度统计处理结果如表2所示:

表 2 热压后各类缺陷对应的 weibull分布参数

Table 2 Weibull distribution character parameter of tensile strength for all types of fibers after hot pressing

Type of defect	Shape parameter m	Scaling parameter σ , MPa	Average strength $\bar{\sigma}$, MPa	Number of failures	Data percentage (n/N) %	Correctness of fitting Weibull distribution (χ^2 -test)
Core-mantle interface	4.80	3127	2890	24	7.6	*
Fiber core	6.28	3087	2894	8	2.5	*
Proximate voids	4.84	2955	2734	48	15.2	-
Radial cracks	2.01	1748	1554	162	51.4	+
Impurity	3.78	2384	2174	5	1.6	*
Outer surface	4.74	3104	2867	26	8.3	*
Circularity crack	3.15	2507	2264	6	1.9	*
Multiplex defect	1.86	1990	1776	36	11.4	*
Total	1.68	1979	1775	315	100	-

Note * means the data we have collected is not enough to be statistically analysed

从中可知:热压后径裂引发断裂的情况大大增加,由主要是径裂与其它缺陷组合而成的复合缺陷

引发的断裂情况也有所增加。从热压前后径裂对应强度的不同分布结果可知,热压让可能存在几种断

裂机理的径裂缺陷转变为单一类型的缺陷。其结果是使径裂和复合缺陷热压后平均强度降低而分散性变大,对纤维的危害程度也大大增加了。同时,热压后纤维中其它类型缺陷对应的强度分布情况也都有了一定的变化,由它们引发断裂的情况都有不同程度的减少。这一方面是因为和热压后发展的径裂缺陷相比它们成为断裂源的可能性变小;另一方面也说明它们在热压过程中也有发展成径裂缺陷的可能。从表中还可知,一些缺陷如界面、钨芯弱点和环状裂纹,热压后对纤维的危害程度都有不同程度的增大,其趋势还是比较明显的。对于外边界缺陷,从平均角度看,热压后其 $E(\sigma)$, m 都有增加的趋势,估计和热压时其高温蠕变扩散的钝化作用有关。

3 Weibull 分布理论的应用

CVD 纤维作为产品提供给用户时必须给出其全面性能指标的表征量,如平均抗拉强度及强度分散性的指标。此外,在热压制备复合材料时,不同缺陷类型又将对纤维性能产生不同的影响。为此,纤维产品还应给出主要含何种缺陷的信息。

3.1 CVD 纤维产品的性能表征

关于 CVD 纤维产品的性能评估,国内外均采用从一批纤维中采样进行 10~20 根次的拉断实验计算出强度的算术平均值及其数据偏差量来表征纤维产品的性能。但这种表示方法不能正确反映纤维总体的性能状态,也无法应用在复合材料的性能预测上。因此这种方法既不完善,又不科学。

对某一批次纤维产品性能状态,作者认为应用其 Weibull 分布参数 m , σ 及强度数学期望值 $E(\sigma)$ 来表征其强度分散性及强度平均值,并给出所含缺陷类型。而要提供纤维产品中所含缺陷的信息,在实际生产中不能对每批纤维都进行拉断观察断口。最理想的方法应在预先研究该生产系统中纤维的缺陷类型及其对应强度分布特征的基础上,建立一个相对应的数据库标准,从而可望从一批纤维产品中只做少量拉伸实验,根据其强度分布特征便可找到对应的缺陷类型。

(1) 纤维总体强度分布特征数据库的建立

从前面研究结果可知:同一系统中的纤维总体,其各类缺陷对应强度的 Weibull 分布具有相对此系统各自稳定的分布特征及参数。据此可对某一型号设备生产的纤维进行一定量的拉伸及断口观察实验。此工作一方面可将纤维缺陷的信息反馈给生产加以改善以便提高纤维产品的性能;另一方面将对各类缺陷的强度数据分别进行统计处理,将符合

Weibull 分布的各类缺陷用极大似然法估算其分布参数 m , σ 及平均强度 $E(\sigma)$, 从而可用 m , σ , $E(\sigma)$ 的值来表征此类缺陷的强度分布特征,将这些信息输入计算机,建立此设备生产系统纤维总体的各缺陷与其强度分布特征的一一对应关系数据库。并且此数据库应是开放的,随着数据库信息的增多而不断自动修正,使其关系表达趋于精确、稳定。

(2) 纤维产品性能状态表征方法的研究

纤维产品性能状态的表征有二种方法。

一种方法是从某一批次纤维产品中采样,进行一定量的(从统计学上讲应为 50 次左右)拉伸实验,对其强度数据描绘直方图。如呈单峰并在剔除异常值后符合 Weibull 分布则表明此批纤维以含有一种缺陷为主,用极大似然法估计其分布参数 m , σ , 用高斯-拉盖尔求积公式计算平均强度 $E(\sigma)$, 并用此代表这批纤维的强度分散性及平均强度的实测信息。将此与同一系统总体的标准数据库比较可得出所含缺陷类别的信息。如强度直方图呈双(多)峰形式,则应对各峰数据分别处理,使每个峰的数值经 χ^2 -检验均符合 Weibull 分布后,分别给出各个峰代表的缺陷类型及对应分布参数 m , σ 和平均强度 $E(\sigma)$ 的信息。

在实际应用中,总是希望用较少的拉伸实验就能得到较准确的所需信息。因此另一种方法是从某一批次纤维产品中做 10~20 次拉伸实验,将统计计算后的分布特征与数据库标准分析对比,必要时辅以少量断面观察,首先找出其所代表缺陷类型的信息,然后用数据库中此类缺陷对应强度的分布参数及平均强度来表征此批纤维的性能。

3.2 纤维增强复合材料性能的非破坏性评估

CVD 纤维产品的最终用途是制造复合材料。而不同批次复合材料的性能又是设计部门及使用者为最关心的。因此,在不破坏纤维增强金属基复合材料的前提下如何根据不同的纤维状态及不同的热压工艺对其强度性能进行较准确预测具有重要意义。

关于纤维增强金属基复合材料的性能,国内外大多都是采用试样的破坏实测值。这种方法在应用中虽是必要的,但其破坏性实验及不能完全代表复合材料总体性能的缺憾也是明显的。因此,纤维增强金属基复合材料性能的非破坏性评估方法具有重要意义的。根据 B/A1 复合材料的断裂机制得出的强度计算公式可用来预测其理论强度。但这种计算须知道纤维热压后的 m , σ , $E(\sigma)$ 值。前面的研究表明含不同类型缺陷的纤维热压后其强度分布特征

会有不同的变化。因此,应先确定不同热压工艺对不同状态纤维性能影响因素的表征方法,进而用此方法将热压前纤维的分布参数变换成热压后的分布参数代入强度计算公式求出一个更接近真实的强度理论值。

根据断裂力学,不同的破坏机制复合材料具有不同的强度计算公式。在较佳的热压工艺下复合材料界面粘结强度居中时性能较高,此时为混合破坏机制,复合材料的强度计算公式为^[6]:

$$\sigma_c = \sigma_M V_f + \sigma_M (1 - V_f)$$

$$\sigma_M = M (\tau_M)^{1/(1+\beta)} \theta^{1/(1+\beta)} (1 - \theta)$$

$$M = \{ 0.5 \alpha d_f \Gamma [1 + (1/\beta)] \}^{-1/(1+\beta)} (0.25 \alpha \beta)^{-1/\beta}$$

其中: $\beta = m$, $\alpha = (\sigma_0^{-\beta}) / L$ (L 为拉伸试样长度 mm), $\Gamma(1 + 1/\beta) = E(\sigma) / \sigma_0$, θ 为界面粘结点密度

从中可知,性能预测应知道热压后复材中纤维的分布参数 m , σ_0 , $E(\sigma)$ 。因此对不同状态的纤维经不同热压工艺(时间、温度、压力)复合后纤维分布参数 m , σ_0 , $E(\sigma)$ 的变化的定量分析就至关重要。将热压后淬取的纤维拉伸实验结果与热压前的纤维相比较进而探索此热压工艺下含某种缺陷纤维的分布参数及平均强度的变化量关系表达式,并将此换算关系代入强度公式计算出复合材料强度预测理论值后与此工艺下的拉伸实测值进行比较验证,找到适合的表达式,并将其结果输入计算机即可完成复合材料性能预测系统的建立工作。使该系统能在输入纤维原始状态参数(m , σ_0 , E)及热压工艺参数(时间、温度、压力)后即可对复合材料的性能进行理论强度值的预测。

预测复合材料理论强度的另一关键是 θ 的确

定。可探讨实验测算其值及用 θ_1^* , θ_2^* 或 θ_{max} 在不同条件下近似表征 θ 的方法。

4 结论

1)同一系统的纤维总体,其内含各类缺陷对应的强度可分别用单一 Weibull 分布函数来处理,并且由于引发断裂的力学机制不同而具有不同的 Weibull 分布参数。

2)热压改变了纤维内部缺陷的类型和分布,从而也改变了 Weibull 分布特征。

3)对某一批次纤维产品性能状态,应用其 Weibull 分布参数 m , σ_0 及强度数学期望值 $E(\sigma)$ 来表征其强度分散性及强度平均值,并给出所含缺陷类型。

4)研究结果可为 CVD 纤维产品的性能表征、纤维增强金属基复合材料性能的非破坏性评估提供方法。

参考文献:

- [1] WEIBULL W J A statistical distribution function of wide applicability[J]. Journal Applied Mechanics 1951(9): 293 - 297
- [2] 韩虞羹.应用数理统计[M].北京:北京航空航天大学出版社,1989
- [3] 齐治昌.数值分析[M].湖南长沙:国防科技大学出版社,1987
- [4] 张晓涪.VB4.0使用速成[M].北京:人民邮电出版社,1997.
- [5] 蔡杉.碳纤维拉伸强度分布特征与其内含缺陷的关系[J].材料工程,1999(5): 43-46
- [6] 张国定.金属基复合材料[M].上海:上海交通大学出版社,1996

Investigation on Distribution Character of Tensile Strength of CVD Filament and MMCs

CAI Shan LI Zhang-yi DONG Yan YAN Ming-gao

(Beijing Institute of Aeronautical Materials Beijing 100095, China)

Abstract The distribution character of tensile strength of CVD filament are described by single Weibull distribution function and the different mechanism of fracture. The results show that the distribution of tensile strength of intrinsic defects having different mechanism of fracture fit single Weibull distribution and have each particular shape and parameter. The distribution character of tensile strength of CVD filament after hot pressing is also analyzed. The effect of hot pressing on strength property and distribution character of CVD filament is observed. This is ascribed to the change of defects in the process of hot pressing. In this paper, the application in representing and forecasting the production performance of CVD filament and metal matrix composites based on the conclusion of Weibull distribution theory are also discussed.

Key words CVD filament metal matrix composites defect type hot pressing weibull distribution