第 49 卷第 12 期
2021 年 12 月

硅 酸 盐 学 报
JOURNAL OF THE CHINESE CERAMIC SOCIETY

Vol. 49，No. 12
December，2021

http://www.gxyb.cbpt.cnki.net

DOI：10.14062/j.issn.0454-5648.20210667

热压烧结工艺制备 C/SiC 复合材料的抗烧蚀性能

黄竑翔[1]，王 峰[2]，贺智勇[2]，王晓波[2]

(1. 钢铁研究总院，北京 100081；2. 中国钢研科技集团有限公司，北京 100081)

摘 要：以 SiC 粉、碳纤维和酚醛树脂为主要原料，采用热压工艺制备了 C/SiC 复合材料。采用正交试验法研究了碳纤维含量、烧结温度和烧结压力对 C/SiC 复合材料抗烧蚀性能的影响。采用 X 射线衍射仪、电子扫描显微镜及氧–乙炔烧蚀法对样品物相组成、显微结构及抗烧蚀性能进行表征。结果表明：烧结温度对 C/SiC 复合材料的抗烧蚀性能影响最大，其次为碳纤维含量。烧结温度与热压压力的提高有助于样品的致密化烧结，但过高的烧结温度与热压压力会促进 Si 元素向碳纤维扩散，对抗烧蚀性能不利。过多碳纤维的引入不利于样品致密化，会导致抗烧蚀性能降低。当烧结温度为 2 050 ℃，热压压力为 20 MPa、碳纤维含量为 25%(体积分数)时，C/SiC 复合材料抗烧蚀性能最好，质量烧蚀率为 2.0 mg/s。

关键词：碳/碳化硅复合材料；烧结温度；碳纤维含量；热压压力；抗烧蚀
中图分类号：TQ174　　**文献标志码**：A　　**文章编号**：0454–5648(2021)12–2629–07
网络出版时间：2021–10–29



Ablation Resistance of C/SiC Composites Prepared by Hot-pressed Sintering Process

HUANG Hongxiang[1], WANG *Feng*[2], *HE Zhiyong*[2], *WANG Xiaobo*[2]
(1. Central Iron&Steel Research Institute, Beijing 100081, China;
2. China Iron & Steel Research Institute Group, Beijing 100081, China)

Abstract: C/SiC composites were prepared by the hot-pressed sintering process with SiC powder, carbon fiber and phenolic resin as raw materials. The effects of sintering pressure, sintering temperature and carbon fiber content on the ablation resistance of C/SiC composites were investigated *via* a designed orthogonal experiment. The phase composition, microstructure and ablation resistance of the samples were characterized by X-ray diffraction, scanning electron microscopy and oxygen-acetylene ablative method. The results show that the dominant factor affecting the ablation resistance of C/SiC composites is sintering temperature, while the minor factor is carbon fiber content. Increasing the sintering temperature and hot pressing pressure can be beneficial to the densification of the sample. However, the excessive sintering temperature and sintering pressure can promote the diffusion of Si element into carbon fiber that does not favor the ablative performance. In addition, the introduction of excessive carbon fiber is not conductive to the densification of the sample, thus leading to the ablation resistance reduction. With the sintering temperature of 2 050 ℃, the hot pressing pressure of 20 MPa and the volume fraction of carbon fiber of 25%, the obtained samples exhibit the superior ablation resistance with a mass ablation rate of 2.0 mg/s.

Keywords: carbon/silicon carbide composites; sintering temperature; carbon fiber content; hot-pressing pressure; ablation resistance

随着航空航天技术的不断发展，飞行器飞行速度不断提升。飞行器飞行时，会与气流摩擦产生大量的热量[1]，其表面温度会急速升高，过高的温度可能会导致飞行器损坏。为了减少气动热对飞行器的不利影响，必须在其表面加装防热材料，因此对于防热材料的研究一直是航空航天工业发展中的研究热点[2–3]。

C/SiC 复合材料具有优异的抗烧蚀和防热性能，是一种非常具有应用前景的非烧蚀型防热材料[4]。当前，C/SiC 复合材料的主要制备工艺有化学气相渗透法[5–6]、先驱体浸渍裂解法[7–8]、反应熔渗硅法[9–10]。对于化学气相渗透法与先驱体浸渍裂解法，虽然制备出的 C/SiC 复合材料具有较好的性能，但工艺繁

收稿日期：2021–08–09。　修订日期：2021–09–08。
第一作者：黄竑翔(1996—)，男，硕士研究生。
通信作者：贺智勇(1970—)，男，正高级工程师。

Received date: 2021–08–09.　**Revised date:** 2021–09–08.
First author: HUANG Hongxiang (1996–), male, Master candidate.
E-mail: 1298653411@ qq.com
Correspondent author: HE Zhiyong (1970–), male, Professorate Senior Engineer.
E-mail: hezhiyong@cisri.com.cn

琐、制备周期长、成本高且不利于批量化快速生产。对于液相硅浸渍法，虽然制备成本较低，但在浸渍过程中易造成碳纤维损伤，且有单质 Si 残留，会影响到复合材料的使用性能[11]。因此，如何实现高性能 C/SiC 复合材料的低成本快速化制备是其所面临亟待解决的问题。

热压烧结是陶瓷常用制备工艺之一，具有耗时短、操作简单、所得产品性能优异等优点。对于高性能 SiC 陶瓷的制备，热压烧结是其最为有效的烧结技术之一[12–13]。但是对于热压烧结制备 C/SiC 复合材料的报道较少，制备工艺参数对 C/SiC 复合材料抗烧蚀性能的影响机理尚不明确。

本研究采用热压烧结法探讨快速制备 C/SiC 复合材料的可行性。通过正交实验对烧结工艺参数及碳纤维含量进行优化，研究了烧结工艺参数及碳纤维含量对 C/SiC 复合材料抗烧蚀性能的影响，对烧蚀机理进行了探讨，以期为飞行器用 C/SiC 复合防热材料的低成本大批量生产提供技术支持与理论指导。

1 实验

1.1 原料

商用碳化硅粉体，粒度 2 μm，纯度(质量分数)>95%；短切碳纤维(T300)，长度 6 mm，密度 1.7 g/cm^3；酚醛树脂(黏结剂)，碳化硼(烧结助剂，纯度>99%)。

1.2 样品制备

将碳化硅粉末、碳纤维、酚醛树脂和助烧剂碳化硼按一定比例机械混合均匀，采用热压机对混合粉体进行压铸成型得到素坯，将素坯加工成ϕ50 mm× 21 mm 的圆柱形样品装入热压模具后置于高温炉中于设定温度下保温 1 h，然后随炉冷却至室温得到 C/SiC 复合材料样品，烧结全程氩气气氛。在坯体中引入碳纤维含量分别为 25%、30%、35%(体积分数)，烧结温度分别设定为 2 000、2 050、2 100 ℃，热压压力分别设定为 20、25、30 MPa。

1.3 样品表征

采用 FEI Quanta–SEM 650 型电子扫描电镜观察样品烧蚀后的显微结构。采用 Apollo X 型能谱仪分析烧蚀后样品成分。

依据 Archimedes 原理，采用排水法测定样品的体积密度，进而计算得到样品的致密度(体积密度/理论密度)。采用氧–乙炔焰烧蚀法测定 C/SiC 复合材料的质量烧蚀率，其中烧蚀气体为氧乙炔气体，氧气压力 0.4 MPa，气体流量 1 512 L/h，乙炔压力 0.095 MPa，气体流量 1 116 L/h，氧乙炔焰热流密度(4 183±418.3) kW/m^2，火焰枪喷嘴直径为 2.0 mm，烧蚀距离为 10 mm。

2 结果与讨论

2.1 正交试验结果

表 1 为 C/SiC 复合材料正交试验设计及质量烧蚀率数据。依据表 1 中数据进行正交试验分析，结果见表 2。由表 2 可知，以 K_{ij} 表示第 j 列因素(热压压力、碳纤维含量、烧结温度)，第 i 水平(各参数数值)试验结果之和，则 $\Psi_{ij}=K_{ij}/n(n)$为同一水平下指标值个数)，依据 Ψ_{ij} 大小可判定各因素最优数值。R_j 为极差，表示第 j 列因素水平下 Ψ_{ij} 的最大值与最小值之差。R_j=max(Ψ_{ij})–min(Ψ_{ij})，R_j 越大表示该因子对试验结果影响越大。

表 1 C/SiC 样品正交试验设计及质量烧蚀率数据

Table 1 Design of orthogonal experiment and data of the mass ablative rate of C/SiC samples

Factors No.	*A* Hot-pressed pressure/MPa	*B* φ(Carbon fiber)/%	*C* Sintering temperature/℃	Mass ablation rate/(mg·s^{-1})
1	20	25	2 000	2.3
2	20	30	2 050	2.1
3	20	35	2 100	3.5
4	25	25	2 050	2.4
5	25	30	2 100	3.6
6	25	35	2 000	3.2
7	30	25	2 100	3.0
8	30	30	2 000	3.8
9	30	35	2 050	3.0

φ—Volume fraction.

由表 2 可以看出，对于 C/SiC 复合材料制备的 3 个影响因子，影响质量烧蚀率因素的极差大小顺序为：烧结温度(0.867)、碳纤维含量(0.666)、热压压力(0.634)，即对于 C/SiC 复合材料的抗烧蚀性能，烧结温度影响最大，碳纤维含量次之，热压压力最小。依据正交试验结果，可以得出 C/SiC 样品最优工艺参数为烧结温度为 2 050 ℃、热压压力为 20 MPa、碳纤维含量为 25%。依此工艺参数，采用热压烧结工艺制备得到的 C/SiC 样品质量烧蚀率为 2.0 mg/s。以下就 C/SiC 复合材料的烧蚀机理以及碳纤维含量、烧结温度及热压压力对 C/SiC 复合材料抗烧蚀性能的影响进行分析。优化结果为 A=20 MPa，B=25%，C=2 050 ℃。

表 2　正交试验分析结果

Table 2　Results analysis of orthogonal experiment

Index	Mass ablation rate /(mg·s^{-1})			Sequence
	A	*B*	*C*	
Ψ_{1j}	2.633	2.567	3.100	
Ψ_{2j}	3.067	3.167	2.500	Major→Minor
Ψ_{3j}	3.267	3.233	3.367	*C*>*B*>*A*
R_j	0.634	0.666	0.867	

2.2　C/SiC 复合材料烧蚀机理分析

为研究各因素对 C/SiC 复合材料抗烧蚀性能的影响，首先对 C/SiC 样品烧蚀机理进行分析。

对于 SiC 基体，在烧蚀过程中会发生氧化反应生成液相 SiO_2，覆盖于样品表面，这在一定程度上有利于样品抗烧蚀性能的提高[14]。可能发生的化学反应方程式如下所示[15–16]：

$$SiC(s)+2O_2(g)\rightarrow SiO_2(s,l)+CO_2(g)$$

$$SiC(s)+3/2O_2(g)\rightarrow SiO_2(s,l)+CO(g)$$

$$SiC(s)+O_2(g)\rightarrow SiO(g)+CO(g)$$

$$2/3SiC(s)+O_2(g)\rightarrow 2/3SiO(g)+2/3CO_2(g)$$

$$2SiO(g)+O_2(g)\rightarrow 2SiO_2(s,l)$$

对于碳纤维，在烧蚀过程中会被氧化生成气体，气体在逸出过程中在一定程度上会破坏覆盖在表面的 SiO_2 层，对样品抗烧蚀性能不利。可能发生的化学反应方程式如下所示[16]：

$$C(s)+0.5O_2(g)\rightarrow CO(g)$$

$$2CO(s)+O_2(g)\rightarrow 2CO_2(g)$$

$$2C(s)+CO_2(g)\rightarrow 2CO(g)$$

$$2CO(g)+O_2(g)\rightarrow 2CO_2(g)$$

图 1 为 C/SiC 样品烧蚀后的表观形貌。由图 1 可以看出，烧蚀后样品表面从中心到边缘可以分为 3 个区域：烧蚀中心区、烧蚀过渡区及烧蚀边缘区。烧蚀中心区是样品直接与氧–乙炔焰中心位置接触的部位，此处会受到高温气体的烧蚀以及气流的冲刷，在此过程中 SiC 基体氧化后生成的液相 SiO_2 绝大部分会被气流冲刷掉，仅能观察到烧蚀后碳纤维的形貌；在烧蚀过渡区，烧蚀温度有所降低，气流冲刷能力减弱，SiC 氧化生成的 SiO_2 层会有部分覆盖于样品表面，烧蚀较中心区减轻；烧蚀边缘区距离烧蚀火焰最远，同时受到的气流冲刷效果也最小，SiC 氧化生成的 SiO_2 层会覆盖于复合材料表面，阻止样品进一步烧蚀氧化。

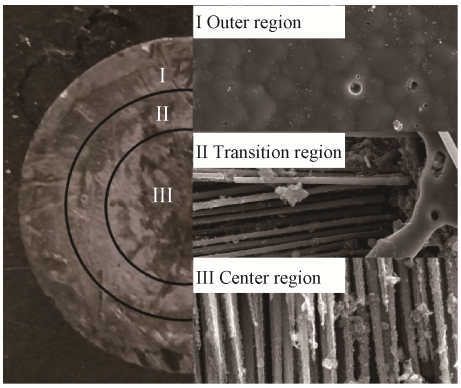


图 1　烧蚀后 C/SiC 样品表观形貌及 SEM 照片

Fig. 1　Visual appearance and SEM photographs of the C/SiC sample after ablating

烧蚀过渡区位于烧蚀中心区与烧蚀边缘区之间，既有烧蚀中心区的特征也有烧蚀边缘区的特征，涉及的烧蚀形貌将重点对烧蚀过渡区形貌进行分析。以下采用单因素实验来分别探讨碳纤维含量、烧结温度、烧结压力对 C/SiC 复合材料抗烧蚀性能的影响。

2.3　碳纤维含量对 C/SiC 复合材料抗烧蚀性能影响

图 2 为引入不同碳纤维含量对 C/SiC 样品质量烧蚀率的影响，其中，烧结温度 2 050 ℃、热压压力 25 MPa 不变。由图 2 可以看出，随着碳纤维添加量的增加，C/SiC 样品质量烧蚀率有所增加，说明 C/SiC 样品的抗烧蚀性能与碳纤维含量成反比，这与正交试验所得结论相一致。

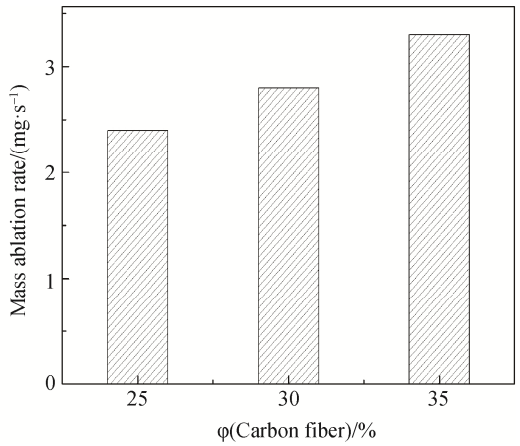
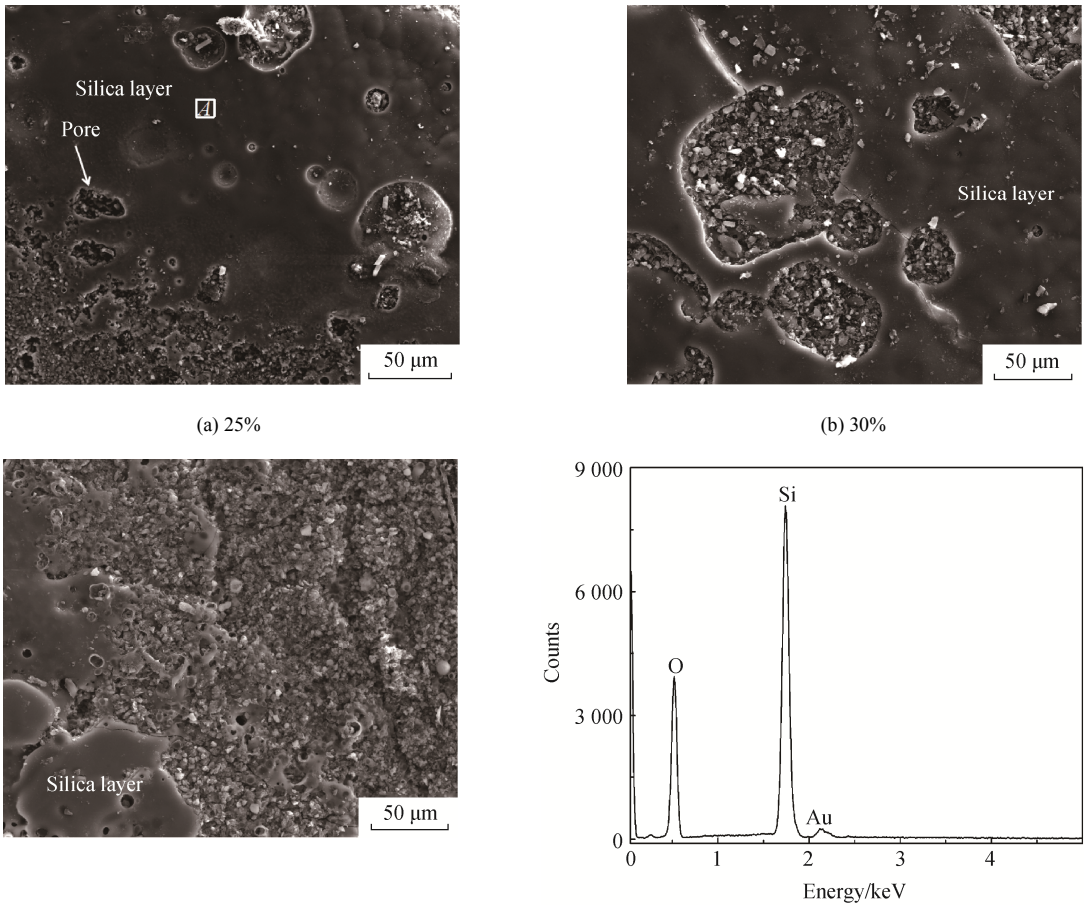


图 2　引入不同碳纤维含量制备得到 C/SiC 样品质量烧蚀率

Fig. 2　Mass ablation rate of C/SiC samples prepared with different carbon fiber contents

图 3 为引入不同碳纤维含量制备得到 C/SiC 样品烧蚀过渡区的微观形貌。由图 3 可以看出，随着碳纤维引入量的增多，在烧蚀过程中从样品内逸出的气体量增加，在逸出时会破坏表面 SiO_2 层，SiO_2 层破损后耐气流冲刷性能也会随之降低，进而加剧 C/SiC 样品的氧化，因此样品的抗烧蚀性能随着碳纤维含量的提高而降低。另外，随着碳纤维引入量的增多，所得样品致密度逐渐降低，当碳纤维引入量为 25%、30%、35%时，样品的致密度分别为

91.97%、84.18%、82.59%，这说明样品中气孔数量增多，烧蚀气体更易于进入材料内部，同时过多碳纤维的引入在一定程度上也会影响烧蚀后表面生成的 SiO_2 层的完整性，这均对抗烧蚀性能不利。



(a) 25%　(b) 30%　(c) 35%　(d) EDS spectrum of point *A* in Fig. 3(a)

图 3　不同碳纤维含量制备得到 C/SiC 样品烧蚀过渡区 SEM 照片及能谱

Fig. 3　SEM photographs and EDS spectrum of ablative transition region of C/SiC samples prepared with different carbon fiber contents

2.4　烧结温度对 C/SiC 复合材料抗烧蚀性能影响

图 4 为不同烧结温度下制备得到 C/SiC 样品的质量烧蚀率，其中，碳纤维含量 30%、热压压力 25 MPa 不变。由图 4 可以看出，随着烧结温度的升高，所得 C/SiC 复合材料的质量烧蚀率先减小后增加，当烧结温度为 2 050 ℃时，C/SiC 复合材料的质量烧蚀率最小。在 2 000、2 050、2 100 ℃时烧结制备得到样品致密度分别为 79.80%、84.18%、85.51%。

图 5 为不同烧结温度制备得到的 C/SiC 样品内部碳纤维形貌。由图 5 结合表 3 可以看出，随着烧结温度的升高，碳纤维间结合更加紧密，同时碳纤维中 Si 元素含量也随之增加。烧结温度升高，会促进样品的致密化烧结，有利于抗烧蚀性能提升。但过高的烧结温度会使 SiC 中的 Si 元素更易于向碳纤维表面扩散。当碳纤维中渗入过量的 Si 时会导致碳纤维表面缺陷急剧增多，在烧蚀过程中易被氧化反而不利于样品抗烧蚀性能的提升。

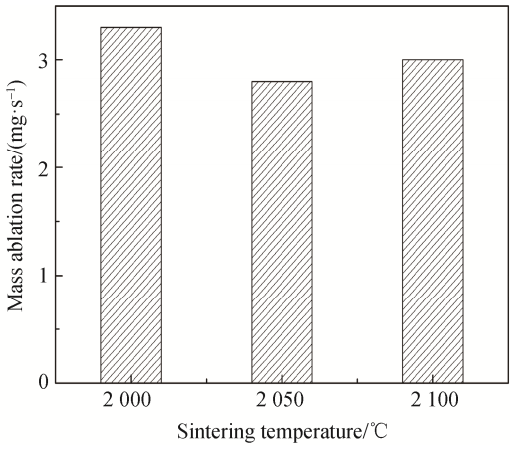
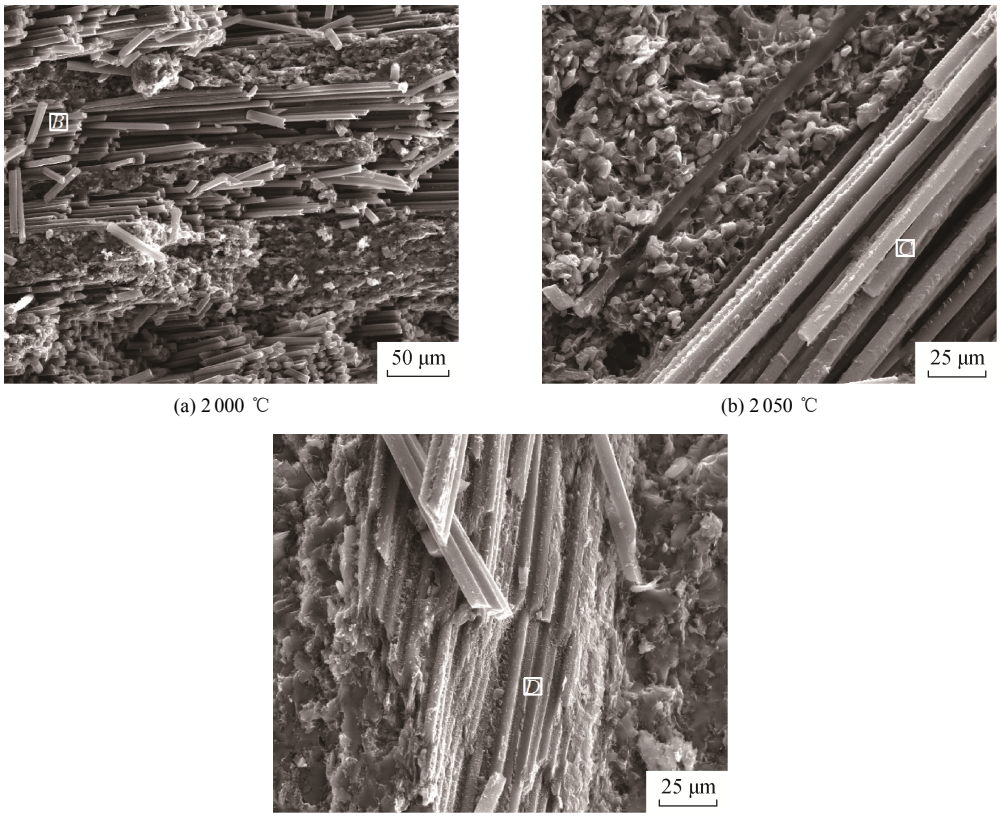


图 4　不同烧结温度制备得到 C/SiC 样品的质量烧蚀率

Fig. 4　Mass ablation rate of C/SiC samples prepared at different sintering temperatures



(a) 2 000 ℃　(b) 2 050 ℃　(c) 2 100 ℃

图 5　不同烧结温度制备 C/SiC 样品中碳纤维 SEM 照片

Fig. 5　SEM photographs of the carbon fiber in C/SiC samples prepared at different sintering temperatures

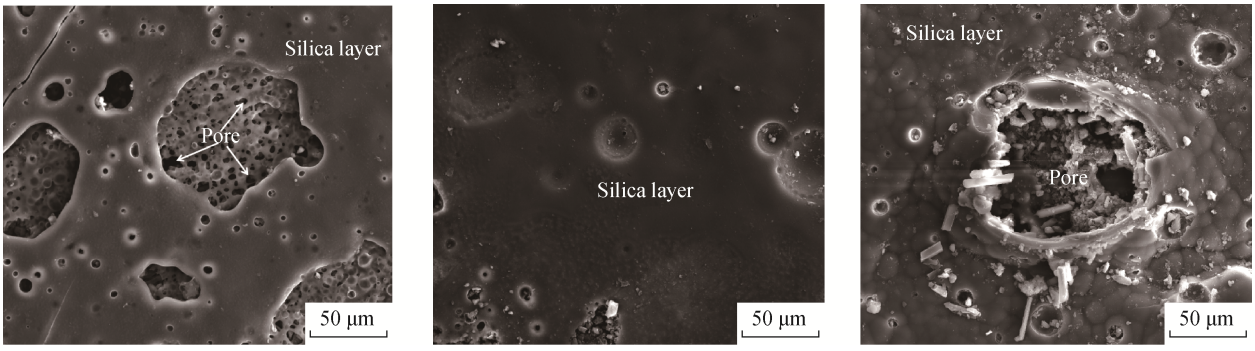
表 3　图 5a~图 5c 中点 *B*~点 *D* 的 EDS 数据

Table 3　EDS results of points *B*–*D* in Fig. 5(a)~Fig. 5(c)

w/%

Area	C	Si	Au	Total
A	94.94	0.95	4.11	100
B	84.82	3.27	11.91	100
C	86.71	6.98	6.31	100

图 6 为不同烧结温度下制备得到 C/SiC 样品烧蚀过渡区显微结构。由图 6 可以看出，2 000 ℃制备得到 C/SiC 样品烧蚀后可以观察到其表面 SiO_2 层破损严重，同时有较多气孔存在(图 6a)，这是由于烧结温度较低，样品烧结不致密，烧蚀过程中氧化气体容易进入样品内部，加剧样品氧化。当烧结温度为 2 050 ℃时，C/SiC 样品烧蚀后表面氧化层较为完整(图 6b)。烧结温度的升高有利于实现 C/SiC 样品的致密化烧结，在烧蚀过程中外部氧难以进入复合材料内部，表面的 SiC 会氧化生成液相 SiO_2 附着于表面，使得复合材料的抗烧蚀性能有所提高。当烧结温度为 2 100 ℃时，所得 C/SiC 复合材料烧蚀后表面气 SiO_2 层有较大破损。由于烧结温度过高，样品中 Si 元素向碳纤维表面扩散更加容易，导致碳纤维表面缺陷增多，使得碳纤维更易于被氧化所致。



(a) 2 000 ℃　(b) 2 050 ℃　(c) 2 100 ℃

图 6　不同烧结温度制备 C/SiC 样品烧蚀过渡区的 SEM 照片

Fig. 6　SEM photographs of the ablative transition region of C/SiC samples prepared at different sintering temperatures

2.5 热压压力对 C/SiC 复合材料抗烧蚀性能影响

图 7 为不同热压压力下制备得到 C/SiC 样品的质量烧蚀率，其中，烧结温度为 2 000 ℃、碳纤维含量 30%不变。由图 7 可以看出，C/SiC 样品的质量烧蚀率随着热压压力的增加而增加。当热压压力为 20 MPa 时，所得样品抗烧蚀性能最好。

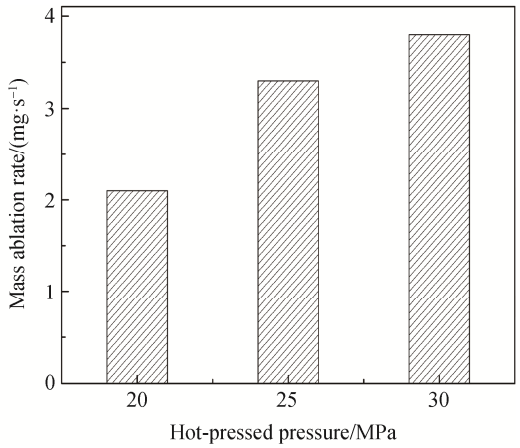
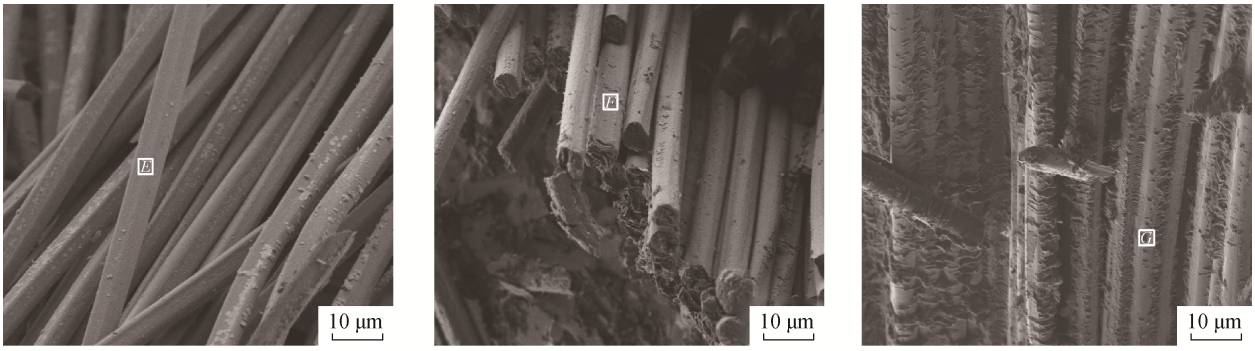


图 7 不同热压压力下制备 C/SiC 样品的质量烧蚀率

Fig. 7 Mass ablation rate of C/SiC samples prepared under different hot-pressed pressures

图 8 为不同热压压力下制备得到 C/SiC 复合材料中碳纤维显微结构。由图 8 可以看出，随着热压压力的增加，碳纤维表面由光滑状态逐渐变的粗糙，这说明 Si 元素向碳纤维表面渗透增加，基体与碳纤维剥离时界面结合力增大所致。当热压压力为 30 MPa 时，碳纤维表面附着有大量的颗粒。对不同热压压力下制备得到样品中的碳纤维表面进行能谱分析(表 4)发现，碳纤维中的 Si 含量随热压压力增加而增大。虽然增加热压压力在一定程度上会提高样品的致密度(当热压压力为 20、25、30 MPa 时，所得 C/SiC 样品的致密度分别为 79.10%、79.80%、80.10%)，但也会使 SiC 颗粒与碳纤维的接触也会更加紧密，导致 Si 元素向碳纤维扩散加剧，在一定程度上会造成碳纤维表面缺陷，使其抗氧化性能降低，进而导致抗烧蚀性能的降低。



(a) 20 MPa (b) 25 MPa (c) 30 MPa

图 8 不同热压压力制备得到 C/SiC 样品中碳纤维 SEM 照片

Fig. 8 SEM photographs of carbon fiber in C/SiC samples prepared under different hot-pressed pressures

表 4 图 8a~图 8c 中点 *E*~点 *G* 的 EDS 数据

Table 4 EDS results of points *E*–*G* in Fig. 8(a)–Fig. 8(c)

w/%

Area	C	Si	Au	Total
E	94.77	0.18	5.05	100
F	94.24	1.19	4.57	100
G	91.98	2.43	5.59	100

综上分析，采用热压工艺制备 C/SiC 复合材料时，碳纤维含量多少对复合材料的致密化程度影响较大，复合材料致密化程度的增加则有利于抗烧蚀性能的提高；烧结温度的升高能较好的提升样品烧结致密化程度，烧结压力与烧结温度相比则影响较弱，但是这两者的增加均会导致基体中 Si 向碳纤维渗透加剧的问题，这对复合材料的抗烧蚀性能不利，因此要合理调控烧结工艺参数及碳纤维引入量，以保证复合材料的抗烧蚀性能。

3 结论

1) 通过正交试验得出影响因素大小顺序为：烧结温度、碳纤维含量、烧结压力。当烧结温度为 2 050 ℃、热压压力为 20 MPa、碳纤维含量为 25%时，所得 C/SiC 样品的抗烧蚀性能最好，其质量烧蚀率为 2.0 mg/s。

2) 烧结温度提高能够促进 C/SiC 样品致密化，有助于抗烧蚀能力的提升，但过高的烧结温度会导致 Si 元素向碳纤维表面的扩散，降低其抗氧化能力；碳纤维的抗烧蚀能力较差，过多碳纤维的引入不利于样品抗烧蚀性能的提升；热压压力增加虽然

会增加样品的致密度，但会造成 Si 元素向碳纤维的快速扩散，从而导致样品抗烧蚀性能的降低。

3) 采用热压工艺制备得到了具有良好抗烧蚀性能的 C/SiC 复合材料，这为其低成本快速化生产提供了一定的思路借鉴。

参考文献:

[1] BLOSSER M L, POTEET CC, CHEN R R, et al. Development of advanced metallic-thermal-protection system prototype hardware[J]. J Spacecraft Rockets, 2004, 41(2): 183–194.

[2] TARTAGLIONE L C, MAZZOLA J H. APOLLO composite ablator material used on space shuttle[C]//23rd Structures, Structural Dynamics and Materials Conference, New Orleans, LA, USA, 1982: 86–88.

[3] FERRAIUOLO M, MANCA O. Heat transfer in a multi-layered thermal protection system under aerodynamic heating[J]. Int J Therm Sci, 2012, 53: 56–70.

[4] XIANG Y, CHEN Z H, CAO F. High-temperature protective coatings for C/SiC composites[J]. J Asian Ceram Soc, 2014, 2(4): 305–309.

[5] CHRISTIN F. Design,fabrication,and application of thermostructural composites (TSC) like C/C, C/SiC, and SiC/SiC composites[J]. Adv Eng Mater, 2002, 4(12): 903–912.

[6] 王毅强, 张立同, 成来飞, 等. 化学气相渗透法制备 2 维和 2.5 维 C/SiC 复合材料及其拉伸性能[J]. 硅酸盐学报, 2008, 36(8): 1062–1068, 1078.
WANG Yiqiang, ZHANG Litong, CHENG Laifei, et al. J Chin Ceram Soc, 2008, 36(8): 1062–1068, 1078.

[7] HILLIG W B. Making ceramic composites by melt infiltration[J]. Am Ceram Soc Bull, 1994, 73(4): 56–62.

[8] YANG X, HUANG Q Z, SU Z A, et al. Ablative property and mechanism of C/C–ZrB_2–ZrC–SiC composites reinforced by SiC networks under plasma flame[J]. Corros Sic, 2016, 107: 9–20.

[9] WANG D K, DONG S M, ZHOU H J, et al. Effect of pyrolytic carbon interface on the properties of 3D C/ZrC–SiC composites fabricated by reactive melt infiltration[J]. Ceram Int, 2016, 42(8): 10272–10278.

[10] ZHAO Z G, LI K Z, LI W, et al. Preparation, ablation behavior and mechanism of C/C–ZrC–SiC and C/C–SiC composites[J]. Ceram Int, 2018, 44(7): 7481–7490.

[11] 魏连锋, 李克智, 吴恒, 等. SiC 改性 C/C 复合材料的制备及其烧蚀性能[J]. 硅酸盐学报, 2011, 39(2): 251–255.
WEI Lianfeng, LI Kezhi, WU Heng, et al. J Chin Ceram Soc, 2011, 39(2): 251–255.

[12] KOSSOWSKY R. The microstructure of hot-pressed silicon-nitride[J]. J Mater Sci, 1973, 8(11): 1603–1615.

[13] KRSTIC Z, KRSTIC V D. Silicon nitride: the engineering material of the future[J]. J Mater Sci, 2012, 47(2): 535–552.

[14] HERDRICH G, AUWETER-KURTZ M, FERTIG M, et al. Oxidation behavior of SiC-based thermal protection system materials using newly developed probe techniques[J]. J Spacecraft Rockets, 2005, 42(5): 817– 824.

[15] LEI L, WANG Y G, LIU L P, et al. Ablation behavior of C/SiC composites in plasma wind tunnel[J]. Carbon, 2016, 103: 73–83.

[16] WANG S L, LI H, REN M S, et al. Microstructure and ablation mechanism of C/C–ZrC–SiC composites in a plasma flame[J]. Ceram Int, 2017, 43(14): 10661–10667.