

NITE 工艺制备 SiC_f/SiC 复合材料的研究进展

Research progress on NITE process for fabricating SiC_f/SiC composites

高 晔, 焦 健

(中国航发北京航空材料研究院 先进复合材料国防科技重点实验室, 北京 100095)

GAO Ye, JIAO Jian

(National Key Laboratory of Advanced Composites, AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

摘要: NITE(nano-infiltration and transient eutectic)工艺作为一种制备碳化硅纤维增强碳化硅基(SiC_f/SiC)复合材料的新方法,具备周期短、工艺简单、生产成本低等优点,制备出的复合材料基体致密、孔隙率低、不含残余硅,适用于 1400℃及以上高温长时服役环境应用。目前,日本、美国等国家基于其成熟的第三代碳化硅纤维,对该技术开展了较为深入的研究,并在核能工业热交换器、航空发动机燃烧室衬套等领域进行了应用验证。本文针对 NITE 工艺从基本概念、工艺流程、制备的 SiC_f/SiC 复合材料和构件考核验证及前景展望四方面进行综合阐述,以为国内该工艺的发展及应用提供一定程度的参考。

关键词: SiC_f/SiC 复合材料; NITE 工艺; 碳化硅纤维

doi: 10.11868/j.issn.1001-4381.2019.000048

中图分类号: TB332 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2019)08-0033-07

Abstract: Nano-infiltration and transient eutectic (NITE) process is a new method for fabricating silicon carbide fiber reinforced silicon carbide based (SiC_f/SiC) composites, which has the advantages of short production cycle, simple process and low production cost. The material made by NITE process is with compact matrix, low porosity, and free of residual silicon, therefore, it is suitable for high temperature and long service environments at 1400℃ and above. At present, Japan, the United States and other countries have carried out in-depth research on this technology based on the mature third-generation silicon carbide fiber, and applied the composites in fields such as nuclear energy industrial heat exchangers and aero-engine combustor liners. In this paper, the basic concepts, the manufacturing process, the mechanical properties of SiC_f/SiC composites and component verification and prospects of NITE process were reviewed, in order to provide the reference to a certain degree for the domestic development of this process.

Key words: SiC_f/SiC composite; NITE progress; silicon carbide fiber

碳化硅纤维增强碳化硅基(SiC_f/SiC)复合材料因其具备质轻、抗氧化、抗热震、抗辐射、耐高温性能优异等特点,被广泛应用于航空、航天、汽车和核反应等领域^[1-2]。目前,经过多年的发展,制备 SiC_f/SiC 复合材料的工艺技术主要有化学气相渗透法(CVI)、先驱体裂解法(PIP)及熔渗法(MI)。CVI工艺将先驱体通入反应炉内,在多孔纤维织物预制体内部连续、多次沉积某种物质来制备复合材料,其制备的陶瓷基体纯度高、晶型完整,但该工艺周期长,成本高,制备的 SiC_f/SiC

复合材料孔隙率高。PIP工艺在一定的温度和压力下,将适当理论原子比的液态聚合物(如聚碳硅烷、聚硅烷等)浸渗到多孔纤维织物预制体中,在惰性气体保护下进行交联固化,然后高温热解处理使先驱体聚合物转化为陶瓷基体,由于热解过程中伴随着小分子逸出形成的气孔和基体热解后的体积收缩,需要多次反复进行浸渍-固化-热解,但制备的 SiC_f/SiC 复合材料仍具有较大的孔隙率。MI工艺通过在高温下将熔融 Si 渗入碳化硅纤维增强的多孔体制备出 SiC 基复合材

料,与前两种工艺相比,制备的复合材料致密性较高、孔隙率显著降低,但由于复合材料中存在一定含量的游离硅,在高温下可能会发生反应或挥发使材料的强度降低,不利于在高温下($>1400^{\circ}\text{C}$)长时间使用^[3-5]。

NITE 工艺通过纳米 SiC 粉末浸渍 SiC 纤维后进行热压烧结,从而制备高致密、高性能 SiC_f/SiC 复合材料。由于碳化硅基体所需烧结温度($>1800^{\circ}\text{C}$)及压力($>15\text{MPa}$)较高^[6],该工艺通常需基于耐高温性能更加优异的第三代高结晶程度的 SiC 纤维。本文将从基本概念、工艺流程、制备的 SiC_f/SiC 复合材料和构件考核验证及前景展望对 NITE 工艺进行综合阐述。

1 NITE 工艺基本概念

NITE 工艺于 21 世纪初起源于日本^[7],该工艺主要流程为将含界面层(通常为裂解炭)的 SiC 纤维浸渍到由纳米 SiC 颗粒与氧化烧结助剂混合制成的料浆后,在惰性气体下(通常为氩气)进行热压烧结,以制备 SiC 基复合材料。与其他制备 SiC_f/SiC 复合材料的工艺相比,由于直接采用了 SiC 粉末制备复合材料基体,陶瓷本征性能显著,因此 NITE 工艺制备出的复合材料具备孔隙率低、热导率高、基体致密、结晶程度高、不含残余 Si 等诸多优点,适合高温环境下长时使用。同时,采用的纳米 SiC 粉末比表面积大,反应活性高,有利于提高纤维束之间的浸渍效果和基体的致密化程度,降低烧结助剂的用量以及烧结温度,并减少热压烧结过程中对纤维造成的损伤^[8-9]。

目前主要开展 NITE 工艺的国家以日本与美国为主,在日本 CREST (core research for evolutionary science and technology) 项目^[7]、日/美联合项目

JUPITER^[10] (Japan US program of irradiation test for energy research; I 期 1995~2000; II 期 2000~2005)、日/欧盟联合项目 IFMIF/EVEDA^[11] (international fusion materials irradiation facility/engineering validation and engineering design activities project) 等面向核用材料研究计划的支持下,日本京都大学、美国橡树岭国家实验室等最早开展了 NITE 工艺的探索研究,经过十几年的发展,国外已基本实现 SiC_f/SiC 复合材料的工业化生产,在以核能源工业为首的诸多领域已有广泛的应用^[12]。

2 NITE 工艺发展历程

作为基于液相烧结制备高性能 SiC_f/SiC 复合材料的新工艺^[13],NITE 工艺涉及混合料浆的流变学特性、烧结助剂的优化以及纤维防护等多项技术,研制难度较大^[14]。由于采用的原料通常为具备大比表面积的纳米 SiC 粉末($\approx 110\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$),导致料浆黏性会明显提高,使用传统的束丝缠绕技术难以配置相应的料浆^[15];而且工艺过程中的烧结温度、压力均较高,可能对 SiC 纤维产生损伤。其工艺流程经历了以下发展阶段:

(1)在工艺研制初期,普遍采用 PIP+热压烧结(HP)的方法,工艺流程大致可分为 4 个工序(见图 1)^[15-19]:首先通过化学气相沉积(chemical vapor deposition,CVD)工艺在纤维束表面沉积界面层,其次将纤维束在含聚合物先驱体(通常为 PCS)、纳米 SiC 粉、烧结助剂的料浆中浸渍后高温裂解,形成预制体,该步骤即为 PIP 工艺,然后裁剪预制体,在含纳米 SiC 粉末、烧结助剂的料浆中浸渍、干燥(如有必要,该过程需反复进行),最后在石墨模具中将预制体裁剪、叠层后进行热压烧结(温度 $>1700^{\circ}\text{C}$,压力 $>15\text{MPa}$)。

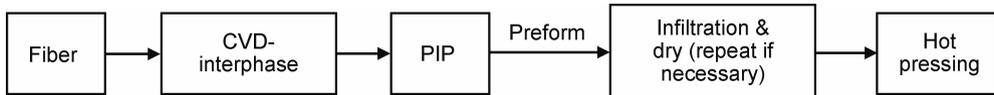


图 1 早期 NITE 工艺路线

Fig. 1 Initial routing of NITE process

(2)在后续的工艺研制中,实验结果表明有无 PCS 料浆制备的复合材料性能差异不大^[20],因此可将 NITE 工艺流程进行简化,即取消 PIP 工艺,简化的工艺路线如图 2 所示^[21]:通过 CVD 工艺在纤维束表面沉积界面层后,将纤维束在料浆中浸渍后干燥,形成预制体并裁剪,叠层后进行热压烧结。Shimoda 等^[22-23]基于该简化的 NITE 工艺制备了两种不同体积分数的 SiC_f/SiC 复合材料(分别对应高韧性复合材料、高强度

复合材料),研究了在 $1000\sim 1500^{\circ}\text{C}$ 热暴露前后的性能变化;同时还研究不同 PyC 界面层厚度对性能的影响,结果表明,当 PyC 界面层厚度适中时(500nm)制备的复合材料强度及韧性均较好^[24]。

(3)早期 NITE 工艺由于普遍采用水性料浆,可操作性较差,且在制备最终构件过程中难以维持预制体的形状,导致复合材料成品率较低^[25-26]。为此,日本室兰工业大学于 2010 年成立了 OASIS (organization of



图 2 简化的 NITE 工艺路线

Fig. 2 Simplified NITE process route

advanced sustainability initiative for energy system/materials) 中心, 其目的之一就是改进 NITE 工艺流程, 提高生产效率, 实现基于 NITE 工艺的 SiC_f/SiC 复合材料工程化生产。为此, 开发了新的 Cera-NITE 工艺, 即采用非液态的 SiC 素坯及 SiC 纤维预浸料作为中间产物, 以提高工艺的稳定性、可控性等, 其基本工艺路线如图 3 所示^[13, 25-26]。

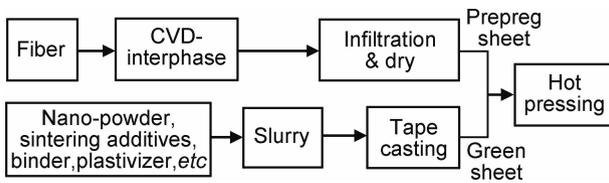


图 3 新型 NITE 工艺路线

Fig. 3 New NITE process route

目前, 日本已基本实现了 NITE 工艺的商用级应用, 可批量生产性能稳定可控的 Cera-NITE SiC_f/SiC 复合材料产品^[25]。基于该工艺制备的复合材料基体致密, 仅存在少量的微型孔洞及残余氧化烧结助剂^[25]。然而, 由于 NITE 工艺需采用成本高昂的高结晶程度的 SiC 纤维, 导致工程化难度较大。为了降低 SiC 纤维原料的成本, 日本室兰工业大学、京都大学与 IEST 公司合作开发了 IC-NITE 工艺, 通过在无定型 SiC 纤维表层覆盖酚醛树脂, 在通过 NITE 工艺制备复合材料的过程中同步实现纤维的原位化结晶^[26]。

近年来, 随着 NITE 工艺的稳定, 国外在该领域的研究已向着更加细化的方面发展, 对其制备的 SiC_f/SiC 复合材料、碳化硅基体的氧化行为和辐射行为等均开展了较为广泛的研究^[27-29]。如 Park 等^[17, 30]对不同氧分压环境下的复合材料氧化行为进行了研究, 发现在高温有氧条件下, 复合材料中的残余烧结助剂会形成软化的玻璃相, 与碳化硅基体反应后气化。Terrani 等^[31]对 NITE 碳化硅基体在 400~700℃, 2~10dpa 辐射环境前后的膨胀率、拉伸强度和热导率进行了对比, 发现碳化硅基体性能几乎不变, 具备良好的抗辐射性能。Hino 等^[32-33]通过气密性测量装置对 PIP, PIP+MI, NITE 工艺制备的 SiC_f/SiC 复合材料板件及管形试件的 He 气密性进行了测试, 结果表明, NITE 工艺比其他工艺制备的复合材料气密性低出 2~5 个数量级。

与国外相比, 我国在 NITE 工艺制备 SiC_f/SiC 复合材料方面开展的研究十分有限, 这主要是由于在 NITE 工艺过程中需对碳化硅基体进行热压烧结, 处理温度通常高于 1700℃。因此, 我国学者以碳纤维为增强体对 NITE 工艺的机理及工艺路线开展了早期的探索研究, 如国防科技大学^[34-36]、浙江大学^[37]、上海硅酸盐研究所^[19]、湖南大学^[38]等开展了热压烧结工艺的系列研究, 对热压烧结过程中的致密化机理、不同烧结助剂对复合材料性能的影响等均有了一定的认识, 为 NITE 工艺制备 SiC_f/SiC 复合材料的机理、原料的制备、工艺参数的控制等提供了参考。上海硅酸盐研究所于 21 世纪初采用日本 Ube 公司提供的 Tyranno SA 纤维制备了 SiC_f/SiC 复合材料, 初步探索了烧结温度、压力等对复合材料性能的影响^[39]。

3 NITE 工艺制备的 SiC_f/SiC 复合材料性能

与 CVI, PIP 等工艺相比, NITE 工艺制备的 SiC_f/SiC 复合材料致密程度高, 且不含残余 Si, 因此导热性能与气密性优异, 适用于高温氧化环境下长时工作。目前国外开展的 NITE 工艺研究大多针对核能工业领域, 因此, 通常采用不含 B 元素的 PyC 界面层体系, 其制备的复合材料基本性能如表 1 所示。

近年来, NITE 工艺制备的复合材料孔隙率较低 (<5%), 因此材料的热导率较高、He 的气密性较低, 被广泛应用于核聚变反应的热交换部件^[40]。由于 NITE 工艺制备的复合材料中不可避免地存在残余氧化烧结助剂, 在辐射环境下比碳化硅基体的膨胀率大, 因此需通过严格控制工艺流程中的氧化助剂用量及比例, 减少其对复合材料抗辐射性能的影响^[41]。

需要指出的是, NITE 工艺制备的 SiC_f/SiC 复合材料的性能、微观结构等与烧结助剂种类、烧结助剂用量、热压烧结温度、热压烧结压力等参数的选取密切相关。Konishia 等^[41]研究了 Al₂O₃, Y₂O₃, YAG, AYC (Al₂O₃ + Y₂O₃ + CaO) 不同种类烧结助剂制备的 SiC_f/SiC 复合材料在核辐射之后的性能变化, 发现烧结助剂为 YAG 的复合材料膨胀率最大, 且辐射后材料内部含有大量微裂纹。Parisha 等^[42]通过对 YA (Al₂O₃ + Y₂O₃), CZA (CeO₂ + ZrO₂ + Al₂O₃), YZA (Al₂O₃ + Y₂O₃ + ZrO₂) 烧结助剂制备的 NITE-SiC 进行热液腐蚀实验发现, YZA 制备的复合材料抗辐射性能最优。Koyanagi 等^[43]对 YA 烧结助剂质量分数分别为 6%, 9% 时的辐射性能进行研究, 结果表明, 烧结助剂含量较高的复合材料受辐射后膨胀率较高, 而残余的 Y 元素受辐射后膨胀率较高是导致该现象的主

表1 NITE工艺制备的SiC_f/SiC复合材料性能Table 1 Properties of SiC_f/SiC composites fabricated by NITE process

Parameter	Kyoto			OAK		Muroran	Shanghai institute of ceramics
Fiber type	Tyranno TM -SA 3 rd			Tyranno TM -SA 3 rd		Cef-NITE TM	Tyranno-SA
Fiber form	Long fiber		Woven	—	Woven	Shot fiber	Woven
Fiber volume fraction/%	≈30	≈50	35-40	≈40	45	45	≈30
Density/(g·cm ⁻³)	2.94-3.06	2.81-3.11	2.73-2.96	≈3.0	3.05	2.76-2.94	2.85-2.93
Porosity/%	1.1-2.1	0.6-6.2	3.7-13.9	≈5.0	5	—	—
Elastic modulus/GPa	289-311	277-354	59-117	≈300	—	—	275.2-286.1
Proportional limit/MPa	—	—	142-365	≈180	142	—	—
Tensile strength/MPa	350-380	322-358	160-238	≈400	344	—	335.3-369.6
Flexural strength/MPa	517-690	375-860	152-497	—	—	96-135	—
Fracture strain/%	0.145-0.286	0.127-0.176	—	≈0.3	—	—	—
Thermal conductivity/ (W·m ⁻¹ ·K ⁻¹)	32-19 (20-1000)°C	21-15 (20-1000)°C	14-21	20-35	—	—	—

要原因。Abe等^[44]基于NITE新工艺采用3种不同类型的SiC素坯制备了SiC_f/SiC复合材料,并对其电导率进行了测试。

由此可知,根据材料的使用条件,可通过更换工艺、原料或修改工艺参数对制备的复合材料进行设计。如美国橡树岭国家实验室与GE公司^[42]基于ZrO₂抗辐射性能良好且水溶性差的特性,将其作为NITE工艺的烧结助剂来制备轻水反应堆的容器。此外,董绍明等^[45]对热压烧结后的SiC_f/SiC复合材料的后处理工艺进行了研究,通过在N₂气氛中对复合材料进行高温热处理,使碳化硅基体与N₂发生反应,在材料表面形成氮化层,以进一步消除材料内部残余孔隙及缺陷,调整相组成及显微结构,改善材料性能。

4 考核验证情况及前景展望

在核能工业领域,超高温反应炉、核聚变反应炉等结构材料长时服役在高温、高辐射等恶劣工作环境下,同时氦气通常作为设备的冷却介质,若产生泄漏将明显降低核反应效率,因此对结构材料的耐高温、耐辐射性能、气密性等提出了苛刻的要求^[8, 33, 46]。SiC_f/SiC复合材料因其优异的性能被视为核能工业设备结构材料的首选,但由于PIP,MI工艺制备的碳化硅基体为非近化学计量比,在中子辐射环境下稳定性较差;CVI工艺制备的复合材料孔隙率较高,严重影响结构的热导率和力学性能,大量实验结果表明,NITE工艺制备的复合材料可成功应用于核能工业领域^[7]。Idris

等^[4]研究发现,尽管存在残余的氧化助剂,NITE工艺制备的SiC_f/SiC复合材料仍具备优异的抗辐射性能。许多专家学者基于NITE工艺制备了不同的核用构件,如Noborio等^[47]针对高温气体反应装置制备了复合材料热交换器,并在LiPb-He双回路结合处进行了测试;Satori等^[48]制备了多层复合材料隔热板,研究了不同孔结构对热导率的影响;Kishimoto等^[11, 44]制备了复合材料加热器,发现在0~1000°C范围内,复合材料热导率几乎不受温度影响,且通过添加W丝可显著提高结构的热导率。

在航空发动机领域,随着对推重比及效率等需求的不断提高,燃烧室、涡轮等热端部件的材料只能诉求于耐高温性能优异的陶瓷基复合材料^[3]。目前,有关NITE工艺在航空发动机领域的研究鲜见报道,仅美国橡树岭国家实验室开展了相关实验,NITE工艺制备的燃烧室衬套经20~1350°C热震加载100个循环后,性能无衰减且组织结构无损伤^[7],表明NITE工艺在航空发动机领域热端部件具有十分可观的应用前景。此外,通过NITE工艺制备高性能SiC纤维^[25]、多孔炭材料^[49],基于NITE工艺的SiC_f/SiC复合材料连接技术^[50]也展现出了日益广泛的应用前景。

尽管NITE工艺制备SiC_f/SiC复合材料构件已取得了一定的应用基础,但目前可制备的构件结构形状仍较为简单,以规则的板件或管形构件为主。其中,板状构件可通过普通HP工艺制备;管形构件则通过“伪热等静压工艺”(pseudo-hot isostatic pressing, P-HIP)进行制备,该工艺将复合材料预浸料铺层到石墨模具中,利用碳粉作为传递压力的介质,以实现管形复

合材料构件的近净成形。然而,如何通过热压烧结制备形状更加复杂的构件,如具备复杂型面结构的航空发动机涡轮叶片等,同时保持材料性能不产生损耗、微观结构不产生损伤,仍是目前 NITE 工艺仍需解决的难题之一。

5 结束语

目前 SiC 纤维增强碳化硅基体复合材料在核能源、航空、航天等领域已开展了一定程度的应用,但随着新技术的发展,特别是核能工业及航空发动机对材料耐高温等性能需求的不断升高,制备 SiC_f/SiC 复合材料的工艺也在不断发展。NITE 工艺作为一种制备 SiC_f/SiC 复合材料的液相烧结新工艺,兼有碳化硅基体近化学计量比、基体致密、制备周期短等优点,展现出了巨大的应用前景。目前国外基于已稳定批量生产的第三代 SiC 纤维已开展了大量 NITE 工艺研究,并利用该工艺制备的复合材料成功应用于核能工业领域,并在航空发动机领域开展了较为深入的研究。目前,国外正在研制可长时工作在 1500~1650℃, 100MPa 下的 SiC_f/SiC 复合材料,NITE 工艺无疑是制备该材料的首选。与国外相比,国内在 NITE 工艺方面的研究存在较大的差距,但随着国内第三代 SiC 纤维关键技术的突破,国内需加大在该领域的研究力度,以赶上发达国家的步伐,提升科技实力,为我国核能源及下一代先进航空发动机等领域的发展奠定基础。

参考文献

[1] 刘虎,杨金华,周怡然,等. 国外航空发动机用 SiC_f/SiC 复合材料的材料级性能测试研究进展[J]. 材料工程, 2018, 46(11): 1-12.
LIU H, YANG J H, ZHOU Y R, et al. Progress in coupon tests of SiC_f/SiC ceramic matrix composites used for aero engines[J]. Journal of Materials Engineering, 2018, 46(11):1-12.

[2] 刘海韬,杨玲伟,韩爽. 连续纤维增强陶瓷基复合材料微观力学研究进展[J]. 无机材料学报, 2018, 33(7): 711-720.
LIU H T, YANG L W, HAN S. Research progress on micro-mechanical property of continuous fiber-reinforced ceramic matrix composites[J]. Journal of Inorganic Materials, 2018, 33(7): 711-720

[3] 焦健,杨金华,李宝伟. 熔渗法制备陶瓷基复合材料的研究进展[J]. 航空制造技术, 2015(增刊 2): 1-6.
JIAO J, YANG J H, LI B W. Progress in ceramic matrix composites fabricated by melt infiltration process [J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2015(Suppl 2): 1-6.

[4] IDRIS M I, YAMAZAKI S, YOSHIDA K, et al. Defects annihilation behavior of neutron-irradiated SiC ceramics densified by

liquid-phase-assisted method after post-irradiation annealing[J]. Nuclear Materials and Energy, 2016, 9: 199-206.

[5] 王洪达,周海军,董绍明,等. SiC_f/SiC 复合材料耐高温氟熔盐腐蚀性能研究[J]. 无机材料学报, 2017, 32(11): 1133-1140.
WANG H D, ZHOU H J, DONG S M, et al. Corrosion behavior of SiC_f/SiC composites in high temperature fluoride salt environment[J]. Journal of Inorganic Materials, 2017, 32(11): 1133-1140.

[6] 朱丹,李玉凤,高明霞,等. SiC_f/SiC 陶瓷基复合材料制备技术与性能研究进展[J]. 材料导报, 2008, 22(3): 55-59.
ZHU D, LI M F, GAO M X, et al. Research development of fabrication techniques and properties of SiC_f/SiC ceramic matrix composite[J]. Materials Review, 2008, 22(3): 55-59.

[7] KATOH Y, KOHYAMA A, NOZAWA T, et al. SiC/SiC composites through transient eutectic-phase route for fusion applications[J]. Journal of Nuclear Materials, 2004, 329/333: 587-591.

[8] HIROHATA Y, JINUSHI T, YAMAUCHI Y, et al. Gas permeability of SiC/SiC composites as fusion reactor material [J]. Fusion Engineering and Design, 2002, 61/62: 699-704.

[9] KATOH Y, DONG S M, KOHYAMA A. Thermo-mechanical properties and microstructure of silicon carbide composites fabricated by nano-infiltrated transient eutectoid process [J]. Fusion Engineering and Design, 2002, 61/62: 723-731.

[10] KOHYAMA A. The present status of SiC/SiC R & D for nuclear application in Japan [J]. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 2011, 18: 162002.

[11] KISHIMOTO H, ABE T, PARK J S, et al. SiC/SiC and W/SiC/SiC composite heater by NITE-method for IFMIF and fission reactor irradiation rigs [J]. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 2011, 18: 162018.

[12] 赵爽,周新贵,余金山. SiC/SiC 复合材料的制备与性能研究进展[J]. 材料导报, 2013, 27(1): 66-70.
ZHAO S, ZHOU X G, YU J S. Research and development in fabrication and properties of SiC/SiC composites[J]. Materials Review, 2013, 27(1): 66-70.

[13] PARK J S, JUNG H C, OOI Y, et al. Fabrication of environmentally resistant NITE-SiC/SiC composites[J]. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 2011, 18: 202012.

[14] PARK J, KOHYAMA A, HINOKI T, et al. Efforts on large scale production of NITE-SiC/SiC composites [J]. Journal of Nuclear Materials, 2007, 367/370: 719-724.

[15] DONG S, KATOH Y, KOHYAMA A. Processing optimization and mechanical evaluation of hot pressed 2D Tyranno-SA/SiC composites[J]. Journal of the European Ceramic Society, 2003, 23(8): 1223-1231.

[16] DONG S, KATOH Y, KOHYAMA A. Preparation of SiC/SiC composites by hot pressing, using Tyranno-SA fiber as reinforcement[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2003, 86(1): 26-32.

[17] PARK J S, KATOH Y, KOHYAMA A, et al. Tailoring the microstructure of hot-pressed SiC by heat treatment[J]. Journal

- of Nuclear Materials, 2004, 329/333: 558-561.
- [18] 董绍明, 丁玉生, 江东亮, 等. 制备工艺对热压烧结 SiC/SiC 复合材料结构与性能的影响[J]. 无机材料学报, 2005, 20(4): 883-888.
DONG S M, DING Y S, JIANG D S, et al. Effects of preparation conditions on the microstructure and properties of hot pressed SiC/SiC composites [J]. Journal of Inorganic Materials, 2005, 20(4): 883-888.
- [19] 丁玉生, 董绍明, 高乐, 等. 烧结温度对 C_f/SiC 复合材料结构及性能的影响[J]. 无机材料学报, 2008, 23(6): 1151-1154.
DING Y S, DONG S M, GAO L, et al. Effect of sintering temperature on microstructure and properties of C_f/SiC composites[J]. Journal of Inorganic Materials, 2008, 23(6): 1151-1154.
- [20] SHIMODA K, HINOKI T, KATO H Y, et al. Development of the tailored SiC/SiC composites by the combined fabrication process of ICVI and NITE methods[J]. Journal of Nuclear Materials, 2009, 384(2): 103-108.
- [21] NAKAZATO N, KISHIMOTO H, SHIMODA K, et al. Effects of preform densification on near-net shaping of NITE-SiC/SiC composites[J]. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 2011, 18: 202011.
- [22] SHIMODA K, KOHYAMA A, HINOKI T. High mechanical performance SiC/SiC composites by NITE process with tailoring of appropriate fabrication temperature to fiber volume fraction [J]. Composites Science and Technology, 2009, 69(10): 1623-1628.
- [23] SHIMODA K, PARK J S, HINOKI T, et al. Microstructural optimization of high-temperature SiC/SiC composites by NITE process[J]. Journal of Nuclear Materials, 2009, 386/388: 634-638.
- [24] SHIMODA K, PARK J, HINOKI T, et al. Influence of pyrolytic carbon interface thickness on microstructure and mechanical properties of SiC/SiC composites by NITE process [J]. Composites Science and Technology, 2008, 68(1): 98-105.
- [25] KOHYAMA A, PARK J, JUNG H. Advanced SiC fibers and SiC/SiC composites toward industrialization [J]. Journal of Nuclear Materials, 2011, 417(1/3): 340-343.
- [26] KOHYAMA A, KOHNO Y, KISHIMOTO H, et al. Industrialization of advanced SiC/SiC composites and SiC based composites; intensive activities at muroran institute of technology under OASIS[J]. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 2011, 18: 202002.
- [27] HAYASAKA D, PARK J, KISHIMOTO H, et al. Gas leak tightness of SiC/SiC composites at elevated temperature[J]. Fusion Science and Technology, 2016, 109/111: 1498-1501.
- [28] IDRISA M I, KONISHI H, IMAIB M, et al. Neutron irradiation swelling of SiC and SiC_f/SiC for advanced nuclear applications[J]. Energy Procedia, 2015, 71: 328-336.
- [29] NOZAWA T, OZAWA K, ASAKURA Y, et al. Evaluation of damage accumulation behavior and strength anisotropy of NITE SiC/SiC composites by acoustic emission, digital image correlation and electrical resistivity monitoring[J]. Journal of Nuclear Materials, 2014, 455(1/3): 549-553.
- [30] PARK J S, KIM J, NAKAZATO N, et al. Oxidation resistance of NITE-SiC/SiC composites with/without CVD-SiC environmental barrier coating [J]. Ceramics International, 2018, 44(14): 17319-17325.
- [31] TERRANI K A, ANG C, SNEAD L L, et al. Irradiation stability and thermo-mechanical properties of NITE-SiC irradiated to 10dpa [J]. Journal of Nuclear Materials, 2018, 499: 242-247.
- [32] HINO T, HAYASHISHITA E, KOHYAMA A, et al. Helium gas permeability of SiC/SiC composite after heat cycles [J]. Journal of Nuclear Materials, 2007, 367/370: 736-741.
- [33] HINO T, HAYASHISHITA E, YAMAUCHI Y, et al. Helium gas permeability of SiC/SiC composite used for in-vessel components of nuclear fusion reactor [J]. Fusion Engineering and Design, 2005, 73(1): 51-56.
- [34] 周新贵, 张长瑞, 何新波, 等. 热解碳涂层碳纤维增强碳化硅复合材料热压工艺研究[J]. 材料工程, 2000(3): 39-41.
ZHOU X G, ZHANG C R, HE X B, et al. A study on the hot press of pyrolysed carbon coated carbon fiber reinforced silicon carbide composite [J]. Journal of Materials Engineering, 2000(3): 39-41.
- [35] 张新明, 何新波, 张长瑞, 等. 热压烧结 C_f/SiC 复合材料的力学性能[J]. 硅酸盐学报, 1999, 27(5): 611-617.
ZHANG X M, HE X B, ZHANG C R, et al. Mechanical properties of hot-pressed carbon fiber reinforced silicon carbide composites [J]. Journal of The Chinese Ceramic Society, 1999, 27(5): 611-617.
- [36] 曹英斌, 张长瑞, 周新贵, 等. 热压烧结法制备 C_f/SiC 陶瓷基复合材料研究[J]. 宇航材料工艺, 1998(6): 35-37.
CAO Y B, ZHANG C R, ZHOU X G, et al. The study of C_f/SiC ceramic matrix composites fabricated by hot pressing sintering method [J]. Aerospace Materials & Technology, 1998(6): 35-37.
- [37] 何新波, 张长瑞, 周新贵, 等. 先驱体转化-热压烧结碳纤维增韧碳化硅复合材料的显微结构[J]. 航空材料学报, 1999, 19(3): 43-50.
HE X B, ZHANG C R, ZHOU X G, et al. Microstructure of the C_f/SiC composites by precursor conversion-hot pressing sintering [J]. Journal of Aeronautical Materials, 1999, 19(3): 43-50.
- [38] 周松青, 唐绍裘, 肖汉宁, 等. 碳化硅及其复合材料的烧结[J]. 陶瓷学报, 1999(1): 41-48.
ZHOU S Q, TANG S Q, SHAO H N, et al. Sintering on SiC and its composite material [J]. Journal of Ceramics, 1999(1): 41-48.
- [39] 丁玉生, 冯债, 曹伟, 等. 热压烧结制备短切 SiC/SiC 复合材料 [C]// 2004 年材料科学与工程新进展论文集. 北京: 中国材料研究学会, 2004: 887-891.
DING Y S, FENG Z, CAO W, et al. Fabrication of short chop SiC/SiC composites by hot-pressing [C]// 2004 Material Science and Engineering. Beijing: Chinese Materials Research Society, 2004: 887-891.
- [40] HINO T, HAYASHISHITA E, YAMADA T, et al. Progress

- of plasma surface interaction study on low activation materials [J]. *Fusion Engineering and Design*, 2006, 81(1/7): 181-186.
- [41] KONISHIA H, IDRIS M I, IMAI M, et al. Neutron irradiation effects of oxide sintering additives for SiC_f/SiC composites[J]. *Energy Procedia*, 2015, 71: 306-312.
- [42] PARISHA C M, TERRANI K A, KIM Y, et al. Microstructure and hydrothermal corrosion behavior of NITE-SiC with various sintering additives in LWR coolant environments [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2017, 37: 1261-1279.
- [43] KOYANAGI T, KONDO S, HINOKI T. The influence of sintering additives on the irradiation resistance of NITE SiC[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2011, 417(1/3): 435-439.
- [44] ABE T, KISHIMOTO H, NAKAZATO N, et al. SiC/SiC composite heater for IFMIF[J]. *Fusion Engineering and Design*, 2012, 87(7/8): 1258-1260.
- [45] 董绍明,陈忠明,谭寿洪,等. 高温等静压后处理液相烧结 SiC 陶瓷的强化与增韧机理[J]. *硅酸盐学报*, 1998, 12(6): 754-761.
- DONG S M, CHEN Z M, TAN S H, et al. Strengthening and toughening mechanism of post-hot isostatic pressing of liquid phase sintered SiC[J]. *Journal of The Chinese Ceramic Society*, 1998, 12(6): 754-761.
- [46] KATOH Y, SNEAD L L, JR. HENAGER C H, et al. Current status and recent research achievements in SiC/SiC composites [J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2014, 455(1/3): 387-397.
- [47] NOBORIO K, YAMAMOTO Y, TAKEUCHI Y, et al. Development of high temperature SiC/SiC composite intermediate heat exchanger He and LiPb[C]// 23rd IEEE/NPSS Symposium on Fusion Engineering, San Diego: IEEE, 2009.
- [48] SATORI K, KISHIMOTO H, PARK J S, et al. Thermal insulator of porous SiC/SiC composites for fusion blanket system [J]. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2011, 18: 162019.
- [49] PARK Y, HINOKI T, KOHYAMA A. Development of multi-functional NITE-porous SiC for ceramic insulators[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2009, 386/388: 1014-1017.
- [50] NOZAWA T, HINOKI T, HASEGAWA A, et al. Recent advances and issues in development of silicon carbide composites for fusion applications[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2009, 386/388: 622-627.

收稿日期:2019-01-15;修订日期:2019-04-10

通讯作者:焦健(1976—),男,研究员,博士,研究方向:陶瓷基复合材料工艺,联系地址:北京市 81 信箱 5 分箱(100095),E-mail: 18601192125@163.com

(本文责编:杨 雪)