DOI:10.16262/j.cnki.1000-8217.1995.01.008

第九届国际复合材料会议关于复合材料界面控制与设计的讨论和研究动向

蒋咏秋

（西安交通大学，西安 710049）

［摘要］ 会议强调复合材料的研究重点应放在界面层的的表征和界面层的控制与设计。因为没有前者对界面层的足够认识，也就难以有针对性的措施来控制和设计界面层。另外，对界面层的控制与设计，其目的在于提高材料整体的力学性能。而界面层的残余应力对力学性能有严重影响。要定量地解决这个问题，采取微观细观宏观相结合的方法可望得到解决。目前最大的困难是无法直接测定界面层的刚度。

［关键词］ 复合材料，材料设计，界面控制，界面设计，界面层

1 概况

国际复合材料会议是该领域水平最高的学术会议，自1975年召开第一届会议以来，每隔两年举行一次，迄今已举行了九届。第九届国际复合材料会议于1993年7月在西班牙马德里市举行，与会学者880余人，来自美、中、英、德、法、加、意、比、韩、西班牙、荷、澳大利亚、阿根廷、巴西、丹麦、埃及、希腊、匈牙利、印度、伊朗、以色列、俄罗斯、香港、台湾等55个国家及地区。16名中国学者参加了本届会议。会议交流论文670篇，其中口头报告606篇，墙展50篇，大会邀请报告14篇。根据国际复合材料会议执行委员会的规定，中国在第六届至第九届被评审入选的论文累计达222篇，占论文总数的13%以上，因而获得会议13票表决权，仅次于美国居第二位。我作为负责评选论文的本届会议科学委员会成员认为，授予中国如此多的表决权，表明中国在复合材料研究方面取得了显著成就，在这一高科技领域的国际地位大大提高。

2 重点研究领域

本届会议共设五个分会场，其中第5会场是讨论金属基复合材料（MMC）及陶瓷基复合材料（CMC）的工艺、特性与设计问题，场场座无虚席，讨论甚为热烈。

MMC及CMC能承受高温，刚度大，以CMC为例，能承受1100到1600°C的高温，但它是脆性材料，因此在材料设计中断裂韧性及强度要求高。以往CMC材料的设计与加工采用凑合与尝试（cut and try）的方法，即先设定在某一温度、压力与密度下把陶瓷颗粒加工成材，测出材料的宏观性能；然后再不断改变上述工艺参数，一直达到所要求的材料宏观性能为止。显

本文于1994年1月20日收到。

?1994-2018 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

然，这种传统的工艺已不合时代，必须加以改变。现在要求设计工作者事前能提出相应的工艺参数，一举达到预期的材料宏观性能，变被动为主动。

影响材料宏观力学性能最大的是界面。复合材料的界面已经不是原来设想的两相接触而几乎没有厚度的单分子层的面，它实质上是纳米级以上厚度的界面相，或称界面层。因为在纤维与基体相接触时，即使不发生反应，但也可能在基体固化时，由于残余应力的作用而使临近相界面基体的局部结构发生不同于基体本体的变化。

这种残余应力主要是在基体固化时，由于两相材料的热膨胀系数及弹性系数不匹配而产生的热应力所造成的。在CMC界面层，这种热应力有可能高达以GPa计。这样大的残余应力，会使临近界面区损伤。用电镜（SEM）可清晰地观察到其损伤机理：基体产生桥接裂纹，纤维拔出和界面脱粘，其脱粘长度指向基体裂纹尖端逐渐减小。显然，残余应力的存在会严重影响复合材料的宏观性能。为此，人们一直希望能定量地测定它的影响如何，这直接关系到材料设计。

在这次会议上，大家认为要定量确定残余应力对材料的宏观性能的影响，需要采取微观力学→细观力学→宏观力学的途径来解决。但是困难很大：第一，界面层是微结构（纳米结构），需弄清层内物质的化学组成、形态和分布，尽管可以用透射电镜（TEM）测定界面层的化学元素，但目前还无法测定化合物。第二，界面层的物理表征更困难。因为界面层为纳米级的微区，又在材料的内部，目前还无法测定界面层的应力、应变和位移，它的弹性模量、泊松比也就无法确定了。

界面层的模量显然对材料宏观性能的影响很大，它与纤维和基体模量之间存在怎么样的关系最合适呢？一种见解是界面层的模量应介于纤维与基体模量之间，形成梯度过渡（Gradient Transition），即所谓刚强界面层。另一种观点是界面层的模量低于纤维和基体，即所谓软弱界面层。因为按照可形变理论观点，后者可将集中于界面的应力点迅速分散，从而提高整体的力学性能。显然，界面层的模量高于纤维和基体将会发生不良的效果。要判别上述各个观点的优劣，还有待于残余应力对材料宏观性能的定量分析。对此，上面已提到，目前主要的困难在于界面层模量的确定。

会上，法国Savoie大学复合材料实验室Lagache，Agbossou及Pastor等人提出了确定界面层刚度和厚度的所谓逆法（Inverse Method）。他们认为界面层的材料是均匀、线弹性和各向同性的。首先假定初始模量和厚度，然后用混合律计算界面层微区复合材料的模量，再用实验测得复合材料的模量。变动界面层的模量和厚度，直到材料的宏观模量与实验值相符。经过讨论，多数人认为这是权宜无计，没有根本解决界面层的物理表征问题，至于界面层的厚度，已可用高倍透镜测得。

另一方面，上面已提到界面层的残余应力的大小与方向会影响复合材料宏观性能。虽然已有许多力学模型可估算这种残余应力，但结果相差甚大。与会者认为，用激光拉曼光谱仪测量界面层相邻纤维的振动频率，根据纤维标定可确定界面层的残余应力，这是可行的测定方法。根据实测结果，可鉴定出合理的力学模型以估算残余应力。

此外，界面层的界面剪切强度也会影响材料的宏观性能。因为结构复合材料中界面层的作用，首先是把施加在整体上的力，由基体通过界面层传递到增强纤维上，这就需要足够的界面粘接强度。界面层的另一个作用是在一定的应力条件下能够脱粘，以及使纤维从基体中

?1994-2018 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

拔出并发生摩擦，这样就可藉助脱粘，增大表面能、拔出功和摩擦功等形式来吸收外加载荷的能量，以达到提高抗破坏能力。从以上两个方面结合考虑，则要求界面有最佳粘接条件。西安交通大学提出用最佳的脱粘长度来确定 CMC 的最优断裂韧性，受到与会者重视，但认为距设计人员最感兴趣的最佳粘接条件的判据的建立还有一段距离。

会议对界面剪切强度的测试讨论很热烈。根据上述界面损伤机理的分析，大家认为界面剪切强度应包括界面脱粘剪切强度和界面摩擦剪切强度。当残余应力或机械载荷导致界面的剪应力到达界面脱粘剪切强度时，就发生纤维与基体之间的脱粘；然后，当剪应力克服摩擦力而到达界面摩擦剪切强度时，纤维拔出就发生了。因为两者是不同的。

界面脱粘剪切强度的测定，与会者提出可以根据复合材料基体的不同而选用碎断法（Fragmentation Method）、压痕法（Indentation Method）或拔出法（Pull Out Method）。但大家认为这些方法只能测定复合材料界面脱粘剪切强度的平均值。要测定沿纤维界面脱粘剪切强度的变化，只有采用激光拉曼光谱技术，这是新颖的测试微结构力学性能的方法。

界面摩擦剪切强度的测试可借助于亚微压痕仪（Microindenter），将压头压在试件的单纤维丝上，记录载荷与位移之间的关系，基本上是线性变化，直到平台发生的转折点，就是纤维拔出时的载荷。如果试件很薄，就可据以估算出界面摩擦剪切强度了。经过讨论，大家认为该强度和压头几何形状、试件加工条件及试件厚度都有关系。

讨论中一致认为，由于残余应力的存在而导致复合材料界面损伤是属于 Ⅰ 型和 Ⅱ 型的混合型断裂形式。但对材料的断裂韧性是 k_1 及 k_2（Ⅰ 型及 Ⅱ 型的应力强度因子）的怎样函数，意见不一致。西安交通大学提出断裂韧性与材料的应变能密度因子有关，因而是 k_1 及 k_2 的二次幂函数；有人提出是 k_1/k_2 的函数。这是属于界面断裂力学的范畴，已逐步形成断裂力学的一个新分支，不仅对复合材料的界面断裂分析重要，而且对涂层材料的断裂分析与设计也很重要。

界面层残余应力的大小和方向，界面层的化学和物理性能，都与复合材料加工的工艺参数如压力、温度和密度等密切相关。因此，工艺参数与复合材料宏观性能密切相关。与会者认为，对复合材料进行设计，以达到预期的宏观性能，一定要提出相应的工艺参数。

3　一些主要国家的研究情况

近十年来，美国对复合材料的界面研究十分重视。对聚合物基复合材料的界面研究最早的当推克利夫兰的 Case Western Reserve University。该校 H. Ishida 教授从 1988 年开始已主办过四届国际复合材料界面会议，主要讨论浸润行为和过程的热力学和动力学问题。浸润是复合首要条件。当前热门的研究是针对一个特定体系来进行模型设计和理论处理，从若干有关界面行为的各种参数如粘接功、界面自由能、溶度参数、浸润速度和浸润临界表面张力等来建立与复合材料整体的联系。另外，研究复合材料微结构（界面微区处于纳米级水平）与材料宏观力学性能的关系也是前沿课题，这里涉及到界面的损伤与断裂。哈佛大学 J. W. Huthinson 教授和加州大学 Santa Barbra 分校的锁志刚教授已开始形成了脆性材料的断裂力学，将成为线性断裂力学的一个新分支。这对陶瓷基复合材料力学尤为重要。

界面层的控制与设计在美国也是热门课题。首先要考虑的当然是复合材料要有粘接适度的界面层。从这次会议看，目前已经深入到究竟需要什么样的界面层的性质问题。

?1994-2018 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

在复合材料微结构的力学表征方面，80 年代中期美国 D. B. Marshall 用显微硬度压痕仪测陶瓷基复合材料的界面剪切强度，在界面粘接强度测试方面走在国际前列。但在界面残余应力测试方面，近年来英国伦敦的 Queen Mary & Wesfield College 用激光拉曼光谱技术做了许多探索，C. Galiotis 博士发表了一系列有关论文。以上表明，美、英两国在复合材料界面力学表征方面名列国际前茅。

4 我国的研究现状

我国对复合材料界面层的研究进行了不少工作，并有一定的基础，与国际水平的差距不在广度而在深度。因此建议今后的重点应放在界面层的表征研究和界面层的控制与设计研究方面。因为没有前者对界面层足够的认识，也就难以有针对性的措施来控制和设计界面层，从而也就难以达到提高复合材料整体性能的目的。

我国在界面层研究领域，与美、英、日、德等国的主要差距在于对复合材料界面层的表征，特别在测试方面是薄弱环节。例如我国有些大学和研究所，虽早已购置了激光拉曼光谱仪，但他们认为这种精密仪器只能用在材料的化学结构方面，至于能否用在复合材料微结构的力学性能测试方面则一无所知。

在界面层的粘接强度和粘接性的表征方面，国防科大、中国科大、哈工大和西安交大都分别用声发射仪、亚微压痕仪等对测试界面剪切强度做了一些有益的探索，但在界面层残余应力的测试方面几乎是空白。虽然界面层残余应力的测量（特别是不透明基体的）相当困难，但采用激光拉曼光谱技术是可以解决的。

5 建议

近年来，在国际上开展着争夺高科技优势的激烈竞争，各国都在以先进复合材料为重点，研究高性能结构材料。为此，他们都在微观结构理论指导下大力进行材料设计，研制与应用工艺相结合，以发展现代材料科学技术。以美国为例，美国的国家科学基金会《项目指南》中明确提出复合材料设计的研究，其成果中必须有达到预期性能的相应工艺参数，因此要求科技人员与新材料生产的公司密切配合。

为了跟踪和赶上现代材料科学技术的发展，建议我国加强扶植材料设计的研究领域，采用微观、细观与宏观相结合的路线，重点放在界面层的表征研究和界面层的控制及设计研究，在微结构的测试方面也要大力加强。有先进的界面分析设备的各研究单位要有机地组织起来，形成网络，充分发挥这些先进仪器的作用。

对于复合材料界面层的化学表征及力学表征方面要作为重点课题进行，弄清界面层的化学组成（含化合物）和应力、应变与位移的测定。因为界面层的弹性模量和泊松比等影响材料宏观性能很大。如果在这方面能有所突破，我国在界面控制与设计进而在材料设计方面将能赶上并超过国际水平。

为了使科学技术迅速转化为生产力，建议国家自然科学基金会要求新材料设计的研究成果必须有达到材料预期的宏观性能的各项工艺参数。

我国要尽快赶上现代材料科学的发展，需有针对性选择性的做好国际合作交流，建议：

(1) 在陶瓷基复合材料方面与美国加州大学材料系及机械系进行合作交流，金属基复合

?1994-2018 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

材料与美国辛辛那提大学材料系进行合作交流，聚合物基复合材料与美国克利夫兰市的 Case Western Reserve University 材料系进行合作交流。

(2) 由于疲劳将导致层合复合材料发生损伤，最后导致断裂，考虑各个损伤因素互相偶合，对材料刚度与残余寿命的估算，是复合材料结构设计人员迫切需要解决的问题。建议与美国佛琴尼亚理工学院复合材料研究中心进行合作交流。

(3) 为防止涂层材料线膨胀系数及弹性系数与其基体的不匹配，涂层材料断裂分析与设计十分重要，建议这方面的研究与美国辛辛那提大学材料系合作交流。

合作方式可根据合作项目的要求，双方在各自的国家申请自然科学基金。

(4) 最近四届的国际复合材料会议，我国入选的论文总数占第二位。但由于赴会费用昂贵，每届会议我国仅有 15 人左右与会。为使我国学者有更多的机会进行国际间学术交流，建议我国申办第 12 届国际复合材料会议 (1999 年) 在北京召开，希望国家自然科学基金委员会大力支持。

DISCUSSION AND DEVELOPMENT OF COMPOSITE MATERIALS ON CONTROL AND DESIGN IN NINTH INTERNATIONAL CONFERENCE OF COMPOSITE MATERIALS

Jiang Yongqiu

(*Xian Jiaotong University*, *Xian* 710049)

Abstract The conference stresses on the characterization of interface (interlayer, interphase) and its control & design for the research of composite materials. If there is no sufficient knowledge of the interface with its characterization, it will be impossible to control and design the interface between fiber and matrix of composite materials. On the other hand, the purpose is to meet the required macromechanical properties of the composite materials by controlling and designing the interface. The residual stress of the interface has great effect on the macromechanical properties of the composite materials. This problem could be solved by way of micromechanics → Mesomechanics → Macromechanics. The greatest difficulty is how to measure Young's modulus of the interphase of composite materials.

Key words Composite materials, Design of materials, Control of interface, Design of interface, Interphase

?1994-2018 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net