

两种典型连续 SiC 纤维的精细微观结构及性能研究

伍翠兰^{1†}, 陈倩倩¹, 张勇¹, 苟燕子², 王应德², 王浩², 陈江华¹

(1. 湖南大学 材料科学与工程学院, 湖南 长沙 410082;

2. 国防科技大学 新型陶瓷纤维及其复合材料重点实验室, 湖南 长沙 410073)

摘要:采用 SEM、TEM、XRD 等表征手段研究了不同温度烧结的两种典型连续 SiC 纤维高温氧化前后的微观结构和性能。发现高温烧结的 F-1 纤维结晶度高, 从表层至芯部, SiC 晶粒尺寸逐步减少; 而石墨含量却稍有增多。低温制备的 F-2 纤维主要为非晶, 其中含有大量 SiC 和石墨纳米晶。F-1 纤维存在少量的孔洞, 其强度为 1.74 GPa, 而 F-2 纤维致密, 强度达到 2.76 GPa。两种纤维在 1 000 °C 空气加热中均发生氧化, 且随时间的延长, 氧化层增厚, 纤维强度降低。虽然高温烧结的 F-1 纤维含有氧扩散通道晶界, 但经 10 h 氧化后纤维的强度保留率仍能达到 55%; 低温烧结的 F-2 纤维抗高温氧化能力差, 经 10 h 氧化后氧化层厚度高达 430 nm, 纤维强度几乎完全丧失。

关键词: SiC 纤维; 高温氧化; TEM; 微观结构; 石墨; 抗拉强度

中图分类号: TQ343

文献标志码: A

Study on Fine Microstructure and Properties of Two Typical Continuous SiC Fibers

WU Cuilan^{1†}, CHEN Qianqian¹, ZHANG Yong¹, GOU Yanzi²,

WANG Yingde², WANG Hao², CHEN Jianghua¹

(1. College of Materials Science and Engineering, Hunan University, Changsha 410082, China;

2. Science and Technology on Advanced Ceramic Fibers and Composites Laboratory, National University of Defense Technology, Changsha 410073, China)

Abstract: Before and after oxidizing, the microstructures and properties of two typical continuous SiC fibers sintered at different temperature were systematically studied by SEM, TEM and XRD. It is found that the grain size gradually decreases from the surface to the core of the F-1 fiber sintered at high temperature, but the content of graphite phase increases slightly. The F-2 fiber sintered at low temperature is mainly composed of amorphous SiC phase, which contains a great deal of nanometer SiC grains and graphite. The strength of the F-1 fibers is 1.74 GPa due to the holes, while the strength of dense F-2 fiber reaches 2.76 GPa. Both fibers are oxidized during heating in air at 1 000 °C, and the oxide layers become thicker and the strength decreases with the prolongation of time. Although the grain boundaries act as diffusion channels of the F-1 fiber, the strength retention rate can still reach 55

* 收稿日期: 2019-04-24

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (11427806, 51831004, 51671082, 51302313), National Natural Science Foundation of China (11427806, 51831004, 51671082, 51302313)

作者简介: 伍翠兰 (1969—), 女, 湖南祁东人, 湖南大学教授, 博士

† 通讯联系人, E-mail: cuilanwu@hnu.edu.cn

% after 10 h oxidation. The high temperature oxidation resistance of the F-1 fiber sintered at low temperature is very low. After oxidizing for 10 h, the thickness of the F-2 fibers reaches up to 430 nm so that the strength is almost completely lost.

Key words: SiC fiber; high temperature oxidation; TEM; microstructure; graphite; tensile strength

SiC 纤维具有高强度和优异的抗高温氧化、耐辐照损伤性、抗蠕变性以及与陶瓷基体良好的相容性等特性^[1-3], 因此受到广泛关注. 先驱体转化法制备 SiC 纤维包含先驱体的合成、熔融纺丝、原纤维不熔化处理以及不熔化纤维高温烧成 4 个步骤^[4], 复杂的工艺使得 SiC 纤维成本较高, 且微观组织结构复杂. 例如, 非晶纤维中分散着 SiC 纳米晶且碳围绕在 β -SiC 纳米晶周围^[5]. Chaim 等^[6]发现纤维中过量的碳和氧在高温下会反应并逸出 CO 气体, 在纤维表面形成孔洞等缺陷.

SiC 纤维直径细, 且质硬而脆, 常规方法难以制备合适的透射电镜(TEM)样品来满足微观结构的精细分析, 研磨法制备的 TEM 样品不知道来自纤维的哪一部位, 因此不能充分地解释纤维的力学性能差异. Zhang 等^[7]通过聚焦离子束切割法(FIB)制得纤维的截面 TEM 样品, 发现近化学计量比的高结晶型纤维内部会出现沿径向梯度不均匀组织, 外层晶粒较大, 芯部晶粒较小. SiC 纤维往往服役于高温环境, 在高温下纤维会发生分解反应生成 CO 和 SiO 气体, 在纤维表面形成孔洞和晶粒异常长大, 影响其力学性能和热稳定性^[8-9]. 迄今为止, 人们对纤维在高温氧气条件下的力学性能和微观组织变化已经展开了一些研究^[10-12], 仅从局部区域的微观组织观察来分析宏观力学性能, 而鲜有全面分析纤维在高温氧化过程中横截面微观组织的变化, 尤其是高结晶度纤维中 SiC 晶界在氧化过程中的作用未有实验报道.

为了深入了解纤维的微观组织和力学性能的内在关联, 解释高结晶度、低强度纤维的抗高温氧化能力优于低结晶度、高强度纤维的原因, 本文选取不同温度烧结的两种典型 SiC 纤维, 采用 X 射线衍射仪(XRD)、扫描电子显微镜(SEM)、透射电子显微镜(TEM)多种表征手段系统分析了不同 SiC 纤维的微观结构、力学性能及高温氧化性.

1 实验方法及材料

实验材料是由先驱体转化法制备得到的两种 SiC 纤维, 制备方法参考文献[13-14], 将其编号为 F-1 和 F-2, 烧结温度分别为 1 800 °C 和 1 300 °C, 其主要参数如表 1 所示. 高温氧化实验在 DFT-1200XCVD 型管式炉内进行, 在空气氛围下以 100 °C/h 的加热速率升温至 1 000 °C, 保温时间为 0~10 h. 采用 M3505CT 万能强力仪测定纤维的单丝抗拉强度, 标准参考 GB 3362-81^[15], 每种试样测试数目为 25 个, 最终结果取平均值. 采用 Bruker D8 型 X 射线衍射仪对纤维进行物相和结晶度分析. 采用 JSM-6700F 场发射扫描电镜对纤维进行形貌观察. 采用配备能谱仪(EDS)和高角环形暗场探头(HAADF)的 Tecnai G2 F20 场发射透射电子显微镜对纤维横截面组织进行 TEM 观察, 其工作电压为 200 kV. 纤维中硅、碳和氧的质量分数分别采用重量法、硫碳分析仪(力可 CS844)及 EIMA-820 氧分析仪(日本 Horiba)测定.

表 1 两种 SiC 纤维的化学成分、结构和性能

Tab.1 Parameters of composition, structure and properties of two SiC fibers

纤维	质量分数/%			抗拉强度 /GPa	弹性模量 /GPa	直径 /μm
	Si	C	O			
F-1	66.83	31.33	0.16	1.74	341	10.6
F-2	60.30	38.83	1.56	2.76	263	10.9

尽管 FIB 切割法能定点制备 TEM 样品, 但该方法需要专业的仪器, 制备成本高, 难以满足大众的需求. 本文采用包埋法制备截面 TEM 样品, 对制备出的样品逐步减薄, 进行 TEM 观察. 截面 TEM 样品制备过程为: 将包埋剂和 SiC 纤维塞入外径为 3 mm 的铜管中, 其中纤维和铜管竖直放置; 将装有纤维的铜管固定在容器内, 以氩气作为保护气体在管式炉内加热至 900 °C, 保温 1 h 后冷却至室温; 随后用金

刚石线切割机切割样品成厚度为 1 mm 的薄片,将薄片在金刚石砂纸上磨薄至 30 μm ,最后采用 Gan-tan 691 离子减薄仪减薄直至穿孔。

2 实验结果与讨论

2.1 SiC 纤维氧化前的微观结构

2.1.1 XRD 分析

SiC 纤维一般主要由 β -SiC 晶粒、石墨及一定含量的非晶相 SiC_xO_y 组成^[6]。图 1 为 SiC 纤维的 XRD 谱图。F-1 纤维衍射峰高且尖锐,说明 β -SiC 晶粒结晶程度较高,晶粒尺寸较大。与 F-1 纤维相比,F-2 纤维衍射峰低且宽,说明其 β -SiC 结晶度低,由谢乐公式^[7]计算 β -SiC 晶粒的尺寸为 11 nm。比较 F-1 和 F-2 纤维衍射峰的半高宽,可得出 F-1 衍射峰的半高宽远小于 F-2 衍射峰的半高宽,因此,F-1 纤维中 β -SiC 晶粒尺寸要大于 F-2 的 β -SiC 晶粒尺寸。另外,在谱图中没有出现石墨或其它相的衍射峰。

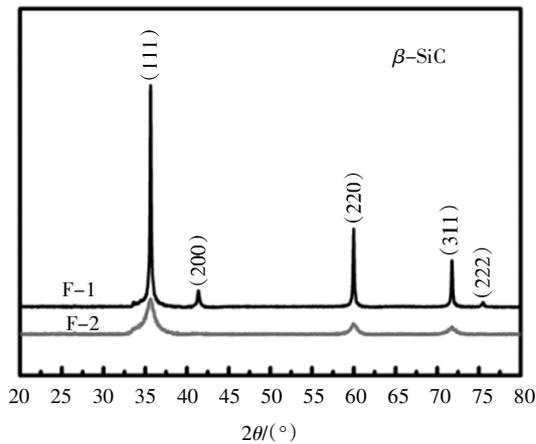


图 1 两种 SiC 纤维的 XRD 谱图
Fig.1 XRD patterns of two SiC fibers

2.1.2 微观形貌的 SEM 分析

图 2 为两种纤维表面和截面的 SEM 形貌图,图 2(a)(e)中嵌入图为对应同类纤维低倍形貌图。低倍的表面形貌像显示两种纤维尺寸均匀、表面光滑干净。高倍 SEM 像显示 F-1 纤维表面上出现尺寸约 200 nm 的 β -SiC 晶粒,而 F-2 纤维表面形貌呈现很小的颗粒状特征。

图 2 (b)~2(d)是 F-1 纤维截面的 SEM 形貌图,表示 F-1 纤维表层和芯部呈现不同的形貌,其中表层区域晶粒结合较紧密;而纤维芯部组织疏松,

存在少量的孔洞。通常,经过预氧化的原纤维外部会形成交联层,而内部交联程度低。在高温烧结时,表面首先无机化,非晶相分解产生的气体能快速逸出,接着表层疏松组织聚集形成致密结构;内部非晶相分解产生的气体不容易逸出,从而导致纤维芯部的组织疏松。与 F-1 纤维相比,F-2 纤维截面的晶粒细小,表层和芯部没有明显组织形貌差别。另外,图 2 还表示 F-1 纤维断口呈现穿晶和沿晶的混合断裂特征,而 F-2 仅为沿晶断裂。

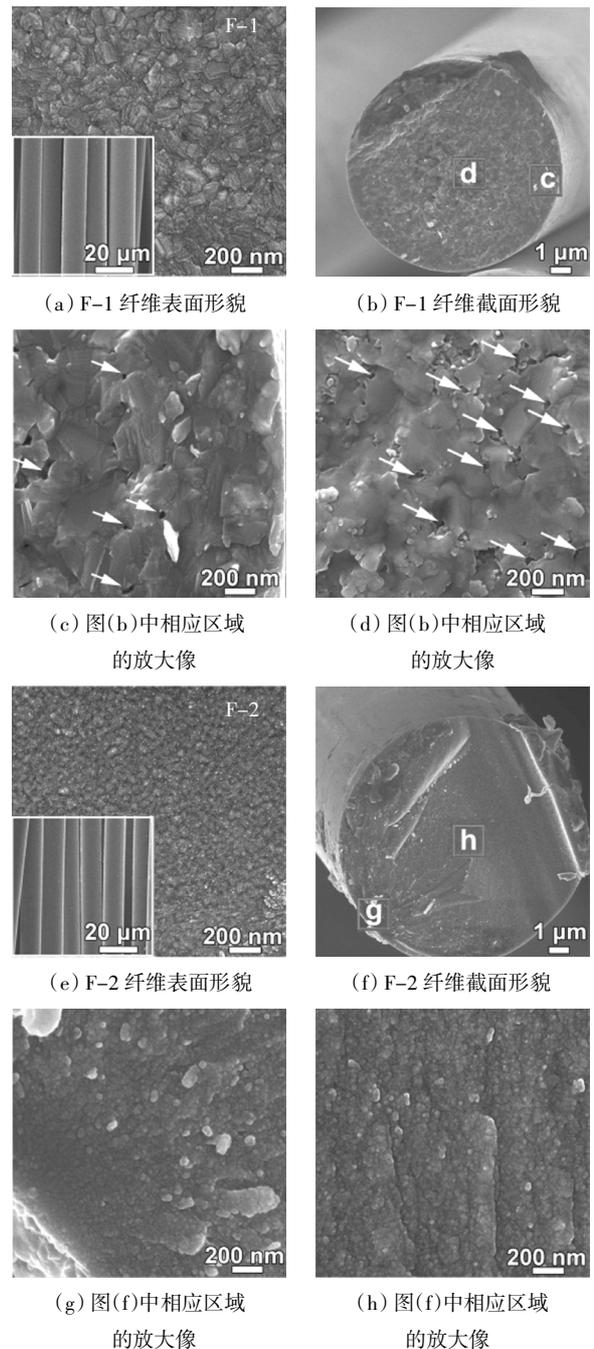


图 2 两种 SiC 纤维微观形貌的 SEM 图

Fig.2 SEM images of two SiC fibers

2.1.3 微观形貌的 TEM 分析

图 3 为 F-1 纤维截面 TEM 图像及 β -SiC 晶粒尺寸统计结果. 图 3(b)~3(d)分别对应图 3(a)中黑色字母所标位置的 TEM 明场像,说明纤维表层区域内 β -SiC 晶粒间结合较紧密,但仍然存在少的石墨, β -SiC 晶粒尺寸约 240 nm,略大于表面 SEM 统计结果,这可能归因于表层 SiC 晶粒沿径向略拉长;芯部区域中 β -SiC 晶粒尺寸约 100 nm. β -SiC 晶粒尺寸沿径向分布规律如图 3(e)所示,表明从表层至芯部, β -SiC 晶粒尺寸逐渐减小. 这是由于表层非晶分解产生的气体能较快的排出,利于 β -SiC 晶粒的聚集长大.

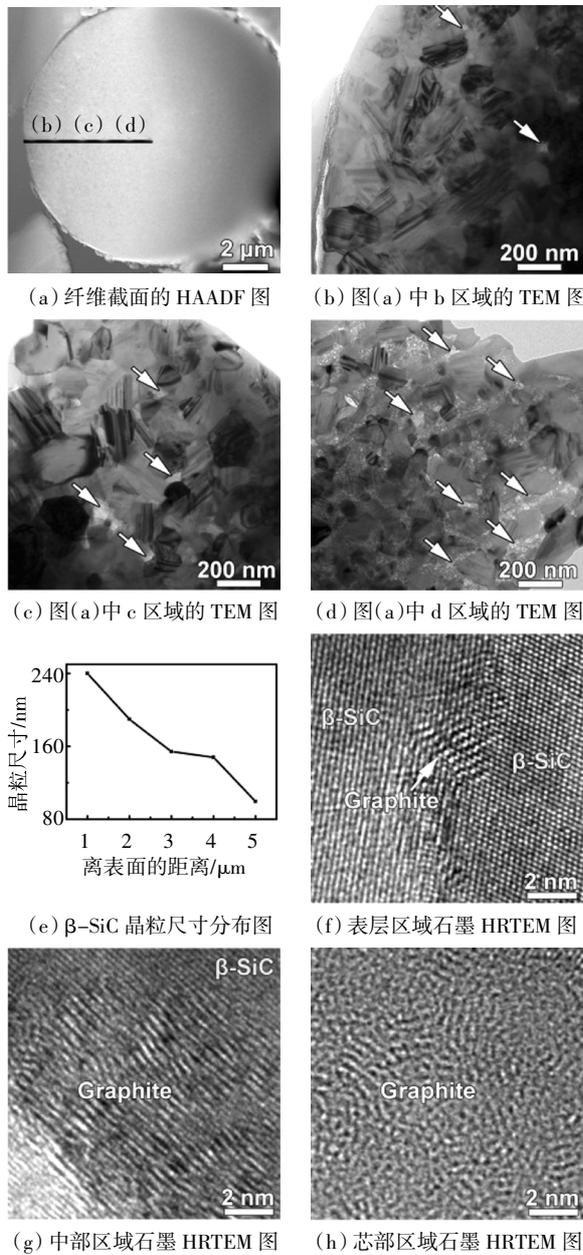


图 3 F-1 纤维截面 TEM 图和 β -SiC 晶粒尺寸分布图
Fig.3 The cross-sectional TEM images of the fiber F-1 and the β -SiC grain size distribution along the radial direction

此外,从表面到芯部,纤维中孔洞(箭头标识)数量增多,尺寸约为 30 nm. 孔洞往往分布在石墨区域,因此在外力作用下裂纹首先在石墨区域形成并快速扩展.

尽管 XRD 未显示石墨衍射峰,但 TEM 却证实纤维中存在石墨,如图 3(f)~3(h)所示. 图 3(f)表示表层区 β -SiC 晶粒间的石墨结晶度较高且片层平直. 从表面至芯部区域,石墨含量增多,结晶度降低,石墨的形态从平直态逐渐过渡到以涡旋状为主. 纤维芯部富碳区主要为非晶相,但其中含有大量纳米尺度的无定形碳,如图 3(h)所示.

图 4 为 F-2 纤维截面微观组织 TEM 图,图中纤维内部微观组织均匀,不同区域内 β -SiC 晶粒(明亮点)形态相似,大小几乎均等. 图 4(f)是高分辨 TEM 图,说明纤维以非晶相为主,其中含有大量纳米尺度的 β -SiC 晶粒和石墨,其中石墨主要呈涡旋

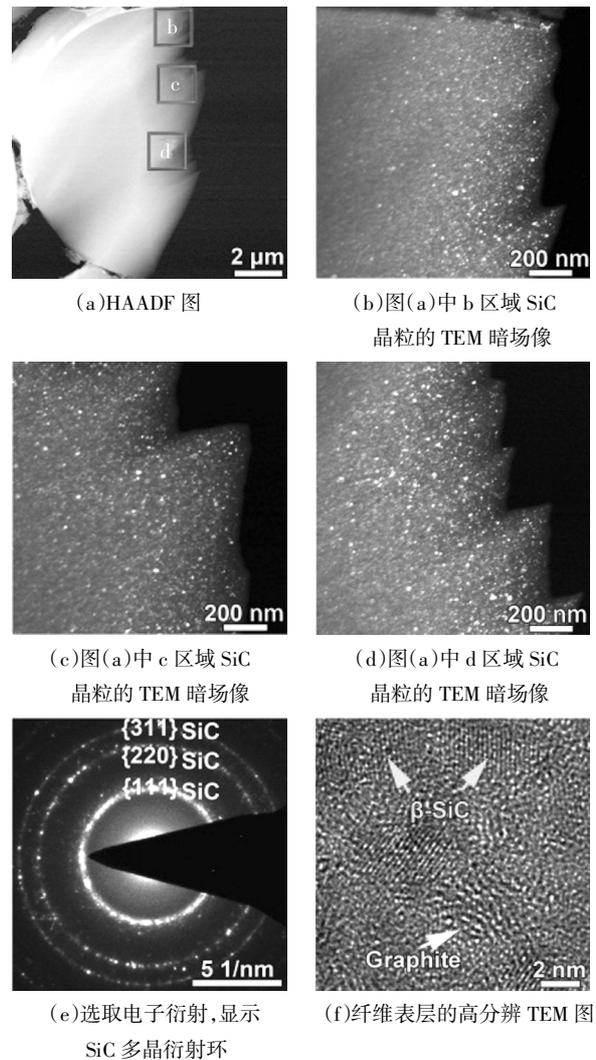


图 4 F-2 纤维截面组织的 TEM 分析
Fig.4 The cross-sectional TEM analysis of the fiber F-2

状.大量的 TEM 或 HRTEM 分析统计得出 SiC 晶粒的平均尺寸约 10 nm,而石墨的长度约 5 nm,其中 SiC 平均晶粒尺寸与 XRD 计算结果一致.

2.2 SiC 纤维的高温氧化后的微观结构

2.2.1 纤维高温氧化后的力学性能

图 5 表示纤维经 1 000 °C 不同时间空气氧化前后的氧含量及氧化层厚度.氧化 1 h 后,两种纤维表面氧化层厚度相差不大,其中 F-1 纤维氧化层厚度约为 93 nm,F-2 纤维氧化层厚度约为 116 nm.两种纤维的单丝抗拉强度分别降至 1.52 GPa 和 2.23 GPa (强度保留率分别为 87.3 %和 80.8 %).随着氧化时间的延长,纤维表面的氧化层厚度急剧增加,同时强度降低幅度增大.氧化 10 h 后,F-1 纤维氧化层厚度增至 271 nm,强度降至 0.95 GPa (强度保留率为 54.6 %);而 F-2 纤维表面氧化层厚度高达 430 nm,纤维易断,无法测出其强度.

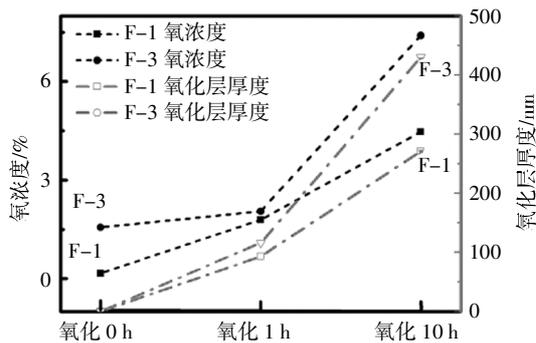


图 5 1 000 °C 空气氧化前后纤维的氧含量和氧化层厚度
Fig.5 The oxygen content and oxide thickness of the fibers before or after oxidizing in air at 1 000 °C

2.2.2 SEM 分析

为了进一步研究氧化后纤维的微观组织与力学性能的关系,本文分别对氧化后的 F-1 和 F-2 纤维微观组织进行 SEM 观察.图 6 表示两种纤维经 1 000 °C 空气不同时间氧化后的 SEM 形貌图,表明氧化 1 h 后,两种纤维表面均已形成 SiO₂ 氧化层,氧化层厚度约 100 nm. F-1 纤维表面致密,内部组织形态没有什么变化;F-2 纤维表层有鼓泡现象.氧化 10 h 后,F-1 纤维表面氧化层增厚,纤维表面出现较多孔洞和裂纹等缺陷,且纤维内部孔洞数量和尺寸都有所增加;此时 F-2 纤维的氧化层的厚度增至 430 nm,说明 F-2 纤维的氧化速度远大于 F-1 纤维.

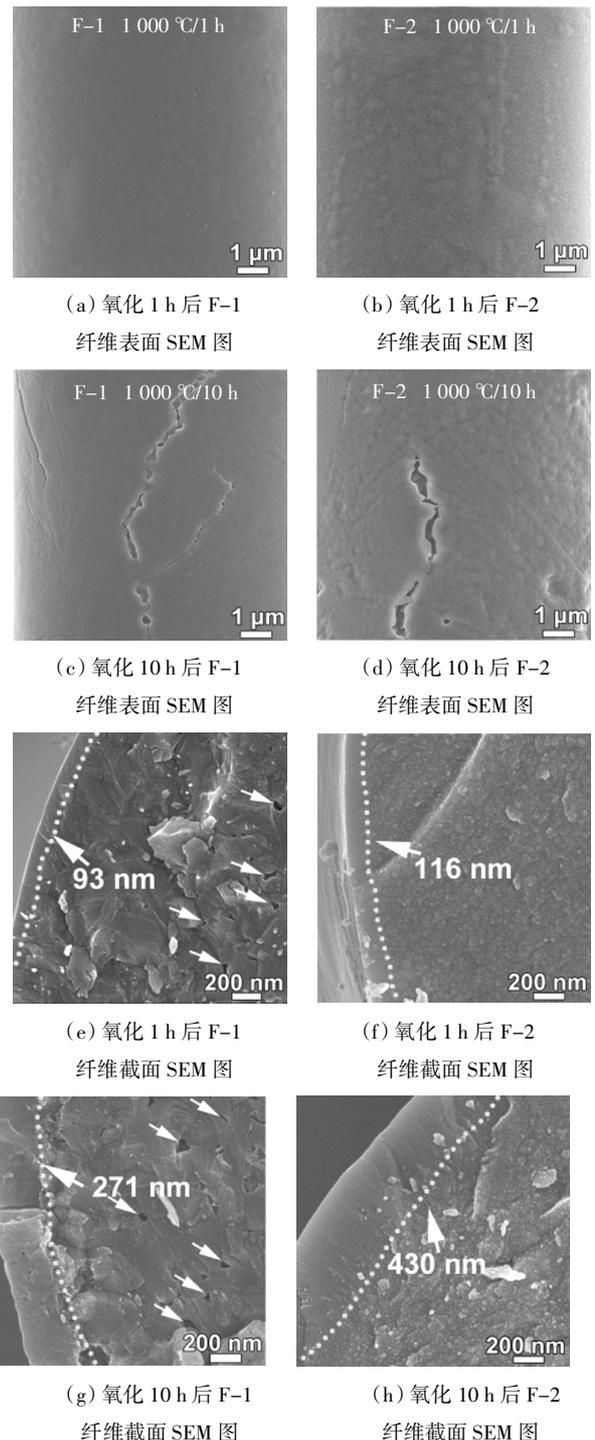


图 6 1 000 °C 空气中不同时间氧化后 SiC 纤维微观形貌的 SEM 图

Fig.6 SEM images of the fibers after oxidizing for different time in air at 1 000 °C

2.2.3 EDS 分析

图 7 为 F-1 和 F-2 纤维在高温空气中氧化 10 h 后的 EDS 线扫描图,可观察到 C、Si、O 3 种元素的分布.如图 7 所示,F-1 纤维氧化 10 h 后,氧元素在

纤维近表层的含量明显高于芯部,主要是氧化层 SiO_2 的形成所致.表层硅含量低于芯部,这是由于表层非晶氧化析出 SiO 气体,导致其含量较芯部减少;碳含量在近表层有所升高.图 7(d)是 F-2 纤维氧化 10 h 后的 EDS 谱图,同样也观察到 C、Si、O 3 种元素分布趋势,由于氧化层的存在,纤维表层的氧含量高于芯部,表层硅含量比芯部低,碳含量在表层略有升高.

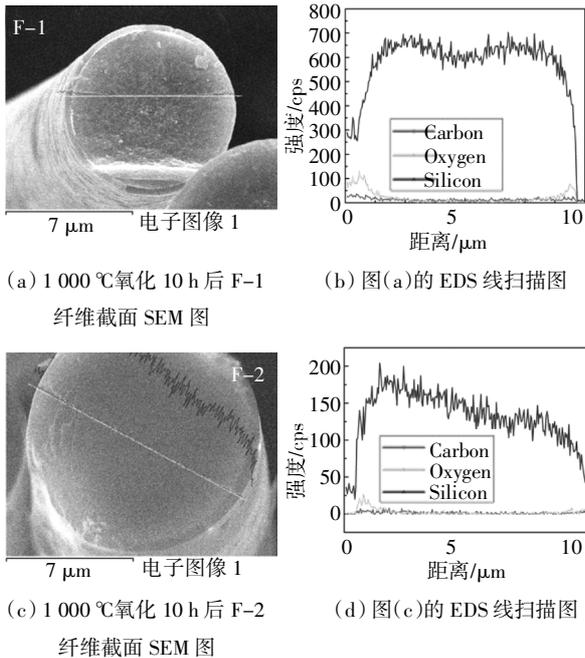


图 7 1 000 °C 空气氧化 10 h 后 SiC 纤维形貌及 EDS 线扫描图

Fig.7 The morphologies and EDS line scanning after oxidizing in air at 1 000 °C for 10 h

2.2.4 TEM 分析

图 8 是 F-1 纤维在 1 000 °C 空气中氧化 10 h 后的截面微观形貌的 TEM 图,表层的 β -SiC 晶粒仍能清晰可辨,且尺寸仍维持在 240 nm 左右.但是表层及附近区域 β -SiC 晶粒间结合疏松,晶间有较大缝隙出现,并向内延伸 270 nm 深.这是因为 SiC 晶粒之间的 C 优先氧化,留下空洞.另外,氧气也以 β -SiC 晶界作为快速扩散通道,使纤维内部发生氧化,图 8(b)虚线标出氧化通道.石墨氧化成气体形成孔洞,导致组织疏松,降低了纤维的力学性能.图 8(d)表示表层中紧密结合的 β -SiC 晶粒间的高分辨 TEM 图,显示了未氧化的石墨.

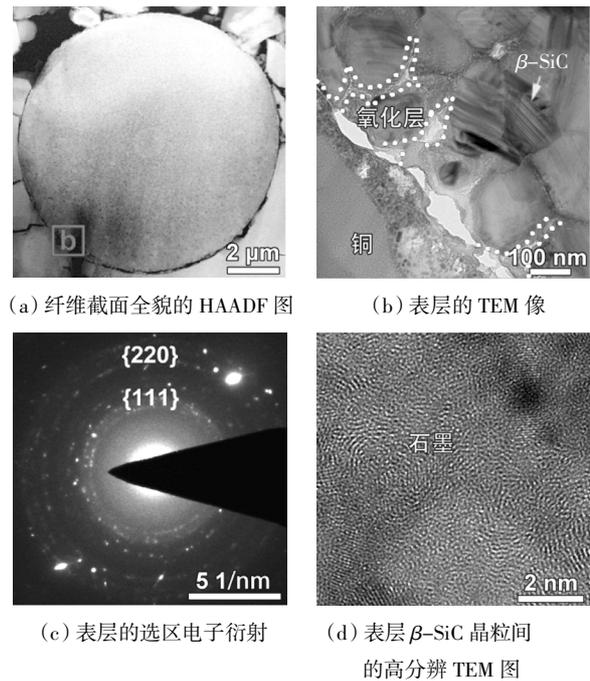


图 8 1 000 °C 空气中氧化 10 h 后

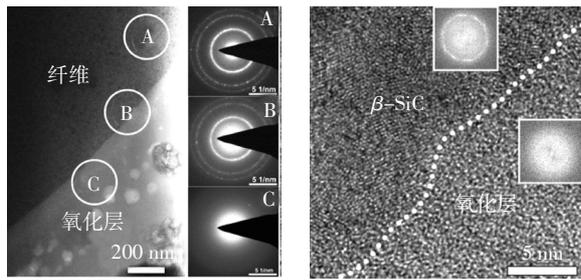
F-1 纤维截面微观形貌的 TEM 图

Fig.8 The cross-sectional TEM images of the fiber

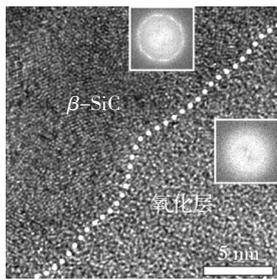
F-1 after oxidizing for 10 h in air at 1 000 °C

图 9 是 F-2 纤维在 1 000 °C 空气中氧化 10 h 后的截面微观形貌的 TEM 图及能谱分析.在图中可明显观察到带有孔洞的氧化层,测得孔洞尺寸约为 50 nm,孔洞的形成是非晶相氧化和裂解反应所致.氧化层区域的衍射花样是盘状,为典型的非晶衍射特征,表明氧化层为非晶相.而氧化层下的纤维区域产生明锐的 β -SiC 多晶衍射环,与原始纤维组织相似.图 9(b)是纤维与氧化层界面的高分辨 TEM 图,其中嵌入图为相应区域的傅里叶变换图 (FFT).图中白色虚线表示氧化层与基体的分界线,氧化层区域内是杂乱的非晶相,而在纤维区域中分布着大量的 β -SiC 晶粒,在界面上没有观察到其它相.

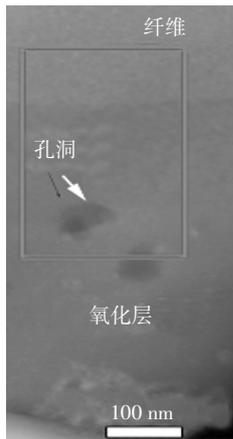
图 9(c)是纤维截面的 HAADF-STEM 图,显示靠近纤维的氧化层区有一层大约 108 nm 厚的氧化过渡层.对图(c)中红色方框区域进行能谱面扫描分析,其结果如图 9(d)~9(f)所示.与 SiC 纤维相比,氧化层区域贫碳、富硅和氧,主要成分是 SiO_2 .而氧化层中的孔洞边缘富碳、贫硅和氧,另外,在元素分布图中也可以明显看到厚度为 108 nm 左右含有大量 C 的氧化过渡层.



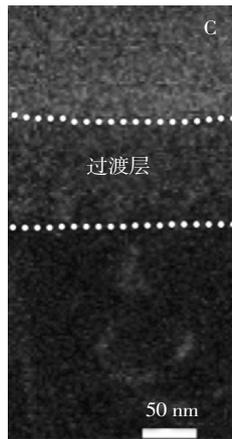
(a) TEM 图,插入的 SEAD 分别对应白圈区域的电子衍射花样



(b) 纤维氧化层与 SiC 纤维界面的高分辨 TEM 图



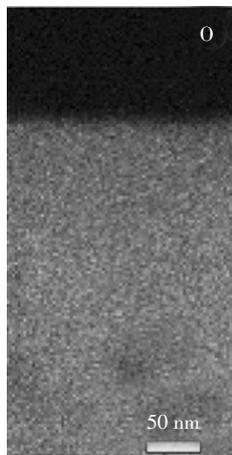
(c) 界面的 HAADF-STEM 图



(d) 图(c)方框区域的 C 元素分布能谱图



(e) 图(c)方框区域的 Si 元素分布能谱图

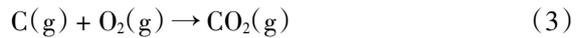
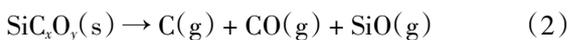


(f) 图(c)方框区域的 O 元素分布能谱图

图 9 1 000 °C 空气中氧化 10 h 后 F-2 纤维截面微观形貌的 TEM 图及能谱分析

Fig.9 The cross-sectional TEM images and energy spectrum analysis of the fiber F-2 after oxidizing for 10 h in air at 1 000 °C

在 1 000 °C 空气氧化过程中,纤维发生如下化学反应:



纤维中的 C 与 O₂ 反应形成 CO、CO₂ 气体逸出,而纤维中的 Si 与 O₂ 反应形成的 SiO₂ 留在纤维表面或晶界上. 氧化 1 h 后,氧化层较薄,且氧化层内及基体界面上没有明显缺陷产生,因此纤维的强度下降不多. 氧化 10 h 后,F-1 纤维表层区域的孔洞数量和尺寸均增加,影响了其力学性能. 此外,在氧化层与纤维界面上出现较大裂缝,氧化层有剥落的趋势,产生这一现象的原因是 SiO₂ 与 β-SiC 晶粒热膨胀系数不一致,冷却至室温时界面上产生裂缝. 相比 F-1 纤维,在高温空气中氧化 10 h 后,尽管 F-2 纤维近表层氧化层与纤维界面结合仍致密,但是纤维内碳含量过高且存在非晶碳,其本身更容易氧化,因此 F-2 纤维氧化程度加深,从而导致纤维的强度严重下降.

3 结 论

本文对不同温度制备的两种典型连续 SiC 纤维及其经 1 000 °C 空气氧化后的微观结构及性能进行了详细研究,揭示纤维的微观结构与性能之间的关系,得出如下结论:

1) 高温烧结的 F-1 纤维结晶度高,横截面组织成梯度分布,表层 SiC 晶粒结合致密,存在少量石墨,从表层至芯部,SiC 晶粒尺寸逐渐减小,石墨含量增多,石墨形态从层片状逐渐演变成涡旋状. 另外,在 SiC 晶间有少量的孔洞.

2) 低温制备的 F-2 纤维内外组织均匀,均以非晶相为主,其中含有大量 10 nm 左右的 β-SiC 纳米晶和旋涡状石墨.

3) 尽管 F-1 纤维的结晶性高于 F-2 纤维,但由于 F-1 纤维存在孔洞等缺陷,因此其单丝强度低于 F-2 纤维.

4) F-1 和 F-2 纤维在 1 000 °C 空气中加热均发生氧化,使纤维强度降低. 高结晶性的 F-1 纤维抗高温氧化能力明显高于 F-2 纤维.

参考文献

[1] ZHAO S, YANG Z C, ZHOU X G. Microstructure and mechanical properties of compact SiC/SiC composite fabricated with an infiltra-

- tive liquid precursor[J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2015, 98(4):1332—1337.
- [2] COLOBO P, MERA G, RIEDEL R, *et al.* Polymer-derived ceramics: 40 years of research and innovation in advanced ceramics [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2010, 93(7):1805—1837.
- [3] 袁钦, 宋永才. 连续 SiC 纤维和 SiCf/SiC 复合材料的研究进展 [J]. *无机材料学报*, 2016, 31(11):1157—1165.
YUAN Q, SONG Y C. Research and development of continuous SiC Fibers and SiCf/SiC composites [J]. *Journal of Inorganic Materials*, 2016, 31(11):1157—1165. (In Chinese)
- [4] HASEGAWA Y, IIMURA M, YAJIMA S. Synthesis of continuous silicon carbide fibre [J]. *Journal of Materials Science*, 1980, 15(3):720—728.
- [5] KAKIMOTO K I, SHIMOO T, OKAMURA K. Crystallization process of polymer-derived ceramic fibers with nano-structure [J]. *Materials Science & Engineering A (Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing)*, 1996, 217—218:211—214.
- [6] CHAIM R, HEUER A H, CHEN R T. Microstructural and microchemical characterization of silicon carbide and silicon carbonitride ceramic fibers produced from polymer precursors [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1988, 71(11):960—969.
- [7] ZHANG Y, WU C L, WANG Y D, *et al.* A detailed study of the microstructure and thermal stability of typical SiC fibers [J]. *Materials Characterization*, 2018, 146:91—100.
- [8] TAKEDE M, URANO A, SAKAMOTO J I, *et al.* Microstructure and oxidation behavior of silicon carbide fibers derived from polycarbosilane [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2000, 83(5):1171—1176.
- [9] PYSHER D J, GORETTA K C, HODDER R S, *et al.* Strengths of ceramic fibers at elevated temperatures [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 1989, 72(2):284—288.
- [10] SHIMOO T, MORISADA Y, OKAMURA K. Oxidation behavior of Si-C-O Fibers (Nicalon) under oxygen partial pressures from 102 to 105 Pa at 1773k [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2000, 83(12):3049—3056.
- [11] HAY R S. SiC Fiber Strength after low pO₂ oxidation [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2018, 101(2):831—844.
- [12] SHIMOO T, TOYADA F, OKAMURA K. Thermal stability of low-oxygen silicon carbide fiber (Hi-Nicalon) subjected to selected oxidation treatment [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2000, 83(6):1450—1456.
- [13] GOU Y Z, JIAN K, WANG H, *et al.* Fabrication of nearly stoichiometric polycrystalline SiC fiber with excellent high-temperature stability up to 1900 °C [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2018, 101:2050—2059.
- [14] GOU Y Z, WANG H, JIAN K, *et al.* Facile synthesis of melt-spinnable polyaluminocarbosilane using low-softening-point polycarbosilane for Si-C-Al-O fibers [J]. *Journal of Materials Science*, 2016, 51:8240—8249.
- [15] GB/T 31290—2014 碳纤维单丝拉伸性能测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2014:3—7.
GB/T 31290—2014 Carbon fiber—determination of the tensile properties of single-filament specimens [S]. Beijing: Standards Press of China, 2014:3—7. (In Chinese)
- [16] PORTE L, SARTRE A. Evidence for a silicon oxycarbide phase in the Nicalon silicon carbide fibre [J]. *Journal of Materials Science*, 1989, 24(1):271—275.
- [17] WARREN B E. X-ray Diffraction [M]. New York: Dover Publications, 1990:251—254.