

料浆浸渗法结合 CVI 制备 3D C/SiC-TaC 复合材料及其烧蚀性能研究

Preparing of 3D C/SiC-TaC Composites Using Slurry and CVI
Method and Research on Anti-ablation Property

谢翀博, 徐永东, 王 毅, 张立同, 成来飞, 王一光, 童长青
(西北工业大学 超高温结构复合材料实验室, 西安 710072)

XIE Chong-bo, XU Yong-dong, WANG Yi,
ZHANG Li-tong, CHENG Lai-fei, WANG Yi-guang, TONG Chang-qing
(National Key Laboratory of Thermostructure Composite
Materials, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

摘要: 采用含 14 μ m TaC 微粉 4% (体积分数) 的料浆向 10mm 厚的 3D 碳纤维预制体中引入 TaC, 得到微粉含量高、中、低的三种预制体, CVI 沉积 SiC 致密化后制得 3D C/SiC-TaC 多元基复合材料。氧-乙炔烧蚀试验后采用 XRD 和 SEM 对烧蚀产物和显微结构进行分析。结果表明: 料浆法结合 CVI 可制备出 C/SiC-TaC 复合材料, 高含量的 TaC 微粉烧蚀后形成的 TaC 和 Ta₂O₅ 的固液混合物, 能对烧蚀面进行有效包覆, 有助于提高烧蚀性能。

关键词: 料浆法; 3D C/SiC-TaC; 烧蚀性能

中图分类号: TB332 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381(2009)07-0016-07

Abstract: Using a kind of slurry which contains 14 μ m TaC fillers 4% (volume fraction) to introduce TaC fillers into 10mm thick 3D carbon fiber perform, three kind of TaC content (low, medium, high) preforms were obtained. 3D C/SiC-TaC composites were prepared after densification using CVI SiC. The resultant and microstructure were studied using XRD and SEM after oxygen-acetylene flame test. The results showed that this joint method could prepare C/SiC-TaC composites, the high content TaC fillers were oxidized into TaC and Ta₂O₅ which were a solid and liquid mixture, this mixture could effectively cover the ablation surface and promote anti-ablation property.

Key words: slurry method; 3D C/SiC-TaC; anti-ablation property

难熔金属碳化物 TaC 具有高熔点(3880℃), 高硬度(显微硬度 15.7GPa), 低热导率, 抗热震能力好, 化学性质稳定等优点, 是在 2900~3200℃温度范围内唯一能保持一定机械性能的材料。Choury 指出, 将难熔金属碳化物渗透到 C/C 材料中, 可望研制出能承受 3700℃以上高温的抗烧蚀材料^[1]。G-TaC 复合基体烧蚀机理方面的研究国外已有报道, 对其抗烧蚀性能有充分的肯定^[2]。因此在 C/C 材料的基体中添加难熔金属碳化物提高抗烧蚀性能已逐渐成为新的研究热点^[3,4]。研究表明在驻点压力为 2MPa 的电弧烧蚀性能测试中, 仅含 0.67% (体积分数, 下同) TaC 的 C/C 材料其线烧蚀率和未添加 TaC 的 C/C 材料相比下降了 50%^[5]。烧蚀率明显下降的主要原因是 TaC 颗粒在烧蚀的初始阶段被氧化后所形成的液膜能阻止有氧气氛对材料的进一步破坏, 并能弥补材料缺陷。C/SiC 材料具有良好的高温力学性能, 是少数可在

1700℃以上使用的抗烧蚀高温结构材料之一, 但其高温易氧化烧蚀, 难以满足下一代先进固体火箭发动机的要求, 如果在其基体中添加难熔金属碳化物可能也会提高其抗烧蚀性能。

3D 复合材料具有良好的力学性能, 目前在 3D 预制体中引入 TaC 的方法有液相浸渍-还原合法^[5]、先驱体浸渗裂解法^[6-10]、化学气相渗透法^[11]、制备预制体过程加粉^[12]等方法。直接浸渗 TaC 微粉是最直接经济的方法, 但由于 TaC 微粉的密度很大(14.4g/cm³), 料浆的悬浮性及浸渗均匀性难以保证, 故有研究者^[5]采用先液相浸渍密度较低的五氧化二钽(密度 8.2g/cm³), 再还原化合为 TaC 的方法, 在一定程度上可以回避此问题, 但引入的 TaC 很少(0.67%)。先驱体浸渗裂解法残 C 多、引入 TaC 少(2.2%)。化学气相渗透法^[11]工艺复杂、制备周期长、成本高。制备预制体过程添加 TaC 粉是比较直接的方法, 但前期实验

发现在针刺过程中引入 TaC 微粉的量受到限制(最多 4%),过多的微粉会使毡体成形困难。文献[12]在针刺过程中引入的 TaC 微粉仅为 1.41%,分布也不均匀。国外文献[2]中讲到 C/C 材料含 TaC 的体积分数最大可达 40%。文献[12]中烧蚀结果不够理想可能与 TaC 含量太少有关。

3D 碳纤维预制体中有大量几十到几百微米的孔隙,预制体孔隙率一般都大于 60%,理论上如果采用料浆浸渗法,料浆中的单个亚微米级微粉是很容易进入的,并且引入微粉的体积分数应该较大。但由于料浆中的大量微粉和纤维的摩擦力作用以及颗粒的架桥截留作用使远小于孔隙尺寸的微粉被大量截留在预制体表层,堵塞浸渗通道,浸渗的均匀性和预制体的厚度受到很大限制。Naslain^[14]指出如果料浆浸渗法能在多维预制体中实现,将非常有吸引力。因此料浆浸渗法在 3D 预制体中引入其他低密度微粉在国内外已逐渐成为研究热点并有所突破^[14-21]。专利^[14]表明采用加压过滤法可使微粉在 3D 纤维预制体中进行致密填充,文献[15,16]提出了该专利中的加压过滤模型,文献[17,18]已经对 3D 预制体中的加压过滤法进行了初步探索。

本实验根据文献[17,18]中的加压过滤模型设计了一种 TaC 料浆的加压过滤法,但由于加压过滤法引入的 TaC 微粉呈致密堆积态(如本实验中 TaC 微粉含量高的试样),采用同一种微粉难以制备出不同 TaC 含量的试样。为考核 TaC 含量对烧蚀性能的影响,将加压过滤法进行改进,得到一种加压浸渗法,用该方法制备出 TaC 含量中、低的两种试样。将 4 种(无、低、中、高) TaC 微粉含量的试样进行 CVI 沉积 SiC 致密化,再进行氧-乙炔烧蚀实验,并对烧蚀率、烧蚀形貌和烧蚀产物等进行分析对比。

1 实验

1.1 原材料及性能

(1) 3D 碳纤维预制体

由兰州碳素复合材料厂生产,是以聚丙烯腈平板毡为原料,经低温氧化处理制成预氧毡,再经高温处理成碳毡,有明显的针刺结构。厚度 10mm,纤维体积分数 11%,密度 0.2g/cm^3 。

(2) 碳化钽微粉

由宁夏东方钽业有限公司生产,FTaG-2A, GB7708-87, TaC > 98% (质量分数), 费氏粒径 $1\mu\text{m}$ 。

1.2 料浆制备工艺

用粒度为 $1\mu\text{m}$ 的 TaC 微粉、羧甲基纤维素钠、蒸

馏水配制 TaC 含量为 4% 的料浆,球磨混料 30h。

1.3 3D 碳纤维预制体中引入 TaC 微粉的工艺

(1) 加压浸渗法

本方法的目的是得到 TaC 含量低、中的两种试样。在图 1 所示装置上进行实验,加入料浆后用压缩气体从上部进行加压,实现料浆进入预制体和排出预制体中空气两个目的。为此支撑过滤层采用过滤材料 A,该材料具有很高的通量和均匀分布的孔径,最大透过粒径 $37.8\mu\text{m}$,远大于实验用 TaC 微粉的粒径,因此对 TaC 微粉无截留作用,可使预制体中的空气在加压过程中随料浆进入而排出,料浆流速减缓,但能完全通过,使实验过程易于控制,加压 3min 后预制体即被料浆完全浸透,并有部分料浆从底部排出,此时停止加压,取出烘干后再次进行浸渗。

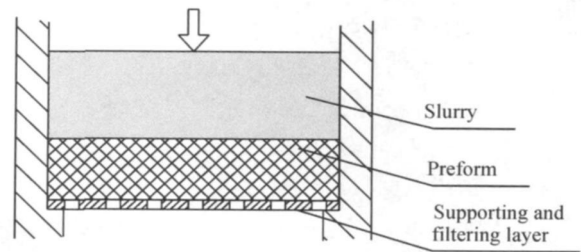


图 1 加压浸渗装置示意图

Fig. 1 Device of pressure infiltration

加压浸渗法的原理是将预制体孔隙中的空气排出,再用同等体积的料浆进行填充,假设纤维预制体每次浸渗后,孔隙全部被料浆填充,则有如下浸渗公式:

$$V = P \times V_1 \times (1 - V_1)^{(n-1)} \quad (1)$$

其中: V 为每次浸渗后预制体中增加的微粉的体积分数; P 为预制体的孔隙率; V_1 为料浆中微粉的体积分数; n 为浸渗次数。由(1)式可知首次浸渗引入微粉的体积分数一定小于料浆中微粉的体积分数。

当 V_1 很小且浸渗次数较少时上式可简化为下式:

$$V \approx P \times V_1 = \text{常数} \quad (2)$$

即每次浸渗引入微粉的量近似相同,于是有下式:

$$\text{预制体中总增加的微粉体积分数} = n P V_1 \quad (3)$$

即预制体中总增加的微粉体积分数与浸渗次数近似为一线性关系,实验中分别浸渗 2 次和 4 次得到 TaC 含量低、中的两种试样。

(2) 加压过滤法

本方法的目的是得到 TaC 含量高的试样。实验装置示意图同加压浸渗法,但采用了孔径更小的过滤材料 B 和更高的压力 ($6.06 \times 10^5 \text{Pa}$),过滤材料 B also 具有很高的通量和均匀分布的孔径,但最大透过粒径为 $3\mu\text{m}$,料浆在通过时被过滤分离, TaC 微粉被截留

在上面,并在纤维预制体中进行堆积,当无滤液排出时停止加压,取出烘干后反复进行浸渗,当毡体无增重时停止浸渗。实验中加压过滤 3 次得到 TaC 含量高的试样。

1.4 含 TaC 微粉的 3D 碳纤维预制体致密化工艺

在本实验室的 CVI 沉积 SiC 炉中进行 TaC 含量无(纯碳毡,制备 C/SiC,作对比用)、低、中、高、等 4 种试样的致密化过程,共沉积 800h。

1.5 氧-乙炔烧蚀实验

按 GJB323A-96 进行烧蚀实验,烧蚀距离 10mm,烧蚀时间 20s,通过计算得到线烧蚀率和质量烧蚀率。

1.6 分析与表征

用精密电子天平对浸渗前后试样的质量进行测量,得到增重数据,进而得到预制体中微粉体积分数(实际上是平均体积分数,下同)。CVI 沉积 SiC 后对试样沿厚度方向进行切割,利用 JSM-6700F 背散射扫描电子显微镜对微粉的分布进行观察。烧蚀实验后烧蚀产物用 Rigaku D/max-2400 X 射线衍射仪(CuK α , $\lambda=0.15406\text{nm}$,管压 40kV,管电流 100mA)分析,烧蚀形貌用 JSM-6700F 扫描电子显微镜分析。

2 结果与分析

2.1 料浆浸渗法引入 TaC 微粉的体积分数及均匀性分析

表 1 为料浆浸渗法所得试样中 TaC 微粉的体积分数,和文献[5,8,12]相比,TaC 含量均有大幅度提高,且三种含量的分布比较合理。图 2 为 3 种 C/SiC-TaC 材料中 TaC 微粉分布的背散射显微照片,CST-1、CST-2 中的 TaC 微粉是用加压浸渗法引入,可以看出在纤维互相靠近且比较密集的地方有被截留的小的 TaC 微粉坯体块,纤维稀少和互相远离的区域无 TaC 微粉,所以 TaC 微粉的分布受纤维分布的制约,如果采用纤维体积分数更高的针刺毡和 3D 编制体,TaC 微粉的分布可能会更均匀。加压浸渗过程中 TaC 微粉主要被纤维吸附截留,即料浆在浸渗驱动力作用下均匀浸透纤维预制体,干燥后微粉被吸附在纤维上,通过反复的浸渗使吸附层不断增厚,导致小的坯体块相互连结从而实现 TaC 微粉引入量的增加。CST-3 中的 TaC 微粉是用加压过滤法引入,由于使用了过滤材料 B,料浆中的微粉被截留在支撑过滤层上,并在预制体底层形成致密堆积层,随着浸渗次数的增加,堆积层迅速增厚,3 次浸渗后预制体已被 TaC 微粉致密填充。

2.2 TaC 微粉含量、气孔率对烧蚀率的影响

材料的烧蚀率数据见表 2,可见线烧蚀率和质量烧蚀率的变化规律基本相同,CST-1 和 C/SiC 相比,线烧蚀率绝对值降低了 $1.2\times 10^{-2}\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$,相对值降低了 15%,这应是添加 4.6%TaC 的作用,说明 TaC 对提高材料抗烧蚀性是非常有效的。和 CST-1 相比,

表 1 不同工艺引入 TaC 微粉含量对比表

Table 1 Comparison of TaC micropowder content with different introducing processes

Material No	TaC filler introducing method	TaC filler volume fraction/ %
CST-1	Pressure infiltration	4.6
CST-2	Pressure infiltration	9.4
CST-3	Pressure filtration	16.8
C/G-TaC ^[5]	Deoxidisation-chemical combination	0.67
C/G-TaC ^[8]	Liquid polymer precursor conversion	2.2(Maximum)
C/G-TaC ^[12]	Adding filler during needling felt	1.41(Maximum)

TaC 含量几乎呈倍数增长的 CST-2 线烧蚀率略高,但明显比 C/SiC 材料低,说明添加 TaC 微粉对提高抗烧蚀性能有作用,但抗烧蚀性能不是受 TaC 含量这一个因素制约。文献[22]认为孔隙率及其分布对烧蚀影响很大,所以 TaC 含量及孔隙率最高的 CST-3 其烧蚀率也最高。文献[5]中仅含 0.67%的 TaC 即能明显改善烧蚀率,参考该研究单位文献[23]对影响烧蚀因素的分析,其中认为烧蚀材料的孔隙率一般应小于 10%,

而且要尽可能小一些,因为开孔会造成材料的局部优先被侵蚀,闭孔中残留的气体在高温时产生的压力足以使材料产生局部破坏,使材料的表面和次表面更容易被烧蚀。因此可以认为本实验中烧蚀率没有表现出明显下降是由于试样的高孔隙率造成的。CST-3 的孔隙率是 C/SiC 的 4 倍,线烧蚀率仅上升了 15%,有力的证实了高含量的 TaC 微粉确实能提高材料的抗烧蚀性能。

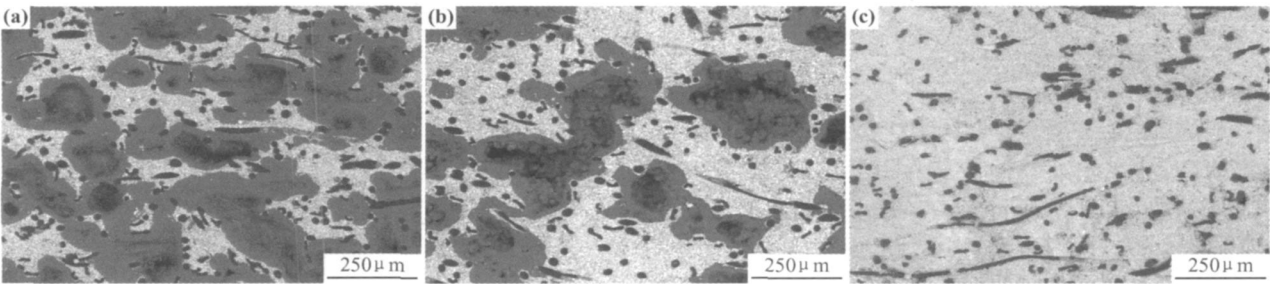


图 2 三种 C/ SiG-TaC 复合材料中 TaC 微粉的分布状态(其中白色为 TaC 微粉, 黑色圆形及条形物为碳纤维, 其余为 SiC 基体及孔隙) (a) CST-1; (b) CST-2 ; (c) CST-3

Fig 2 The distribution of the TaC micropowder in three kinds of C/ SiG-TaC composites
(The white are TaC micropowders, the black circular and stripes are carbon fibers,
the rest are SiC matrix and pores) (a) CST-1; (b) CST-2 ; (c) CST-3

表 2 4 种材料的性能及烧蚀率

Table 2 Properties and ablation rate of four kinds of materials

Material No	TaC filler volume fraction/ %	Open porosity / %	Linear ablation rate / (10 ⁻² mm • s ⁻¹)	Mass ablation rate / (10 ⁻³ g • s ⁻¹)
C/ SiC	0	10	8	11
CST- 1	4 6	15	6. 8	9
CST- 2	9 4	15	7. 2	10. 2
CST- 3	16 8	40	9. 2	16. 5

2 3 烧蚀中心的表面形貌及成分分析

宏观观察发现三种含 TaC 材料烧蚀表面有一层白色物质, C/ SiC 材料表面灰暗, 无此白色物质, 所以此白色物质应为 Ta₂O₅。图 3 为 4 种复合材料烧蚀中心表面形貌, 可以明显看到 C/ SiC 材料基体被烧蚀后 C 纤维裸露且烧蚀严重, 这是因为 SiC 的氧化产物 SiO₂ 密度较低(2. 32g/ cm³), 抗气流冲刷能力弱。而

三种 C/ SiG-TaC 材料烧蚀表面看不到裸露的纤维, 烧蚀面均连续致密, 无纤维裸露, 但表面凹凸不平, 有较多孔洞, 这应是 Ta₂O₅ 被高温高速气流冲击造成的。对材料烧蚀表面的高倍照片进行对比, 发现在 CST-2、CST-3 烧蚀中心有明显的烧蚀产物结晶, CST-2 中的结晶状物晶粒表面光滑平坦, 晶界较宽且突起, 文献 [24] 认为在功能陶瓷中晶界突起是由于杂质元素在晶

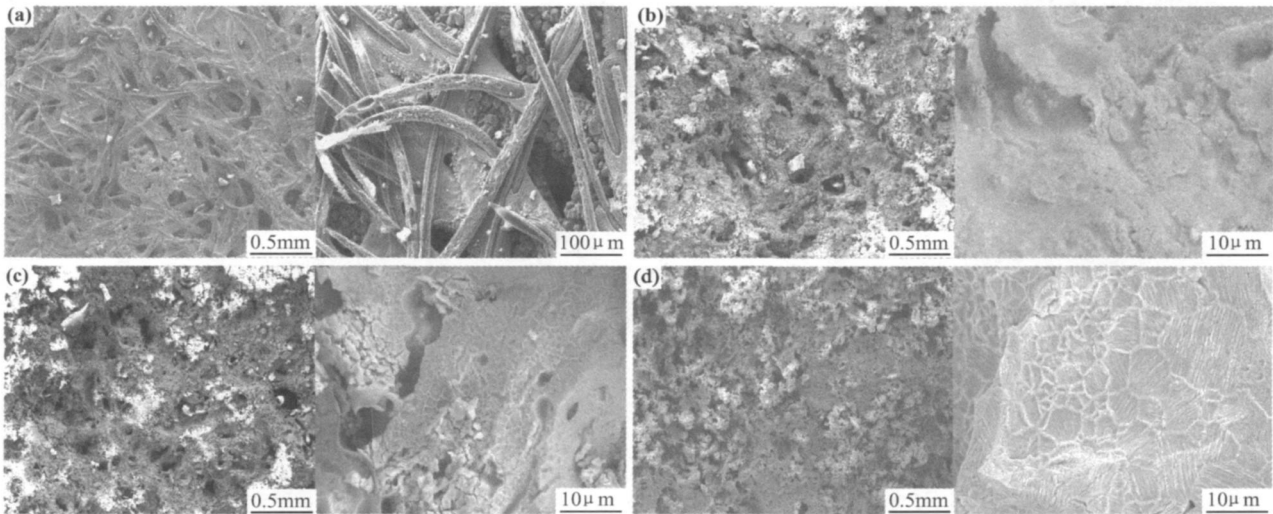


图 3 烧蚀中心表面形貌 (a) C/ SiC; (b) CST-1; (c) CST-2; (d) CST-3

Fig 3 Morphology of the ablation center surface (a) C/ SiC; (b) CST-1; (c) CST-2; (d) CST-3

界偏析拥挤造成的,但 CST-3 中各个晶粒内部有相互平行的条状突起物,且在各个晶粒内的走向不同。CST-3 烧蚀中心的 Ta_2O_5 晶粒内部的条状突起结构和 BaTiO_3 压电陶瓷的 90° 带电畴结构^[24] 非常相似。

Ta_2O_5 是一种优良的高介陶瓷^[25], 还未见其中存在畴结构的报道。畴结构多见于 4 方结构的压电材料中,且在化学腐蚀或热腐蚀后才显露出来,烧蚀后试样出现畴结构可能是烧蚀起到了热腐蚀的作用。缺陷处(例如晶界)或高应力集中处,常常是电畴的成核处, 90° 电畴对于调节及松弛应力十分重要, 90° 电畴成核后,将移去很大内应力, 90° 带状电畴的带宽,随内应力大小而显窄或宽,内应力大,畴壁数量多,畴较窄,低应力,畴壁数量少,畴较宽^[24]。对此结晶物进行能谱分析(图 4),发现仅有 Ta 和 O 元素,用 XRD 对试样烧蚀表面进行分析(图 5),发现主要成分为正交相 Ta_2O_5 (53.18 % 质量分数), 4 方相 Ta_2O_5 (25.45 % 质量分数), 面心立方 TaC (21.38 % 质量分数)。 Ta_2O_5 衍射峰尖锐,对称度高,说明 Ta_2O_5 晶化度较高。4 方相 Ta_2O_5 的存在,可以说明晶粒内的条状突起物是电畴结构。文献[25]中讲到 Ta_2O_5 具有多晶型结构,且结构稳定与制备工艺的不同密切相关。CST-1 和 CST-2 烧蚀中心没有发现畴结构可能与材料不同导致 Ta_2O_5 液膜杂质成分不同、结晶后晶体转变条件不同、应力状态不同等导致 4 方相含量太少有关。

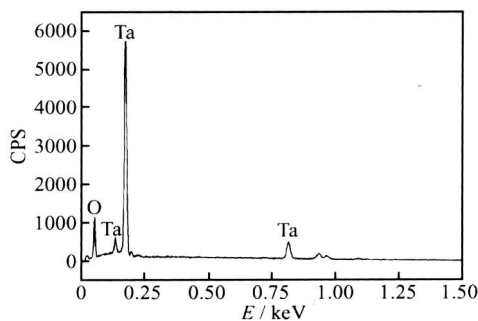


图 4 CST-3 烧蚀中心的能谱分析

Fig 4 Energy spectral analysis of the ablation center of CST-3

2.4 烧蚀中心的截面形貌及成分分析

图 6 为 4 种材料烧蚀中心的截面形貌,可以看出 C/SiC 材料的烧蚀面上无覆盖物,基体中的孔隙和外界连通, CST-1 材料和 CST-2 材料的烧蚀表面有覆盖物,但厚度较小,分布不均匀。CST-3 材料烧蚀中心的表面有约 0.3mm 的致密覆盖层,将基体与外界完全隔开。图 7 为 CST-3 的烧蚀中心各层形貌,可以看出,此致密覆盖层和基体之间还有一较疏松的过渡层,厚度约为 40 μm ,过渡层和致密覆盖层之间局部有裂

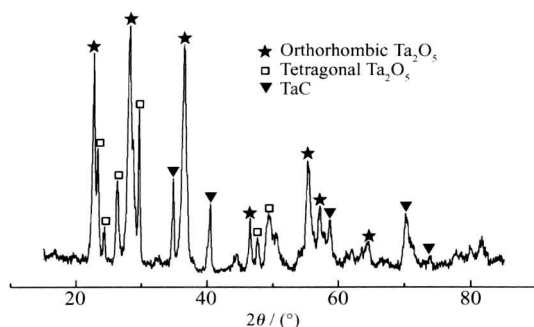


图 5 CST-3 烧蚀中心的 XRD 分析

Fig 5 XRD analysis of the ablation center of CST-3

纹存在,过渡层和基体之间有连续裂纹,致密覆盖层中无纤维,过渡层中有纤维存在。高倍照片显示此致密覆盖层呈两相结构,基体中有许多大小不等的颗粒物,其中大颗粒粒径约为 0.6 μm ,数量较少,小颗粒粒径小于 0.3 μm ,数量很多,由能谱分析(图 8a)发现其中仅有 Ta, C, O 三种元素,说明原材料中的 1 μm TaC 颗粒没有被完全氧化,图中的小颗粒是被部分氧化的 TaC 颗粒,致密的第二相应是 Ta_2O_5 。图 7e 为过渡层照片,图中有许多相互连接的大的颗粒团聚体,由能谱分析(图 8b)发现其中也仅有 Ta, C, O 三种元素,说明是被氧化烧结的 TaC 颗粒。图 7f 为基体中被 CVI 沉积 SiC 固定的分布均匀的 TaC 颗粒。和 CST-2 材料相比, CST-3 材料的 TaC 含量和孔隙率都提高了 1.8 倍左右,但 CST-3 材料表面形成了明显的均匀致密覆盖层, CST-2 材料表面却没有。文献[23]认为孔隙的结构和分布会对烧蚀造成明显影响,本实验中 CST-3 材料孔隙率虽然很大,但孔隙尺寸及分布很均匀,照片中看不到大的孔隙, CST-1 材料和 CST-2 材料孔隙率虽小,但照片中却可以看到许多大且深的孔隙,这会使

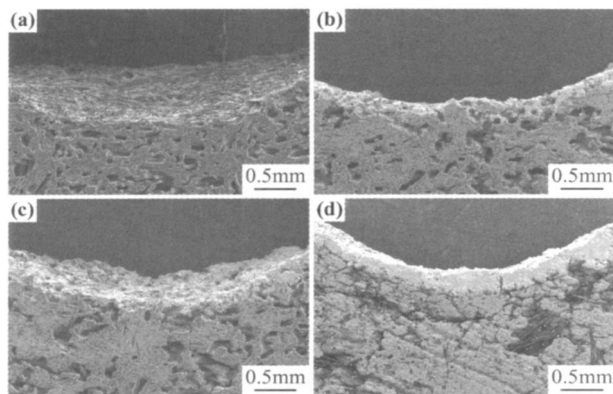


图 6 烧蚀中心截面形貌

(a) C/SiC; (b) CST-1; (c) CST-2; (d) CST-3

Fig 6 Cross section morphology of the ablation center

(a) C/SiC; (b) CST-1; (c) CST-2; (d) CST-3

受烧蚀面积即需覆盖面积成倍增长,且 Ta_2O_5 液膜难以连续均匀铺展,进而导致 Ta_2O_5 液膜被高速气流冲

刷离开表面,加上 CST-1 材料和 CST-2 材料含 TaC 较少,所以在其表面难以形成均匀且较厚的覆盖层。

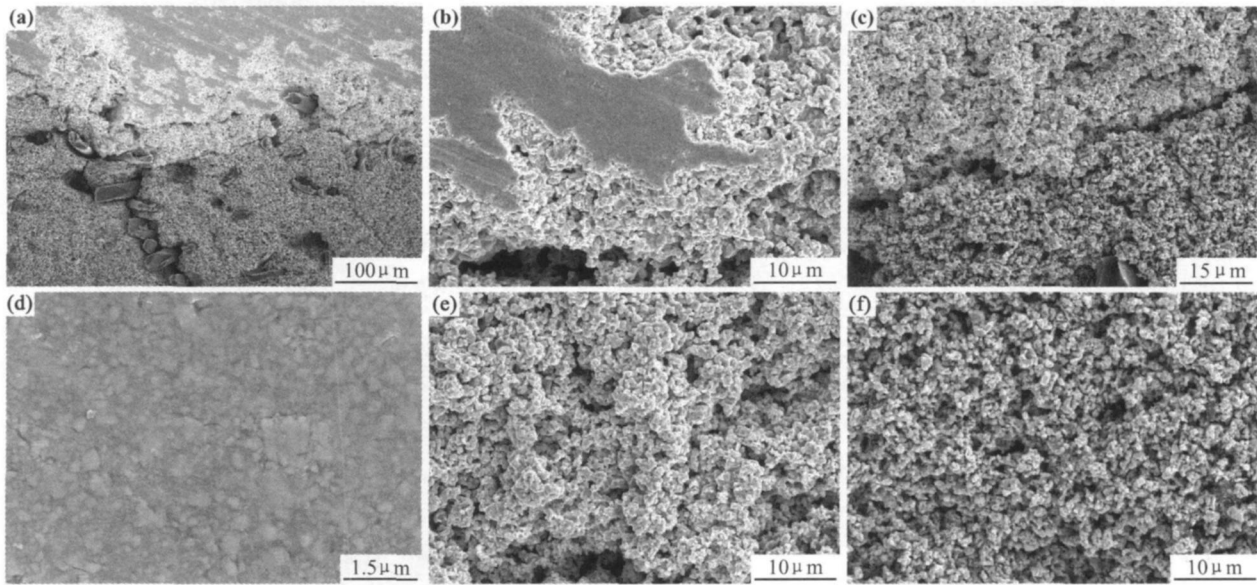


图 7 CST-3 烧蚀中心的各层形貌 (a)烧蚀中心的高倍形貌;(b)致密包覆层和过渡层间的裂纹;(c)过渡层和基体间的裂纹;(d)致密包覆层中未被完全氧化的 TaC 颗粒;(e)过渡层中被氧化烧结的团聚的 TaC 颗粒;(f)基体中被 CVI 沉积 SiC 固定的分布均匀的 TaC 颗粒

Fig. 7 Morphology of the each layer of the ablation center of CST-3 (a)morphology of the ablation center;(b)cracks between the dense coating and interlayer;(c)cracks between the interlayer and matrix;(d) partially oxidated TaC particles in the dense coating;(e)agglomerated TaC particles by oxidating sinter in the interlayer;(f)uniform TaC particles fixed by the CVI SiC in the matrix

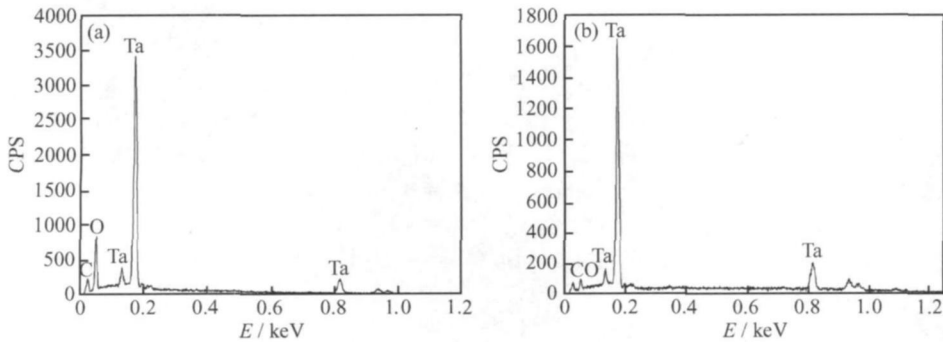


图 8 CST-3 烧蚀中心各层能谱分析 (a) 致密包覆层;(b)过渡层

Fig. 8 Energy spectral analysis of each layer of the ablation center of CST-3

(a) the dense coating ;(b)the interlayer

3 结论

- (1) 采用加压浸渗法和加压过滤法可在复合材料基体中大量引入不同体积分数的 TaC 微粉,且分布均匀。
- (2) CST-1 和 C/ SiC 相比,线烧蚀率绝对值降低了 $1.2 \times 10^{-2} \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, 相对值降低了 15%, 说明 TaC 对提高材料抗烧蚀性是非常有效的。但抗烧蚀性能不

是受 TaC 含量这一个因素制约,复合材料孔隙率及其分布对烧蚀的影响也很大。本实验中烧蚀率没有随 TaC 含量增高而表现出明显下降趋势是试样的高孔隙率造成的。必须优化料浆浸渗 TaC 后材料的致密化工艺,才能有效发挥 Ta_2O_5 液膜的覆盖作用,进而提高抗烧蚀性能。

(3) 含 TaC 体积分数为 16.8% 的 C/SiG-TaC 材料烧蚀中心分为致密覆盖层和过渡层:致密覆盖层表

层完全为 Ta_2O_5 , 并有电畴结构出现, 表层以下的致密覆盖层为 TaC 微粉被氧化烧蚀后 Ta_2O_5 和残余 TaC 微粉的致密混合物; 过渡层中 TaC 微粉烧蚀氧化程度较轻, 为 Ta_2O_5 和 TaC 的非致密混合物。

参考文献

- [1] CHOURY J J. Carbon-Carbon Materials for Nozzles of Solid Propellant Rocket Motors [R]. AIAA Paper No76-609, 1976, 76.
- [2] LAUB B. Thermochemical Ablation of Tantalum Carbide Loaded Carbon-Carbons [R]. AIAA-80-1476, 1980.
- [3] NANCY J S, JAMES A D, NATHAN S J, et al. Materials for Engine Applications Above 3000 °C—an Overview [R]. NASA Technical Memorandum 100169, 1987, 5.
- [4] 苏君明. C/C 喉衬材料的研究和发展 [A]. 第 18 届炭-石墨材料学术会论文集 [C]. 西安: 电工技术学会炭-石墨材料专业委员会, 2000. 198-208.
- [5] 崔红, 苏君明, 李瑞珍, 等. 添加难熔金属碳化物提高 C/C 复合材料抗烧蚀性能的研究 [J]. 西北工业大学学报, 2000, 18(4): 669-673.
- [6] 阎志巧, 熊翔, 肖鹏, 等. 液相浸渍 C/C 复合材料反应生成 TaC 的形貌及其形成机制 [J]. 无机材料学报, 2005, 20(5): 1195-1200.
- [7] 阎志巧, 熊翔, 肖鹏, 等. Ta 有机溶液热处理转变生产 TaC 的过程 [J]. 中国有色金属学报, 2005, 15(10): 1538-1543.
- [8] 相华. 化学液相浸渍法制备 C/G-TaC 复合材料及其烧蚀性能研究 [D]. 西安: 西北工业大学硕士学位论文, 2006.
- [9] XIANG H, XU Y D, ZHANG L T, et al. Synthesis and microstructure of tantalum carbide and carbon composite by liquid precursor route [J]. Scripta Materialia, 2006, 55(4): 339-342.
- [10] 李江鸿, 张宏波, 熊翔, 等. 含钽树脂先驱体转变生成 TaC 的过程研究 [J]. 无机材料学报, 2007, 22(5): 973-978.
- [11] 陈招科, 熊翔, 李国栋, 等. 工艺参数对 CVI-TaC 沉积速率的影响 [J]. 中国有色金属学报, 2006, 16(2): 2047-2053.
- [12] 赵磊. 添加碳化钽炭/炭复合材料的制备及其性能研究 [D]. 长沙: 中南大学硕士学位论文, 2007.
- [13] NASLAIN R. Design, preparation and properties of non-oxide CMCs for application in engines and nuclear reactors: an overview [J]. Compos Sci Technol, 2004, 64: 155-170.
- [14] JAMET J, DAMANGE D, LOUBEAU J. Nouveaux matériaux composites alumina-alumine rupture fortement dissipative et leur preparation [P]. Fr Patent: 2526785. 1983.
- [15] LANGE F F, LAM D C C, SUDRE O, et al. Powder processing of ceramic matrix composites [J]. Mater Sci Eng A, 1991, 144: 143-152.
- [16] LANGE F F, TU W C, EVANS A G. Processing of damage tolerant, oxidation-resistant ceramic matrix composites by a precursor infiltration and pyrolysis method [J]. Mater Sci Eng A, 1995, 195: 145-150.
- [17] SIM S M, KERANS R J. Slurry infiltration of 3-D woven composites [J]. Ceram Eng Sci Proc, 1992, 13: 632-641.
- [18] MOORE MAH T, KELLER K A. 3D composite fabrication through matrix slurry pressure infiltration [J]. Ceram Eng Sci Proc, 1994, 15(4): 113-120.
- [19] SUZUKI K, NAKANO K. Structure and characterization of SiC matrix composite via slurry and pulse CVI Joint process [J]. Ceram Eng Sci Proc, 1997, 18(3): 427-433.
- [20] 郑文伟, 陈朝辉, 姚俊涛. 碳纤维编织物中引入 SiC 微粉的超声工艺研究 [J]. 材料工程, 2004, (3): 31-34.
- [21] 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.
- [22] 刘建军, 苏君明, 陈长乐. 炭/炭复合材料烧蚀性能影响因素分析 [J]. 炭素, 2003, (2): 15-19.
- [23] 方东红, 李瑞珍, 郝志彪. 大型整体毡炭/炭复合材料的密度分布及影响 [J]. 碳素, 2004, (3): 28-32.
- [24] 殷庆瑞, 祝炳和. 功能陶瓷的显微结构、性能与制备技术 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 2005. 15-21, 89-92, 125-131.
- [25] 季凌飞, 蒋毅坚. 激光烧结氧化钽基功能陶瓷 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2006. 10-14.

基金项目: 国家自然科学基金 (50672076)

收稿日期: 2008-04-01; 修订日期: 2008-08-10

作者简介: 谢翀博 (1977—), 男, 工程师, 硕士研究生, 主要从事料浆浸渗法制备 3D C/SiC-TaC 抗烧蚀复合材料的研究, 联系地址: 西北工业大学 547 信箱 (710072), E-mail: npux cb@163.com

(上接第 15 页)

- [7] CHAMBRELAND S, BLAVETE D, BOUET M. Atom-probe investigation of the early stages of decomposition in a nickel-base superalloy [J]. Journal De Physique, 1987, 48: 361-367.
- [8] DUVAL S, CHAMBRELAND S, CARON P, et al. Phase composition and chemical order in the single crystal nickel base superalloy MC2 [J]. Acta Metall, 1994, 42: 185-194.
- [9] VAN DER MOLEN E H, OBLAK J M, KREDGE O H. Control of γ' particle size and volume fraction in the high temperature superalloy Udimet700 [J]. Met Trans, 1971, 2: 1627-1633.
- [10] 中国航空材料手册编辑委员会. 中国航空材料手册第二卷 [M]. 第 2 版. 北京: 中国标准出版社, 2004. 482.
- [11] REINHARDT SCHUHMANN JR. Metallurgical Engineering, Vol. 1 Engineering Principles [M]. Addison-Wesley Press, 1952. 276.

- [12] SHIN J S, BAE J S, KIM H J, et al. Ordering-disordering phenomena and micro-hardness characteristics of B2 phase in Fe (5%-6.5%) Si alloys [J]. Mater Sci Eng, 2005, A407: 282-290.
- [13] KUSABIRAKI K, ZHANG X M, OOKA T. The growth of γ' precipitates in a 53Ni-20Co-15Cr superalloy [J]. Iron Steel Inst Jan Int, 1995, 35: 1115-1120.

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (50471097)

收稿日期: 2008-06-30; 修订日期: 2008-10-15

作者简介: 李红宇 (1973—), 女, 博士生, 现主要从事高温合金方面的研究, 联系地址: 北京科技大学新金属材料国家重点实验室 (100083), E-mail: lihongyu97@126.com