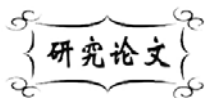


中图分类号: TB332
文献标识码: A

文献编号: 1005-1198 (2019) 03-0207-08
DOI: 10.16253/j.cnki.37-1226/tq.2018.03.006



PIP 法制备 C/C-SiC 复合材料的工艺研究

姜 凯, 刘瑞祥, 王艳艳, 徐鸿照, 周长灵, 杨芳红

山东工业陶瓷研究设计院有限公司, 山东 淄博 255000

摘 要: 以聚碳硅烷为原料, 利用前驱体浸渍裂解工艺制备了 C/C-SiC 复合材料。分别研究了以二乙烯基苯和二甲苯为溶剂的聚碳硅烷溶液的粘度值, 选择最佳的溶液对复合材料进行浸渍裂解, 同时研究了浸渍工艺对复合材料致密度的影响, 并对制备的 C/C-SiC 复合材料进行了微观结构分析。研究表明: 以二甲苯为溶剂配制的质量比为 0.4 的聚碳硅烷溶液在 35°C 下具有良好的流动性, 裂解产率较高; 采用超声、真空加压浸渍方式能够有效提高 C/C-SiC 复合材料的致密度, 缩短制备周期。通过 9 个周期的浸渍裂解, 将复合材料的密度快速提升至 1.85 g/cm³, 材料的最终开气孔率为 12.50%, 材料内部结构致密, 力学性能优异。

关键词: 聚碳硅烷; C/C-SiC 复合材料; 浸渍工艺; PIP

Preparation of C/C-SiC Composites by PIP Method

JIANG Kai, LIU Rui-Xiang, WANG Yan-Yan, XU Hong-Zhao,
ZHOU Chang-Ling, YANG Fang-Hong

Shandong Research and Design Institute of Industrial Ceramics Co., Ltd., Zibo 255000, China

Abstract: Polycarbosilane (PCS) was used as raw material to prepare C/C-SiC composites by precursor impregnation pyrolysis process (PIP). The viscosity of PCS solution with divinylbenzene and xylene as solvent was studied. The optimum solution was chosen to impregnate the composite and the influence of impregnation process on the density of the composite was studied. The microstructure of the prepared C/C-SiC composites was analyzed. The results show that, when xylene is used as solvent and the mass fraction ratio is 0.4, the PCS solution has good fluidity and high pyrolysis yield at 35°C. Ultrasonic and vacuum impregnation can effectively improve the density and shorten the period of C/C-SiC composites. Through nine cycles of impregnation cracking, the density of the composites was rapidly raised to 1.85 g/cm³, with a final porosity of 12.50%. The internal structure of the composites was dense and the mechanical properties were excellent.

Key words: Precursor impregnation pyrolysis; C/C-SiC; Ultrasonic impregnation

收稿日期: 2018-12-05

通讯作者: 姜 凯 (1989-), 男, 山东肥城人, 工程师。E-mail: jiangkai08@163.com。

随着空间技术的快速发展和跨越式进步,高超声速 ($Ma \geq 5$)、长时间 (一般 $T > 15 \text{ min}$) 的服役特征对飞行器的耐热材料和结构提出了严峻的挑战,尤其是对抗氧化材料的耐温极限和耐久性、高温氧化和复杂载荷条件下的轻质强韧化等性能提出了苛刻的要求^[1]。碳纤维增强碳-碳化硅陶瓷基复合材料 (C/C-SiC) 就是一种为适应现代航空航天技术发展需要而产生的新型复合材料^[2],其兼备 SiC 材料和碳碳复合材料的优势,具有密度低、强度高、耐高温、耐烧蚀、抗冲刷、高硬度、高韧性和高耐磨性等特点^[3],该材料的密度低于 2.1 g/cm^3 ,仅为金属基高温合金的 $1/4$,陶瓷材料的 $1/2$,尤其是这种材料的强度随着温度升高 (可达 2200°C) 不仅不降低,甚至比室温还高,这是其它材料所无法比拟的独特性能^[4]。

C/C-SiC 复合材料具有如此优异的性能,使其迅速得到广泛的应用,该材料的制备方法也得到大量研究与发展。目前,制备 C/C-SiC 复合材料的常用工艺有:化学气相渗透工艺 (Chemical Vapor Infiltration, CVI)、先驱体浸渍裂解工艺 (Precursor Impregnation Pyrolysis, PIP)、液相硅浸渍工艺 (Liquid Silicon Infiltration, LSI) 以及泥浆浸渍热压工艺 (Slurry Impregnation Hot pressing, SIHP) 等^[2]。其中较为广泛应用的是 CVI 和 PIP 工艺,这两种工艺在制备大型样件及复杂结构样件方面具有独特优势^[5]。

CVI 工艺需在低温 ($800^\circ\text{C} \sim 1100^\circ\text{C}$) 和低压 (5 kPa 左右) 下进行,通过压力差定向输送气态先驱体向碳碳复合材料内部扩散,生成的固体 SiC 沉积在孔隙壁上^[6]。该工艺对纤维损伤较小,材料内部残余应力小,但缺点也十分明显,主要包括致密化周期长、生产成本低,容易表面封孔,造成内部密度疏松等。

PIP 工艺是利用陶瓷先驱体溶液浸渍到碳碳复合材料中,经过交联固化、高温裂解后原位转化为 SiC 基体^[7]。与 CVI 工艺相比,PIP 具有生产成本低、制备周期短等优点,且在制备厚壁结构样件或大批量生产复杂构件方面具有无可比拟的优势。但 PIP 工艺也存在多次高温裂解后的纤维损伤问题^[8],因此,改善 PIP 工艺、提升材料性能成为研究先驱体浸渍裂解工艺的重点。

在改善 PIP 工艺方面,国内科研院所做了大量工作,国防科技大学、西北工业大学、中科院上海硅酸盐研究所、中科院金属研究所和山东工陶院等单位都针对先驱体浸渍裂解工艺改善和 C/C-SiC 复合材料性能提升等进行了技术探索和攻关,取得了大量研究成果并成功实现产业化应用。马彦等人^[9]重点研究了基体、纤维、界面和复合材料力学性能的高温演变规律及损伤失效机理,初步探索了改善复合材料高温力学性和抗烧蚀性能的方法,严波等人^[10]在 C/SiC 的 PIP 制备工艺和烧蚀性能方面进行了初步探索并取得了一些阶段性的成果。但是,在这些研究中,制备 C/C-SiC 复合材料仍然需要较长周期,有些甚至长达 10 个周期以上。反复的高温裂解容易对纤维的强度造成损伤。因此,如何快速提升复合材料的致密度是 PIP 工艺制备 C/C-SiC 复合材料的重中之重。

本文针对 PIP 工艺的特点,着重研究浸渍工艺对 C/C-SiC 复合材料的影响,主要从聚碳硅烷的溶剂选择、配比及温度与粘度的关系方面进行研究。选择最佳的溶液作为浸渍剂,同时研究超声-真空-加压浸渍对材料致密度的影响,探索出最佳的制备工艺,从而在浸渍环节快速提高浸渍效率,减少高温裂解的次数,降低高温处理对纤维造成的损伤。

1 实 验

1.1 原材料及其性能

本研究使用的碳纤维预制体采用 T700 6K 碳纤维与 T700 12K 网胎连续针刺而成,实测密度为 $0.45 \text{ g/cm}^3 \sim 0.55 \text{ g/cm}^3$ 。碳纤维预制体经过 CVI 工艺沉积 C 得到 C/C 复合平板材料。研究分别采用了四块 C/C 平板,其密度和开气孔率分别列于表 1。

表1 实验用 C/C 平板的密度与开气孔率
Table 1 Density and open porosity of C/C flat plates examined

Sample No.	Quality/g	Density/ g·cm ⁻³	Open porosity/%
1	229.0	1.02	47.25
2	175.7	0.79	57.95
3	196.0	0.87	56.52
4	226.9	1.00	47.31

表2 二乙烯基苯溶剂和二甲苯溶剂分别与聚碳硅烷的质量比
Table 2 Different mass ratios of DVB solvent and xylene solvent to PCS

Sample No.	Mass ratio of DVB / PCS	Mass ratio of Xylene / PCS
1	0.8	0.45
2	0.7	0.40
3	0.6	0.35

本研究使用的聚碳硅烷 (PCS) 由国防科技大学生产, 外观呈固体块状。将其分别溶于二乙烯基苯 (DVB) 溶剂 (纯度 ≥ 80.0%, 山东西亚化学工业有限公司) 和二甲苯 (xylene) 溶剂 (纯度 ≥ 99.0%, 天津博迪化工股份有限公司), 配制成不同质量分数的溶液 (见表 2)。

1.2 制备工艺

(1) 浸渍工艺: 选择合适比例的浸渍剂对四块 C/C 平板进行浸渍。采用二次浸渍的方式, 首次浸渍采用超声-真空浸渍, 时间 30 min ~ 60 min, 超声频率 20 kHz ~ 40 kHz, 常温干燥 12 h ~ 24 h 后进行真空加压浸渍, 压力 5 MPa ~ 8 MPa, 保压时间为 4 h ~ 8 h。

(2) 固化工艺: 浸渍完成后, 将 4 块平板放入真空干燥箱中, 经过 80°C 保温 3 h ~ 4 h, 150°C 保温 3 h ~ 4 h 后取出打磨表面, 固化过程中通氮气流。

(3) 高温裂解工艺: 将固化后的平板置入真空碳棒炉中进行常压高温 (1400°C ~ 1600°C) 处理, 保温 1 h ~ 2 h。

(4) 上述三个步骤为一个浸渍裂解周期, 重复 9 个周期后, 进行性能测试。

1.3 性能测试

对固化后的聚碳硅烷溶液进行热重差热分析, 浸渍裂解结束后的材料致密度由排水法测得, 材料的微观组织形貌由扫描电镜分析, 材料的常温拉伸性能、压缩性能和弯曲性能由万能试样机测得。

2 结果与讨论

2.1 浸渍剂选择

二乙烯基苯/聚碳硅烷 (DVB/PCS) 体系: 二乙烯基苯为苯环结构的液体试剂, 能够很好地与 PCS 相容, 毒性低于二甲苯, 但挥发性较强, 有刺鼻气味。研究表明^[11]: DVB 在该体系中具有交联剂和溶剂的双重作用, 减少 DVB 配比可提高陶瓷产率。但随着 DVB 比例的降低, 溶液体系的粘度值增大, 流动性较低, 解决这个问题的主要途径是加热助溶, 但温度不宜太高, 以防止 DVB/PCS 溶液浸渍前交联固化^[12]。陈曼华等人^[12]针对 DVB/PCS 体系的配比关系进行了研究, 得出常温条件下 DVB/PCS 的最佳比例为 0.4; 进而, 在四氢呋喃 (THF) 助溶、120°C 下, 当 DVB/PCS 质量比为 0.2

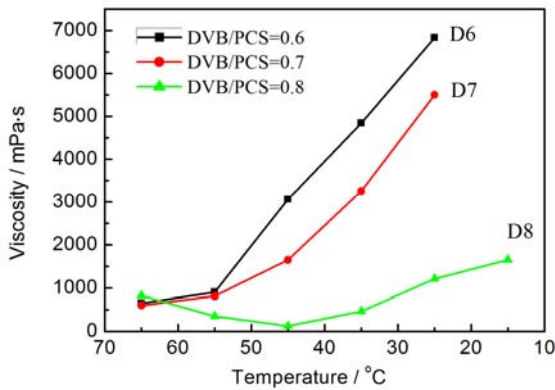


图 1 不同 DVB/PCS 质量配比溶液粘度值随温度的变化关系曲线

Figure 1 Variation of viscosity with temperature for solutions with different DVB/PCS ratios

时,溶液流动性好,陶瓷产率最大。本文根据这一结果进行了相关实验,发现 DVB/PCS 质量配比为 0.4 时,常温下很难互溶,溶液呈胶状,不能够作为浸渍溶液使用。因此适当提高 DVB 含量有助于加速溶解 PCS。

根据表 2 中 DVB/PCS 的配比关系,本文研究了不同温度条件下的各溶液粘度值,所得结果如图 1 所示。图 1 中共分析了 3 组溶液的粘度随温度变化关系, DVB/PCS 质量比分别为 0.6、0.7 和 0.8。为便于描述,对它们分别编号记作 D6、D7 和 D8。图 1 中 65°C 为 DVB 完全溶解 PCS 后的最终温度,随后温度逐渐下降。每隔 10°C 测定溶液粘度值的变化。由图 1 可知: D6 和 D7 两组溶液具有相同的特征,温度越高,溶液粘度越低,65°C 时, D6 的粘度值为 650 mPa·s, D7 粘度值为 596 mPa·s。随着温度的下降,两组溶液的粘度值呈指数增加, D6 溶液的的粘度值在温度降至 45°C 时已经超过 3000 mPa·s, D7 溶液的粘度值在温度降至 35°C 时也超过 3000 mPa·s。温度降至室温时,两组溶液均呈糊状,不具备流动性。根据文献[12] 报道,一般溶液体系粘度大于 3000 mPa·s 后,流动性便开始急速下降,前驱体难以浸渍复合材料。D8 溶液的粘度值随温度降低先下降后升高,温度为 45°C 时,溶液的粘度值最低,为 123 mPa·s,降至 25°C 时,溶液粘度值则升高至 1210 mPa·s,高于 65°C 下的 820 mPa·s。

通过对比三组溶液的粘度值,可以得出结论: DVB/PCS 溶液体系需在较高温下才能保持好的流动性。在 45°C 条件下, D8 组溶液具有良好的流动性,在 65°C 下, D7 组溶液具有良好的流动性。但是综合考虑, DVB/PCS 溶液体系不适合作为浸渍剂使用,因为溶液需要始终保持较高温度才能具备良好的流动性,这对浸渍模具、设备的要求较高,增加了成本。同时,在温度较高的情况下,真空浸渍时溶液容易发生沸腾现象。虽然 D8 组在 30°C 以上仍具备良好的流动性,但 DVB 的含量过高。由于 DVB 主要由 C、H 元素组成,过量后容易造成裂解产物中碳含量增多,陶瓷产率降低,不利于材料抗氧化性能。因此,本研究将不采用 PCS/DVB 体系作为制备 C/C-SiC 复合材料的浸渍原料。

二甲苯/聚碳硅烷 (Xylene/PCS) 体系: 二甲苯溶液具有溶解力强,挥发速率适中的优点,是一种良好的有机溶剂。作为聚碳硅烷的溶剂,二甲苯溶液不参与聚碳硅烷的固化交联,在固化阶段即可全部挥发掉,与 DVB 溶剂相比,能够有效地增加聚碳硅烷的含量。因此,二甲苯溶剂质量比越低,聚碳硅烷含量就越高,越有利于提高陶瓷产率。在前期的工作基础上本研究制定了如表 2 所列的三组比例以确定最佳的溶液粘度与温度。

图 2 给出了 3 组溶液的粘度与温度变化曲线,分别为 Xylene/PCS 的质量比等于 0.45、0.4 和 0.35。为便于描述,对它们分别编号记作 X45、X40、X35。65°C 为二甲苯完全溶解 PCS 后的最终温度,随后温度逐渐下降,每隔 10°C 测定溶液粘度值的变化。由图 2 可知: 3 组溶液在 35°C 以上均具有良好的流动性,在 35°C 以下则粘度值急剧升高。X35 组在 25°C 时粘度值超过 5000 mPa·s,溶液呈胶状,不具备流动性,在后期静置 24 h 后重新加热到 50°C,溶液状态不再改变,说明 X35 组二甲苯含量过低,不利于作为浸渍溶液使用。X40 组在 25°C 度仍具有较好的流动性,但粘度较大,温度降到 15°C 时,溶液粘度超过 4000 mPa·s,说明在低温下不能作为浸渍溶液使用。X45 组的粘度值始终保持在较低数值,溶液流动性较好,但是二甲苯含量较高,相应的聚碳硅烷在固化交联后的含量偏低,影响到陶瓷产率的提高,延长制备周期。

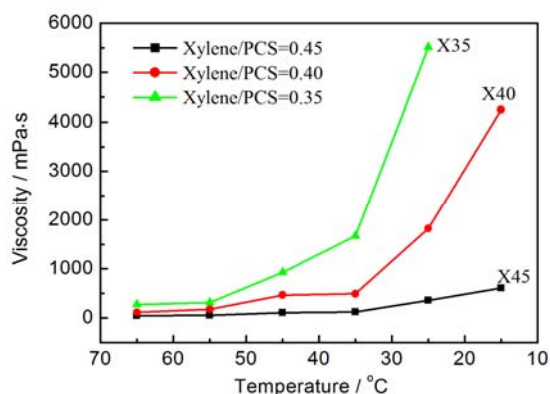


图 2 不同 Xylene/PCS 质量配比溶液粘度随温度的变化关系

Figure 2 Variation of viscosity with temperature for solutions with different Xylene/PCS ratios

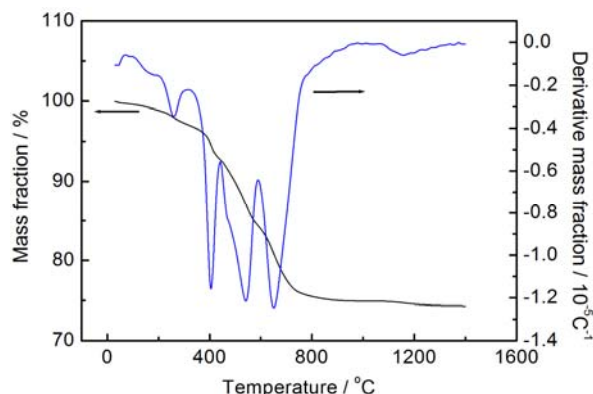


图 3 PCS 的 TG-DTG 曲线
Figure 3 TG-DTG curves of PCS

前驱体溶液的陶瓷产率也是一项重要的指标，对复合材料致密度的提升有着直接影响，为此，对 PCS 溶液固化后进行了热重分析，结果如图 3 所示。由 PCS 的 TG-DTG 曲线可知：PCS 的质量损失从 200°C 左右开始，至 800°C 左右基本结束。陶瓷产率为 74.31%。PCS 的裂解是一个复杂的吸热-放热反应，并伴随着质量的变化^[13]。在 200°C 到 500°C 之间，吸热和放热反应交替进行，一是未交联完全的小分子吸热挥发，二是 PCS 分子之间发生缩合反应，同时又释放出 H₂ 和 CH₄ 小分子气体，质量开始下降；500°C 到 700°C 之间，PCS 分子的侧基及部分链条端部裂解，同时又释放出小分子气体，此时质量变化最为明显。800°C 以上失重率很小，无定形结构开始归整化。

对 PCS 裂解后的产物进行 XRD 分析，结果如图 4 所示，PCS 裂解后的产物主要为 SiC。

综合考虑以上因素，确定采用 X40 组作为浸渍溶液，浸渍时温度保持在 35°C，储存温度为 35°C，此时溶液的流动性好，陶瓷产率高，二甲苯的挥发率低，有利于缩短制备周期。

2.2 材料致密化

谢翀博等人^[14]利用料浆加压过滤法在 3D 碳纤维预制体中引入 SiC 微粉，能够快速提高复合材料的致密度。郑文伟等人^[15]利用超声工艺在碳纤维编织物中引入 SiC 微粉，同样在前几个制备周期内能够快速提高复合材料致密度。姜凯等人^[16]在制备首周期内利用在有机前驱体中添加无机粉体的方法，快速提升复合材料的初始密度。但是，这些制备方法中都存在着无机粉体的沉降问题，容易造成表面封孔，影响到复合材料的内部结构，造成密度分布不均^[17]。因此，如何高效利用 PCS 溶液来快速提升复合材料的初始密度成为制备工艺的关键。本文主要针对目前的浸渍工艺进行优化，利用超声波的“空化”作用和真空-压力浸渍^[18]，将 PCS 的浸渍效率发挥到最大，提高复合材料固化后的质量。

超声波应用的研究：C/C 复合材料本身属于惰性材料，与有机溶液的结合能力较差，不易被有机浸渍液充分浸润，而且随着后期致密度的不

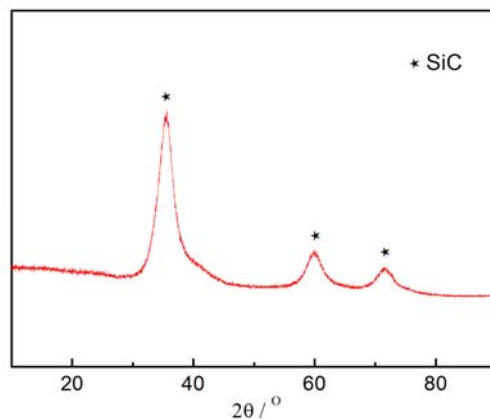


图 4 PCS 裂解产物的 XRD 谱图
Figure 4 XRD pattern of PCS pyrolytic product

断提高,材料表面的孔隙越来越紧密,有机溶液就更难完全浸润到纤维之间^[19]。因此在浸渍过程中,如何有效提高复合材料与浸渍溶液之间的浸润性,对于提高复合材料质量的均匀性具有重要意义。

超声波的应用能够很好地改善预浸料的浸润性^[20]。超声产生的气泡在破裂瞬间会释放出巨大的能量,能够加快溶液体系分子的运动速度,增加复合材料与浸渍溶液之间的接触面积,使 PCS 溶液完全浸润碳纤维复合材料,促进其在复合材料表面的吸附、扩散和渗透^[19],从而增加复合材料固化后的质量,有利于提高材料的致密度。

超声浸渍时间对 C/C 复合材料固化裂解后的质量影响如表 3 所示。由表 3 可知,超声波的使用能够有效提高复合材料固化后和裂解后的质量,超声时间在 30 min 之后,增重百分数达到较高水平,但当延长到 45 min 时,增重百分数并没有显著变化。因此,超声时间选择 30 min 为最佳。

表 3 超声时间对质量增重的影响
Table 3 The effect of ultrasound time on the weight gain

Time / min	Weight gain fraction after curing	Weight gain fraction after lysis
0	22.37%	13.25%
15	26.75%	16.38%
30	30.84%	19.26%
45	31.85%	19.68%

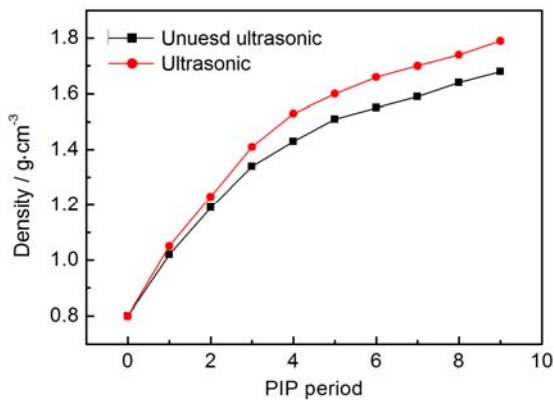


图 5 C/C 复合材料超声浸渍前后密度对比
Figure 5 Comparison between the densities of C/C composites before and after ultrasonic impregnation

图 5 为 C/C 复合材料超声浸渍和常规浸渍 9 个周期后的密度对比图。由图可知:在浸渍裂解的前两个周期,超声浸渍的优势并不明显,原因是此时复合材料密度较低,表面孔隙率较高,浸渍液不经过超声波的作用就能够很好地渗透到复合材料内部。但随着复合材料密度的增大,采用超声浸渍的优势愈加明显。9 个周期后,复合材料的密度接近 1.80 g/cm³,而未采用超声浸渍的复合材料密度只能达到 1.60 g/cm³左右。分析认为,超声浸渍能够使浸渍液有效地进入到纤维内部,使预制体内的有机物含量提高。

初始密度对材料影响的研究:在浸渍裂解

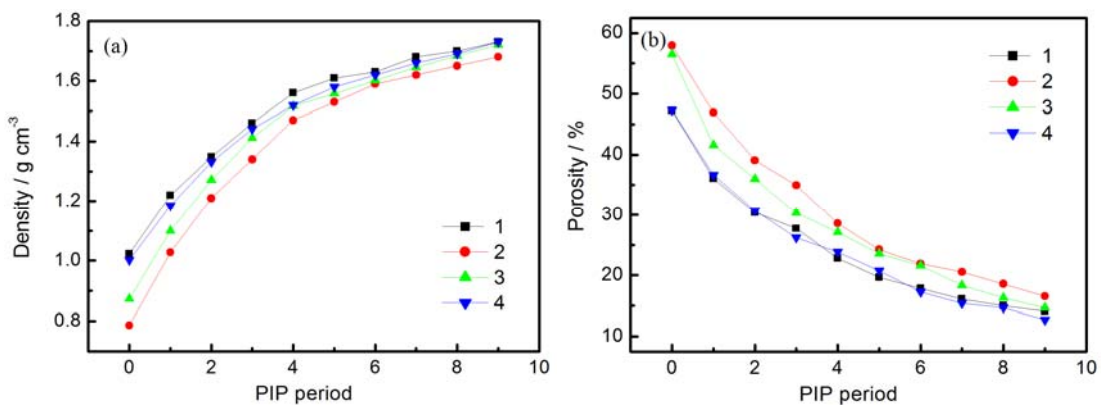


图 6 C/C 复合材料浸渍裂解 9 个周期密度与气孔率的变化趋势
Figure 6 Variations of the density and porosity of C/C composites during 9 cycles

过程中, 裂解后的产物堆积在内部孔隙与外表面之间容易形成狭窄通道甚至形成闭气孔^[21]。根据前期工作研究^[18], 采用超声浸渍 30 min、真空浸渍 1.5 h, 加压浸渍 6 MPa, 能够有效改善复合材料致密度增长缓慢的问题。

选取密度分别为 0.79 g/cm³、0.87 g/cm³、1.00 g/cm³ 和 1.02 g/cm³ 的 C/C 复合材料平板 (性能及编号见表 1), 在相同浸渍条件下进行浸渍, 研究不同初始密度 C/C 复合材料在浸渍过程中密度随浸渍次数的变化关系, 从而确定最佳初始密度。图 6 给出了各平板试样采用 PCS-X40 一组为原料, 经超声、真空加压浸渍-裂解 9 个周期后的密度及气孔率。由图 6 可知: 在前 4 个周期内, 材料密度增加较快, 气孔率下降幅度较大; 随着材料密度的提高, 气孔率下降变缓, 密度增幅也变小。通过密度对比和气孔率对比可以发现: 在复合材料初始密度为 0.8 g/cm³ ~ 1.0 g/cm³ 区间内, 密度控制在 1.0 g/cm³ 左右对复合材料后续的密度增长有利, 最终气孔率也较低。

2.3 C/C-SiC 性能表征

C/C-SiC 复合材料中碳纤维与碳、碳化硅基体相结合, 克服了单纯碳-碳化硅陶瓷原有的脆性^[20]。碳纤维能够通过界面脱粘、断裂及拔出等机制分散材料内部的应力^[23], 因而 C/C-SiC 复合材料具有高强度的特点。另外, 从表 4 可以看出, 复合材料的弯曲强度高于拉伸强度, 其主要原因在于弯曲试验时, 最大应力产生在梁中心外表面, 而拉伸试验时最大应力作用于整个截面, 最大应力作用面越小, 得到的强度越高。

图 7 所示为 C/C-SiC 复合材料断面微观结构。从图中可以看出, 材料致密度较高, 材料断口参差不齐, 纤维体现出明显的拔出效应, 这有利于材料的力学性能的提高。同时也可以看出, SiC 相在 C/C 复合材料内部单丝纤维间、纤维束间的各种孔隙填充良好。

表 4 C/C-SiC 复合材料的常温力学性能

Table 4 Mechanical properties of C/C-SiC composites at room temperature

	Single value	Average value
Tensile strength / MPa	92.4; 98.8; 102; 101; 105	99.8
Bending strength / MPa	355; 332; 325; 323; 356	338
Compression strength / MPa	339; 363; 371; 341; 404	364

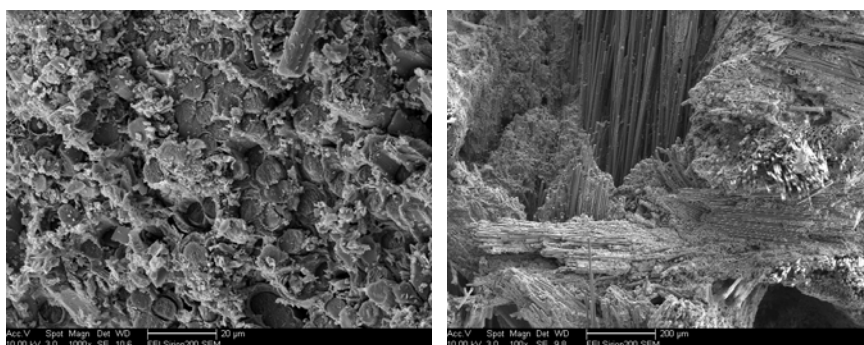


图 7 C/C-SiC 复合材料断面显微结构

Figure 7 SEM images of the fracture surface of C/C-SiC composites

3 结 论

(1) 采用 PCS/二甲苯体系能够得到流动性良好的溶液, 在 35°C 下, 质量比为 0.4 的 PCS 溶液粘度值为 490 mPa·s, 同时裂解产率高。

(2) 利用超声浸渍及真空加压浸渍工艺制备了 C/C-SiC 复合材料, 超声浸渍能够有效提高前驱体溶液的浸渍效率, 超声时间 30 min 效果最佳, 所制备的复合材料内部结构紧密, 力学性能优异。

参考文献

- [1] 解发瑜, 李刚, 徐忠昌. 高超声速飞行器概念及发展动态[J]. 飞航导弹, 2004, (5): 27-31.
- [2] 何柏林, 孙佳. 碳纤维增强碳化硅陶瓷基复合材料的研究进展及应用[J]. 硅酸盐通报, 2009, 28 (6): 1197-1202.
- [3] 王生朝. C_f/SiC 复合材料的应用研究进展[J]. 材料科学与工程学报, 2007, 25 (3): 489-492.
- [4] 李贺军. 炭/炭复合材料[J]. 新型炭材料, 2001, 16 (2): 79-80.
- [5] 闫联生, 李贺军, 崔红, 等. “CVI+压力 PIP”混合工艺制备低成本 C/SiC 复合材料[J]. 无机材料学报, 2006, 21 (3): 664-670.
- [6] 肖鹏, 徐永东, 黄伯云. CVI 法快速制备 C/SiC 复合材料[J]. 硅酸盐学报, 2002, 30 (2): 240-243.
- [7] TANAKA T, TAMARI N, KONDO I, et al. Fabrication of three-dimensional tyranno fibre reinforced SiC composite by the polymer precursor method [J]. Ceramics International, 1998, 24: 365-370.
- [8] 王建方. 碳纤维在 PIP 工艺制备陶瓷基复合材料过程中的损伤机理研究[D]. 长沙: 国防科学技术大学博士学位论文, 2003.
- [9] 马彦, 陈朝辉. 1800°C 热处理对 PIP 法 C/SiC 复合材料结构和性能的影响[J]. 材料工程, 2015, 43 (4): 98-101.
- [10] 严波. PIP 法制备碳纤维增强碳化硅复合材料及其烧蚀性能的研究[D]. 南京: 南京航空航天大学硕士学位论文, 2008.
- [11] 张磊, 赵东林, 沈曾民. 聚碳硅烷和二乙烯基苯的交联及纳米 SiC 陶瓷的制备[J]. 材料科学与工程学报, 2009, 27 (3): 421-425.
- [12] 陈曼华, 陈世乐, 胡海峰, 等. 二乙烯基苯/聚碳硅烷的配比与交联研究[J]. 宇航材料工艺, 2003, 33 (3): 49-52.
- [13] 曹柳絮. PIP 及 RMI 法制备 C/C-SiC 复合材料过程及其性能研究[D]. 长沙: 中南大学硕士学位论文, 2014.
- [14] 谢翀博, 徐永东, 王毅, 等. 3D 碳纤维预制体中料浆浸渍引入 SiC 微粉工艺研究[J]. 航空材料学报, 2008, 28 (4): 88-93.
- [15] 郑文伟, 陈朝辉, 姚俊涛. 碳纤维编织物中真空浸渍引入 SiC 微粉的工艺研究[J]. 航空材料学报, 2005, 25 (2): 55-58.
- [16] 姜凯, 王艳艳, 周长灵, 等. 有机前驱体中添加 ZrB₂ 和 SiC 微粉制备 C_f/SiC-ZrB₂ 复合材料[J]. 现代技术陶瓷, 2016, 37 (6): 403-411.
- [17] 童长青, 成来飞, 刘永胜, 等. CVI 结合浆料浸渍法制备 2D C/SiC 复合材料的微观结构和力学性能(英文) [J]. 材料科学与工程学报, 2010, 28 (3): 317-322.
- [18] 姜凯, 王艳艳, 张庆利, 等. PIP 工艺制备 C_f/SiC-ZrB₂ 陶瓷基复合材料的研究[J]. 现代技术陶瓷, 2015, 36 (4): 15-19.
- [19] 张希甫, 张翔, 杨晓军. 超声强迫浸渍预浸胶带研究[J]. 固体火箭技术, 2015, (4): 580-584.
- [20] 李晓东, 郝万新, 齐向阳. 超声波技术在木材阻燃浸渍处理过程中的应用[J]. 福建林业科技, 2006, 33 (1): 66-68.
- [21] 刘玲. 先驱体转化法制备连续碳化硅纤维增强氮化硅基复合材料[D]. 厦门: 厦门大学硕士学位论文, 2014.
- [22] 韩秀峰, 张立同, 成来飞, 等. 基体改性对碳纤维增韧碳化硅复合材料结构与性能的影响[J]. 硅酸盐学报, 2006, 34 (7): 871-874.
- [23] 姚寅. 先进复合材料体系的界面力学特性研究[R]. 博士后出站报告. 北京: 中国科学院力学研究所, 2013.