

纤维热处理对 C/C-SiC 复合材料剪切强度的影响

代吉祥, 沙建军, 张玉翠, 李 建, 韦志强

(大连理工大学, 工业装备结构分析国家重点实验室, 大连 116024)

摘要: 对 T300 碳纤维在真空环境下, 在 600、900、1200、1500 °C 进行热处理, 用液硅熔渗反应法(liquid silicon infiltration, LSI)制备了不同微观组织结构的 C/C-SiC 复合材料。采用光电子能谱分析了热处理对纤维表面结构的影响, 用光学显微镜和扫描电子显微镜对材料微观形貌进行了观察分析。采用双槽口剪切法(DNS)测试了 C/C-SiC 复合材料层间剪切强度(interlaminar shear strength, ILSS), 并分析了纤维热处理对材料剪切性能影响的微观机理。结果表明: 碳纤维经热处理后, 表面化学成分发生变化, 氧含量显著降低, 改变了碳纤维增强树脂基复合材料(carbon fiber reinforced resin matrix composite, CFRP)先驱体中纤维/树脂界面结合强度, 从而在 CFRP 裂解后形成了具有不同微观结构的 C/C 预制体, 通过液 Si 对不同微结构的 C/C 预制体进行熔渗, 获得具有不同微观结构的 C/C-SiC 复合材料; DNS 测试发现碳纤维热处理能够有效改善 C/C-SiC 复合材料的层间剪切强度, 主要是由于纤维经热处理后制备的 C/C-SiC 复合材料中, SiC 基体相分布较均匀并包裹在碳纤维周围, 导致纤维/基体界面结合强度高。经 1500 °C 热处理纤维增强的 C/C-SiC 复合材料, 其剪切强度为 34 MPa, 与未处理的相比, ILSS 提高了 33%。

关键词: 陶瓷基复合材料; 热处理; 液硅熔渗法; 层间剪切强度; 碳纤维; 碳化硅

中图分类号: TB332 **文献标志码:** A **文章编号:** 0454-5648(2013)07-0923-07

网络出版时间: 2013-06-28 10:51:23 **网络出版地址:** <http://www.cnki.net/kcms/detail/11.2310.TQ.20130628.1051.008.html>

Influence of Carbon Fiber Heat Treatment on Interlaminar Shear Strength of C/C-SiC Composites

DAI Jixiang, SHA Jianjun, ZHANG Yucui, LI Jian, WEI Zhiqiang

(State Key Laboratory of Structural Analyses for Industrial Equipment, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China)

Abstract: In order to investigate the influence of carbon fiber heat treatment on the interlaminar shear strength (ILSS) of 2D C/C-SiC composites via a liquid silicon infiltration process, the carbon fiber was heat-treated in a temperature range from 600 to 1500 °C in vacuum. The surface composition of carbon fiber obtained by the ESCA studies, and the composites morphologies were analyzed by optical microscopy and scanning electron microscopy, respectively. The porosity and density were measured by the Archimedes method, and the interlaminar shear strength was evaluated by means of double-notched shear test. The results indicate that the heat treatment of carbon fiber can modify the surface function groups of carbon fiber. The FMB (fiber/matrix interface bonding) is changed, which significantly changes the morphology of C/C perform. The ILSS increases with increasing the heat treatment temperature of carbon fiber. The ILSS for the fiber reinforced composite heat-treated at 1500 °C is 34 MPa, which is increased by 33% in comparison to that of the untreated fiber reinforced composite. It is indicated that the high ILSS in the heat-treated fiber reinforced composite could be attributed to a strong fiber/matrix bonding strength, homogeneous distribution of SiC and high volume fraction of SiC in matrix.

Key words: ceramic-matrix composite; heat treatment; liquid silicon infiltration process; interlaminar shear strength; carbon fiber; silicon carbide

碳纤维增强的 C-SiC 复合材料不仅具备 C/C 复合材料的耐高温、高比强度、高比模量、低热膨胀系数、优异的高温热力学稳定性等一系列优良性能,

还具有基体致密度高、耐热震、抗烧蚀、热化学稳定性好等特性, 是一种轻质耐高温的新型复合材料, 在航空航天、先进能源系统、高温热交换系统等高

收稿日期: 2012-12-07。 修订日期: 2012-12-24。

基金项目: 中央高校基本科研业务费专项基金[DUT11ZD(G)01]; 教育部新世纪人才计划(NCET-11-0052); 留学回国人员项目资助。

第一作者: 代吉祥(1988—), 男, 博士研究生。

通信作者: 沙建军(1972—), 男, 博士, 教授。

Received date: 2012-12-07. Revised date: 2012-12-24.

First author: DAI Jixiang (1988—), male, Doctoral candidate.

E-mail: djx725525@yahoo.cn

Correspondent author: SHA Jianjun (1972—), male, Ph.D., Professor.

E-mail: jjsha@dlut.edu.cn

温技术领域具有巨大的应用潜力^[1-3]。在现有的制备工艺中,液硅熔渗反应法(liquid silicon infiltration, LSI)由于制备周期短,成本低,可实现净尺寸成形等优点,具有很大的发展潜力,已被国内外广泛研究^[4-6]。

在采用 LSI 工艺的制备过程中发现^[7-9]: C/C 预制体的微结构对 C/C-SiC 复合材料微观组织结构和性能有着显著的影响。张永辉等^[7]研究了预制体中基体碳含量对 C/C-SiC 复合材料微观结构的影响,进而分析了不同微结构对材料弯曲性能的影响机理;同时预制体微结构对基体 SiC 相生成也产生重要的影响^[8-9]。上述研究表明:可以通过对预制体的微结构调整以实现 C/C-SiC 复合材料性能的调控。

研究发现:通过对 C 纤维的高温热处理可以有效改变 C/C 预制体中的微孔分布、微孔尺寸及孔隙率^[10-12],其主要原因是热处理改变了纤维的表面结构^[13-14],使表面官能团发生改变,从而导致纤维/基体界面结合强度发生变化^[10,15-17]。

基于上述研究,对碳纤维进行了高温热处理,用光电子能谱(Electron spectroscopy of chemical analysis, ESCA)分析了热处理温度对 C 纤维表面成分的影响。然后采用热处理的 C 纤维制备了具有不同微观组织结构的 C/C-SiC 复合材料,并用双槽口剪切(DNS)法测试了层间剪切强度。为了进一步揭示纤维热处理对 C/C-SiC 复合材料剪切性能的影响机理,对材料制备工艺过程中不同阶段的碳纤维增强树脂基复合材料(carbon fiber reinforced resin matrix composite, CFRP)先驱体和 C/C 预制体的微观形貌及微结构特征进行了分析。

1 实 验

1.1 样品制备

采用 LSI 工艺制备了经不同温度热处理的 C 纤维增强 C-SiC 复合材料,整个工艺流程如图 1 所示。首先将裁剪好的 2 维碳纤维布(T300, 密度为 1.76 g/cm³, 纤维编织 0°/90°)进行 600、900、1 200、1 500 °C 热处理。对处理过的纤维进行硼树脂浸渍,浸渍完成后加压固化(压强 $p=2$ MPa, 温度 $T=200$ °C),得到 CFRP 先驱体。将 CFRP 先驱体置于高温石墨炉,以 1 °C/min 的升温速率加热到 1 200 °C 以上并保温裂解,得到 C/C 预制体。采用硅粉(纯度 $\geq 98\%$, 粒度为 40 目)包埋法,在高于 1 420 °C 的温度下对预制体进行液硅熔渗反应获得不同微观组织结构的 C/C-SiC 复合材料。

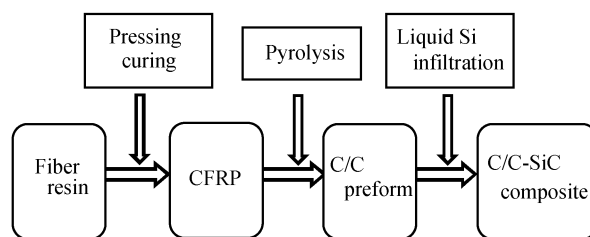


图 1 LSI 工艺制备 C/C-SiC 复合材料工艺流程
Fig. 1 Flow chart for the fabrication of C/C-SiC composites via liquid silicon infiltration (LSI) process

1.2 测试与分析

采用 Archimedes 排水法,添加 C/C 预制体和 C/C-SiC 复合材料的体密度和孔隙率计算公式:

$$\rho = m_0 \rho_0 / (m_2 - m_1) \quad (1)$$

$$\gamma = (m_2 - m_0) / (m_2 - m_1) \quad (2)$$

式中: ρ 为试样密度; ρ_0 为去离子水密度; m_0 为干燥试样在空气中的质量; m_1 为饱和试样在蒸馏水中的悬挂质量; m_2 为饱和试样在空气中的质量; γ 为试样的孔隙率。

用万能力学试验机(Instron3345),根据陶瓷材料层间剪切测试标准(ASTM C1425-05)进行剪切强度测试,加载速率为 0.5 mm/min,每个温度处理条件制备不少于 5 个样品用于测试,剪切强度 τ (ILSS)计算如下式所示:

$$\tau = p_{\max} / A = p_{\max} / wh \quad (3)$$

式中: p_{\max} 为最大载荷; w 为样品宽度; h 为双槽之间宽度; A 为样品受载面积。

用 QUANTA 450 型扫描电镜和 MM-8C 型光显微镜对样品表面形貌和剪切断口进行观察分析。

2 结果与分析

2.1 ESCA 分析

表 1 列出了不同温度下热处理纤维的表面成分 ESCA 分析结果,可以看出:经 1 500 °C 热处理后 C 原子的摩尔分数由 80.99% 增加到 96.19%,同时 O 原子的摩尔分数从 17.79% 减少到 1.97%,同样, N 原子和 Si 原子的摩尔分数也发生了变化,但仍属微量。

表 1 不同热处理温度下纤维表面成分 ESCA 分析结果
Table 1 ESCA analysis result of surface composition of carbon fibers treated at different temperatures

Fiber condition	Mole fraction/%			
	C(1s)	O(1s)	N(1s)	Si(2p)
Untreated	80.99	17.79	0.48	0.32
Treated at 900 °C	94.04	3.65	1.91	0.2
Treated at 1500 °C	96.19	1.97	0.78	0.31

由表 1 可见: 未处理纤维的碳氧摩尔比[C(1s)/O(1s)]为 4.55, 900 °C 热处理纤维的为 25.75, 经 1 500 °C 热处理的 48.83, 约为未处理的 11 倍。该结果表明碳纤维经高温热处理后将显著减少其表面含氧官能团。

在制备碳纤维增强复合材料过程中, 为了提高材料层间剪切强度, 对碳纤维进行不同方法的表面处理, 使表面活性官能团增加以改善纤维/树脂界面结合强度。研究表明碳纤维表面含氧官能团的增加使其与树脂基体结合力增强, 有效改善了碳纤维复合材料力学性能^[18-20], 反之, 热处理减少了纤维表面活性官能团, 这也将降低纤维与树脂之间的界面结合强度^[10]。

2.2 CFRP 微观形貌

图 2 为未处理纤维和 1 500 °C 热处理纤维制备的 CFRP 先驱体的光学显微镜微观形貌。从图 2 可以看到: 树脂完全浸入到 C 纤维束中, 没有观察到明显的气孔; 在未处理 C 纤维制备的 CFRP 中, 没有观察到明显的微裂纹(见图 2a); 经 1 500 °C 热处理纤维制备的 CFRP 中, 观察到随机分布的微裂纹,

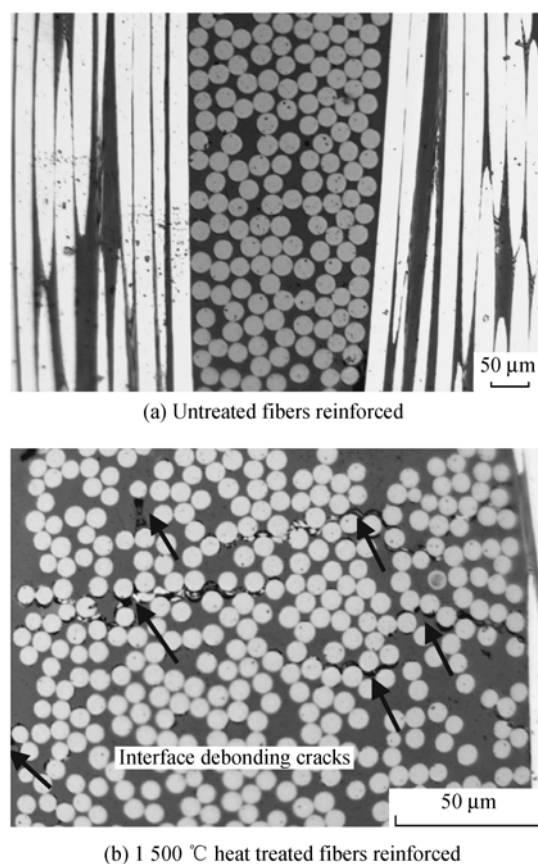


图 2 CFRP 先驱体光学显微镜下微观组织形貌

Fig. 2 Optical microscope photographs of CFRP (carbon fiber fabrics reinforced plastics)

而且微裂纹环绕着 C 纤维并分布在纤维/基体的界面上(见图 2b)。微裂纹的形成是由于纤维/基体界面结合强度低, 在固化后冷却过程中由于热应力的作用而导致的。

结合 ESCA 分析可知, 经 1 500 °C 高温热处理后, 纤维表面的含氧官能团数目大大减少, 而含氧官能团的减少使得纤维表面与基体反应活性降低, 导致纤维/基体界面结合强度低^[10], 从而在固化后的冷却过程中, 由于热应力的产生而导致纤维/基体开裂。

2.3 C/C 预制体微观形貌

图 3 为 CFRP 先驱体裂解后形成的 C/C 预制体 SEM 照片。从图 3a 中可以看到: 未处理纤维增强的 C/C 预制体, 其微裂纹/孔密度低且分布较为规律, 产生的孔径尺寸较大且主要分布于 90° 纤维束中, 并将该方向的纤维束分离成段, 在每一段内纤维和基体结合紧密。

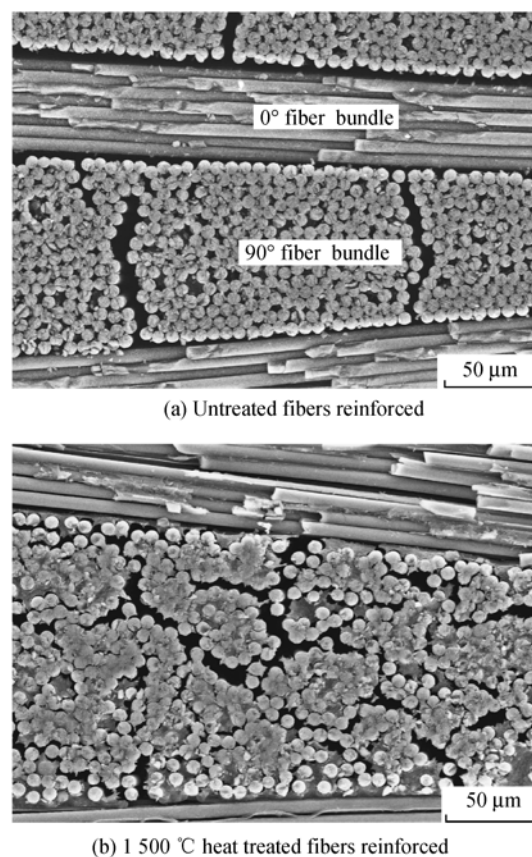


图 3 C/C 预制体微观形貌

Fig. 3 Morphologies of C/C perform

对于 1 500 °C 热处理纤维增强的 C/C 预制体, 其微观形貌如图 3b 所示。可以看到, 在 90° 纤维束中裂纹/孔呈网状随机分布且密度较高。导致上述 C/C 多孔预制体微观形貌的显著区别是由于纤维的表面活性对 CFRP 中纤维/基体界面结合强度影响的

结果^[10]。在 CFRP 裂解过程中,当温度高于 500 °C 时,由于基体材料裂解显著收缩和 C 纤维沿轴向抑制其收缩的相互作用导致基体呈拉伸状态,当局部应力超过基体或基体/界面的结合强度时,就会有微裂纹产生。对于较低的纤维/基体界面结合强度,微裂纹易于在纤维/基体界面形成(见图 3b)。

由式(2)可得不同温度热处理纤维增强的 C/C 预制体孔隙率。未处理纤维增强 C/C 预制体的孔隙率为 29.0%,而 1 500 °C 热处理纤维增强 C/C 预制体的孔隙率为 35.1%,与未处理的相比,提高了 17%。由于这些微裂纹和孔隙将作为液 Si 熔渗的通道,其密度和分布将直接影响 C/C-SiC 复合材料的微观组织结构和性能。

2.4 C/C-SiC 微观形貌

图 4 为未处理纤维和经 1 500 °C 热处理纤维增强的 C/C-SiC 复合材料的表面 SEM 照片。

从图 4a 中可以看到未处理纤维增强的 C/C-SiC 复合材料的 SiC 基体分布较为规则,主要位于 90° 纤维束内并呈带状分布。图 4b 为纤维经 1 500 °C 热处理后增强的 C/C-SiC 复合材料的微观形貌,可以看到纤维束丝分散,且 SiC 分布较为均匀并包裹在纤维的周围。这是由于在液硅熔渗过程中,熔融 Si 在毛细力的作用下,通过图 3 所示的微裂纹和孔隙进入到 C/C 预制体中并与相邻的 C 发生反应,形成 SiC,因此最终基体相 SiC 含量和分布都不同;同时纤维经 1 500 °C 热处理后,制备的 C/C-SiC 复合材料致密度增高,孔隙率减少。

图 5 显示 C/C-SiC 复合材料的体密度和孔隙率与纤维热处理温度的关系。从图 5 可以看出:随着纤维热处理温度的升高,C/C-SiC 复合材料的体密度增大。经 1 500 °C 热处理后,C/C-SiC 复合材料体密度最高,达到 2.02 g/cm³,孔隙率达到最低。

2.5 层间剪切强度

图 6 为 DNS 测试的 C/C-SiC 试样宏观形貌及尺寸。剪切测试中,如果试样不是沿着预制双槽口之间的剪切面破坏,则视为无效测试。

图 7 为 C/C-SiC 复合材料的载荷-位移曲线。由图 7 可以看出,经 1 500 °C 热处理增强的复合材料的失效位移为 0.42 mm,大于未处理纤维增强的失效位移,其层间承受载荷也高。这主要是因为热处理纤维增强的 C/C-SiC 复合材料的基体相 SiC 分布较均匀且与纤维结合好,裂纹在层间扩散时需要消耗更多的能量,导致其失效位移和承受载荷变大。同时 C/C-SiC 复合材料所承受载荷达到最大值后瞬间降低,剪切面滑移,材料破坏。

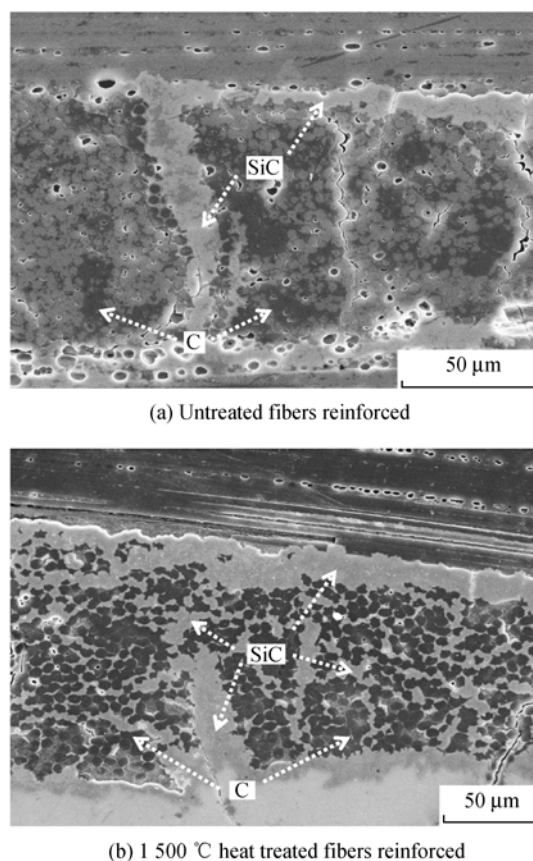


图 4 C/C-SiC 复合材料的表面微观形貌
Fig. 4 Microstructure of C/C-SiC composites

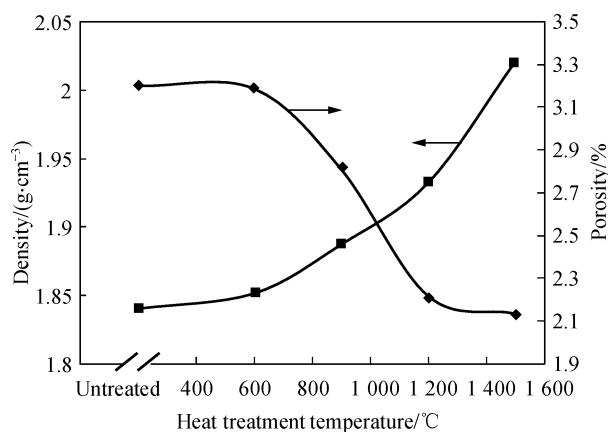


图 5 纤维热处理温度与 C/C-SiC 复合材料体密度、孔隙率的关系

Fig. 5 Bulk density and porosity of C/C-SiC composites vs the heat treatment temperature of carbon fiber

根据载荷-位移曲线中所获得的最大载荷,利用式(3)可以得到相应的剪切强度。图 8 为经不同温度热处理纤维增强的 C/C-SiC 复合材料的层间剪切强度。由图 8 可以看出,随着碳纤维热处理温度的升高,C/C-SiC 复合材料的剪切强度增大,经 1 500 °C 热处理后的强度最高,达到 34 MPa,比未处理纤维

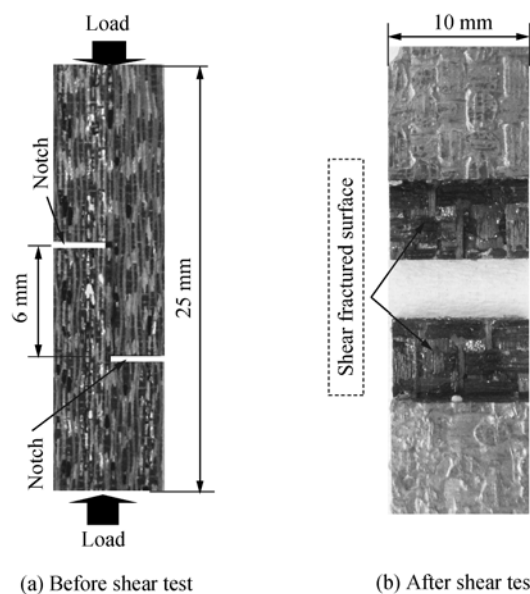


图 6 用于 DNS 测试的 C/C-SiC 试样宏观形貌及尺寸
Fig. 6 Macrograph and dimension of specimen used for double-notched shear test

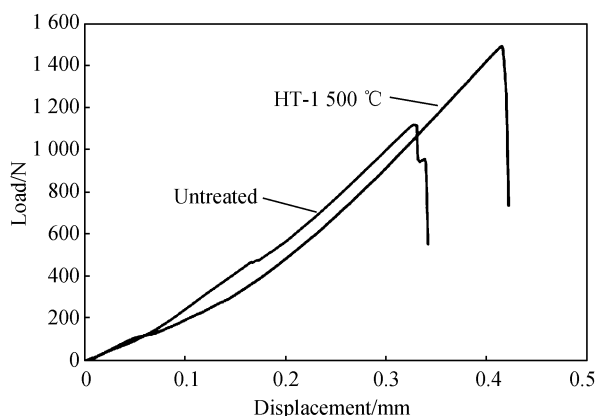


图 7 C/C-SiC 复合材料 DNS 法测试中典型位移载荷曲线
Fig. 7 Load-displacement curve of the compression of the DNS for 2D C/C-SiC composites

增强 C/C-SiC 复合材料的剪切强度高 33%，说明对碳纤维进行热处理能够显著改善 C/C-SiC 复合材料的层间剪切强度。

2.6 破坏机理分析

通过对上述结果的观察与分析,可知纤维热处理改变了 C/C-SiC 中 SiC 的含量和形态分布。热处理导致有较多的 SiC 基体与纤维结合,使得界面脱黏变得困难,以致剪切过程中裂纹的扩散传递需要吸收更多的能量,从而其承受载荷能力增强,显著提高 C/C-SiC 复合材料的层间剪切强度。

图 9 为未处理纤维增强 C/C-SiC 复合材料的剪切破坏微观形貌。与图 3a 和 4a 进行比较分析可以

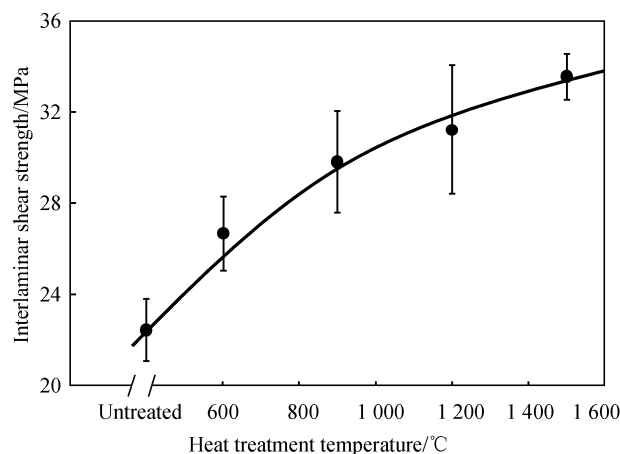


图 8 C/C-SiC 复合材料剪切强度和纤维热处理温度的关系
Fig. 8 Relationship between the carbon fiber heat treatment temperature and the ILSS of C/C-SiC composites

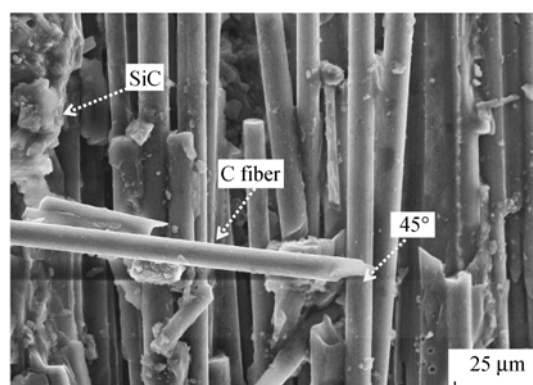
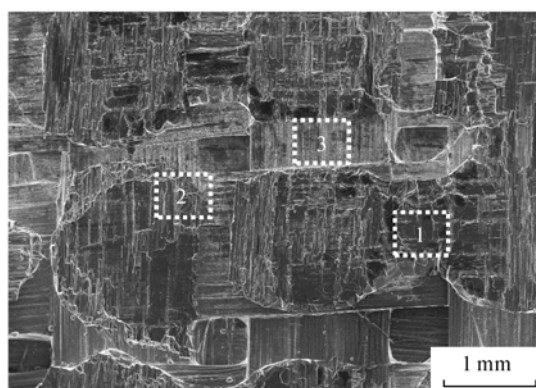


图 9 未处理纤维增强 C/C-SiC 复合材料的层间剪切破坏时断面层微观形貌

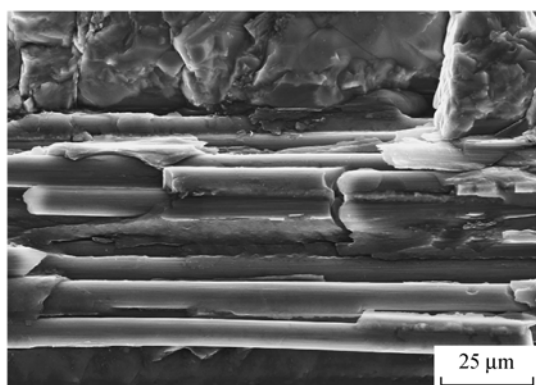
Fig. 9 Morphology for the shear fractured surface of untreated fiber reinforced C-SiC composite after the DNS test

看出,由于该材料中基体含 C 高,大部分碳纤维与周围 C 基体结合,C/C 结合的界面之间容易发生脱黏与滑移,这使得未处理纤维增强的 C/C-SiC 复合材料具有较低的层间剪切强度。同时由于是 2D 碳纤维布增强,有部分纤维方向与裂纹扩散方向交叉,这使得纤维被剪断,且纤维断口基本呈 45° 方向。

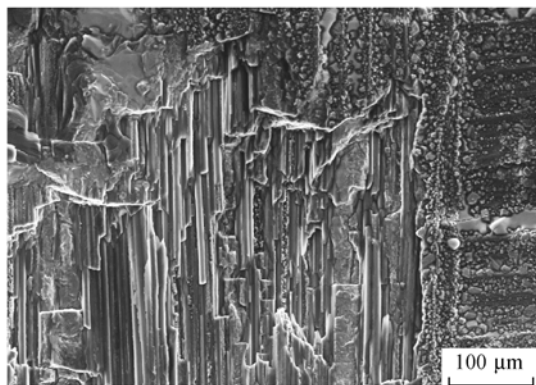
图 10 为典型的 1500 °C 热处理纤维增强 C/C-SiC 复合材料剪切破坏面的微观形貌。同时,由图 3b 和图 4b 可知,基体中反应生成的 SiC 含量较高,在 SiC 含量高的区域,其结合强度也高。当剪切面受到剪载荷作用时,裂纹首先因为应力集中会在 C/C-SiC 复合材料基体内存在的缺陷/孔洞处形成^[21],并沿着基体内缺陷/孔洞较为密集的地方开始扩展,产生裂纹分叉或形成更大的裂纹,最终发生层间滑移破坏^[22]。



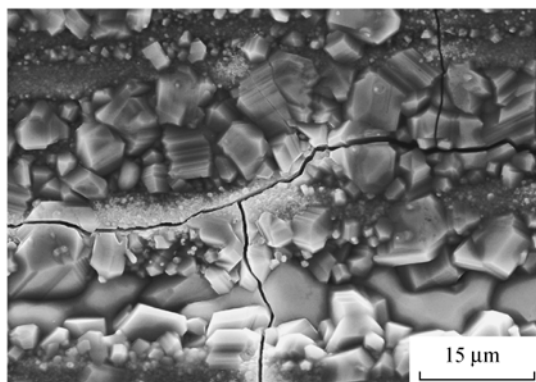
(a)



(b) Zone 1 in Fig.10(a)



(c) Zone 2 in Fig.10(a)



(d) Zone 3 in Fig.10(a)

图 10 1500 °C 热处理时 C/C-SiC 复合材料层间剪切破坏时滑移面微观形貌

Fig. 10 SEM images of 2D C/C-SiC failed by the interlaminar shear loading of 1500 °C heat treated fibers reinforced

同时由图 10a 可以看出, 剪切滑移面主要被分为 3 个区域, 区域 1 为纤维/基体的脱黏层, 如图 10b 所示。当裂纹传输至区域 1 时, 由于基体强度高于纤维/基体界面结合强度, 裂纹会沿着界面层进行传递, 纤维/基体发生脱黏; 区域 2 为基体开裂与纤维脱黏过渡区, 如图 10c 所示。裂纹在扩散路径上遇到与其扩散方向不在同一面内的纤维束时, 会将部分纤维剪断, 纤维发生断裂破坏; 区域 3 为裂纹在基体中的传输, 如图 10d 所示, 从中可以看出其裂纹传递不是单方面的, 而是具有分叉、多向性。经其它温度(600、900、1 200 °C)热处理纤维制备的 C/C-SiC 复合材料剪切破坏时也发现了类似于图 10 中所示的剪切区域, 只是滑移面上不同区域的分布有所不同, 这是由于不同温度热处理后增强的 C/C-SiC 复合材料微观组织结构不同而导致的。

3 结 论

1) 碳纤维经热处理后表面含氧官能团减少, 导致 CFRP 先驱体中纤维/树脂界面结合强度变弱, 从而 C/C 预制体孔隙率增大且裂纹/孔主要呈网状分布, 经液 Si 熔渗后制备的 C/C-SiC 复合材料致密度提高, SiC 基体增多, 包裹在碳纤维周围, 分布较均匀。

2) 纤维经热处理后, 有利于提高 C/C-SiC 复合材料的层间剪切强度, 纤维经 1 500 °C 热处理后 C/C-SiC 复合材料的剪切强度达到 34 MPa, 比未经处理的提高了 33%。

3) 未处理纤维增强 C/C-SiC 复合材料的层间剪切破坏模式较为单一, 主要受纤维之间的脱黏控制。而热处理纤维增强复合材料由于基体界面强度增加, 层间剪切破坏模式较为复杂, 裂纹优先在应力集中的区域产生并沿着纤维/基体界面扩散, 纤维/基体发生脱黏, 导致材料破坏失效。

参考文献:

- [1] 魏连峰, 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.
- [2] KRENKEL W, BERNDT F. C/C-SiC composites for space applications and advanced friction systems [J]. Mater Sci Eng A, 2005, 412(1/2): 177-181.
- [3] 韩秀峰, 张立同, 成来飞, 等. 基体改性对碳纤维增韧碳化硅复合材料结构与性能的影响[J]. 硅酸盐学报, 2006, 34(7): 871-874
HAN Xiufeng, ZHANG Litong, CHENG Laifei. J Chin Ceram Soc, 2006, 34(7): 871-874
- [4] 王继平, 金志浩, 钱军民, 等. 反应熔渗法制备 C/C-SiC 复合材料

- 及其反应机理和动力学的研究进展[J]. 硅酸盐学报, 2005, 33(9): 1120–1126.
- WANG Jiping, JIN Zhihao, QIAN Junmin, et al. J Chin Ceram Soc, 2005, 33(9): 1120–1126.
- [5] MANISH P, KUMAR S, PRASAD V V P, et al. High temperature C/C-SiC composite by liquid silicon infiltration: a literature review [J]. Indian Academy Sci, 2012, 1(35): 63–73.
- [6] 范晓孟, 殷小玮, 张立同, 等. 液硅渗透法制备 Ti_3SiC_2 改性 C/C-SiC 复合材料[J]. 复合材料学报, 2012, 29(1): 104–110.
- FAN Xiaomeng, YIN Xiaowei, ZHANG Litong, et al. J Compos Mater (in Chinese), 2012, 29(1): 104–110.
- [7] 张永辉, 肖志超, 王继平, 等. C/C 多孔体对 C/C-SiC 复合材料微观结构和弯曲性能的影响[J]. 硅酸盐学报, 2008, 36(8): 1069–1073.
- ZHANG Yonghui, XIAO Zhichao, WANG Jiping, et al. J Chin Ceram Soc, 2008, 36(8): 1069–1073.
- [8] SURESH K, ANIL K, ANUPAM S, et al. Capillary infiltration studies of liquids into 3D-stitched C-C performs Part A: Internal pore characterization by solvent infiltration, mercury porosimetry, and permeability studies [J]. J Eur Ceram Soc, 2009, 29(12): 2643–2650.
- [9] SURESH K, ANIL K, ANUPAM S, et al. Capillary infiltration studies of liquids into 3D-stitched C-C performs Part B: Kinetics of silicon infiltration [J]. J Eur Ceram Soc, 2009, 29(12): 2651–2657.
- [10] SHA J J, HAUSHER M, KRENKEL W, et al. Microstructure changes caused by the interaction of fiber-matrix during the carbonization [C] // HT-CMC7, Bayreuth, Bavaria, Germany, 2010, 9: 143–148.
- [11] 肖志超, 陈青华, 金志浩, 等. 热处理温度对碳纤维增强碳复合材料摩擦学性能的影响[J]. 硅酸盐学报, 2008, 36(8): 1153–1158.
- XIAO Zhichao, CHEN Qinghua, JIN Zhihao, et al. J Chin Ceram Soc, 2008, 36(8): 1153–1158.
- [12] TSE H K, WEN S K, YING H C. Influence of carbon-fiber felts on the development of carbon-carbon composites [J]. Compos: Part A, 2003, 34(5): 393–401.
- [13] DHAKATE S R, BAH O P. Effect of carbon fiber surface functional groups on the mechanical properties of carbon-carbon composites with HTT [J]. Carbon, 2003, 41(6): 1193–1203.
- [14] SONG W, ZHAO H C, WU J M. Influence of heat treatment on physical-chemical properties of PAN-based carbon fiber [J]. Ceram Internat, 2006, 32(3): 291–295.
- [15] WANG S, CHEN Z H, MA Q S, et al. Effect of fiber surface state on mechanical properties of C/Si-O-C composites [J]. Mater Sci Eng A, 2005, 407(1/2): 245–249.
- [16] GOTO K, KAWAHARA I, HATTA H, et al. Measurement of fiber/matrix interface properties of C/C composites by single fiber and fiber bundle push-out methods [J]. Compos Interfaces, 2005, 12(7): 603–616.
- [17] RAMANATHAN T, BISMARCK A, SCHULZ E, et al. Investigation of the influence of surface-activated carbon fibers on debonding energy and friction stress in polymer-matrix composites by the micro-indentation technique [J]. Compos Sci Technol, 2001, 61(16): 2511–2518.
- [18] LEE W H, LEE J G, REUCROFT P J. XPS study of carbon fiber surfaces reacted by thermal oxidation in a gas mixture of $\text{O}_2/(\text{O}_2/\text{N}_2)$ [J]. Appl Surf Sci, 2001, 171(1): 136–142.
- [19] IBARRA L, PANOS D. Dynamic properties of thermoplastic butadiene-styrene (SBS) and oxidized short carbon fiber composite materials [J]. J Appl Polym Sci, 1998, 67(10): 1819–1826.
- [20] IBARRA L, PANOS D. Mechanical properties of thermoplastic Butadiene-styrene (SBS) and oxidized short carbon fiber composites [J]. Polym Int, 1997, 43(3): 251–259.
- [21] WANG M, LAIRD C. Characterization of microstructure and tensile behavior of a cross-woven C-SiC composite [J]. Acta Mater, 1996, 44(4): 1371–1387.
- [22] WANG H L, ZHANG C Y, LIU Y S, et al. Temperature dependency of interlaminar shear strength of 2D-C/SiC composite [J]. Mater Design, 2012(36): 172–176.