

常压化学气相沉积 ZrO_2 涂层的显微结构与微观力学性能

郝振华, 孙 威, 熊 翔, 但奇善, 李江鸿

(中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 长沙 410083)

摘 要: 采用 $\text{ZrCl}_4\text{-CO}_2\text{-H}_2\text{-Ar}$ 体系, 于 900~1 500 $^{\circ}\text{C}$ 下用常压化学气相沉积法(APCVD)在 C/C-SiC 和 C/C-ZrC 基体上分别制备 ZrO_2 涂层。采用 X 射线衍射分析仪(XRD)和扫描电镜(SEM)分别分析 ZrO_2 涂层的相组成和形貌特征。利用微/纳米力学综合测试仪测量涂层的微观力学性能及与底层的界面结合力。结果表明: 在 900、1 150、1 300 和 1 500 $^{\circ}\text{C}$ 这 4 种温度下制备的 ZrO_2 涂层均为单斜相; 随着沉积温度的升高, ZrO_2 涂层表面形貌由小颗粒堆积态向大尺寸多晶转变, 涂层厚度逐渐增加。化学气相沉积 ZrO_2 涂层硬度为 1 026.712HV, 略低于电子束物理气相沉积 ZrO_2 涂层的硬度; ZrO_2 涂层与 C/C-SiC 基体之间的结合强度高于 ZrO_2 涂层与 C/C-ZrC 基体之间的结合强度。扫描电镜观察显示: C/C-SiC 基体 ZrO_2 涂层划痕表面光滑, 而 C/C-ZrC 基体 ZrO_2 涂层划痕表面粗糙。

关键词: 氧化锆涂层; 化学气相沉积; 沉积温度; 显微结构; 微观力学性能

中图分类号: TQ134.1

文献标志码: A

Microstructure and micro-mechanical properties of zirconia coating by atmospheric pressure chemical vapor deposition

HAO Zhen-hua, SUN Wei, XIONG Xiang, DAN Qi-shan, LI Jiang-hong

(State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: Zirconia coatings were deposited on C/C-SiC and C/C-ZrC substrates by atmospheric pressure chemical vapor deposition (APCVD) with $\text{ZrCl}_4\text{-CO}_2\text{-H}_2\text{-Ar}$ system at 900–1 500 $^{\circ}\text{C}$, respectively. The phase composition and surface morphologies of the ZrO_2 coatings were investigated by X-ray diffractometry (XRD) and scanning electron microscopy (SEM), respectively. The micro-mechanical properties of the coatings and the bonding strength between the coatings and substrates were tested by the micro/nano comprehensive mechanical property test instrument. The results show that the ZrO_2 coatings prepared at four different temperatures of 900, 1 150, 1 300 and 1 500 $^{\circ}\text{C}$ are monoclinic phase ZrO_2 . The surface morphology of the coating changes from accumulation of small grains to polycrystal with large size as the temperature increases, at the same time the thickness of the coatings increases. The microhardness of the coating is 1 026.712HV, which is a little lower than that of ZrO_2 coating prepared by electron beam physical vapor deposition and the ZrO_2 coating combines better with C/C-SiC substrate than that with C/C-ZrC substrate. The results of SEM show that the surface scratch of ZrO_2 coatings on C/C-SiC substrate is smooth while that is rough on C/C-ZrC substrate.

Key words: ZrO_2 coatings; chemical vapor deposition; deposition temperature; microstructure; micro-mechanical properties

C/C 复合材料具有高比强度、高比模量、良好的韧性以及高温下较高的强度保持率、良好的耐蠕变和抗热震等综合性能, 是极佳的抗烧蚀材料, 可广泛用

于野战火箭、空空导弹等系列弹箭武器的喷管、发动机衬里和火控系统热防护部件, 也可用于各种航天飞行器高热流部件的热防护, 如导弹弹头、航天器返回

基金项目: 国家重点基础研究发展计划资助项目(2011CB605805); 中南大学博士后基金资助项目; 中央高校青年教师助推专项(2011QNZT040;2011QNZT045)

收稿日期: 2012-04-28; 修订日期: 2013-01-25

通信作者: 孙 威, 助理研究员, 博士; 电话: 0731-88830363; E-mail: sunweimse@csu.edu.cn

舱外表面、固体火箭发动机扩张段和航天飞机轨道等方面。但在有氧条件下, C/C 复合材料的起始氧化温度为 370 ℃; 当温度高于 500 ℃ 时, C/C 复合材料会迅速氧化, 并发生毁灭性破坏。同时, 在高温和高速气流下 C/C 复合材料也易被氧化、冲蚀和烧蚀, 烧蚀速率快且与燃烧室气氛压力呈指数关系, 因此, 研制新一代耐氧化、耐烧蚀 C/C 复合材料极其重要^[1-6]。

涂层是防止 C/C 复合材料在高温苛刻环境中被烧蚀的最直接方法。难熔金属碳化物的熔点高、抗烧蚀性能好, 是优良的耐烧蚀涂层材料。国内外研究者已经制备出 TaC、ZrC 和 HfC 等耐烧蚀涂层, 但只能满足 C/C 复合材料构件短时间烧蚀要求, 无法满足高温富氧环境下的长时间烧蚀要求^[7-9]。要实现 C/C 复合材料长时间的烧蚀防护, 必须制备新的耐烧蚀涂层。STRIFE 等^[10]提出了 1 800 ℃ 以上抗氧化涂层的组合模型。设计的涂层构成由外向里依次为氧化物陶瓷 SiO₂ 玻璃/氧化物陶瓷/碳化物陶瓷。所涉及的氧化物主要有 HfO₂、ZrO₂、Y₂O₃ 和 ThO₂。其中, ZrO₂ 涂层由于具有较高的熔点, 较低的热导率、良好的热冲击性、较强的高温抗氧化及抗腐蚀能力, 是较为理想的用于 C/C 复合材料热防护涂层体系的氧化物陶瓷材料^[11]。邹世钦等^[12]指出, ZrO₂ 涂层可以直接作为碳纤维增强陶瓷基复合材料的抗烧蚀层, 也可作为其他难熔金属碳化物抗烧蚀层下的封填层。邹武等^[13]提出我国应重点研究 C/C-ZrC-ZrO₂ 涂层或改性碳基复合材料, 实现耐烧蚀与绝热一体化设计。沈学涛等^[14]采用金属盐溶液浸渍法制备了 ZrC 改性 C/C 复合材料, 研究了烧蚀产物 ZrO₂ 对 ZrC 改性 C/C 复合材料烧蚀的影响, 从侧面反映了 ZrO₂ 涂层的抗烧蚀作用。结果表明, 随着烧蚀次数的增加, 若每次烧蚀后不去除 ZrO₂, 材料的线烧蚀率和质量烧蚀率呈先增加后减小的趋势, 最后趋于稳定; 若每次烧蚀后去除 ZrO₂, 材料的线烧蚀率和质量烧蚀率均呈增大的趋势。产物 ZrO₂ 的蒸发吸收了材料烧蚀表面的热量, 减缓了火焰对烧蚀表面的冲蚀, 材料的线烧蚀率减小, 然而, ZrO₂ 的蒸发会使材料的质量损失速度增加, 导致材料的质量烧蚀率增大。但迄今为止, 还未见 ZrO₂ 涂层用于 C/C 复合材料涂层防护体系的报道。

到目前为止, 制备 ZrO₂ 涂层最有效的方法是大气等离子体喷涂和电子束蒸镀沉积^[15]。而本文作者选用化学气相沉积法作为 C/C 复合材料 ZrO₂ 涂层的制备方式, 这是因为: 在同一化学气相沉积炉中制备 ZrO₂ 涂层, 可方便地制备 ZrC/ZrO₂ 双层或多层复合涂层, 有利于节约成本; 在适当的工艺条件下, 可制备 ZrC-ZrO₂ 复相陶瓷共沉积涂层或梯度复合涂层; 化学

气相沉积可方便地实现碳纤维或多孔预制体的表面改性。

温度是化学气相沉积最重要的工艺参数之一。同一反应体系在不同温度下, 沉积物可以是单晶、多晶或者无定形物。由于 ZrO₂ 涂层与 C/C 基体的热膨胀系数相差较大, 且在高温条件下, 两者可能发生还原反应, 因此, 不易直接将 C/C 基体用于沉积基底。本文作者以较为常用的 C/C 基体涂覆 ZrC 和 SiC 为沉积基底, 研究温度对化学气相沉积 ZrO₂ 涂层显微结构特征的影响, 分析沉积机制, 同时研究 ZrO₂ 涂层的微观力学性能及与底层的界面结合力。

1 实验

1.1 涂层的制备

图 1 所示为实验所用 CVD 反应系统示意图。反应系统主要由 4 部分构成: 加热系统、送粉系统、供气系统和废气处理系统。加热系统采用超音频电磁感应加热方式, 最大电功率为 60 kW。加热炉外罩为石英材质, 发热体为高纯石墨材质。用光电高温计、自动温控系统测量和调控反应温度。沉积基体置于发热体内部。

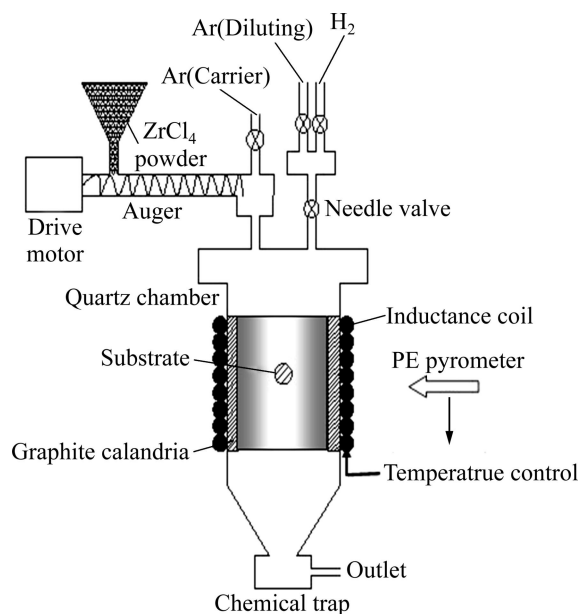


图 1 化学气相沉积反应系统示意图

Fig. 1 Schematic diagram of CVD system

实验选用尺寸为 d 30 mm×10 mm, 密度为 1.8 g/cm³ 的 C/C 材料作为沉积基底。沉积前, C/C 样品经过化学气相法和包埋法分别制备 ZrC 和 SiC 表面涂

层。然后再对样品进行抛光、去脂和酒精清洗。化学气相沉积 ZrO₂ 所选用的系统为 ZrCl₄-H₂-CO₂-Ar。其中: Ar 作为载气和稀释气体; H₂ 作为还原性气体; CO₂ 作为碳源气体; 作为 Zr 源的固体粉末 ZrCl₄ 由特定的送粉装置直接送入沉积炉, 再由 Ar 载入反应区生成 ZrCl₄ 蒸气。在 C/C-ZrC 和 C/C-SiC 表面生成 ZrO₂ 的反应如下:



1.2 分析与表征

采用日本理学 D/max2550 VB⁺18 kW 转靶 X 射线衍射仪(XRD)分析涂层的相成分和 ZrO₂ 晶粒的择优生长和晶粒尺寸; 采用扫描电子显微镜(SEM)观察 ZrO₂ 涂层表面和断面的微观形貌; 采用纳米压痕/划痕综合力学性能测试仪测量 ZrO₂ 涂层的微观力学性能。

2 结果及讨论

2.1 化学气相沉积 ZrO₂ 涂层的相成分

图 2(a)所示为不同温度下在 C/C-SiC 基体化学气相沉积 ZrO₂ 涂层的 XRD 谱。由图 2(a)可知, 900 °C 时, 可明显观察到石墨相的衍射峰, 而在其他温度下沉积的 ZrO₂ 涂层中均未发现石墨相, 表明在较低的沉积温度下易发生热解炭的共沉积。从图 2(a)中还可观察到 900 °C 沉积的涂层中出现了较强的 SiC(立方相)衍射峰, 而在其他沉积温度下的涂层中无 SiC 的衍射峰。这是由于在较低的温度条件下, 涂层沉积速率低, 较薄的厚度会被 X 射线穿透, 衍射谱将受内层涂层的影响。900、1 150、1 300 和 1 500 °C 这 4 种温度沉积的 ZrO₂ 涂层均为单斜相 ZrO₂。ZrO₂ 晶体择优取向的整体趋势如下: ($\bar{1}11$) 晶面($2\theta=28.083^\circ$)、(111)晶面($2\theta=31.361^\circ$)以及(011)晶面($2\theta=23.940^\circ$)与(110)晶面($2\theta=24.401^\circ$)的衍射峰强度随温度的升高逐渐减弱; (100)晶面($2\theta=17.359^\circ$)、(002)晶面($2\theta=34.060^\circ$)和(200)晶面($2\theta=35.204^\circ$)的衍射峰强度随温度升高而逐渐增强。图 2(b)所示为不同温度下在 C/C-ZrC 基体化学气相沉积 ZrO₂ 涂层的 XRD 谱。同样因涂层较薄而受内层涂层的影响, 在 1 150 °C 下沉积的 ZrO₂ 涂层的衍射谱出现了 ZrC(立方相)的衍射峰, 在 900 °C 下更是由于 ZrO₂ 涂层厚度过薄而导致衍射谱受基体影响过大无法分析, 表明以 ZrC 为基体 ZrO₂ 涂层厚度比以 SiC

为基体的涂层厚度小。这是由于采用包埋法制备的 SiC 底层能提供比化学气相沉积法制备的 ZrC 底层更多的形核点。C/C-ZrC 基体 ZrO₂ 晶体择优取向的变化趋势和 C/C-SiC 基体 ZrO₂ 晶体择优取向的变化趋势基本一致。

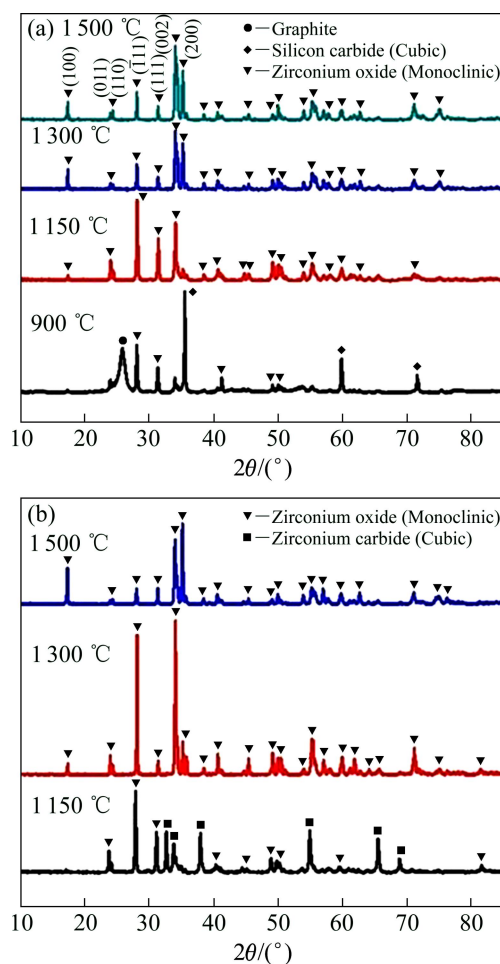


图2 不同温度下不同基体 ZrO₂ 涂层的 XRD 谱

Fig. 2 XRD patterns of ZrO₂ coatings prepared at different temperatures on different substrates: (a) C/C-SiC-ZrO₂; (b) C/C-ZrC-ZrO₂

2.2 化学气相沉积 ZrO₂ 涂层的形貌特征

图 3 所示为不同温度下 C/C-SiC 基体表面化学气相沉积 ZrO₂ 涂层的表面形貌。可见, 随着沉积温度的升高, ZrO₂ 涂层的晶粒尺寸逐渐变大。900 °C 时, ZrO₂ 涂层表面为颗粒堆积结构(图 3(a)); 在 1 150 °C 时, ZrO₂ 晶粒之间开始相互融合, 形成有部分颗粒聚集堆积的连续膜状起伏结构, 晶粒之间的晶界不明显(图 3(b)); 1 300 °C 时, ZrO₂ 涂层表面为各种多面体晶粒组织, 且晶粒生长较快, 晶粒上及晶粒之间形成了许多孔隙结构(图 3(c)); 1 500 °C 时, ZrO₂ 涂层为更大尺寸的多面体晶粒(图 3(d))。C/C-ZrC 基体表面沉积 ZrO₂ 涂层

的表面形貌特征及变化趋势与 C/C-SiC 基体表面涂层相似。

沉积温度对化学气相沉积 ZrO_2 涂层表面形态的影响主要是由于临界形核半径、临界形核能和临界形核速率受温度的影响。式(3)~(5)分别是最大形核自由能 ΔG^* 、临界形核半径 r_c 以及临界晶核形核速率 I 随温度的关系:

$$\Delta G^* = \frac{16\pi\sigma^3 M^2 T_0}{3\rho^2 \Delta H_v^2 (T_0 - T)^2} \propto 1/(T_0 - T)^2 \quad (3)$$

$$r_c = \frac{2\sigma M T_0}{\rho \Delta H_v (T_0 - T)} \propto 1/(T_0 - T) \quad (4)$$

$$I = z \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{kT}\right) \quad (5)$$

其中: σ 为晶核表面张力; M 为摩尔质量; ρ 为液体密度; ΔH_v 为蒸发热; T_0 为液相沸点。综合(3)~(5)可以得出, 温度较低时, 最大形核能和临界晶核半径较小, 临界形核速率较大, 沉积过程以形核为主, 同时由于较慢的表面互扩散, 会形成微晶尺寸较小的颗粒。在 900 和 1 150 $^{\circ}\text{C}$ 下的沉积即属于这种情况, 只是

1 150 $^{\circ}\text{C}$ 的互扩散更快, 因而颗粒之间有相互融合的趋势。随着沉积温度的升高, 最大形核能和临界晶核半径增大, 临界形核速率变小, 新核心的形成比较困难, 沉积过程以生长为主, 同时由于较快的表面互扩散, 会形成微晶尺寸较大的晶粒。1 300 和 1 500 $^{\circ}\text{C}$ 下的沉积即属于这种情况, 在 1 500 $^{\circ}\text{C}$ 时较快的表面互扩散还消除了晶粒间的孔隙。

图 4(a)~(c)所示为不同温度下 C/C-SiC 和 C/C-ZrC 基体表面沉积 ZrO_2 涂层的断面形貌; 图 4(d)所示为 1 300 $^{\circ}\text{C}$ 温度时 C/C-SiC 表面 ZrO_2 涂层截面抛光后的线能谱分析图。从图 4(a)和(c)可以得出, ZrO_2 涂层厚度及晶粒尺寸随温度的升高而增大。1 300 $^{\circ}\text{C}$ 时, ZrO_2 晶体沿垂直于基体表面的生长特征明显, 呈现柱状晶排列结构。对比图 4(a)和(b), ZrO_2 涂层与 SiC 底层之间结合紧密, 而 ZrO_2 涂层和 ZrC 底层之间结合较差, 界面处存在平行孔隙。这是由于采用不同工艺制备的 ZrC 和 SiC 底层粗糙度不同, 由化学气相沉积法制备的 ZrC 底层表面平整, 而包埋法制备的 SiC 底层表面凹凸不平, ZrO_2 涂层沉积时, 更易与 SiC 底层形成一种相互嵌入的结构, 从而对涂层界面结合起到强化作

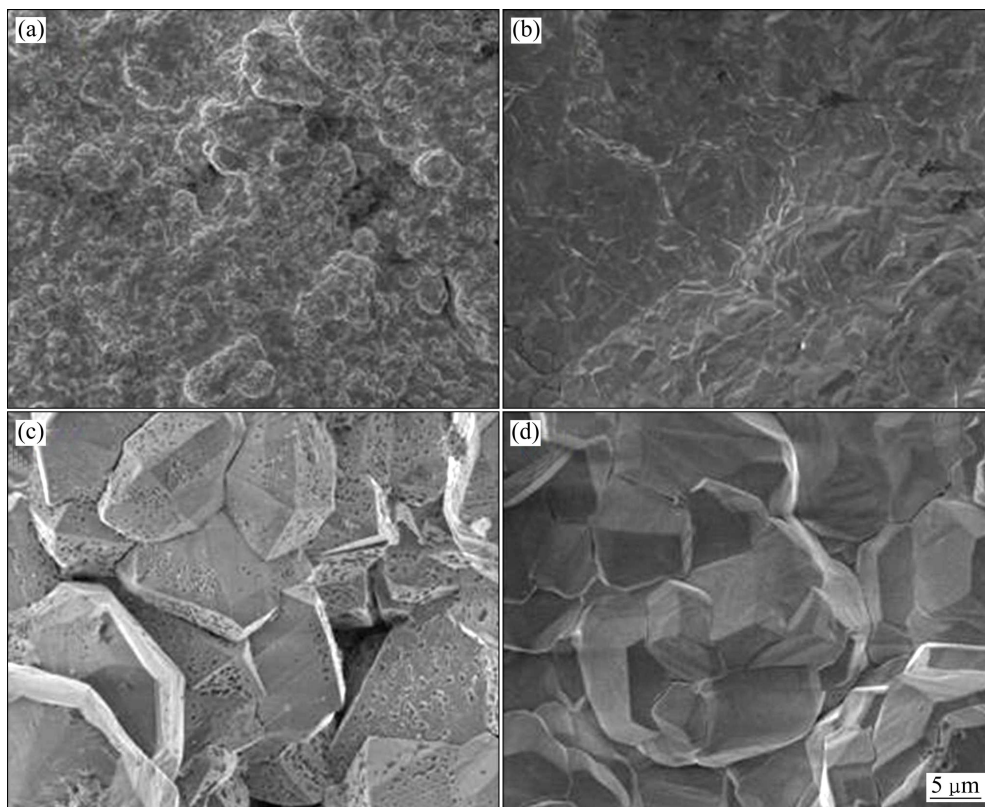


图 3 不同温度下 C/C-SiC 表面 ZrO_2 涂层表面的 SEM 像

Fig. 3 SEM images of ZrO_2 coating surface prepared on C/C-SiC substrate at different temperatures: (a) 900 $^{\circ}\text{C}$; (b) 1 150 $^{\circ}\text{C}$; (c) 1 300 $^{\circ}\text{C}$; (d) 1 500 $^{\circ}\text{C}$

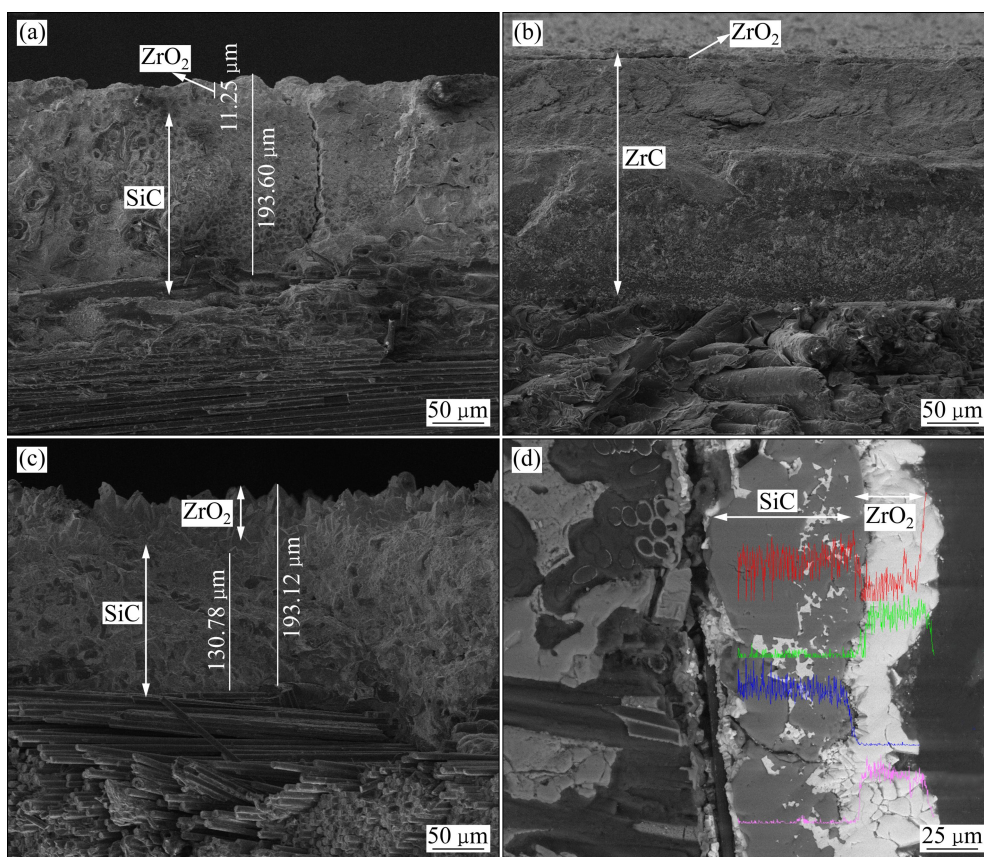


图 4 不同温度、不同基体 ZrO_2 涂层断口的 SEM 像与抛光样品的线能谱分析

Fig. 4 SEM images of fracture of ZrO_2 coatings prepared at different temperatures on different substrates and line energy spectrum analysis of polished C/C-SiC- ZrO_2 sample: (a) 1 150 °C, C/C-SiC- ZrO_2 ; (b) 1 150 °C, C/C-ZrC- ZrO_2 ; (c) 1 300 °C, C/C-SiC- ZrO_2 ; (d) 1 300 °C, C/C-SiC- ZrO_2 line energy spectrum

用。从图 4(d)可以看出, 化学气相沉积 ZrO_2 涂层的致密性较高, 背散射照片中呈一条完整的光亮带, Si 和 O 元素沿涂层方向分布均匀。

2.3 涂层的微观力学性能

图 5 所示为 1 300 °C 时在 C/C-SiC 基体上所制备的 ZrO_2 涂层纳米压痕载荷—位移曲线。 ZrO_2 涂层受到的最大载荷为 5 mN, 且在最大载荷加载 30 s 后卸载。从图 5 中 ZrO_2 涂层的塑性变形深度(69.4 nm)和弹性变形深度(92.5 nm), 得出塑性变形为 42.87%, 弹性回复率为 57.13%。同时可得到最大压入深度 $h_{\max}$, 卸载曲线端部斜率 S , 代入式(6)~(8):

$$H = \frac{P}{A_c} \quad (6)$$

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}S}{2\beta\sqrt{A_c}} \quad (7)$$

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1+\nu_i}{E_i} \quad (8)$$

式中: P 是压头载荷; A_c 是接触面积; E_r 和 E 分别为材料和压头的约化模量和弹性模量; E_i 为压头的弹性模量; ν 和 ν_i 分别为材料和压头的泊松比; β 为系数。

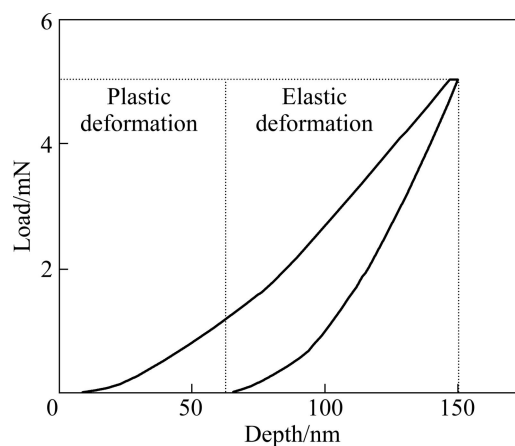


图 5 ZrO_2 涂层纳米压痕载荷—位移曲线

Fig. 5 Load—displacement (depth) curves of ZrO_2 coating prepared at 1 300 °C on C/C-SiC substrate

计算可得 ZrO_2 涂层的抗压强度为 10.273 GPa, 硬度为 1 026.712HV, 弹性模量为 130.881 GPa。该硬度与电子束物理气相沉积制备的 ZrO_2 涂层的硬度(1 083HV)基本相同^[15]。

图 6 所示为在 C/C-ZrC 和 C/C-SiC 基体上于 1 300 °C 制备的 ZrO_2 涂层采用划痕法测定的横向力及法向力与划痕位移的关系。由图 6 可知, 横向力出现明显波动处, 表明涂层开始剥落, 此处即为界面划破处(即图中 A1、A2、B1、B2), 用此处的临界载荷及横向力来综合表征涂层的结合强度。划痕测试结果见表 1。A1 和 B1 分别表示 ZrO_2 涂层与 SiC 和 ZrC 涂层之间的界面结合, A2 和 B2 分别表示 SiC 涂层和 ZrC 涂层与 C/C 基体之间的界面结合。从表 1 可以看出, SiC 与 ZrO_2 涂层之间结合比 ZrC 与 ZrO_2 涂层之间结合强, 这与断口形貌观察结果一致。此外, SiC 和 C/C 之间结合比 ZrC 和 C/C 之间结合强。

图 7 所示为划痕测试后不同基体样品表面的 SEM

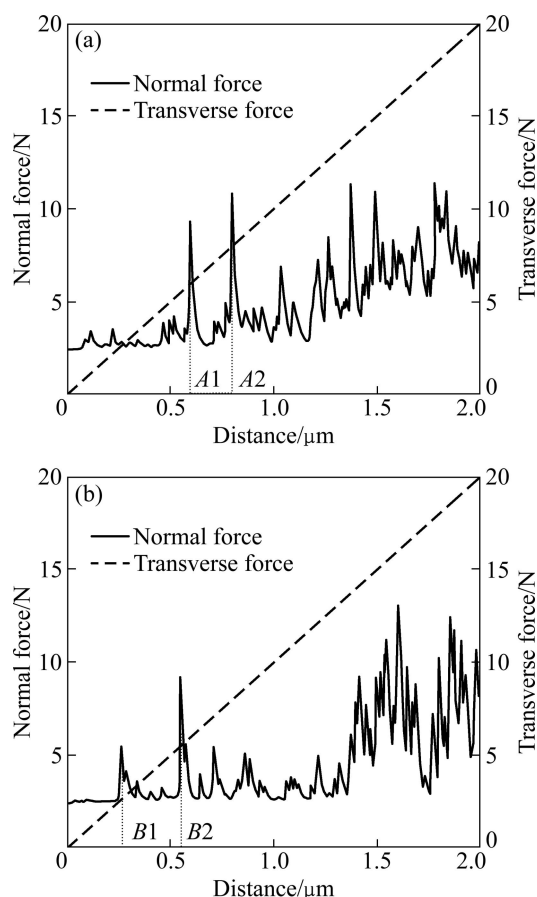


图 6 ZrO_2 涂层划痕法结合强度测量的法向力、横向力与划痕长度的关系

Fig. 6 Relationship among normal force (F_n) or transverse force (F_t) and scratching distance of ZrO_2 coatings prepared at 1 300 °C with scratching experiment: (a) C/C-SiC- ZrO_2 ; (b) C/C-ZrC- ZrO_2

表 1 ZrO_2 涂层不同界面处的法向力与横向力

Table 1 Normal force (F_n) and transverse force (F_t) of different interfaces of ZrO_2 coatings

Interface	F_n/N	F_t/N
A1	5.8	9.5
B1	2.5	5.4
A2	5.6	9.3
B2	7.8	12.3

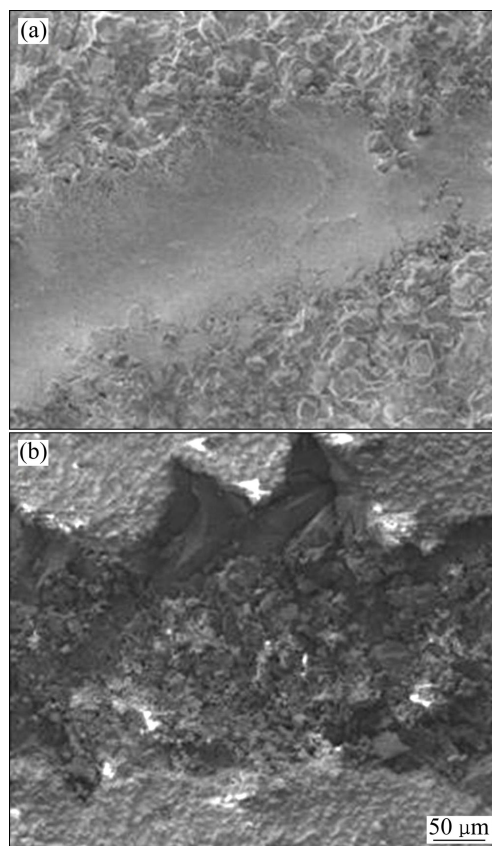


图 7 划痕测试后 ZrO_2 涂层表面划痕的 SEM 像

Fig. 7 SEM images of scratches of ZrO_2 coatings prepared at 1 300 °C on different substrates after scratching experiment: (a) C/C-SiC- ZrO_2 ; (b) C/C-ZrC- ZrO_2

像。从图 7 可以看出, C/C-SiC- ZrO_2 划痕表面比较光滑, 而 C/C-ZrC- ZrO_2 划痕表面粗糙。这是由于 ZrO_2 涂层与 SiC 底层之间结合较好, SiC 底层可提供足够的支撑力, 当探针划过时, 只有探针深度的 ZrO_2 涂层在探针摩擦作用下形成细小的磨屑, 并填充在划痕中, 形成图 7(a)中连续光滑的划痕。而 ZrC 与 ZrO_2 涂层之间存在平行孔隙且结合力较小, 在探头划过涂层时, ZrC 底层无法对 ZrO_2 表层提供足够的支撑, ZrO_2 涂层表现为局部脆性断裂与坍塌, 同时形成不规则的断裂边缘区域(图 7(b))。

3 结论

1) 使用常压化学气相沉积方法,采用ZrCl₄-H₂-CO₂-Ar体系,在900~1 500下制得的ZrO₂涂层均为单斜相ZrO₂。

2) 在较低沉积温度时ZrO₂涂层表面形貌为小颗粒堆积态,随着温度的升高,ZrO₂涂层表面形貌转变为大尺寸多晶,并且涂层的厚度明显增加。

3) ZrO₂涂层与C/C-SiC之间的结合强度高于ZrO₂涂层与C/C-ZrC基体之间的结合强度,经划痕测试后的C/C-SiC-ZrO₂样品划痕表面光滑,而C/C-ZrC-ZrO₂样品划痕表面为脆性断裂区域。

REFERENCES

- [1] 李成功,傅恒志,于翹. 航天航空材料[M]. 北京:国防工业出版社,2002: 235.
LI Cheng-gong, FU Heng-zhi, YU Qiao. Aerospace materials[M]. Beijing: National Defence Industry Press, 2002: 235.
- [2] 霍肖旭,曾晓梅,刘红林. C/C复合材料及碳纤维增强塑料在固体火箭喷管上的应用[J]. 炭素技术, 2001, 20(3): 23-26.
HUO Xiao-xu, ZENG Xiao-mei, LIU Hong-lin. Application of C/C composite and carbon fiber reinforced plastics in solid rocket motor nozzle[J]. Carbon Techniques, 2001, 20(3): 23-26.
- [3] OGASAWARA T, ISIKAWA T. Oxidation behavior of silicon-infiltrated carbon/carbon composites in high-enthalpy convective environment[J]. Journal of the American Ceramic Society, 2001, 84(7): 1559-1564.
- [4] SAVAGE G. Carbon-carbon composites[M]. Cambridge: Champan & Hall, 1933: 11.
- [5] SMEACETTO F, SALVO M, FERRAIS M. Oxidation protective multilayer coatings for carbon-carbon composites[J]. Carbon, 2002, 40(4): 583-587.
- [6] FITZER E. Future of carbon-carbon composites[J]. Carbon, 1987, 25(2): 163-190.
- [7] CHEN Zhao-ke, XIONG Xiang, LI Guo-dong, WANG Ya-lei. Ablation behaviors of carbon/carbon composites with C-SiC-TaC multi-interlayers[J]. Applied Surface Science, 2009, 255(22): 9217-9223.
- [8] SUN Wei, XIONG Xiang, HUANG Bai-yun, LI Guo-dong, ZHANG Hong-bo, CHEN Zhao-ke, ZHENG Xiang-lin. ZrC ablation protective coating for carbon/carbon composites[J]. Carbon, 2009, 47(14): 3365-1392.
- [9] 陈招科,熊翔,黄伯云,李国栋,肖鹏,张洪波. 含PyC-TaC-PyC复合界面C/C材料的氧乙炔焰烧蚀行为[J]. 复合材料学报, 2009, 26(3): 155-161.
CHEN Zhao-ke, XIONG Xiang, HUANG Bai-yun, LI Guo-dong, XIAO Peng, ZHANG Hong-bo. Ablation behaviors of C/C composites with pyrocarbon(PyC)-TaC-PyC multi-interlayers in oxyacetylene flame[J]. Acta Materials Compositae Sinica, 2009, 26(3): 155-161.
- [10] STRIFE J R, SHEEHAN J E. Ceramic coatings for carbon-carbon composites[J]. Journal of the American Ceramic Society, 1988, 67(2): 369-374.
- [11] 李贺军,曾燮榕,朱小旗,徐志淮. C/C复合材料的抗氧化研究[J]. 炭素技术, 1999, 18(3): 2-7.
LI He-jun, ZENG Xie-rong, ZHU Xiao-qi, XU Zhi-huai. Research on oxidation resistance of carbon/carbon composites[J]. Carbon Techniques, 1999, 18(3): 2-7.
- [12] 邹世钦,张长瑞,周新贵,曹英斌. 碳纤维增强陶瓷基复合材料抗氧化涂层研究进展[J]. 宇航材料工艺, 2003, 33(6): 16-20.
ZOU Shi-qin, ZHANG Chang-rui, ZHOU Xin-gui, CAO Ying-bin. Development of anti-oxidation coatings of carbon fiber reinforced ceramic matrix composites[J]. Aerospace Materials and Technology, 2003, 33(6): 16-20.
- [13] 邹武,张康助,张立同. 陶瓷基复合材料在火箭发动机上的应用[J]. 固体火箭技术, 2000, 23(2): 60-68.
ZOU Wu, ZHANG Kang-zhu, ZHANG Li-tong. Application of ceramic matrix composite to rocket motor[J]. Journal of Solid Rocket Technology, 2000, 23(2): 60-68.
- [14] 沈学涛,李克智,李贺军,兰逢涛,冯涛. 烧蚀产物ZrO₂对ZrC改性C/C复合材料烧蚀的影响[J]. 无机材料学报, 2009, 24(5): 943-947.
SHEN Xue-tao, LI Ke-zhi, LI He-jun, LAN Feng-tao, FENG Tao. Effect of ZrO₂ from the oxidation of ZrC on ablation of ZrC modified C/C composites[J]. Journal of Inorganic Materials, 2009, 24(5): 943-947.
- [15] 宋贵宏,杜昊,贺春林. 硬质与超硬涂层—结构、性能、制备与表征[M]. 北京:化学工业出版社,2007: 108-111.
SONG Gui-hong, DU Hao, HE Chun-lin. Hard and superhard coating—Structure, properties, preparation and characterization [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2007: 108-111.

(编辑 陈卫萍)