

DOI: 10.11883/bzycj-2020-0104

高温空气下 C/SiC 复合材料断裂韧性实时测试和微观结构表征分析*

陈伟华¹, 王丽燕¹, 张晗翌¹, 李冠姝², 迟蓬涛¹, 马 静³

(1. 中国运载火箭技术研究院空间物理重点实验室, 北京 100076;

2. 哈尔滨工业大学化工学院, 黑龙江 哈尔滨 150001;

3. 首都航天机械有限公司, 北京 100076)

摘要: 为了研究高温空气下 C/SiC 复合材料断裂韧性和微观结构, 采用单边切口梁三点弯曲法实时测试了 C/SiC 复合材料在高温空气下的断裂韧性, 并采用电子扫描显微镜 (scanning electron microscope, SEM) 和 X 射线衍射分析仪 (X-ray diffraction, XRD) 分析了复合材料在不同温度下的破坏断口和失效机制。研究表明随测试温度升高, C/SiC 复合材料断裂韧性降低, 材料的断裂形式由脆性断裂逐渐演变成塑性断裂。从室温升温到 1 000 °C 测试温度条件下, C/SiC 复合材料的断裂韧性由 12.5 MPa·m^{1/2} 降低为 10.96 MPa·m^{1/2}, 降幅仅为 12%, C/SiC 复合材料高温断裂韧性好。不同温度下, 材料呈现出不同形式的断裂形貌。常温下断口形貌主要可以看到纤维拔出现象, 随着温度的升高, 该现象基本消失, 断裂截面变得更平整, 材料的强度主要取决于基体的强度。

关键词: C/SiC 复合材料; 断裂韧性; 微观结构; 实时测量; 高温空气

中图分类号: O346.1; TB332

国标学科代码: 1301545

文献标志码: A

In-situ measurements of fracture toughness and microstructure characterization of C/SiC composites at elevated temperatures in air

CHEN Weihua¹, WANG Liyan¹, ZHANG Hanyi¹, LI Guanshu², CHI Pengtao¹, MA Jing³

(1. *Science and Technology on Space Physics Laboratory, China Academy of Launch Vehicle Technology, Beijing 100076, China;*

2. *School of Chemical Engineering and Technology, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, Heilongjiang, China;*

3. *Capital Aerospace Machinery Limited Company, Beijing 100076, China*)

Abstract: To study the fracture toughness and microstructure of C/SiC composites at elevated temperature in air, the fracture toughness of C/SiC composites at elevated temperature in air was in-situ measured by SENB (single edge notch beam) under TPB (three point bending) method. The fracture and failure mechanism of the composites at different temperatures were analyzed by SEM (scanning electron microscope) and XRD (X-ray diffraction). The results show that with the increase of temperature, the fracture toughness of C/SiC composites decreases, and the fracture mode gradually changes from brittle fracture to plastic fracture. The fracture toughness of C/SiC composites decreases from 12.504 MPa·m^{1/2} to 10.958 MPa·m^{1/2} with a reduction of 12% from room temperature to 1 000 °C. The material exhibits a good high-temperature fracture toughness. Under different temperatures, the material exhibits different modes of fracture morphology. At the normal temperature, the fracture morphology can mainly show the phenomenon of fiber pull-out. With the increase of temperature, the phenomenon basically disappears, the fracture cross section becomes flatter, and the strength of the material mainly depends on the strength of the substrate.

Keywords: C/SiC composites; fracture toughness; microstructure; in-situ measurements; elevated temperature in air

* 收稿日期: 2020-04-08 ; 修回日期: 2020-08-14

通信作者: 陈伟华(1984—), 男, 硕士, 高级工程师, veihua1984@163.com

碳纤维增强碳化硅陶瓷基复合材料(C/SiC)是一种发展迅速的先进复合材料,具有耐高温、高强度、低密度和抗冲击性的特点,并且具有优异的耐烧蚀性能和耐腐蚀性能,在航空航天和国防军工领域有广阔的应用前景^[1-2],被认为是可重复利用高速飞行器关键结构材料和功能材料^[3]。欧空局将 C/SiC 复合材料作为研制可重复使用飞行器的重要材料^[4],美国国家航空航天局也在 X-33、X-37 系列验证机上的许多部件采用 C/SiC 复合材料替代原有金属材料^[5]。随着 C/SiC 复合材料的大范围应用,深入系统研究其高温氧化条件下的力学性能非常必要。

近年来,国内外学者对 C/SiC 复合材料的高温拉伸^[6-8]、剪切^[9]、弯曲^[10]等性能进行了大量研究,取得了优异成果。陈俊等^[11]利用自主研发的高温散斑技术和改进的三维变形光学测试系统对采用先驱体浸渍裂解法制备三维编织的 C/SiC 复合材料进行研究,发现随着温度的升高,材料由脆性断裂逐渐转变为韧性断裂。索涛等^[12]通过试验研究了 2D C/SiC 复合材料在 20~600 °C 时压缩性能,发现高温下 C/SiC 复合材料仍有较好的抗压能力,且 600 °C 时压缩强度较 20 °C 仅下降 10%。Chen 等^[13]用三点弯曲法对 PIP 工艺处理的 2D C/SiC-TaC 复合材料的断裂强度进行研究,得到了材料的断裂强度在 1 200 °C、1 800 和 2 000 °C 时分别为 174(室温下的 74%)、98 和 122 MPa,即随温度从室温升高到 1 800 °C, C/SiC-TaC 复合材料的断裂韧性线性下降。Labrugère 等^[14-15]对 2D nicalon/C/SiC 复合材料的高温拉伸及三点弯曲试验结果表明,2D nicalon/C/SiC 复合材料在 1 100~1 300 °C 表现出优异的力学性能。迄今, C/SiC 材料高温力学性能研究成果大多是在真空或氩气环境中获得,与材料在航空航天领域实际服役环境很不相同。材料在服役过程中处于有氧环境,且承受高温和气动剪切作用。高温下复合材料内产生大量微裂纹,氧易沿裂纹进入材料内部,与碳发生氧化反应,改变材料性能^[16]。

本文中采用单边切口梁三点弯曲法,研究采用 ICVI-PyC 联合工艺制备的 C/SiC 复合材料,在高温空气条件下的断裂强度和断裂韧性,并通过电子扫描显微镜 (scanning electron microscope, SEM) 和 X 射线衍射分析仪 (X-ray diffraction, XRD) 等方法从根本上分析其影响因素。

1 试 验

1.1 试样制备

先将 T300 纤维通过 2D 编织制成碳纤维预制体,再采用等温化学气相浸渗法(isothermal chemical vapor infiltration, ICVI)致密。为了改善纤维和基体之间的结合力,材料制备分 3 阶段完成。首先为 ICVI-PyC 界面层制备阶段,该阶段制备过程中对纤维进行高温处理,直到预制体沉碳量检测合格后界面制备完成。其次为 ICVI-SiC 制备,利用 ICVI 法在预制体内沉积多层 SiC 基体,此过程中 H₂ 为载气, Ar 为稀释气,制备温度为 1 100 °C;经过沉积、粗加工、沉积多轮工艺后得到样品初样,然后经过精加工得到 100 mm×100 mm×3 mm 平板状 C/SiC 试验件。最后,在试验件表面多次采用 ICVI 工艺,形成多层防氧化 SiC 涂层,经表面打磨、抛光完成试验件制备。

1.2 试验原理

本文中 C/SiC 材料断裂韧性采用单边切口梁三点弯曲法进行测试,试验参照 GB/T 23806-2009《精细陶瓷断裂韧性试验方法》^[17]。试验件如图 1 所示,长 18 mm,宽 3 mm,高 4 mm,切口深度为 2 mm。试验在 INSTRON 8862 万能疲劳试验机上完成,如图 2 所示,跨距为 16 mm,加载速率为 0.05 mm/min,测试升温速率为 10 °C/min,升至 800 和 1 000 °C,保温 30 min。测试温度分别为 25、800 和 1 000 °C,试验结果为 5 根试样的平均值,根据下式计算得到材料的断裂韧性^[17]:

$$K_{IC} = \frac{3PS}{2WH^2} a^{1/2} f\left(\frac{a}{H}\right) \quad (1)$$

$$f(a/H) = 1.93 - 3.07(a/H) + 13.66(a/H)^2 - 23.98(a/H)^3 + 25.22(a/H)^4 \quad (2)$$

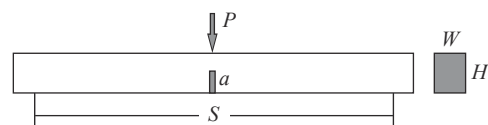


图 1 断裂韧性测试示意图

Fig. 1 Diagram of fracture toughness test

式中: K_{IC} 为断裂韧性, P 为断裂载荷, S 为跨距, a 为切口深度, W 为宽度, H 为高度。

为了模拟真实环境, 整个加热氛围为有氧环境, 其中氧含量为 21%, 氧分压为 21.2 kPa。图 3 为断裂韧性测试前后样品宏观形貌。

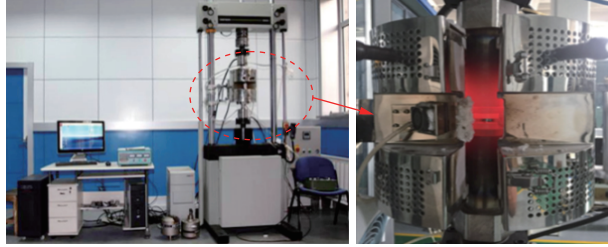
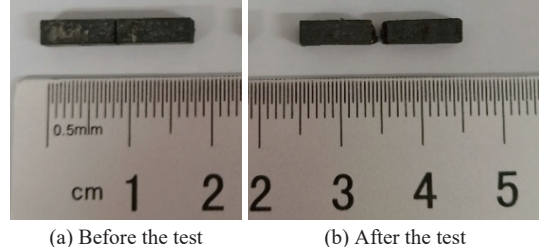


图 2 试验系统

Fig. 2 Test system



(a) Before the test

(b) After the test

图 3 试验前后样品

Fig. 3 Sample before and after the test

2 结果与讨论

2.1 物相表征和形貌表征

图 4 给出了常温下 C/SiC 复合材料的表面和断面扫描电子显微镜 (scanning electron microscope, SEM) 图片, 从图中可以看出, 复合材料的纤维丝和单丝间的基体填充均较为紧密, 无明显孔洞。

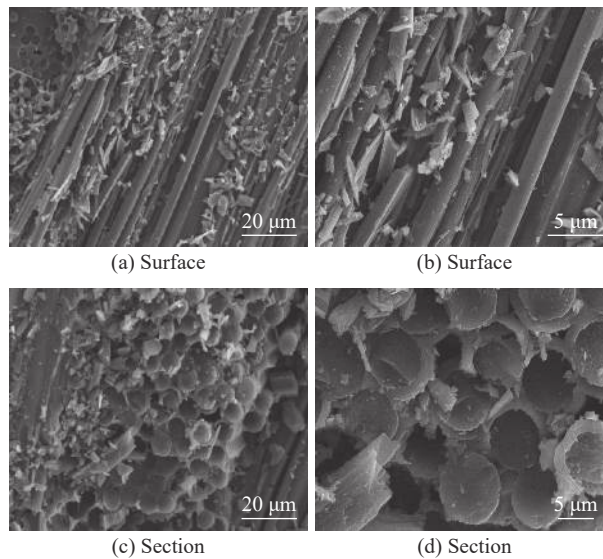


图 4 常温下 C/SiC 复合材料的微观形貌

Fig. 4 Microscopic morphologies of C/SiC composites at 25 °C

采用 X 射线衍射分析仪对材料进行表征, 分析 25 ~ 1 000 °C 氧化氛围下相组成的变化及 C/SiC 复合材料各组分随温度升高的变化规律。图 5 给出了 C/SiC 试样在不同温度下的 X 射线衍射 (X-ray diffraction, XRD,) 谱, 对比标准卡片发现, 2θ 角为 22° 和 44° 时的 2 个衍射峰分别与 C 的 (120) 和 (111) 晶面衍射峰相对应。2 θ 角约等于 35.5° 位置的衍射峰与基体的 (111) 晶面衍射峰相对应, 且在 2 θ 角为 60°、71.5° 和 75.5° 时的衍射峰分别与 SiC 的 (220)、(311) 和 (222) 晶面衍射峰相对应。同时, 由图 5 可知, 在 25 ~ 1 000 °C 范围内, 材料具有相同的结构, 表明在此温度区间内材料保持了室温相, 其热稳定性较好。

图 6 是复合材料的不同温度下 XRD 局部放大图, 可以看出, 25 ~ 600 °C 时, 随着温度的升高, 2θ 变小, 约减小 0.078°。600 ~ 1 000 °C 时, 随着温度的升高, 2θ 增大 0.02°。整体上看, 25 ~ 1 000 °C 时,

SiC 的特征峰随温度的升高, 往低角度方向偏移。根据 Bragg 方程^[18]可知, 2θ 变小, 晶面间距变大, 它的晶胞参数总体上变大。

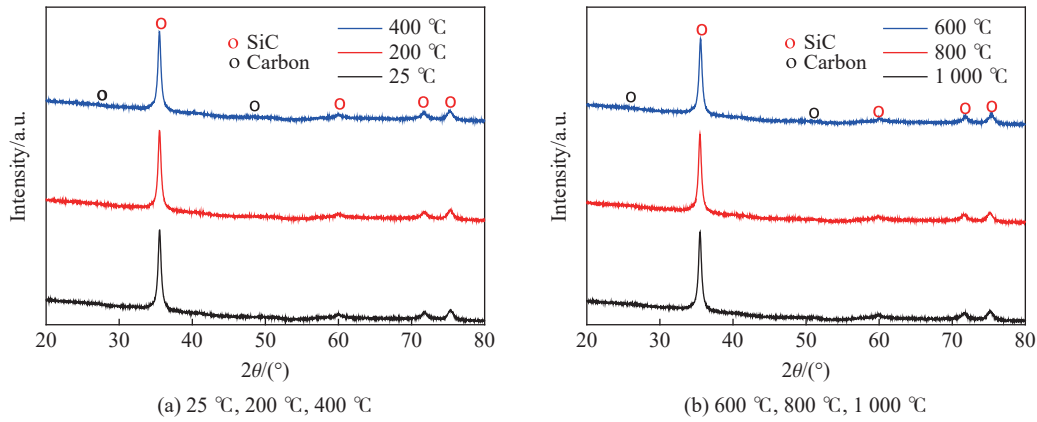


图 5 不同温度下复合材料的 XRD 谱

Fig. 5 XRD patterns of composites at different temperatures

图 7 所示为 C/SiC 复合材料在含氧氛围条件下的热重曲线(氧分压为 21.2 kPa), 升温速率为 20 °C/min, 从室温加热到 800 °C, 时长 40 min。热失重百分比为剩余质量与原始质量之比:

$$\Delta m = \frac{m}{m_0} \times 100\% \quad (3)$$

式中: Δm 为质量剩余百分比, m 为试样剩余质量, m_0 为试样原始质量。

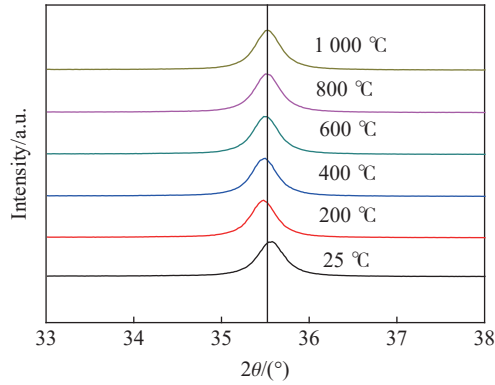


图 6 不同温度下复合材料的 XRD 局部放大图

Fig. 6 XRD partial enlargement of composite materials at different temperatures

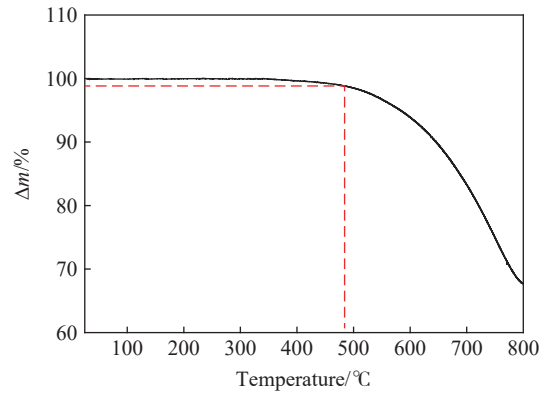


图 7 C/SiC 复合材料热重曲线

Fig. 7 Thermogravimetric curve of C/SiC composites

由图 7 可知, 从 25 °C 逐渐升温到 100 °C 时, 试样质量微量减少, 此时吸附在试样表面的水分随温度升高排出材料表面。由 100 °C 升温至 500 °C 时, 样品质量出现微小波动, 因为氧气在样品表面发生了吸附/解附现象。样品在约 500 °C 时, 质量开始快速下降, 材料出现明显失重现象, 这主要是由碳纤维被氧化消耗导致。表明在高于 500 °C 有氧氛围下, C/SiC 材料长时间暴露, 材料中的纤维会与氧发生反应, 导致复合材料力学性能变化, 若采取措施降低碳纤维的暴露几率, 可大幅度提升材料的力学性能。其中, C/SiC 材料的氧化失重过程为:



2.2 高温断裂韧性测试分析

图 8 给出了不同测试温度下 C/SiC 材料断裂韧性载荷-位移曲线。测试过程中按加载速率为 0.05 mm/min 渐次增加作用在试样上的力, 当作用力增大到最大值时, 试样失效, 此时获得的最大载荷为复合材料在此试验条件下断裂载荷。从图 8 中可知, 载荷达到最高点后, 缓慢下降, 而未出现常规脆性断裂中载荷断崖式下降的现象。说明此试验条件下复合材料没有马上失效, 而是仍能承受部分载荷。因为 C/SiC 复合材料中有碳纤维增韧相存在, 在受到较大载荷作用时, 碳纤维增韧相起到一定的缓冲作用, 使复合材料不会马上发生显著破坏。在高温下, 材料中碳化硅基体不断地产生裂纹, 然后碳纤维开始承担载荷。且随着温度的升高, 碳纤维与碳化硅基体间界面结合力下降, 纤维能够较好地拔出, 承担主要载荷, 材料表现出假塑性特征。随载荷继续增大, 纤维承担了大部分的载荷, 当载荷增大到最高点, 材料达到了极限强度, 之后材料中未断的纤维仍能承担部分载荷, 并不断脱粘、拔出, 在曲线上表现为呈阶梯状下降, 直至材料最终断裂^[19]。根据载荷位移测量结果, 通过式(1)和式(2), 计算得到不同温度下复合材料的断裂韧性, 得到如图 9 所示结果。

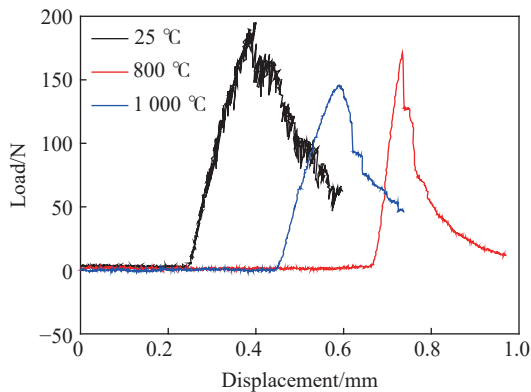


图 8 不同温度下材料断裂韧性的载荷-位移曲线

Fig. 8 Load-displacement curves of fracture toughness of composites at different temperatures

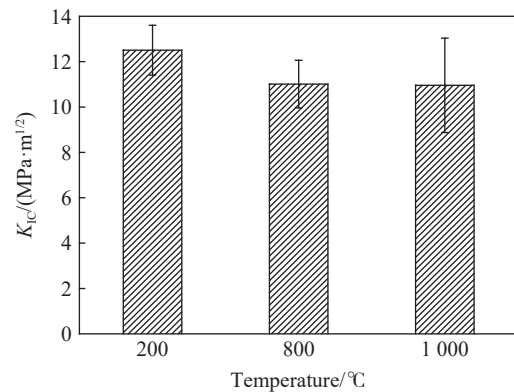


图 9 复合材料不同温度下的断裂韧性

Fig. 9 Fracture toughness of composites at different temperatures

图 9 给出了 C/SiC 材料在室温、800 和 1 000 °C 时的断裂韧性。试验测试条件下, 25、800 和 1 000 °C 时复合材料的断裂韧性分别为 12.5、11.01 和 10.96 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 。随着温度的升高复合材料的断裂韧性整体上呈现降低趋势, 800 和 1 000 °C 时材料抗压强度变化较小。但与室温时相比, 温度升高到 1 000 °C 时断裂韧性降低了 12%, 变化显著。

2.3 SEM 和 XRD 测试分析

高温空气条件下 C/SiC 复合材料会发生氧化, 此高温氧化现象会对其力学性能产生影响。对不同温度下断裂韧性测试后的试样采用 SEM 和 XRD 进行分析, 探究试样的氧化情况。图 10 给出了不同温度下试样的能谱分析(energy dispersive spectrometer, EDS)图, 表 1~3 给出了对应温度下 EDS 谱图结果, 其中原子百分比等于标定原子数与标定原子总数之比, 质量百分比等于标定原子质量与标定原子总质量之比。从图 10(a)和表 1 可以看到, 常温下 C/SiC 复合材料含有 C、Si 和 O 等 3 种元素, 随着温度的升高, 由图 10(b)~(c)和表 2~3 可以看到 O 元素的含量显著增大, C 元素含量快速下降, Si 元素先增加后减少, 表明有氧条件下, 随着温度升高, 试样被逐渐氧化, 有新的相生成。

图 11 给出了不同温度下测试后试样的 XRD 谱图。从图中可以看到, 从 25 °C 到 1 000 °C 试样中碳的衍射峰明显降低, 因为在有氧氛围下, 碳纤维在温度高于 500 °C 时很容易与氧发生氧化反应, 使纤维变细, 增韧作用减弱, 导致 C/SiC 材料的整体力学性能降低。另一方面, 高温下出现了 SiO_2 晶体的衍射峰, 说明在此试验条件下氧与基体中的碳化硅发生了反应, 生成了二氧化硅。从 25~1 000 °C 有氧条件

下复合材料断裂韧性测试结果来看, 高温下材料的断裂韧性虽然有所衰减, 但下降不是很显著, 降幅仅为 12%。主要是因为高温下作为增韧相的碳纤维虽然与氧发生了氧化反应, 但同时作为基体的碳化硅也与氧发生了反应, 生成了少量的液态二氧化硅, 游离在材料表面, 阻止了氧气进一步渗进试样内部, 保护内部碳化硅基体和碳纤维。这一过程可用以下反应式描述:

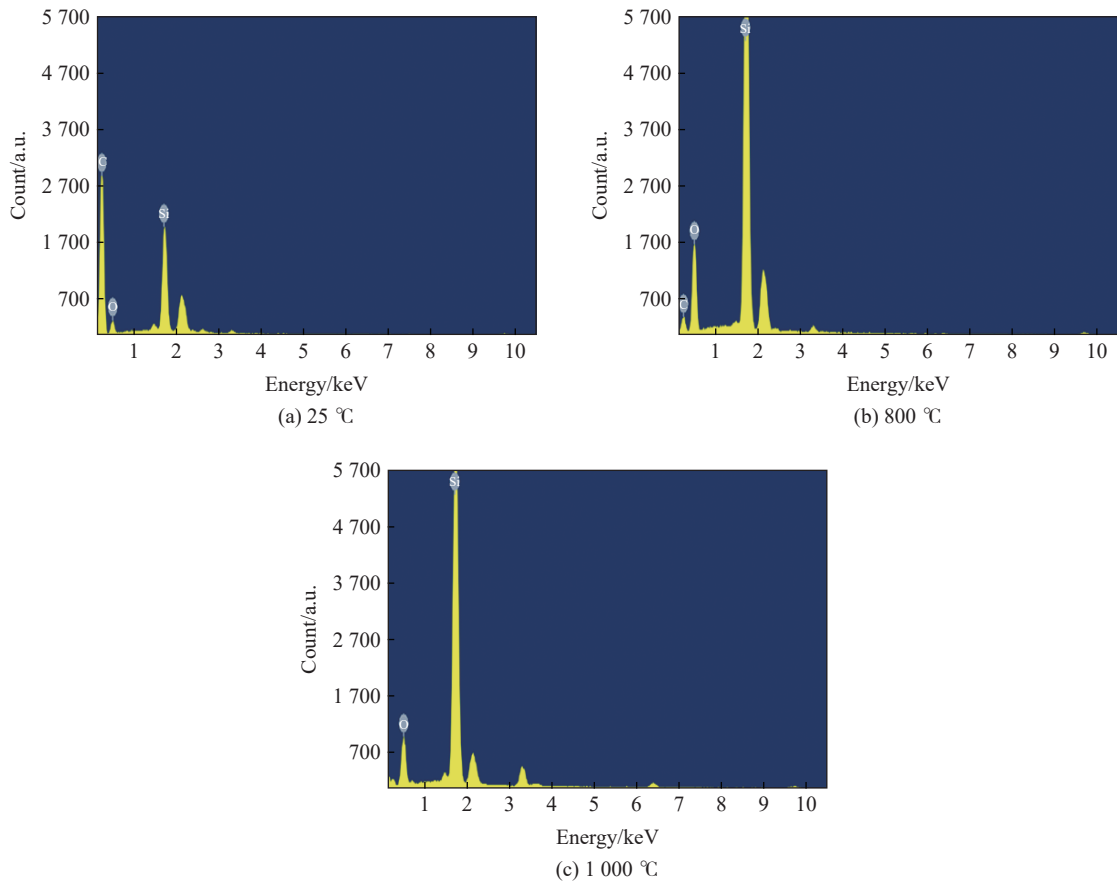
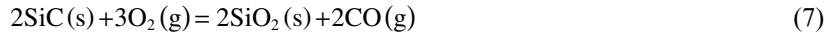


图 10 断裂韧性测试后样品能谱图

Fig. 10 Spectral energy spectra of composite fracture toughness test

表 1 25 °C 时 EDS 能谱

Table 1 EDS energy at 25 °C

元素	质量百分比/%	原子百分比/%
C, K	78.56	86.47
Si, K	11.79	5.55
O, K	9.65	7.98
总计	100.00	100.00

表 2 800 °C 时 EDS 能谱

Table 2 EDS energy at 800 °C

元素	质量百分比/%	原子百分比/%
C, K	18.84	20.12
Si, K	46.69	30.87
O, K	34.48	40.02
总计	100.00	100.00

图 12 展示了 25 °C 有氧条件下试样断裂韧性试验后的断口形貌。由图可知, 材料的纤维丝和单丝间的基体填充均较为紧密, 纤维与基体之间无明显缝隙。试样断口表面凹凸不平, 碳纤维断裂和拔出现象显著。试样中碳纤维 2D 编织, 在断面的法向上均有碳纤维束存在, 该方向上的碳纤维从基体中拔出, 并在基体中留下孔洞, 这种现象使复合材料在断裂过程中通过裂纹偏转、纤维断裂和纤维拔出吸收能量, 有利于提高复合材料的断裂韧性并起到增韧效果。尽管大多数碳纤维也以碳纤维束的形式整体拔出, 但同一纤维束的纤维拔出长度长短不一, 相邻断面高低起伏。因为, 在界面强度较高时, 基体中的微裂纹沿界面扩展, 使应力在相邻碳纤维附近集中, 导致材料断裂时相邻碳纤维的断面基本在一个平面上^[20]。而当界面强度较低时, 纤维与基体容易分离, 应力不会在相邻碳纤维附近集中, 因而相邻碳纤维断面参差不齐。常温下复合材料断口为解理断口, 是脆性断裂。

表 3 1000 °C 时 EDS 能谱
Table 3 EDS energy at 1000 °C

元素	质量百分比/%	原子百分比/%
Si, K	33.80	47.27
O, K	66.20	52.73
总计	100.00	100.00

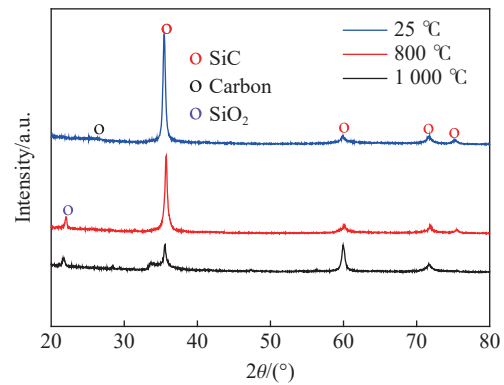


图 11 复合材料断裂韧性测试后样品的 XRD 谱图

Fig. 11 XRD pattern of samples after fracture toughness test of composites

图 13 展示了 800 和 1000 °C 两个高温条件下试样断裂韧性测试后的断口形貌。由图 13 可知, 高温有氧条件下试样断口处纤维拔出现象基本消失, 部分被拔出的碳纤维也被氧化变细, 残留碳化硅基体, 在图中可以看到纤维离开基体后留下浅孔洞。随着温度的升高, 材料的断裂截面变得更加平整, 纤维与基体之间缝隙明显, 因而可推测, 随着温度的升高, 纤维氧化加快, 材料的断裂形式由脆性断裂逐渐演变成塑性断裂, 并呈现出不同形式的断裂形貌。

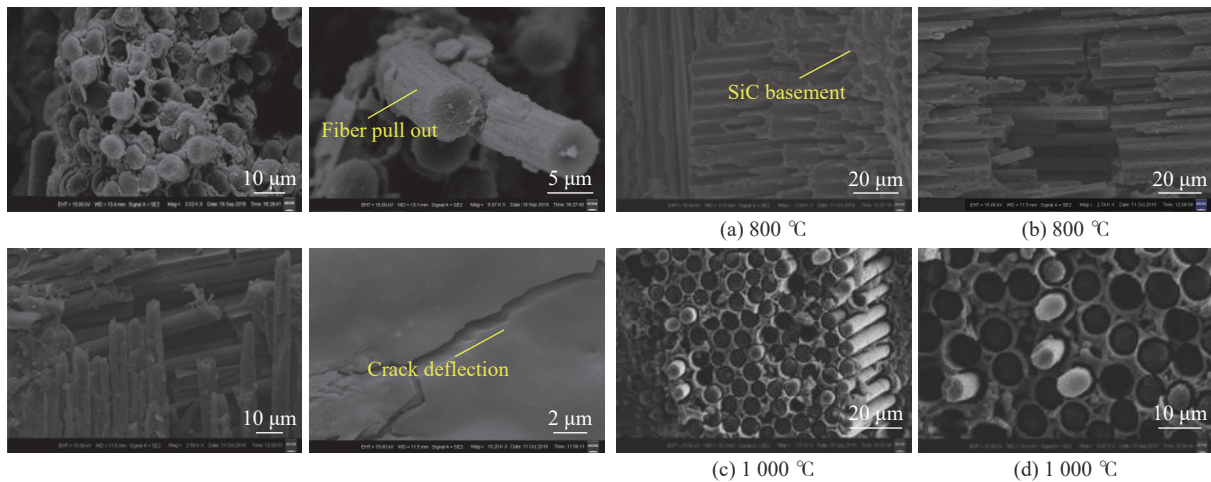


图 12 常温下断裂测试断口微观形貌
Fig. 12 Fracture microscopic topography at normal temperature

图 13 高温下断裂韧性测试后的断口微观形貌
Fig. 13 Fracture micromorphology after fracture toughness test at elevated temperatures

3 结 论

通过对不同温度空气条件下 C/SiC 复合材料热重分析、断裂韧性实时测试及微观结构表征分析,得到如下结论。

(1)在室温~1 000 °C 高温下含氧氛围中 C/SiC 复合材料的相组成结构没有发生变化,保持了室温相,该材料具有很高的热稳定性。

(2)随测试温度升高,C/SiC 复合材料断裂韧性降低,材料性能衰减。在室温到 1 000 °C 测试温度条件下,材料的断裂韧性由 12.5 MPa·m^{1/2} 降低为 10.96 MPa·m^{1/2},降幅仅为 12%,材料的高温断裂韧性较好。

(3)随着温度的升高,材料由脆性断裂逐渐演变成塑性断裂,并呈现出不同的断裂形貌。常温下断口形貌主要可以看到纤维拔出现象,随着温度的升高,该现象基本消失,纤维变细,纤维与基体之间缝隙明显,断裂截面也变得更平整,此时材料的强度主要取决于基体的强度。

参考文献:

- [1] MA Q S, LIU H T, PAN Y, et al. Research progress on the application of C/SiC composites in scram jet [J]. *Journal of Inorganic Materials*, 2014, 28(3): 247–255. DOI: 10.3724/SPJ.1077.2013.12466.
- [2] LIU W, CHEN Z H, WANG S. Progress of actively cooled ceramic matrix composites applied in advanced propulsion systems [J]. *Material Engineering*, 2012(11): 92–96. DOI: info:doi/10.3969/j.issn.1001-4381.2013.06.001.
- [3] 张立同, 成来飞, 徐永东. 新型碳化硅陶瓷基复合材料的研究进展 [J]. *航空制造技术*, 2003(1): 24–32. DOI: 10.3969/j.issn.1671-833X.2003.01.009.
ZHANG L T, CHENG L F, XU Y D. Progress in re-search work of new CMC-SiC [J]. *Aeronautical Manufacturing Technology*, 2003(1): 24–32. DOI: 10.3969/j.issn.1671-833X.2003.01.009.
- [4] 秦淑颖, 闫联生, 崔红, 等. Cf/SiC 陶瓷基复合材料在航空航天领域的研究与应用 [J]. *材料导报*, 2007, 21(S2): 239–240, 252. DOI: 10.3321/j.issn:1005-023X.2007.z2.084.
QIN S Y, YAN L SH, CUI H, et al. Application and development of Cf/SiC ceramic matrix composites in aerospace [J]. *Materials Review*, 2007, 21(S2): 239–240, 252. DOI: 10.3321/j.issn:1005-023X.2007.z2.084.
- [5] IMUTA M, GOTON J. Development of high temperature materials including CMCs for space application [J]. *Key Engineering Material*, 1999, 164–165: 439–444. DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.164-165.439.
- [6] CHEN X, LI Y, SHI C, et al. The dynamic tensile properties of 2D-C/SiC composites at elevated temperatures [J]. *International Journal of Impact Engineering*, 2015, 79(5): 75–82. DOI: 10.1016/j.ijimpeng.2014.10.006.
- [7] 徐颖, 邵彬彬, 许维伟, 等. 短切碳纤维 C/SiC 陶瓷基复合材料的动态劈裂拉伸实验 [J]. *爆炸与冲击*, 2017, 37(2): 315–322. DOI: 10.11883/1001-1455(2017)02-0315-08.
XU Y, SHAO B B, XU W W, et al. Dynamic splitting tensile test of short carbon fiber C/SiC ceramic matrix composites [J]. *Explosion and Shock Waves*, 2017, 37(2): 315–322. DOI: 10.11883/1001-1455(2017)02-0315-08.
- [8] 陈焯, 程礼, 陈卫. 二维 C/SiC 复合材料准静态和动态拉伸力学性能 [J]. *复合材料学报*, 2016, 33(12): 2846–2853. DOI: 10.13801/j.cnki.fhclxb.20160330.002.
CHEN X, CHEN L, CHEN W, et al. Quai-static and dynamic tensile mechanical properties of two dimensional C/SiC composites [J]. *Acta Materiae Compositae Sinica*, 2016, 33(12): 2846–2853. DOI: 10.13801/j.cnki.fhclxb.20160330.002.
- [9] WANG H L, ZHANG C Y, LIU Y S, et al. Temperature dependency of interlaminar shear strength of 2D C/SiC composites [J]. *Materials & Design*, 2012, 36(4): 172–176. DOI: 10.1016/j.matdes.2011.10.048.
- [10] 姜娟, 李开元, 范尚武, 等. C/C 多孔体的高温热处理对 C/SiC 复合材料结构及力学性能的影响 [J]. *材料导报 B*, 2013, 27(1): 86–88. DOI: 10.3969/j.issn.1005-023X.2013.02.023.
JIANG J, LI K Y, FAN S W, et al. The effects of heat treatment of C/C porous substance on microstructure and mechanical property of C/SiC composites [J]. *Materials Reports B*, 2013, 27(1): 86–88. DOI: 10.3969/j.issn.1005-023X.2013.02.023.
- [11] 陈俊, 倡明森, 张人发, 等. 高温下 C/SiC 复合材料弯曲断裂性能实时测试和微观结构表征分析 [J]. *实验力学*, 2016, 31(4): 244–252. DOI: 10.7520/1001-4888-15-139.

- CHEN J, SI M S, ZHANG R F, et al. In-situ measurements of bending fracture behavior and microstructure analysis of C/SiC composites under high temperatures [J]. *Journal of Experimental Mechanics*, 2016, 31(4): 244–252. DOI: 10.7520/1001-4888-15-139.
- [12] 索涛, 李玉龙, 刘明爽. 二维 C/SiC 复合材料高温压缩力学行为研究 [J]. *兵工学报*, 2010, 31(4): 516–520.
SUO T, LI Y L, LIU M S. Research on mechanical behavior of 2D C/SiC composites at elevated temperature under uniaxial compression [J]. *Acta Armamentarii*, 2010, 31(4): 516–520.
- [13] CHEN S A, HU H, ZHANG Y, et al. Effects of TaC amount on the properties of 2D C/SiC-TaC composites prepared via precursor infiltration and pyrolysis [J]. *Materials & Design*, 2013, 51: 19–24. DOI: 10.1016/j.matdes.2013.03.073.
- [14] LABRUGÈRE C, GUETTE A, NASLAIN R. Effect of ageing treatments at high temperature on the microstructure and mechanical behavior of 2D nicalon/C/SiC composites 1: ageing under vacuum or argon [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 1997, 17(5): 623–640. DOI: 10.1016/S0955-2219(96)00204-X.
- [15] LABRUGÈRE C, GUETTE A, NASLAIN R. Effect of ageing treatments at high temperature on the microstructure and mechanical behavior of 2D nicalon/C/SiC composites 2: ageing under CO and influence of a SiC seal coating [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 1997, 17(5): 641–657. DOI: 10.1016/S0955-2219(96)00204-X.
- [16] 刘小瀛, 张钧, 张立同, 等. C/SiC 复合材料应力氧化失效机理 [J]. *无机材料学报*, 2006, 21(5): 1191–1196. DOI: CNKI: SUN:WGCL.0.2006-05-027.
LIU X Y, ZHANG J, ZHANG L T, et al. Failure mechanism of C/SiC composites under stress in oxidizing environments [J]. *Journal of Inorganic Materials*, 2006, 21(5): 1191–1196. DOI: CNKI:SUN:WGCL.0.2006-05-027.
- [17] 中国国家标准化管理委员会. 精细陶瓷断裂韧性试验方法: 单边预裂纹梁 (SEPB) 法: GBT 23806—2009[S]. 北京: 中国建筑材料科学研究总院, 2009.
- [18] 马俊, 熊信柏, 黎晓华, 等. 从 Bragg 方程的 Ewald 图建立倒易点阵概念 [J]. *化学教育*, 2018, 39(14): 12–15.
MA J, XIONG X B, LI X H, et al. Establishment of the concept of reciprocal lattice from Ewald diagram explanation on Bragg equation [J]. *Chinese Journal of Chemical Education*, 2018, 39(14): 12–15.
- [19] 李冠姝. SiC 基复合材料的制备及其高温力学性能研究 [D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2019.
LI G S. The produced process and the high-temperature mechanical properties of SiC matrix composite [D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2019.
- [20] 殷晓光. C/SiC 陶瓷基复合材料的力学及高温性能研究 [D]. 北京: 清华大学, 2011.
YIN X G. Research on mechanical and high temperature properties of C/SiC ceramic matrix composites [D]. Beijing: Tsinghua University, 2011.

(责任编辑 王易难)