

PyC 界面层厚度对三维针刺 C/ZrC-SiC 复合材料力学性能影响规律

杨晓辉^{1,2} 李克智¹ 白龙腾^{1,2} 王毅²

(1 西北工业大学, 西安 710072)

(2 西安航天动力研究所, 西安 710010)

文 摘 为提高 C/ZrC-SiC 复合材料力学性能, 优化 C/ZrC-SiC 复合材料制备工艺, 采用化学气相沉积工艺制备了不同 PyC 界面层厚度试样, 系统研究了 PyC 界面层厚度对三维针刺 C/ZrC-SiC 复合材料的弯曲、断裂韧性影响规律, 并对其作用机理进行简要分析。结果表明, 随着沉积时间增加, 针刺预制体碳纤维表面 PyC 界面层从颗粒状结构转化为厚度不断增加的热解碳界面层, C/ZrC-SiC 复合材料弯曲力学强度、弯曲模量断裂韧性(K_{IC})和断裂功(γ_{wof})均表现出先增大而后降低的变化规律。

关键词 C/SiC-ZrC 复合材料, 界面层, 弯曲性能, 断裂韧性, 断裂功

中图分类号: V45

DOI: 10.12044/j.issn.1007-2330.2021.02.006

Effects of PyC Interface Thickness on The Mechanical Properties of 3D Needled C/ZrC - SiC Composites

YANG Xiaohui^{1,2} LI Kezhi¹ BAI Longteng^{1,2} WANG Yi²

(1 Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072)

(2 Xi'an Aerospace Propulsion Institute, Xi'an 710100)

Abstract In order to improve the mechanical properties of C/ZrC-SiC composites and optimize the preparation process of C/ZrC-SiC composites, samples with different PyC interface thickness were prepared by chemical vapor deposition (CVD). The effects of PyC interface thickness on the flexural and fracture properties of C/ZrC-SiC composites were systematically studied, and the mechanisms were briefly analyzed. The results show that with the increase of deposition time, the PyC interface on the surface of needle punched carbon fiber transforms from granular structure to pyrolytic carbon interface layer with increasing thickness. The flexural strength, flexural modulus, fracture toughness (K_{IC}) and work of fracture (γ_{wof}) of C/ZrC-SiC composites increase firstly and then decrease.

Key words C/SiC-ZrC composites, Interface, Flexural properties, Fracture properties, Work of fracture

0 引言

C/SiC 复合材料因其优良的高温强度保留率、断裂韧性、良好的化学惰性、耐烧蚀及较低的热膨胀等性能, 被认为空天飞行器热端部件(如鼻锥、火箭喷管、机翼前缘等)最有前途的备选材料^[1-5]。然而, 随着空天飞行器飞行速度的持续增加(大于 5 Ma), 要求这些组件在发射期间、返回或飞行过程中需要承受更高的温度和更大的机械振动应力, 部件局部温

度可能超过 2 000 °C, 而 C/SiC 复合材料 SiC 基体在超过 1 700 °C 以上会发生主动氧化反应^[6]生成 SiO₂, 失去对碳纤维和基体的保护, 导致其无法实现 1 650 °C 以上长时间服役工作, 故有必要不断提高 C/SiC 复合材料服役使用温度, 同时兼顾良好的力学特性。

目前, 有关提高 C/SiC 复合材料耐温能力的主要方法有涂层制备^[7-9]和基体改性^[10-14]两种。其中, 基体改性技术因超高温陶瓷分散均匀、良好的工艺性

收稿日期: 2020-09-17

基金项目: 国家自然科学基金项目(U51521061 和 51772247); 国家“111”计划项目(B08040)

第一作者简介: 杨晓辉, 1986 年出生, 博士, 主要从事超高温陶瓷基复合材料工程应用研究。E-mail: yangxiaohui925@163.com

以及简单易实现,成为提高C/SiC复合材料耐高温能力的主要技术途径;而在现有常见基体改性材料ZrC、ZrB₂、HfC、HfB₂几种陶瓷中,ZrC陶瓷凭借耐高温、低成本、抗氧化等优势,引起国内外研究学者广泛关注^[15-17]。但大多数改性ZrC陶瓷均需要Zr系化合物和C经过高温碳热还原反应获得,使得高温热处理会促使纤维和基体在界面处发生强烈的腐蚀反应,进而对碳纤维造成结构损伤^[18],一定程度降低了改性C/SiC复合材料力学性能。因此,十分有必要在保证C/ZrC-SiC复合材料耐高温能力的同时,需进一步改善C/ZrC-SiC复合材料力学性能。

就改善C/ZrC-SiC复合材料力学性能而言,国内外大多数学者主要从界面层厚度调控^[19-23]和界面层成分设计^[24-26]两方面开展类似复合材料力学性能提升研究工作。其中,哈工大张幸红等人^[23]研究了热解碳对C_r/ZrB₂-SiC复合材料断裂韧性影响,发现有界面层复合材料断裂韧性从(5.97 ± 0.18) MPa·m^{1/2}提高至(7.66 ± 0.24) MPa·m^{1/2};西工大李克智等人^[24]采用化学气相沉积和碳热还原反应在碳纤维表面制备了PyC/SiC/TiC复合界面层,发现制备后复合材料的弯曲强度达到(201.45 ± 5.27) MPa,提高41.7%。其中,相比界面层成分设计,界面层厚度控制工艺实现性更强,对复合材料本征力学性能(尤其常温性能)影响更为明显,但上述国内外大多数研究者仅开展了界面层厚度对复合材料弯曲强度或断裂韧性影响规律研究,鲜有报道界面层厚度对C/ZrC-SiC复合材料弯曲强度与韧性指标共同影响规律研究,一定程度阻碍了C/ZrC-SiC该新型复合材料在相

关领域的应用及构件可靠性评价。

本文采用化学气相沉积工艺制备了热解碳(PyC)界面层,通过控制沉积时间制备了不同PyC界面层厚度试样,系统研究了PyC界面层厚度对三维针刺C/ZrC-SiC复合材料的弯曲、断裂韧性影响规律,并对其作用机理进行简要分析。

1 实验

1.1 原材料

碳纤维预制体选择为宜兴飞舟高新技术有限公司生产的3D针刺预制体。碳布:网胎比为75%:25%,纤维体积分数为45%,密度为0.42~0.45 g/cm³。聚碳硅烷(PCS):苏州赛力菲陶纤有限公司,分子量为1 000~1 400 g/mol,软化点为160~260℃,氧含量>1.10%,陶瓷产率55%。聚碳锆烷(PZC):中科院化学所,陶瓷产率35%。

1.2 材料制备

以甲烷为先驱体,采用化学气相沉积工艺在3D针刺预制体碳纤维表面制备PyC界面层,通过控制沉积时间(5、15、30、50 h),获得4组不同厚度PyC界面层的试样预制体,分别标记为S5、S15、S30、S50。

随后,采用如图1所示先驱体浸渍-裂解工艺(PIP)路线完成C/ZrC-SiC复合材料制备,并按要求加工出45 mm×7 mm×3.5 mm(长×宽×高)弯曲性能测试试样和40 mm×3 mm×6 mm(长×宽×高)断裂韧性测试试样。此外,为对比不同PyC界面层厚度C/ZrC-SiC复合材料与C/SiC复合材料弯曲力学性能差异,采用如图1所示工艺路线同时制备了C/SiC复合材料。

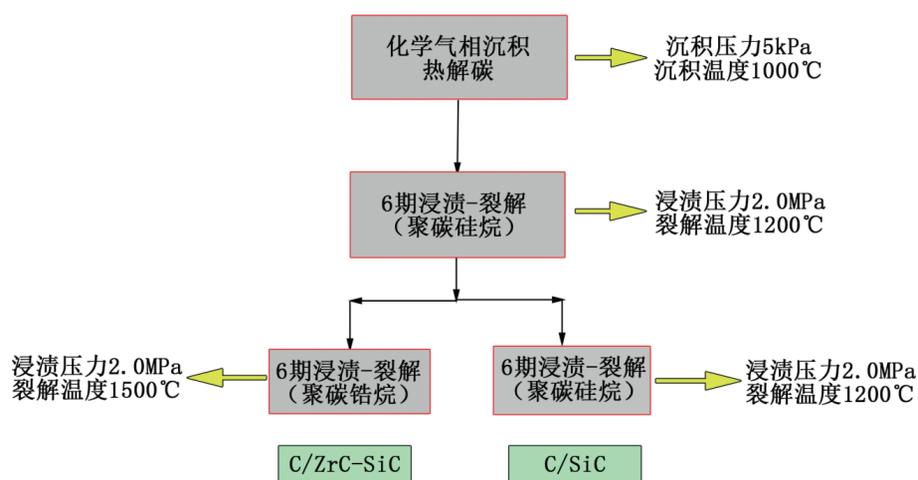


图1 C/ZrC-SiC和C/SiC复合材料制备工艺路线

Fig. 1 Preparation process route of C/ZrC-SiC and C/SiC composites

1.3 性能表征

参照《GB/T 6569—2006 精细陶瓷弯曲试验方法》进行C/ZrC-SiC复合材料和C/SiC复合材料试样

三点弯曲性能测试,采用《GB/T 23806—2009 精细陶瓷断裂韧性试验方法-单边预裂纹梁(SEN3B)法》进行C/ZrC-SiC复合材料断裂韧性测试工作。其中,

三点弯曲性能测试跨距为 35 mm,加载速率为 0.5 mm/min,断裂韧性测试跨距为 24 mm,切口深度为 3.0 mm,加载速率为 0.05 mm/min。此外,采用扫描电镜 (Scanning Electron Microscopy, SEM, JSM-6700F)观察试样截面、断口和微观形貌。

2 结果与讨论

2.1 微观结构

图 2 为不同沉积时间 PyC 界面层涂层 SEM 照片,可以发现,当沉积时间为 5 h 时[图 2(a)],碳纤维表

面出现颗粒状 PyC 状态,符合典型 PyC 熔滴沉积机理^[27];而随着沉积时间增加至 15 h[图 2(b)],碳纤维表面 PyC 厚度增加至 0.5 μm ;随着沉积时间增加至 30 h[图 2(c)],碳纤维表面 PyC 厚度增加至 1.5 μm ,甚至部分碳纤维之间孔隙被 PyC 涂层完全包裹;当沉积时间增加至 50 h[图 2(d)],基本上所有碳纤维之间孔隙被 PyC 界面层涂层完全包裹,甚至表现出一定程度的热解碳基体特征。

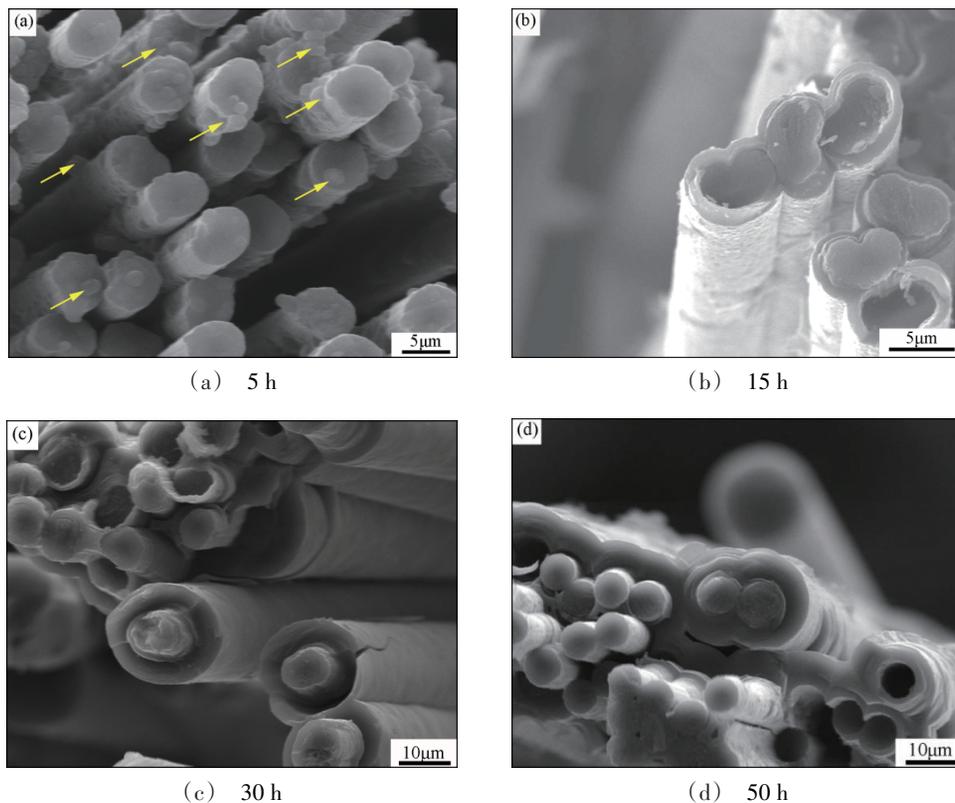


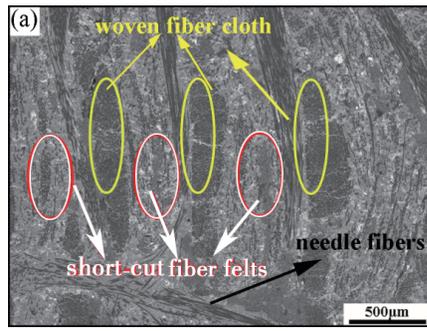
图 2 不同沉积时间获得 PyC 界面层 SEM 照片

Fig. 2 SEM images of PyC interface layer fabricated by different deposition time

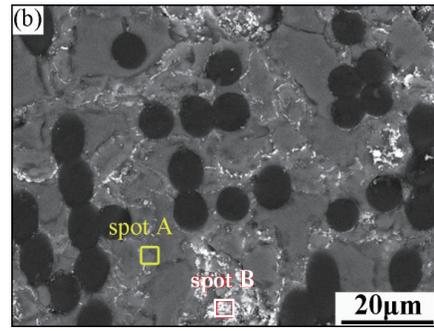
以 S5-C/ZrC-SiC 复合材料为例,观察了本实验制备获得样品横截面,并进行了相应的 EDS 分析,如图 3 所示。从结果来看,S5-C/ZrC-SiC 复合材料在叠层复合材料中表现出碳布与针状纤维短切毡交替叠层,符合三维针状预制件典型结构^[28]。如图 3(b)所示,基体中存在灰色相和亮相,根据 EDS 分析,分别确定为 ZrC 和 SiC[图 3(c)(d)]。与碳布区域相比,短切纤维毡区域 ZrC-SiC 基体的 ZrC 陶瓷(亮相)含量更高,因为短切纤维网区具有较多的微裂纹和内孔,有利于前驱体的浸渍过程,说明本试验选择的工艺路线能够实现 C/ZrC-SiC 复合材料的制备。

为进一步对比,对 4 组 C/ZrC-SiC 复合材料复合材料碳布区域进行 SEM 观察(图 4),可以看出,其 PyC 界面层微观结构存在较大差异:S5-C/ZrC-SiC 复

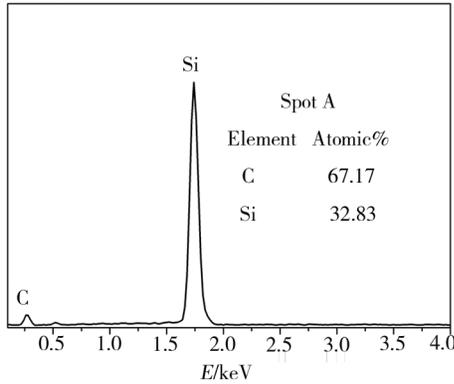
合材料[图 4(a)]碳布区域的碳纤维基本处于分离状态,偶尔发现“纤维结合”现象,说明 PyC 界面层厚度较小;而 S15-C/ZrC-SiC 复合材料[图 4(b)]碳布区域处于分离状态的碳纤维数量明显减少,“纤维结合”现象正在加剧,并出现了“纤维束结合”现象,说明界面层厚度增加到一定程度后,开始填充纤维束之间孔隙;S30-C/ZrC-SiC 复合材料[图 4(c)]碳布区域表现出比 S15-C/ZrC-SiC 复合材料更多的“纤维束结合”现象,说明 PyC 界面层填充纤维束之间孔隙数量不断增加;S50-C/ZrC-SiC 复合材料[图 4(d)],因 PyC 界面层填充纤维束之间孔隙尺寸和数量均得到大幅提升,表现出十分明显的“纤维束结合”现象,而上述现象基本符合图 2 中碳纤维表面界面层 SEM 照片。



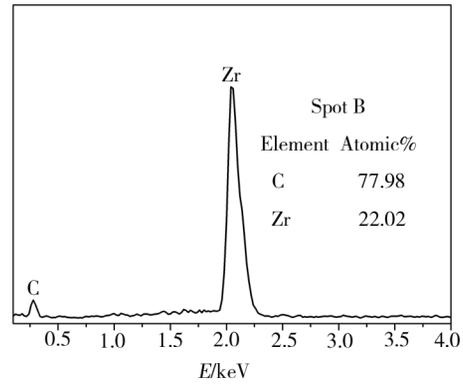
(a) 低倍



(b) 图(a)的放大视图



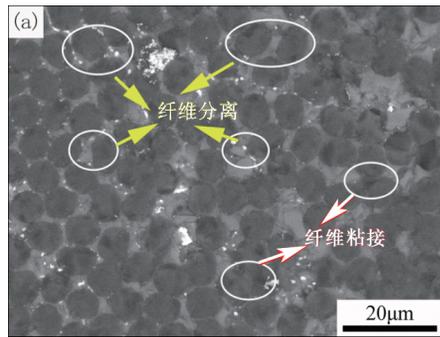
(c) spot A的EDS分析结果



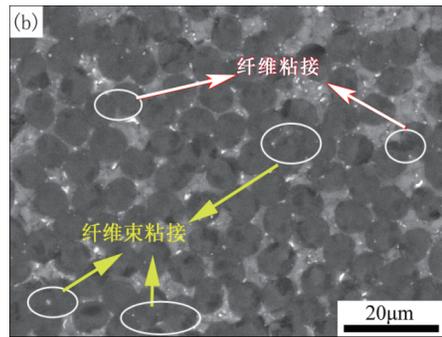
(d) spot B的EDS分析结果

图3 S5-C/ZrC-SiC复合材微观结构SEM照片和EDS分析结果

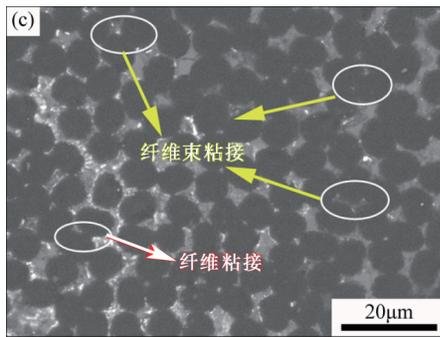
Fig. 3 SEM and EDS analysis of microstructure of S5-C/ZrC SiC composites



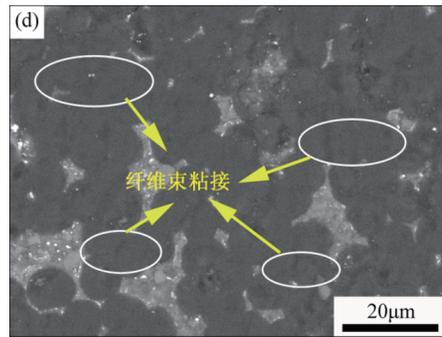
(a) S5



(b) S15



(c) S30



(d) S50

图4 C/ZrC-SiC复合材料试样截面背散射电子图像

Fig. 4 Backscattered electron images of the polished cross section for C/ZrC-SiC composites

2.2 弯曲性能

图5为不同PyC界面层厚度复合材料弯曲力学性能试验结果。可以看出,随着本试验PyC界面层

宇航材料工艺 <http://www.yhclgy.com> 2021年 第2期

厚度的增加,C/ZrC-SiC复合材料[图5(a)]弯曲强度和弯曲模量均表现出先增大而后降低的变化规律。其中,S5-C/ZrC-SiC复合材料弯曲强度和弯曲模量

最小,分别为(78.72±2.15) MPa和(14.44±1.22) GPa,而S30-C/ZrC-SiC复合材料弯曲强度和弯曲模量最大,分别为(171.11±9.06) MPa和(17.56±0.51) GPa。分析认为这主要是由于S5-C/ZrC-SiC复合材料PyC界面厚度较薄,导致碳纤维易发生腐蚀,造成纤维承载能力下降,而随着PyC界面层厚度增加,PyC界面层能有效地防止纤维发生化学腐蚀^[19],同时

较厚界面能缓解纤维与ZrC-SiC基体之间的热膨胀失配,减少基体微裂纹,有助于提高S15-C/ZrC-SiC和S30-C/ZrC-SiC复合材料的弯曲强度。而当S50-C/ZrC-SiC复合材料PyC界面层厚度继续增加时,碳纤维与ZrC-SiC基体啮合强度将逐渐降低,导致PyC界面抗滑移性能降低^[29],引发S50-C/ZrC-SiC复合材料断弯曲强度出现下降。

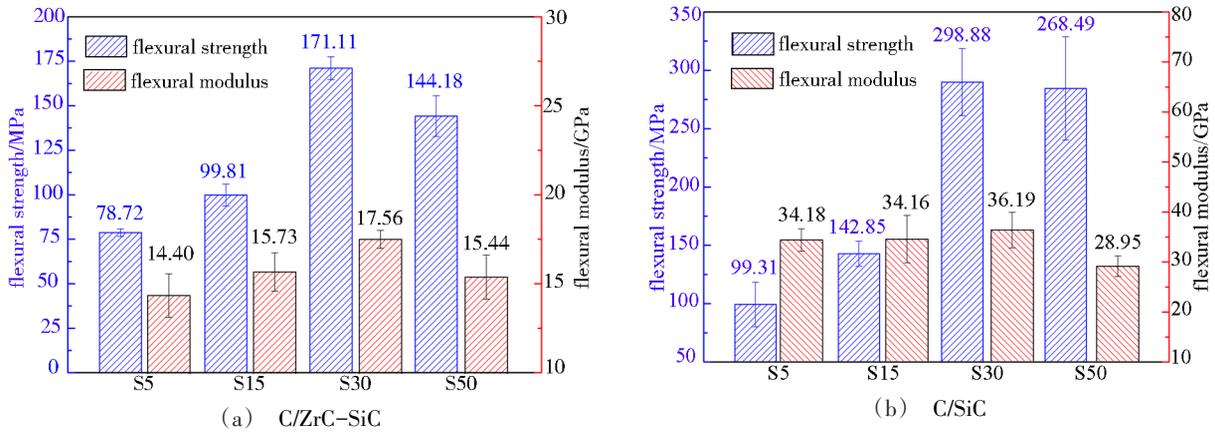


图5 不同界面层厚度复合材料弯曲强度和弯曲模量

Fig. 5 Flexural strength and modulus of composites with different interface thickness

对比C/SiC复合材料弯曲强度和弯曲模量[图5(b)],发现同种界面层厚度C/SiC复合材料弯曲力学性能均明显高于C/ZrC-SiC复合材料,这基本符合相关文献报道结果。经计算,可得S5-C/ZrC-SiC、S15-C/ZrC-SiC、S30-C/ZrC-SiC、S50-C/ZrC-SiC复合材料弯曲强度和弯曲模量分别比C/SiC复合材料下降20.73%和57.98%、30.13%和53.98%、36.10%和51.48%以及50.26%和46.66%,说明随着PyC界面层增厚,C/ZrC-SiC复合材料弯曲强度降低幅度不断

增大,而C/ZrC-SiC弯曲模量降低幅度却不断减小。

图6为不同界面层厚度复合材料的载荷-位移曲线。可见,随PyC界面层厚度增加,C/ZrC-SiC复合材料和C/SiC复合材料在最大载荷下降过程均表现出更为平缓(存在锯齿状下降模式),说明随着PyC界面层增厚,C/ZrC-SiC和C/SiC复合材料均存在从“脆性”向“假塑性”断裂模式转变的趋势。此外,相比于C/SiC复合材料,C/ZrC-SiC复合材料锯齿状下降模式更为明显,说明其具有更好的“假塑性”断裂特征。

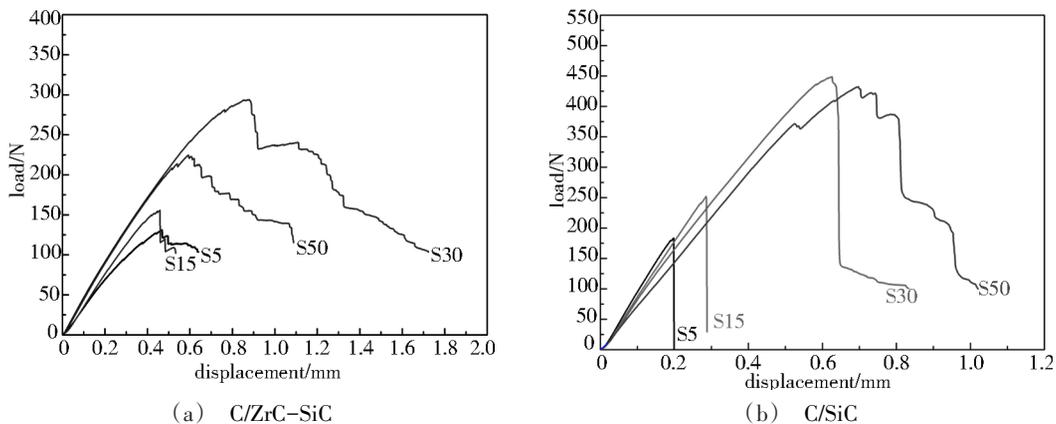


图6 不同界面层厚度复合材料试样典型载荷-位移曲线

Fig. 6 Typical load displacement curves of composite specimens with different interface thickness

图7为同界面层厚度C/ZrC-SiC复合材料弯曲试样断口SEM照片。可见,S5-C/ZrC-SiC复合材料试样断口纤维束拔出数量较少,且拔出长度较短,说明纤维承载能力较差,主要由于PyC界面层厚度较小,

导致基体与纤维之间的界面结合较强,使得纤维无法有效发挥承载作用;而S15-C/ZrC-SiC复合材料试样断口纤维束拔出数量仍然较少,但纤维拔出长度得到一定程度增加,这源于PyC界面层厚度增加,进

一步弱化了基体与纤维之间的结合强度;就 S30-C/ZrC-SiC 复合材料而言,其断口纤维束拔出数量明显增多,说明基体与界面之间的结合强度合适,纤维能够充分发挥承载作用;随着 PyC 界面层厚度继续增加, S50-C/ZrC-SiC 复合材料弯曲试样断口纤维束拔

出数量和长度均有明显减小的趋势,这主要由于 PyC 界面层过厚,基体与纤维之间结合强度过小,使得纤维承载能力下降,且因 PyC 界面层含量的提高,材料内部 ZrC-SiC 基体含量势必下降,进一步削弱了材料总体承载能力,最终使得材料强度降低。

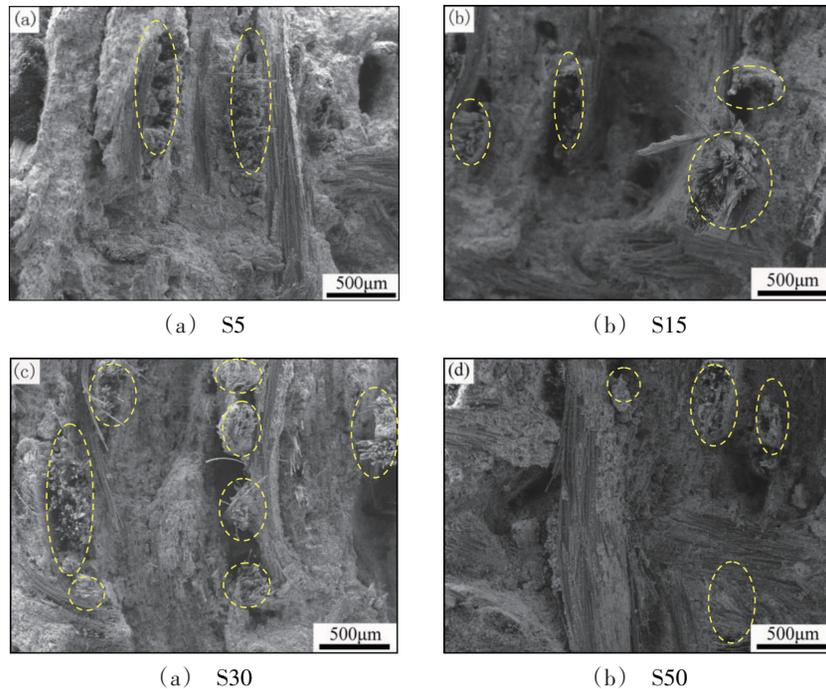


图 7 不同界面层厚度 C/ZrC-SiC 复合材料弯曲试样断口 SEM 照片

Fig. 7 SEM micrographs of the fracture surfaces in the C/ZrC-SiC composites with different interface thickness

2.3 断裂韧性

图 8 为 4 组 C/ZrC-SiC 复合材料断裂韧性 (K_{IC}) 测试结果。结果表明,随着 PyC 界面层厚度的增加, K_{IC} 表现出先增大后减小的变化规律。

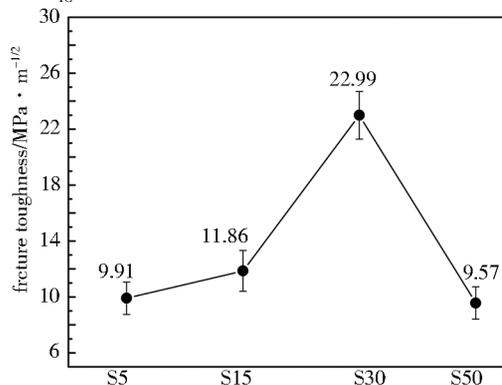


图 8 不同界面层厚度 C/ZrC-SiC 复合材料的断裂韧性
Fig. 8 Fracture toughness of C/ZrC-SiC composites with different interface thickness

其中, S30-C/ZrC-SiC 复合材料的 K_{IC} 最大 (22.99 ± 1.71) $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, 分别比 S5-C/ZrC-SiC [(9.91 ± 0.94) $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$]、S15-C/ZrC-SiC [(11.86 ± 1.55) $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$]和 S50-C/ZrC-SiC 复合材料 [(9.57 ± 1.26) $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$]提高约 132%、94% 和 140%。试验表明,本实验获得 C/ZrC-SiC 复合材料对裂纹较为不敏

感,不会发生灾难性损伤,但仅采用 K_{IC} 指标表征材料断裂韧性具有一定局限性。因此,为进一步准确表征断裂韧性特征,参照文献 [30] 计算了断裂功 (γ_{wof}),主要通过断裂表面能 U 和断裂试样表面积 A 获得。其中, U 可通过积分载荷-时间曲线最大载荷下降 10% 所包裹的面积获得。

图 9(a) 为 4 组 C/ZrC-SiC 复合材料在断裂韧性测试过程中典型载荷-时间曲线。可以发现,均压缩至 0.6~1.5 mm 范围内出现载荷平台,分析认为主要由于试样因表面致密性较差,使得材料表面在断裂韧性测试初期会发生材料压缩变形,进而导致试样载荷作用力保持不变。图 9(b) 为计算得到 C/ZrC-SiC 复合材料的 γ_{wof} 。可以发现 γ_{wof} 变化趋势与 K_{IC} 基本一致,即 S30-C/ZrC-SiC 复合材料 γ_{wof} 最高为 [(2884.08 ± 179.58) J/m^2],其次是 S15-C/ZrC-SiC 复合材料 [(2047.35 ± 172.31) J/m^2]和 S5-C/ZrC-SiC 复合材料 [(1438.78 ± 107.25) J/m^2], S50-C/ZrC-SiC 复合材料的最小 [(1097.55 ± 121.11) J/m^2]。

为进一步明确 4 组复合材料断裂行为,采用 SEM 显微镜观察 4 组断裂韧性试样的裂纹扩展路径特征(图 10)。

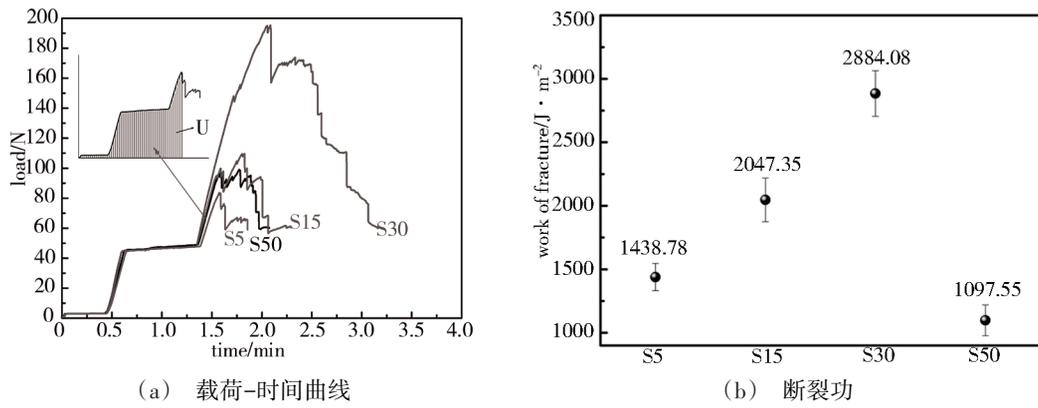


图9 不同界面层厚度C/ZrC-SiC复合材料断裂性能

Fig. 9 Fracture behaviors of C/ZrC-SiC composites with different interface thickness

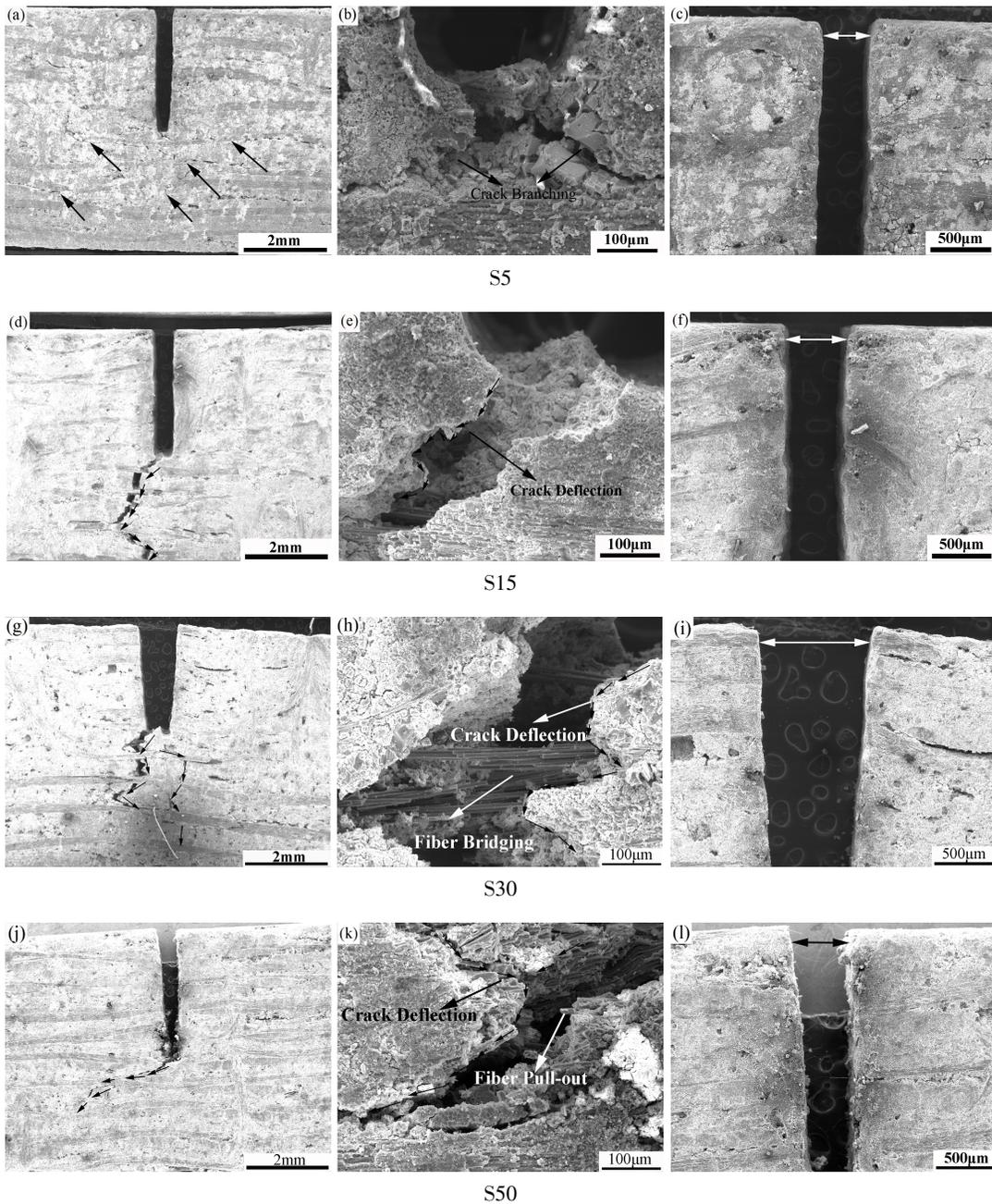


图10 C/ZrC-SiC复合材料断裂韧性试样表面裂纹扩展形貌

Fig. 10 Crack propagation path on the surface of C/ZrC-SiC composites after SENB test

从图 10(a)可以看出, S5-C/ZrC-SiC 复合材料断裂韧性试样表面存在大量微裂纹, 但裂纹基本沿直线方向扩展, 同时在缺口底部可检测到“裂纹分枝”现象[图 10(b)]。随着 PyC 界面层厚度的增加, S15-C/ZrC-SiC 复合材料断裂韧性试样表面裂纹宽度变大[图 10(d)], 并出现更明显的“裂纹偏转”现象[图 10(e)]。而对于 S30-C/ZrC-SiC 复合材料, 其表面可清晰地观察到一些“裂纹分枝”现象[图 10(g)], 并可检测到更严重的“裂纹偏转”[图 10(h)], 同时在缺口底部出现“纤维桥接”现象, 有利于提高 C/ZrC-SiC 复合材料的断裂性能。然而, 随着 PyC 界面厚度不断增加, S50-C/ZrC-SiC 复合材料裂纹数量明显减少, 裂纹宽度明显减小。同时, 还观察到“纤维拔出”现象, 但几乎没有“纤维桥接”现象。

此外, 还发现 SENB 测试完成后, S5, S15, S30 和 S50-C/ZrC-SiC 复合材料断裂韧性试样上缺口宽度存在显著差异[图 10(c)(f)(i)(l)], 即具有最佳断裂性能的 S30-C/ZrC-SiC 复合材料上缺口宽度最大, 接近 1.0 mm, 大于其他任何试样。

3 结论

(1) 随着沉积时间从 5 h 增加至 50 h, 针刺预制体碳纤维表面 PyC 界面层从颗粒状结构转化为厚度不断增加的热解碳界面层, 同时 C/ZrC-SiC 复合材料碳布区域纤维与界面结合方式存在“纤维分离”到“纤维粘接”乃至“纤维束粘接”的演变。

(2) 随着 PyC 界面层厚度的增加, C/ZrC-SiC 复合材料弯曲力学强度和弯曲模量均表现出先增大而后降低的变化规律。其中, S5-C/ZrC-SiC 复合材料弯曲强度和弯曲模量最小, 分别为 (78.72 ± 2.15) MPa 和 (14.44 ± 1.22) GPa, 而 S30-C/ZrC-SiC 复合材料弯曲强度和弯曲模量最大, 分别为 (171.11 ± 9.06) MPa 和 (17.56 ± 0.51) GPa。

(3) 随 PyC 界面层厚度增加, C/ZrC-SiC 复合材料断裂韧性(K_{IC})和断裂功(γ_{wof})均表现出先增大后降低的规律。其中, S30-C/ZrC-SiC 复合材料 K_{IC} 和 γ_{wof} 最高, 分别为 (22.99 ± 1.71) MPa \cdot m^{1/2} 和 (2884.08 ± 179.58) J/m², S50-C/ZrC-SiC 复合材料的 K_{IC} 和 γ_{wof} 最低, 分别为 (9.57 ± 1.26) MPa \cdot m^{1/2} 和 (1097.55 ± 121.11) J/m²。这主要是由于 S30-C/ZrC-SiC 复合材料在断裂过程中存在较多的“纤维桥连”、“裂纹偏转”和“裂纹分枝”现象, 有利于消耗断裂能, 最终提高材料断裂性能。

参考文献

- [1] JIANG J, WANG S, LI W, et al. Preparation of 3D C_f/ZrC-SiC composites by joint processes of PIP and RMI [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, 607: 334-340.
- [2] SAVINO R, CRISCUOLO L, DI MARTINO GD, et al. Aero-thermo-chemical characterization of ultra-high-temperature ceramics for aerospace applications [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2018, 38(8): 2937-2953.
- [3] SIMONENKO EP, SEVAST YANOV DV, SIMONENKO NP, et al. Promising ultra-high-temperature ceramic materials for aerospace applications [J]. *Russian Journal of Inorganic Chemistry*, 2013, 58(14): 1669-1693.
- [4] 陈玉峰, 洪长青, 胡成龙, 等. 空天飞行器用热防护陶瓷材料[J]. *现代技术陶瓷*, 2017, 38(05): 311-390.
- CHEN YF, HONG CQ, HU CL, et al. Ceramic-based thermal protection materials for aerospace vehicles [J]. *Advanced Ceramics*, 2017, 38(05): 311-390.
- [5] 马青松 刘海韬, 潘余, 等. C/SiC 复合材料在超燃冲压发动机中的应用研究进展[J]. *无机材料学报*, 2013, 28(3): 247-255.
- MA QS, LIU HT, PAN Y, LIU WD, et al. Research progress on the application of C/SiC composites in scramjet [J]. *Journal of Inorganic Materials*, 2013, 28(3): 247-255.
- [6] BALAT PICHELIN M, CHARPENTIER L, PANERAIF, et al. Passive/active oxidation transition for CMC structural materials designed for the IXV vehicle reentry phase [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2015, 35(2): 487-502.
- [7] HUANG LM, XIANG Y, CAO F, et al. The degradation behavior of UHTCs based coatings coated PIP-C/SiC composites in thermal cycling environment [J]. *Composites Part B: Engineering*, 2016, 86: 126-134.
- [8] YANG X, ZHAO HUI C, FENG C. High temperature protective coatings for C/SiC composites [J]. *Journal of Asian Ceramic Societies*, 2014, 2(4): 305-309.
- [9] YANG X, WEI L, SONG W, et al. ZrB₂/SiC as a protective coating for C/SiC composites: effect of high temperature oxidation on mechanical properties and antiablation property [J]. *Composites Part B: Engineering*, 2013, 45(1): 1391-1396.
- [10] YAO J, PANG S, HU C, et al. Mechanical, oxidation and ablation properties of C/(C-SiC)_{CVI}-(ZrC-SiC)_{PIP} composites [J]. *Corrosion Science*, 2020, 162: 108200.
- [11] CHEN Y, SUN W, XIONG X, et al. Microstructure, thermophysical properties, and ablation resistance of C/HfC-ZrC-SiC composites [J]. *Ceramics International*, 2019, 45(4): 4685-4691.

- [12] YANG X, SU Z, HUANG Q, et al. Effects of oxidizing species on ablation behavior of C/C-ZrB₂-ZrC-SiC composites prepared by precursor infiltration and pyrolysis [J]. *Ceramics International*, 2016, 42(16): 19195-19205.
- [13] MA Y, LI Q, DONG S, et al. Microstructures and ablation properties of 3D 4-directional Cf/ZrC - SiC composite in a plasma wind tunnel environment [J]. *Ceramics International*, 2014, 40(7, Part B): 11387-11392.
- [14] FAN X, YIN X. Microstructure and properties of carbon fiber reinforced sic matrix composites containing Ti₃SiC₂ [J]. *Advanced Engineering Materials*, 2014, 16(6): 670-683.
- [15] CHENG Y, LIU C, HU P, et al. Using PyC coated short chopped carbon fiber to tackle the dilemma between toughness and strength of ZrC-SiC [J]. *Ceramics International*, 2019, 45(1):503-509.
- [16] CHEN BW, NI DW, WANG JX, et al. Ablation behavior of Cf/ZrC-SiC-based composites fabricated by an improved reactive melt infiltration [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2019, 39(15): 4617-4624.
- [17] HU P, CHENG Y, XIE M, et al. Damage mechanism analysis to the carbon fiber and fiber-ceramic interface tailoring of C_f/ZrC-SiC using PyC coating [J]. *Ceramics International*, 2018, 44(15):19038-19043.
- [18] YAN C, LIU R, CAO Y, et al. Fabrication and properties of PIP 3D Cf/ZrC - SiC composites [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, 591 (Supplement C) : 105-110.
- [19] YAN C, LIU R, ZHANG C, et al. Effect of PyC interphase thickness on mechanical and ablation properties of 3D C_f/ZrC-SiC composite [J]. *Ceramics International*, 2016, 42 (11): 12756-12762.
- [20] XU X, XU B, HONG C, et al. Effect of pyrolytic carbon interface thickness on microstructure and mechanical properties of lightweight zirconium boride modified carbon-bonded carbon fiber composites [J]. *Composites Part B: Engineering*, 2016, 96: 305-311.
- [21] XIAO K, GUO Q, LIU Z, et al. Influence of fiber coating thickness on microstructure and mechanical properties of carbon fiber-reinforced zirconium diboride based composites [J]. *Ceramics International*, 2014, 40(1, Part B): 1539-1544.
- [22] CAO X, YIN X, FAN X, et al. Effect of PyC interphase thickness on mechanical behaviors of SiBC matrix modified C/SiC composites fabricated by reactive melt infiltration [J]. *Carbon*, 2014, 77: 886-895.
- [23] ZHANG D, HU P, DONG S, et al. Effect of pyrolytic carbon coating on the microstructure and fracture behavior of the Cf/ZrB₂-SiC composite [J]. *Ceramics International*, 2018, 44 (16):19612-19618.
- [24] LI K, ZHOU X, SHI G, et al. Microstructure and mechanical properties of carbon/carbon composites with PyC/SiC/TiC multilayer interphases [J]. *Ceramics International*, 2018, 44 (2):1964-1970.
- [25] HOU Z, LUO R, YANG W, et al. Effect of interface type on the static and dynamic mechanical properties of 3D braided SiC/SiC composites [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, 669:66-74.
- [26] CHEN SA, ZHANG C, ZHANG Y, et al. Effects of polymer derived SiC interphase on the properties of C/ZrC composites [J]. *Materials & Design*, 2014, 58: 102-107.
- [27] 尹洪峰, 徐永东, 张立同. 热解条件对热解碳沉积模式和形貌的影响 [J]. *无机材料学报*, 1999(5): 769-774.
- YIN HF, XU YD, ZHANG LT. Effect of deposition condition on deposition mode and morphology of pyrolytic carbon [J]. *Journal of Inorganic Materials*, 1999(05): 769-774.
- [28] CHEN Z, FANG G, XIE J, et al. Experimental study of high-temperature tensile mechanical properties of 3D needled C/C - SiC composites [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, 654: 271-277.
- [29] BOLIN HE, SUN J. Progress in Interface of Carbon Fiber Reinforced Ceramic Matrix Composites [J]. *Materials Review*, 2009, 23(21): 72-75.
- [30] DAVIDGE RW, TAPPIN G. The effective surface energy of brittle materials [J]. *Journal of Materials Science*, 1968, 3(2): 165-173.