



C_f/SiC 陶瓷管的制备及性能研究

陶吉雨,陈建军,田依航,阚厚才

(浙江理工大学材料科学与工程学院,杭州 310018)

摘要:为解决传统成型工艺难以制备纤维增强 SiC 陶瓷管等问题,采用纳米 SiC 浆料浸渍碳纤维无纺布,经无纺布的卷管成型工艺制成碳纤维增强碳化硅(C_f/SiC)陶瓷管预制体。通过化学气相渗透(CVI)法制备 SiC 包覆层,采用先驱体浸渍裂解(PIP)法进行致密化得到 C_f/SiC 陶瓷管;分析 CVI 工艺对 SiC 包覆层的微观形貌、陶瓷管的微观形貌和力学性能的影响,以及 PIP 工艺对陶瓷管微观形貌、孔隙率、密度、力学性能和导热性能的影响。结果表明:CVI 制备 SiC 包覆层的最佳工艺条件为反应温度 1100 °C、反应时间 2 h,经过 CVI 沉积 SiC 包覆层后陶瓷管的环向强度得到提升,从 12.01 MPa 增加到 13.52 MPa;经过 PIP 工艺后,C_f/SiC 陶瓷管的孔隙率降低至 18.3%,密度增加到 2.27 g/cm³,环向强度达到 12.04 MPa;当 PCS 质量分数从 5% 增加到 20% 时,陶瓷管的环向强度从 10.13 MPa 增加到 16.91 MPa;经过致密化后的 C_f/SiC 陶瓷管导热性能得到了提升。该研究提出了一种适用于纤维增强陶瓷管的卷管成型和致密化工艺,可为纤维增强 SiC 陶瓷管的制备提供参考。

关键词: C_f/SiC 陶瓷管;卷管成型;化学气相渗透;SiC 包覆层;先驱体浸渍裂解

中图分类号: TB332

文献标志码: A

文章编号: 1673-3851 (2025) 01-0060-10

引文格式:陶吉雨,陈建军,田依航,等. C_f/SiC 陶瓷管的制备及性能研究[J]. 浙江理工大学学报(自然科学), 2025,53(1):60-69.

Reference Format: TAO Jiyu, CHEN Jianjun, TIAN Yihang, et al. A study on the preparation and properties of C_f/SiC ceramic tubes[J]. Journal of Zhejiang Sci-Tech University, 2025, 53(1): 60-69.

A study on the preparation and properties of C_f/SiC ceramic tubes

TAO Jiyu, CHEN Jianjun, TIAN Yihang, KAN Houcai

(School of Materials Science & Engineering, Zhejiang Sci-Tech University, Hangzhou 310018, China)

Abstract: To solve the problems such as difficulty in preparing fiber-reinforced SiC ceramic tubes by conventional molding process, the carbon fiber reinforced silicon carbide (C_f/SiC) ceramic tube prefabs were made from carbon fiber nonwoven fabric impregnated with nano-SiC slurry through the coiling molding process. The SiC cladding layer was prepared by the chemical vapor infiltration (CVI) process, and the C_f/SiC ceramic tubes were densified by the precursor impregnation and pyrolysis (PIP) process. The effects of CVI on the micro-morphology of the SiC cladding layer, and micro-morphology and mechanical properties of ceramic tubes, as well as the effects of the PIP process on the micro-morphology, porosity, density, mechanical property and thermal conductivity of the ceramic tubes were studied. The results showed that the optimal CVI process conditions for preparing the SiC cladding layer was at 1100 °C for 2 h. The hoop strength of ceramic tubes was increased from 12.01 MPa to 13.52 MPa after the CVI process. After the PIP process, the porosity of the C_f/SiC ceramic tubes decreased to 18.3%, the density increased to 2.27 g/cm³, and the hoop strength reached 12.04 MPa, When the PCS mass fraction was

收稿日期: 2024-03-23 网络出版日期: 2024-06-12

基金项目: 国家自然科学基金项目(51872262)

作者简介: 陶吉雨(1998—),男,浙江嘉兴人,硕士研究生,主要从事 SiC 复合材料方面的研究。

通信作者: 陈建军, E-mail: chen@zstu.edu.cn

increased from 5% to 20%, the hoop strength of ceramic tubes increased from 10.13 MPa to 16.91 MPa. In addition, the thermal properties of C_f/SiC ceramic tubes was improved after densification. This study proposes a rolled tube and densification process applicable to fiber-reinforced ceramic tubes, which can provide reference for the preparation of fiber-reinforced SiC ceramic tubes.

Key words: C_f/SiC ceramic tube; rolled tube process; chemical vapor infiltration; SiC cladding layer; precursor impregnation and pyrolysis

0 引 言

碳化硅(SiC)陶瓷材料因具有耐高温、耐腐蚀以及良好的高热导率、抗热震性等特点^[1],特别适用于高温、酸碱腐蚀等恶劣环境。然而,传统的 SiC 陶瓷断裂韧性低,脆性大,在加工和应用领域受到极大限制^[2]。在 SiC 陶瓷中加入纤维可以有效延缓裂纹扩展^[3],是提高陶瓷材料断裂韧性最直接有效的途径,受到研究人员的广泛关注。目前,用于增韧的纤维主要包括碳纤维(C_f)^[4]、碳化硅纤维(SiC_f)^[5]、碳化硅纳米纤维(SiC_{nf})^[6]等。其中,碳纤维是一种典型的 SiC 复合材料的增强材料,碳纤维增强碳化硅(C_f/SiC)复合材料不仅保留了 SiC 陶瓷优异的高温性能,还克服了传统 SiC 陶瓷的脆性,韧性更高。与高温合金相比, C_f/SiC 复合材料还具有密度低($2\sim 3\text{ g/cm}^3$)^[7]、比强度和比模量高、环境适应性优异等优点,在高温换热和化工流体输送等领域具有广泛的应用前景,是目前最有潜力的高温热结构材料。

C_f/SiC 复合材料一般包括增强体、基体和界面层 3 个主要部分。碳纤维作为增强体,穿插在 SiC 基体中,构成三维网络结构。界面是纤维和基体之间的区域,界面强度对复合材料的力学性能有着显著影响^[8]。界面强度过强会阻碍界面脱黏,限制纤维拔出,裂纹扩展到界面时会直接进入纤维,造成纤维断裂,加剧复合材料的脆性断裂;反之,过弱的界面强度会引起基体脱黏,从而降低复合材料的力学性能^[9]。为了有效控制界面强度,研究人员在纤维与基体间引入界面层;这不仅能促进裂纹沿界面偏转,增加复合材料韧性,同时也能避免纤维表面与氧化物质发生反应,降低纤维损伤^[10]。目前,用于 SiC 陶瓷基复合材料的界面层主要包括裂解碳(PyC)^[11]、氮化硼(BN)^[12]和碳化硅(SiC)^[13]等多种类型。

纤维增强 SiC 陶瓷管在热交换器件^[14]以及核用包壳管^[15]等领域有着广泛的应用前景。纤维增强 SiC 陶瓷管因其工作环境的特殊性,需要具有一定的性能要求,如高温工作环境下的稳定性、较长的寿命周期以及力学强度的可靠性等。因此,陶瓷管

的制备工艺尤为重要,是影响其综合性能的关键因素。目前 SiC 陶瓷管主要采用离心成型^[16]、注浆成型^[17]或挤出成型^[18],并通过热压烧结^[19-20](HP)、前驱体浸渍裂解^[21-22](PIP)、化学气相渗透^[23-25](CVD)、反应熔渗^[26-27](RMI)等工艺制备。离心和注浆成型仅适用于无纤维增强 SiC 陶瓷管的成型,并不适用于具有复杂基体结构的纤维增强 SiC 陶瓷管;而挤出成型工艺在挤出过程中陶瓷管素坯容易发生弯曲,导致烧结后陶瓷管的直线度较差。

综上所述,传统成型技术制备纤维增强 SiC 陶瓷管仍存在较多不足之处,因此有必要探索适用于纤维增强 SiC 陶瓷管的成型和致密化技术。卷管成型是一种常见的管材制备工艺,广泛应用于纤维增强树脂基复合材料的成型^[28],但在陶瓷基复合材料的成型方面的报道较少。本文提出一种卷管成型工艺制备 C_f/SiC 陶瓷管的方法,以纳米 SiC 粉体浆料浸渍自制碳纤维无纺布后将其卷管成型,并先后通过 CVI 和 PIP 工艺致密化制备得到 C_f/SiC 陶瓷管;探讨了 CVI、PIP 工艺对 C_f/SiC 陶瓷管的微观形貌、力学性能和导热性能的影响。本文的研究对纤维增强 SiC 陶瓷管的制备工艺具有一定的参考价值。

1 实验部分

1.1 实验材料

SiC 粉体($0.8\text{ }\mu\text{m}$, 99.9%)购自山东青州微粉有限公司;短切碳纤维(5 mm)购自深圳碳烯技术有限公司;碳纤维无纺布为实验室自制;酚醛树脂(通用级)购自可隆化工(苏州)有限公司;聚碳硅烷(PCS,工业级)购自苏州赛力菲陶瓷纤维有限公司;二甲基二氯硅烷($(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2$)购自济南金邦环保科技有限公司;氩气(Ar, 99.9%)购自杭州今工特种气体有限公司。

1.2 制备流程

a)选用 $0.8\text{ }\mu\text{m}$ SiC 粉体配置固含量为 50%的 SiC 浆料,添加酚醛树脂粉作为固化定型剂,质量分数为 10%。采用 SiC 浆料浸涂碳纤维无纺布,然后

将其沿铁芯模具卷管成型,卷绕层数为 2 层,通过加热固化定型,在 800 °C 高温下裂解 90 min 后脱模得到 C_f/SiC 陶瓷管预制体。

b)将预制体的一端用石墨堵头封闭,在管式炉反应室内,以二氯二甲基硅烷((CH₃)₂SiCl₂)为硅源和碳源,氩气(Ar)为载气和保护气,Ar 流速为 40 mL/min,通过鼓泡法将二氯二甲基硅烷带入管式炉反应室内,保温时间为 1、2 h 和 3 h,反应温度为 900、1000 °C 和 1100 °C,反应气体渗透薄壁管内部沉积 SiC。CVI 实验示意图如图 1 所示。

c)将经过 CVI 的陶瓷管预制体以不同质量分数的 PCS 溶液(5%、10%、15%和 20%)进行真空浸渍,浸渍时间为 1 h。将浸渍后的样品置于烘箱中 80 °C 保温 2 h,再升温至 220 °C 保温 4 h,使 PCS 交联固化。最后将样品在 1100 °C、Ar 气氛下裂解 90 min。重复多次浸渍裂解步骤,得到致密化的 C_f/SiC 陶瓷管。

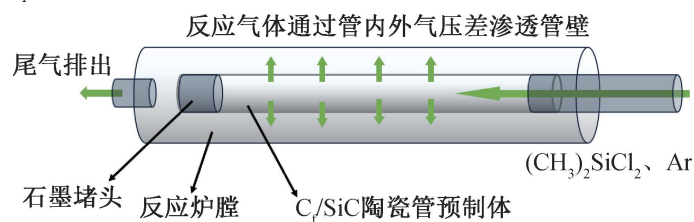


图 1 CVI 实验示意图

1.3 表征与测试

通过电动拉力试验机(ZQ-990B,东莞智取)对碳纤维无纺布的拉伸强度进行测试,拉伸速率为 1 mm/min,拉伸强度按式(1)计算:

$$\sigma_t = \frac{F}{bd} \quad (1)$$

其中: σ_t 为拉伸强度,MPa; F 为最大载荷,N; b 为样品宽度,mm; d 为样品厚度,mm。

通过阿基米德排水法测定陶瓷管的孔隙率和密度,孔隙率按式(2)进行计算,密度按式(3)进行计算,样品的增重率按式(4)进行计算:

$$P/\% = \frac{m_2 - m_1}{m_2 - m_3} \times 100 \quad (2)$$

$$\rho = \frac{m_1}{m_2 - m_3} \times \rho_0 \quad (3)$$

$$M/\% = \frac{m_{\text{后}} - m_{\text{前}}}{m_{\text{前}}} \quad (4)$$

其中: P 为孔隙率,%; m_1 为样品在空气中的干重,g; m_2 为样品在水中真空浸渍 1 h 后的湿重,g; m_3 为样品在水中的浮重,g; ρ 为样品的密度,g/cm³; ρ_0 为蒸馏水的密度(取 1 g/cm³); M 为增重率,%; $m_{\text{前}}$

为样品浸渍前重量,g; $m_{\text{后}}$ 为样品浸渍后重量,g。

采用 X 射线衍射分析仪(D8 ADVANCE 型,德国布鲁克)分析 CVI 沉积后的物相组成,扫描速率为 5(°)/min,扫描范围 10°~90°。采用场发射扫描电镜(Gemini SEM500 型,英国蔡司)观察碳纤维无纺布、SiC 包覆层以及陶瓷管断面的微观形貌,结合能谱仪(EDS)对包覆层的元素组成进行分析。采用远红外加热灯(1000 W)将铁芯棒加热至 200 °C,热量通过铁芯棒传导至陶瓷管,通过红外热成像仪(FLIR E85,美国菲力尔)记录陶瓷管每隔 5 s 的热成像图。采用万能试验机(WDW-10,厦门易仕特)对陶瓷管的环向强度进行测试,加载速率为 1 mm/min,测试方法为胀塞测试法。C_f/SiC 陶瓷管的环向强度按式(5)^[29]和(6)进行计算:

$$\sigma = \frac{r_1^2 P_s}{r_2^2 - r_1^2} \left[1 + \frac{r_2^2}{r_1^2} \right] \quad (5)$$

$$P_s = \frac{F}{S} \quad (6)$$

其中: σ 为环向强度,MPa; P_s 为内壁等效压强,MPa; r_1 为陶瓷管内径,mm; r_2 为陶瓷管外径,mm; F 为最大载荷,N; S 为聚氨酯块横截面积,m²。

2 结果与讨论

2.1 碳纤维无纺布的性能分析

强度是碳纤维无纺布的一个重要指标,过低的强度对后续 SiC 浆料浸涂过程影响较大^[30],易造成无纺布的破损,降低对复合材料的增强效果。图 2(a)和图 2(b)分别是自制碳纤维无纺布的光学照片和 SEM 图像,从图中可以看出,短切碳纤维分散均匀,几乎没有团聚与集束现象,纤维之间互相搭接,通过分散剂聚丙烯酰胺黏结。本文自制碳纤维无纺布的拉伸载荷-位移曲线如图 2(c)所示,最大拉伸载荷为 1.18 N,测试样品宽度为 5 mm,厚度为 0.2 mm,由式(1)计算得到其拉伸强度为 1.18 MPa。

2.2 CVI 工艺对碳纤维表面微观形貌和物相组成的影响

反应温度是影响热分解速率和分解程度的主要因素,不同温度决定了不同阶段的分解产物的生成^[31]。图 3 是反应时间为 2 h 时,不同反应温度下碳纤维表面 SiC 包覆层的微观形貌和 XRD 图谱。从图 3(a)可以看出:未经过 CVI 的原始预制体内部存在未与 SiC 基体结合的碳纤维,且碳纤维表面光滑平整(见图 3(b))。当在 900 °C 下进行 2 h 的 CVI

后,光滑的碳纤维表面出现颗粒状沉积物附着(见图 3(c)),在图 3(g)的 XRD 图谱中仅能观察到 C 峰,几乎观察不到 SiC 峰,说明在该温度下几乎没有产生 SiC;当反应温度为 1000 °C 时,在碳纤维表面观察到较薄的包覆层(见图 3(d)),并且在图 3(g)的 XRD 图谱中,在 35.6° 处可以观察到较弱的 SiC 衍射峰,表明在该温度下,二氯二甲基硅烷开始发生裂解,裂解产物沉积在纤维表面形成 SiC 包覆层,但由

于反应温度较低, SiC 产生速率较低,导致 SiC 沉积形貌不连续,且厚度较薄;当反应温度为 1100 °C 时, SiC 包覆层厚度明显增加(见图 3(e)),根据 Arrhenius 定律^[32],随着反应温度升高,体系反应速率常数增加, SiC 产生速率增加,因此形成的 SiC 包覆层更厚,形貌更完整。图 3(f)的 EDS 能谱图也证明该包覆层主要成分为 SiC。综上, CVI 工艺的最佳反应温度为 1100 °C。

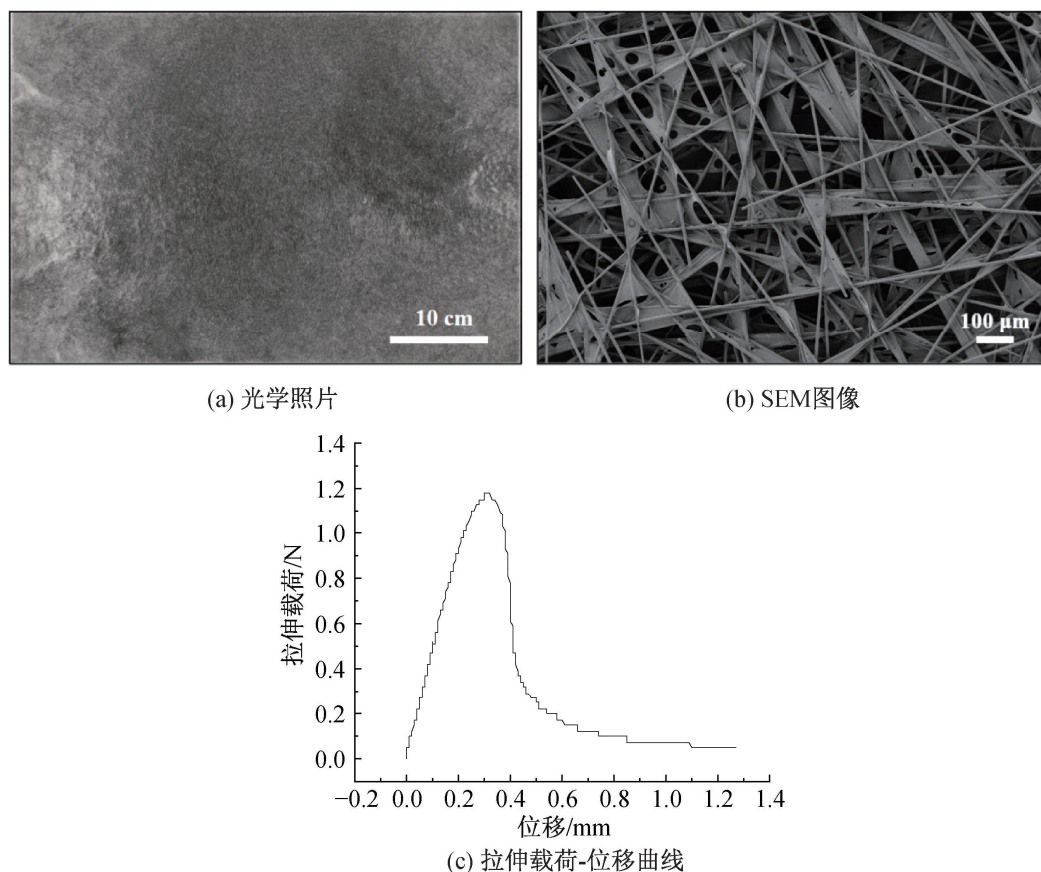
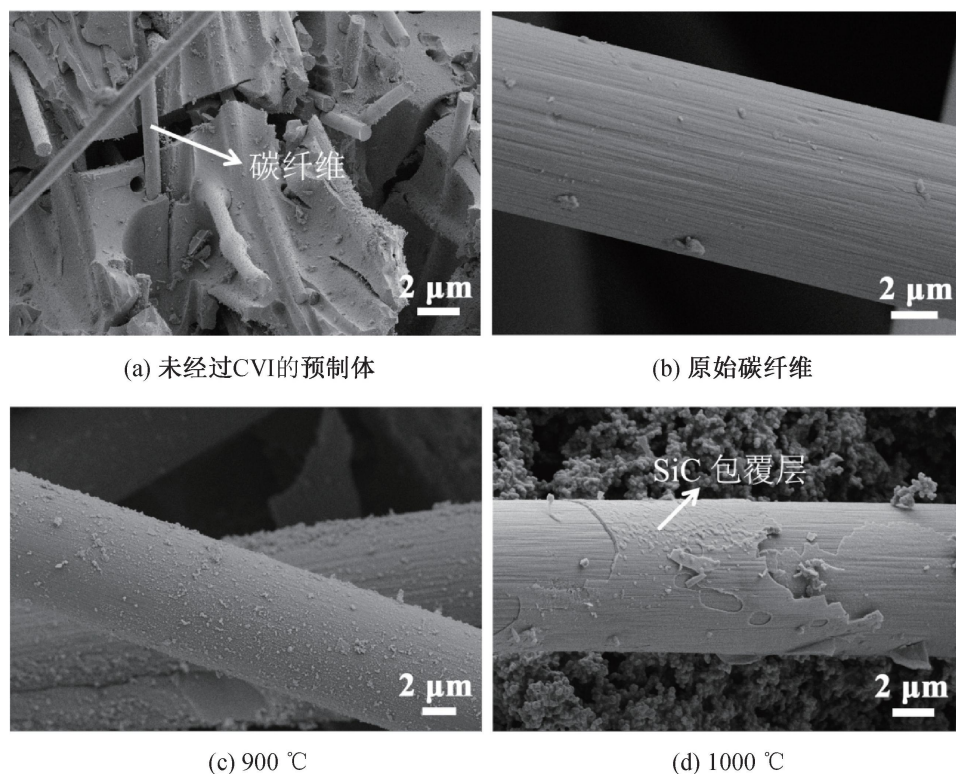


图 2 碳纤维无纺布的形貌和力学性能



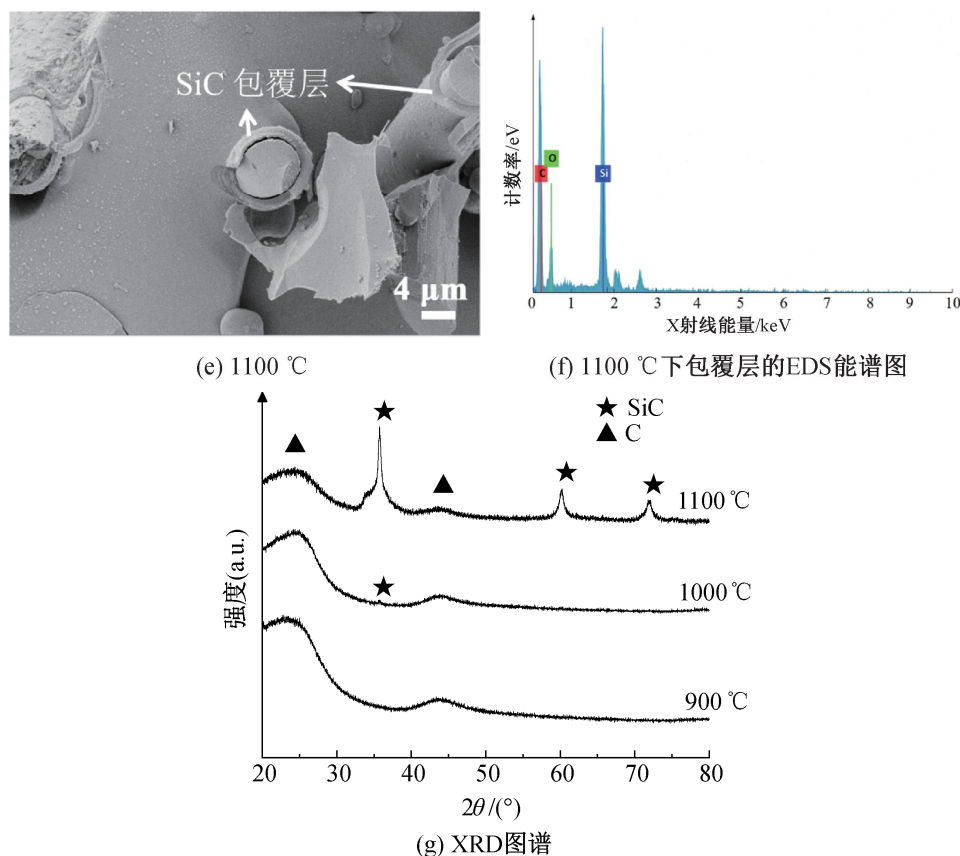


图 3 不同反应温度下预制体内部及碳纤维表面 SEM、EDS 能谱图和 XRD 图谱

图 4 为在 1100 °C 下分别反应 1、2 h 和 3 h 后得到的 SiC 包覆层的 SEM 图像。从图 4 可见:随着反应时间的增加, SiC 包覆层的厚度逐渐增加, 且包覆层表面逐渐变得粗糙。有研究表明, 当脆性纤维上的包覆层厚度超过某一临界值时, 由于反应产物的

非化学计量沉积、纤维与包覆层热膨胀系数不同、纤维的高温损伤等原因, 会严重影响纤维的力学性能^[13]。因此, 本文 CVI 的最佳工艺为反应温度 1100 °C, 反应时间 2 h。

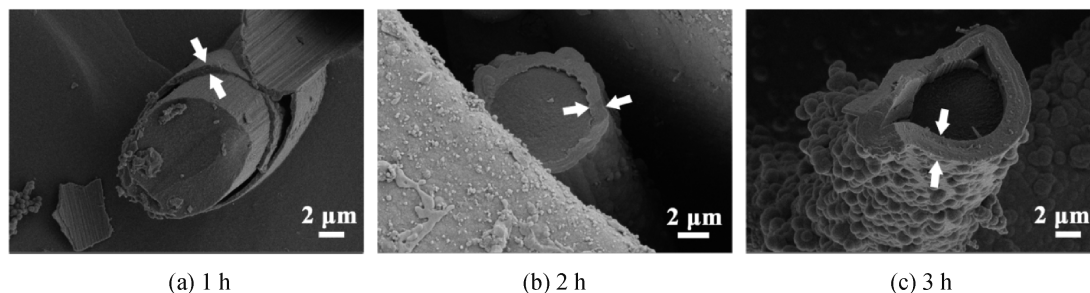


图 4 不同反应时间 SiC 包覆层的 SEM 图像

选取具有较厚 SiC 包覆层的碳纤维截面进行 EDS 线扫描分析, 结果如图 5 所示。图 5 表明: 碳纤维与 SiC 包覆层间不存在过渡层, CVI 产生的 SiC 在碳纤维表面逐层沉积并紧密贴合。当样品从反应温度冷却时, 部分碳纤维与 SiC 包覆层发生剥离, 产生间隙, 这是由于碳纤维和 SiC 热膨胀系数的不同, 随着温度变化会产生一定的热失配应力^[33], 但经过 EDS 线扫描分析发现, 元素分布同样只有从 C 到 SiC 的过渡, 因此碳纤维与 SiC 包覆层间不存在其他类型的过渡层。

2.3 CVI 工艺对 C_f /SiC 陶瓷管断面微观结构和力学性能的影响

图 6 为采用 CVI 工艺沉积 SiC 对 C_f /SiC 陶瓷

管微观形貌和力学性能的影响。从图 6(a)可知: 未沉积 SiC 的 C_f /SiC 陶瓷管, 断面纤维拔出较少, 说明碳纤维与 SiC 基体之间结合力强, 裂纹往往会直接传递到纤维中, 难以起到裂纹偏转作用, 因此增韧效果较差。在图 6(b)显示的断面中, 可以观察到更多纤维拔出现象; 同时在光滑界面中, 存在纤维脱黏现象。这说明经过 CVI 沉积 SiC 后, 碳纤维表面形成的 SiC 包覆层对纤维起到了一定的保护作用, 在复合材料受到外力作用产生裂纹并向内部扩展到界面层时, 发生纤维的脱黏和拔出, 消耗大量能量, 使裂纹沿界面层偏转, 减缓了裂纹沿断口的纵向扩展, 从而起到增韧复合材料的作用^[34]。图 6(c)显示: 未沉积 SiC 的陶瓷管, 最大环向强度为 12.04 MPa, 在

基体发生断裂时载荷下降幅度较大,过强的基体界面结合导致裂纹穿过纤维造成纤维断裂,但载荷下降程度有限,存在阶梯式的屈服阶段,说明碳纤维的引入一定程度上提高了材料的断裂韧性;经过 CVI

沉积 SiC,碳纤维表面有 SiC 包覆层的陶瓷管,在基体受到破坏时,界面层有效传递了载荷,消耗断裂能,延缓了断裂过程,呈现出典型的伪塑性断裂模式,最大环向强度达到 13.52 MPa,提升了 12.3%。

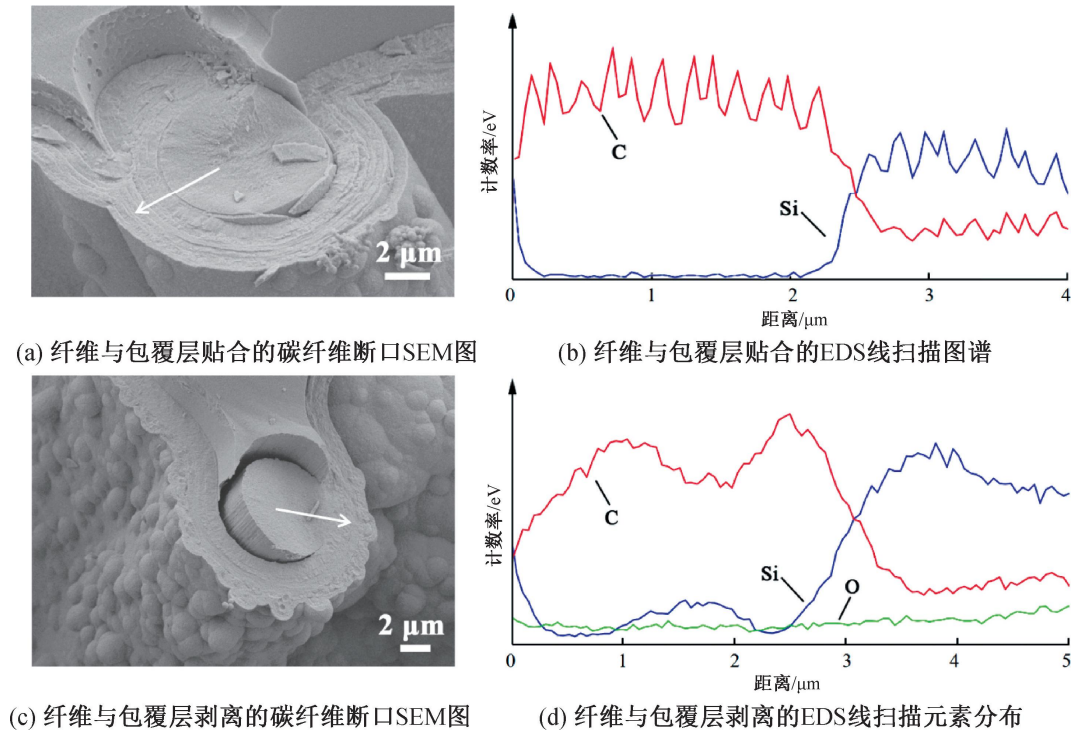


图 5 碳纤维断口的微观形貌和对应的 EDS 线扫描元素分布图

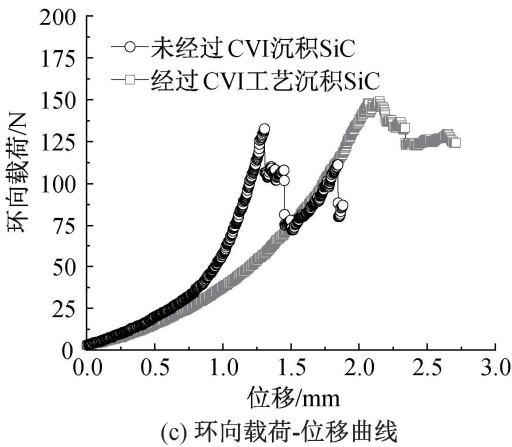
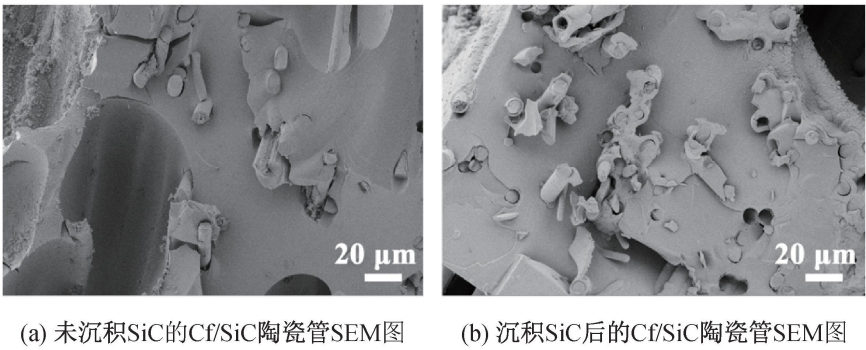


图 6 CVI 工艺对陶瓷管微观形貌和力学性能的影响

2.4 PIP 工艺对 C_f/SiC 陶瓷管的影响

图 7 为 PCS 质量分数为 10% 时,不同 PIP 次数下 C_f/SiC 陶瓷管断面的微观形貌图。从图 7(a)可以看出:未经过 PIP 的陶瓷管预制体内部结构疏松,基体与基体之间有着很大的间隙,存在大量裸露

纤维,孔隙率高达 56.7%,密度较低,仅有 1.61 g/cm³;经过 1 次 PIP 后,裸露纤维数量有所减少,但基体间仍存在较多间隙(见图 7(b));经过 3 次 PIP 后,PCS 裂解产生的 SiC 基体不断地与裸露的碳纤维相结合,基体之间的间隙逐渐被填充(见图 7

(c));经过5次 PIP 浸渍裂解循环后,陶瓷管内部结构变得致密(见图 7(d)),密度增加到了 2.27 g/cm^3 ,孔隙率降低至 18.3% 。

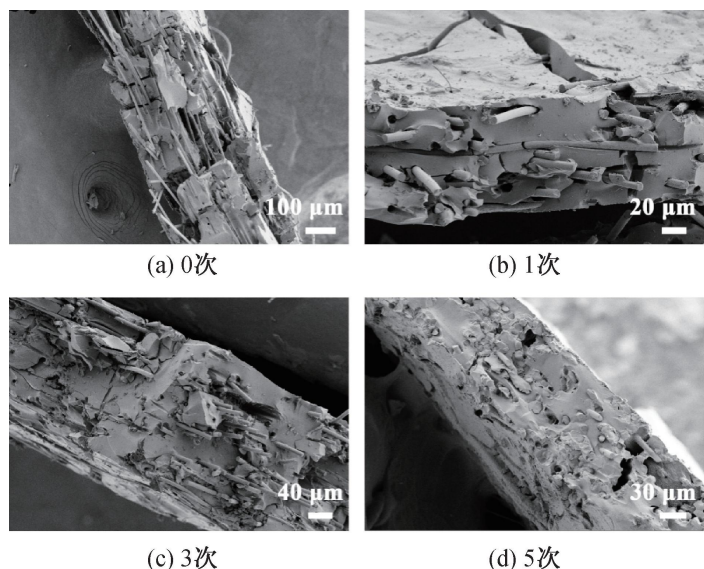
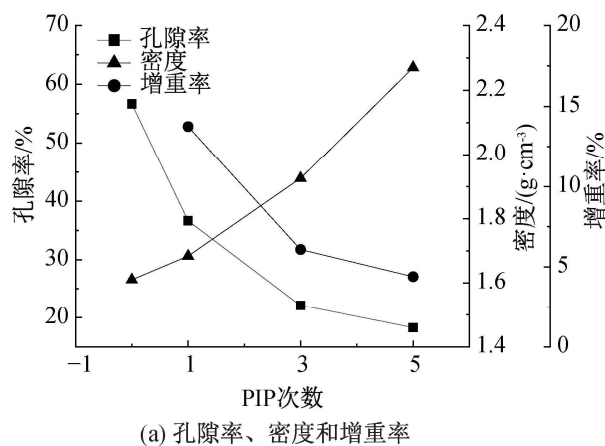
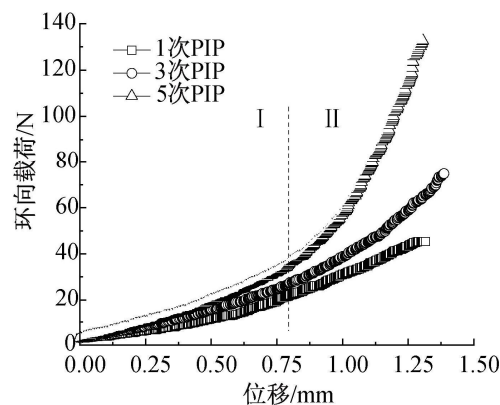


图 7 不同 PIP 循环次数后 C_f/SiC 陶瓷管断面的微观形貌

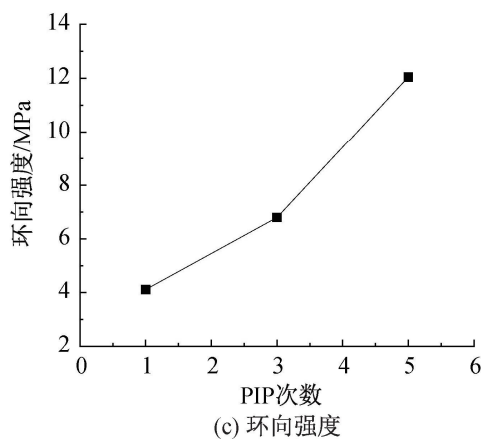


(a) 孔隙率、密度和增重率

图 8 为 C_f/SiC 陶瓷管增重率、孔隙率、密度和环向强度随 PIP 循环次数的变化曲线。图 8(a) 表明:随着 PIP 次数的增加, C_f/SiC 陶瓷管的增重率呈逐渐降低的趋势,这是因为随着 PIP 循环次数增加,陶瓷管内部的孔隙逐渐被 PIP 产生的 SiC 基体填充,孔隙率降低,整体质量逐渐增加,这和孔隙率和密度变化规律相符合。图 8(b) 是胀塞测试过程中 C_f/SiC 陶瓷管的环向载荷-位移曲线。从图 8(b) 可以看出,测试过程存在两个不同阶段:第一阶段(I)聚氨酯块随着载荷的增加逐渐膨胀,直到接触陶瓷管内壁,此时陶瓷管内壁开始受力;第二阶段(II)载荷增速明显,最大载荷随位移呈线性增长,最后陶瓷管出现裂纹开裂并失效。图 8(c) 显示:随着 PIP 次数的增加,陶瓷管的环向强度从 4.11 MPa 增加到 12.04 MPa ,提升了 193% ,PIP 致密化效果明显,与密度和孔隙率变化规律相符合。



(b) 环向载荷-位移曲线



(c) 环向强度

图 8 C_f/SiC 陶瓷管增重率、孔隙率、密度和环向强度随 PIP 循环次数的变化曲线

图 9 为 PIP 工艺中 PCS 溶液的质量分数对致密化后陶瓷管力学性能的影响。图 9 表明:采用质量分数 5% 的 PCS 溶液进行 PIP 致密化的陶瓷管环向强度最低,为 10.13 MPa 。这是因为 PCS 溶液质量分数较低时,溶液中前驱体含量低,对预制体内部孔隙填充效果差,裂解后产生的 SiC 量少,导致致密化后陶瓷管孔隙率较高(25.32%),孔隙的存在会降低材料整体结构的均匀性,在承受载荷时,孔隙会成

为薄弱点^[35],因此孔隙率越高,陶瓷管的力学性能越差。随着 PCS 质量分数从 5% 增加到 20% ,致密化后的陶瓷管环向强度从 10.13 MPa 增加到 16.91 MPa ,提升了 66.9% 。这是因为在经过 PIP 后,更高质量分数的 PCS 溶液能产生更多的 SiC 基体,对基体孔隙的填充效率更高,孔隙率从 25.32% 降低至 9.65% ,因此陶瓷管的力学性能得到提升。

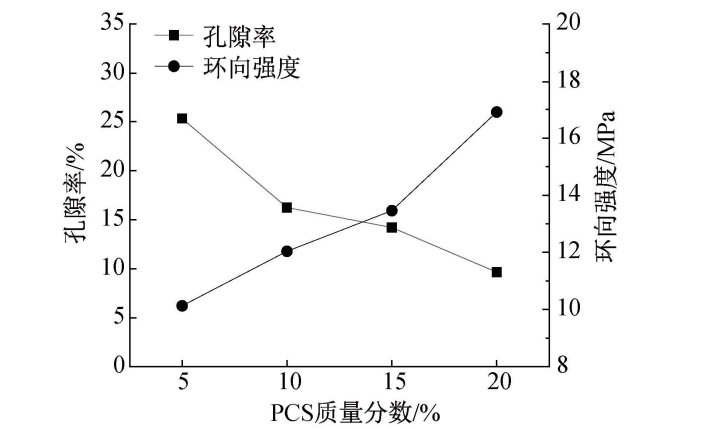


图 9 不同 PCS 质量分数致密化后陶瓷管的孔隙率和环向强度变化

2.5 PIP 工艺致密化对 C_f/SiC 陶瓷管导热性能的影响

陶瓷管内部的传热速度取决于本身的导热性

能^[36]。图 10(a)和图 10(b)分别为陶瓷管的红外热成像图。从图 10(a)和图 10(b)可以看出:加热过程中,热量随铁芯棒传递至陶瓷管内壁,在加热 100 s 后, C_f/SiC 陶瓷管的表面最高温度达到了 158 ℃, 预制体的最高温度仅有 132 ℃。图 10(c)为不同加热-冷却过程中预制体和 C_f/SiC 陶瓷管的温度变化曲线, 更直观地展示了升温 and 降温过程中陶瓷管的温度变化, 从图 10(c)可以看出: 在升温 and 降温过程中, 相同的时间内, C_f/SiC 陶瓷管的温度变化速率更快。以上结果表明经过致密化后的 C_f/SiC 陶瓷管的导热性能更优异, 这是因为经过 PIP 致密化后, 陶瓷管内部的孔隙率降低, 更致密的内部结构提高了导热性能。

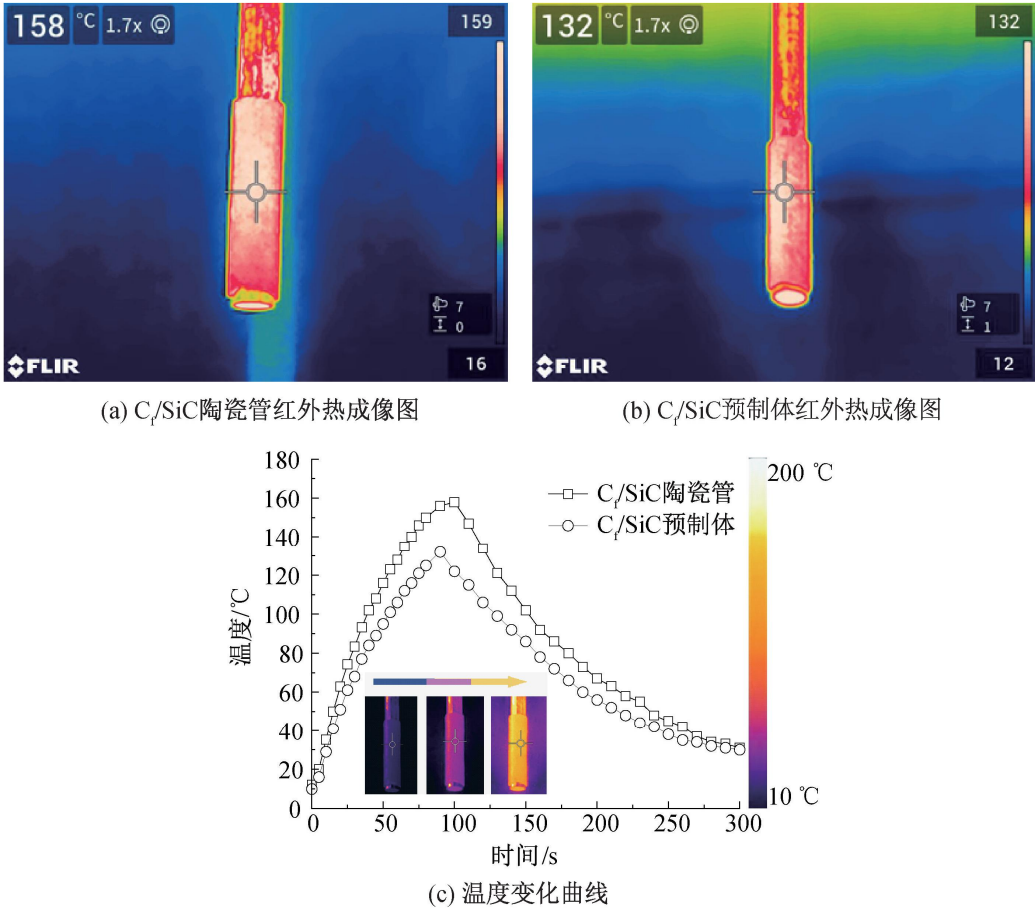


图 10 陶瓷管预制体和 C_f/SiC 陶瓷管的红外热成像图及温度变化曲线

3 结 论

本文以纳米 SiC 浆料浸渍无纺布和卷管成型的工艺制备了 C_f/SiC 陶瓷管预制体, 先后通过 CVI 和 PIP 工艺进行致密化得到 C_f/SiC 陶瓷管; 分析了 CVI 和 PIP 工艺对 SiC 包覆层的微观形貌、C_f/SiC 陶瓷管的微观形貌、孔隙率、密度、力学性能和导热性能的影响。主要结论如下:

a) 通过 CVI 工艺沉积了 SiC 包覆层, 在

1000 ℃和 1100 ℃的反应温度下发生了 SiC 的沉积, 随着反应时间的增加, 包覆层厚度逐渐增加。最佳反应温度为 1100 ℃, 反应时间为 2 h。

b) 碳纤维表面的 SiC 包覆层优化了纤维与基体之间的结合强度, 从具有 SiC 包覆层的 C_f/SiC 陶瓷管断面能观察到更多纤维拔出, 力学性能更优异, 环向强度达到了 13.52 MPa, 相比没有沉积 SiC 的陶瓷管提高了 12.3%, 断裂模式为典型的伪塑性断裂模式。

c)经过5次PIP循环后,陶瓷管孔隙率从56.7%降低至18.3%,密度从 1.61 g/cm^3 增加到 2.27 g/cm^3 。随着PCS质量分数的增加,经过5次PIP后陶瓷管的孔隙率从25.32%降低至9.65%,陶瓷管环向强度从10.13 MPa提高到16.91 MPa。

d)经过PIP致密化后的 C_f/SiC 陶瓷管导热性能得到了提升。

参考文献:

- [1] 李其松. 高热导率SiC陶瓷材料制备及应用研究[D]. 济南: 山东大学, 2016: 17-19.
- [2] 蔡康, 李恩颖, 孙冠华, 等. 碳纤维增强SiC陶瓷复合材料的制备及性能研究[J]. 功能材料, 2023, 54(7): 7215-7220.
- [3] Yin X, Cheng L F, Zhang L T, et al. Fibre-reinforced multifunctional SiC matrix composite materials [J]. International Materials Reviews, 2017, 62(3): 117-172.
- [4] Cheng T B, Zhang R B, Pei Y M, et al. Tensile properties of two-dimensional carbon fiber reinforced silicon carbide composites at temperatures up to $1800\text{ }^\circ\text{C}$ in air[J]. Extreme Mechanics Letters, 2019, 31: 100546.
- [5] 阳海棠, 付建超, 黄鑫, 等. SiC纤维及其增强 SiC_f/SiC 复合材料的研究进展[J]. 中国陶瓷, 2023, 59(6): 1-16.
- [6] Cui G Y, Luo R Y, Wang L Y, et al. Effect of SiC nanowires on the mechanical properties and thermal conductivity of 3D- SiC_f/SiC composites prepared via precursor infiltration pyrolysis [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2021, 41(10): 5026-5035.
- [7] 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, 46(1): 24-32.
- [8] Naslain R R. The design of the fibre-matrix interfacial zone in ceramic matrix composites [J]. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 1998, 29(9/10): 1145-1155.
- [9] Wang X, Gao X, Zhang Z, et al. Advances in modifications and high-temperature applications of silicon carbide ceramic matrix composites in aerospace: A focused review[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2021, 41(9): 4671-4688.
- [10] Song N, Zhang H B, Liu H, et al. Effects of SiC whiskers on the mechanical properties and microstructure of SiC ceramics by reactive sintering[J]. Ceramics International, 2017, 43(9): 6786-6790.
- [11] Yan C L, Liu R J, Zhang C R, et al. Effect of PyC interphase thickness on mechanical and ablation properties of 3D $\text{C}_f/\text{ZrC-SiC}$ composite [J]. Ceramics International, 2016, 42(11): 12756-12762.
- [12] Sun J J, Liu W, Lv X X, et al. Characterization of BN interface and its effect on the mechanical behavior of SiC_f/SiC composites [J]. Vacuum, 2023, 211: 111918.
- [13] Yu H J, Zhou X G, Zhang W, et al. Influence of SiC coating thickness on mechanical properties of SiC_f/SiC composite [J]. Journal of Nuclear Materials, 2013, 442(1/2/3): 53-59.
- [14] 刘大鹏, 武建新. 碳化硅管高温陶瓷换热器[J]. 山西化工, 1997, 17(3): 53-54.
- [15] 陆浩然, 张明. 反应堆用SiC陶瓷基复合包壳材料研究进展 [J]. 中国核电, 2016, 9(4): 306-312.
- [16] Chen C H, Takita K, Ishiguro S, et al. Fabrication on porous alumina tube by centrifugal molding [J]. Journal of the European Ceramic Society, 2005, 25(14): 3257-3264.
- [17] Wang Y L, Cheng Y H, Chen Y X, et al. Lattice-structured SiC ceramics obtained via 3D printing, gel casting, and gaseous silicon infiltration sintering [J]. Ceramics International, 2022, 48(5): 6488-6496.
- [18] Chen R Y, Bratten A, Rittenhouse J, et al. Additive manufacturing of continuous carbon fiber-reinforced SiC ceramic composite with multiple fiber bundles by an extrusion-based technique [J]. Ceramics International, 2023, 49(6): 9839-9847.
- [19] Yu H W, Fitriani P, Lee S, et al. Fabrication of the tube-shaped SiC_f/SiC by hot pressing [J]. Ceramics International, 2015, 41(6): 7890-7896.
- [20] So S M, Choi W H, Kim K H, et al. Mechanical properties of $\text{B}_4\text{C-SiC}$ composites fabricated by hot-press sintering [J]. Ceramics International, 2020, 46(7): 9575-9581.
- [21] 肖路军, 黄小忠, 杜作娟, 等. 碳纤维增强碳化硅三维网状多孔陶瓷复合材料的制备 [J]. 功能材料, 2018, 49(1): 1005-1008.
- [22] 杨金华, 姜卓钰, 吕晓旭, 等. 熔融渗硅处理对PIP工艺制备的 SiC_f/SiC 复合材料性能影响 [J]. 陶瓷学报, 2019, 40(6): 833-839.
- [23] 徐永东, 张立同, 成来飞, 等. CVI法制备三维碳纤维增韧碳化硅复合材料 [J]. 硅酸盐学报, 1996, 24(5): 485-490.
- [24] Ruggles-Wrenn M B, Christensen D T, Chamberlain A L, et al. Effect of frequency and environment on fatigue behavior of a CVI SiC/SiC ceramic matrix composite at $1200\text{ }^\circ\text{C}$ [J]. Composites Science and Technology, 2011, 71(2): 190-196.
- [25] Liu X, Dong S J, Zhang S, et al. Mechanical response and damage mechanism of 2D woven SiC_f/SiC ceramic matrix composites under tension-shear coupling load [J]. Ceramics International, 2022, 48(19): 28595-28605.
- [26] Wu W J, Zou Y, Li C H, et al. Effect of impregnated phenolic resin on the properties of Si-SiC ceramic matrix composites fabricated by SLS-RMI [J]. Ceramics International, 2023, 49(2): 1624-1635.
- [27] Ni Y L, Luo R Y, Luo H. Fabrication and mechanical properties of 3-D $\text{C}_f/\text{C-SiC-TiC}$ composites prepared by RMI [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 798: 784-789.
- [28] 陈博. 国内外复合材料工艺设备发展述评之十二: 卷管 [J]. 复合材料科学与工程, 2023(S1): 162-168.
- [29] Jenkins M G, Salem J A. Test methods for hoop tensile strength of ceramic composite tubes for light water nuclear reactor applications [M]. Lin H T. Ceramic Materials for Energy Applications III. John Wiley & Sons, Inc, 2013: 119-129.
- [30] 郭宇, 陈秀爽, 杨硕, 等. 燃料电池用PAN/Lyocell复合碳纤

维纸的制备与性能研究[J]. 中国造纸, 2023, 42(5): 147-155.

[31] 卢翠英, 成来飞, 张立同, 等. 丙烯化学气相沉积热解碳的原位动力学[J]. 复合材料学报, 2008, 25(6): 152-155.

[32] Dai J W, Wang Y G, Xu Z H, et al. Effect of temperature on the growth of boron nitride interfacial coatings on SiC fibers by chemical vapor infiltration[J]. Ceramics International, 2019, 45(15): 18556-18562.

[33] 郑茹悦, 杨成鹏, 贾斐. 2D-C/SiC 复合材料热膨胀系数演化模型[J]. 复合材料学报, 2024, 41(4): 2083-2098.

[34] Yang B, Zhou X G, Chai Y X. Mechanical properties of SiC_f/SiC composites with PyC and the BN interface[J]. Ceramics International, 2015, 41(5): 7185-7190.

[35] 冻瑞岚, 彭志航, 向阳, 等. 固含量对浆料浸渍法制备氧化铝陶瓷基复合材料结构与性能的影响[J]. 材料工程, 2023, 51(8): 120-129.

[36] 陶鹏飞. SiC_f/SiC 包壳管快速致密化及其性能优化[D]. 西安: 西北工业大学, 2020: 86-87.

(责任编辑:张会巍)