

含铍碳化硅纤维的力学性能及其表面形貌研究

施旻谷¹, 黄小忠², 杜作娟², 许慎微¹, 廖潘兴¹, 邹杨君²

(1. 中南大学 物理与电子学院, 长沙 410083; 2. 中南大学 航空航天学院, 长沙 410083)

摘要: 目的 提高碳化硅纤维的高温力学性能。方法 以含铍聚碳硅烷为原料, 采用先驱体转化法制备含铍碳化硅纤维, 对含铍碳化硅纤维进行 SEM 和 XRD 分析, 并对其常温和高温力学性能进行测试。结果 制得的纤维直径在 20 ~ 30 μm , 表面光滑, 无明显缺陷。纤维常温拉伸强度为 600 ~ 700 MPa, 与商品级碳化硅纤维有较大差距, 但在空气中 800 $^{\circ}\text{C}$ 加热 2 h 后, 拉伸强度提升 30% 以上。在空气中 1100 $^{\circ}\text{C}$ 加热 2 h 后, 纤维表面形貌无明显改变, 拉伸强度仍能保持 90% 以上。在空气中 1200 $^{\circ}\text{C}$ 加热 2 h 后, 纤维表面出现裂纹, 导致其拉伸强度明显下降。普通 SiC 纤维的拉伸强度随着空气热处理温度的升高而不断下降, 并且在相同的空气热处理温度下, 其强度保留率明显低于含铍碳化硅纤维。在空气热处理过程中, 含铍碳化硅纤维表面生成了 SiO_2 层, 而普通碳化硅纤维却没有生成 SiO_2 。结论 含铍碳化硅纤维在空气中具有优异的耐高温性能, 原因是 Be 元素促使纤维表面的 SiC 氧化生成了 SiO_2 保护层, 一方面阻止了纤维内部材料被进一步氧化, 另一方面对纤维表面起到了加强作用。

关键词: 铍; 碳化硅纤维; 拉伸强度; 表面形貌; 耐高温; 热处理

中图分类号: TQ343 文献标识码: A 文章编号: 1001-3660(2015)07-0040-05

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2015.07.008

Mechanical Properties and Surface Morphology of SiC Fibers Containing Beryllium

SHI Yang-gu¹, HUANG Xiao-zhong², DU Zuo-juan², XU Shen-wei¹, LIAO Pan-xing¹, ZOU Yang-jun²

(1. School of Physics & Electronic, Central South University, Changsha 410083, China;

2. School of Aeronautics & Astronautics, Central South University, Changsha 410083, China)

ABSTRACT: **Objective** To improve the mechanical properties of SiC fibers. **Methods** PBeCS was used as the precursor, and SiC fibers containing beryllium were produced by polymer-derived method. SEM, XRD and tensile strength tests were carried out. **Results** SiC fibers containing beryllium had a diameter between 20 to 30 μm , and their surface was smooth. With a tensile strength of 600 ~ 700 MPa, the fibers were not as good as the current commercial SiC fibers, however, after being treated under 800 $^{\circ}\text{C}$ for 2 h in the air, SiC fibers containing beryllium had an increase of over 30% on tensile strength, and without obvious changes in surface morphology. These fibers kept more than 90% strength after being treated at 1100 $^{\circ}\text{C}$ for 2 h in the air. However, after being

收稿日期: 2015-03-28; 修订日期: 2015-05-10

Received: 2015-03-28; Revised: 2015-05-10

基金项目: 国家高技术研究发展计划(863 计划, 2013AA7024034)

Fund: Supported by the National High Technology Research and Development Program (2013AA7024034)

作者简介: 施旻谷(1990—), 男, 硕士生, 主要研究方向为特种纤维材料。

Biography: SHI Yang-gu(1990—), Male, Graduate student, Research focus: special fiber material.

通讯作者: 黄小忠(1968—), 男, 教授, 主要研究方向为隐身材料。

Corresponding author: HUANG Xiao-zhong(1968—), Male, Professor, Major in stealth materials.

treated at 1200 °C for 2 h in the air, cracks appeared on the surface of the fibers, along with a sharp decrease of tensile strength. When the temperature of heat treating rose, the tensile strength of ordinary SiC fibers kept decreasing which was always lower than that of SiC fibers containing beryllium. During the heat treatment in the air, a SiO₂ layer appeared on the surface of Be-SiC fibers, but not on the surface of ordinary SiC fibers. **Conclusion** The reason for good mechanical properties of SiC fibers containing beryllium under high temperature in the air may be that beryllium caused the oxidation of SiC to generate SiO₂ on the surface of fibers, which prohibited inner materials from being oxidized, and meanwhile strengthened the surface of the fibers.

KEY WORDS: beryllium; SiC fibers; tensile strength; surface morphology; thermostability; heat treating

碳化硅纤维具有强度高、硬度高、耐腐蚀、耐高温、抗氧化等优点,在航空航天、核工业等领域有着巨大的应用前景^[1-2]。目前,只有日本、美国、中国有能力工业化生产连续碳化硅纤维。为了提高碳化硅纤维的耐高温性能,或改变其电磁特性,研究人员向其中添加了 Ti^[3], Zr^[4], Al^[5], Fe^[6], B^[7], Ni^[8-9], Y^[10] 等异质元素,但没有发现含铍碳化硅纤维的相关报道。异质元素的加入一方面可以抑制 SiC 晶粒的长大^[11];另一方面,某些异质元素的高熔点氧化物可以提高纤维表面的耐烧蚀能力^[12]。

铍是一种耐高温、抗氧化、高强度的金属,且铍的氧化物具有极高熔点(2350 °C),将其作为异质元素加入聚碳硅烷制得含铍聚碳硅烷(PBeCS)^[13-14],再以含铍聚碳硅烷为先驱体,采用先驱体转化法制备出含铍碳化硅纤维,有望通过铍元素的加入提高碳化硅纤维在空气中的高温力学性能。本课题组前期已经成功合成了含铍碳化硅的先驱体 PBeCS,并制备出了含铍碳化硅陶瓷,但得到含铍碳化硅纤维尚属首次。研究表明,纤维力学强度的变化与其表面形貌有密切关系。碳化硅纤维在高温下强度降低的主要原因是 SiC 晶粒的长大和孔洞、缝隙的产生,这两种现象都会在纤维的表面形貌上有所表现。

1 实验

1.1 含铍碳化硅纤维的制备

含铍碳化硅纤维的制备流程为:熔融纺丝—不熔化处理—陶瓷化。熔融纺丝采用单孔熔融纺丝机,由高纯氮气瓶、温度调控系统、压力控制系统、纺丝料筒、加热装置、升降台、喷丝孔和卷绕机组成。将先驱体 PBeCS 研磨成粉状倒入料筒,打开料筒的出气口阀门,通氮气将料筒中的空气排出;再将先驱体加热至高于软化点 20 ~ 30 °C,使其熔融,保温 1 h 左右除去气泡;然后关闭料筒的出气口阀门,加大氮气压强至 0.2 ~ 0.3 MPa,使熔融的 PBeCS 通过料筒下方的喷丝

孔挤出;最后启动卷绕筒,使其以 100 ~ 300 m/min 的线速度转动,将挤出的 PBeCS 原丝牵引至卷绕筒使其卷绕。

PBeCS 是一种热塑性有机物,经纺丝后成为纤维。为防止其在后续的陶瓷化烧成过程中受热再次熔融,失去纤维形貌,必须对其进行不熔化处理,使其转化为热固性有机物。本课题组采用空气不熔化法对 PBeCS 纤维进行不熔化处理。将 PBeCS 纤维置于烘箱中,以一定的升温制度升温至 180 °C 左右,保温一段时间,使 PBeCS 中的 Si—H 键氧化,在 PCS 分子间形成 Si—O—Si 交联结构,从而转化为热固性有机物。空气不熔化法具有工艺简单、成本低的优点,但是在不熔化过程中引入的大量氧元素在后续陶瓷化过程中会与纤维中的 C, H 元素反应,生成 CO, CO₂ 和 H₂O 气体溢出,导致纤维产生大量微观孔洞,从而严重降低纤维的强度和耐高温性能。

将预氧化后的原丝置于管式炉中,在氮气保护下以一定的升温速率加热至 1200 ~ 1300 °C,保温一段时间,PBeCS 纤维中的 Si—H, Si—CH₃, Si—CH₂—Si, C—H 等基团发生脱氢反应,生成 CH₄, H₂ 等气体分子逸出,使纤维完成无机化转变,可得到黑色的含铍碳化硅纤维。

1.2 样品的表征

1) 采用 Y-2000 型 X-射线衍射仪(XRD)对含铍碳化硅纤维进行物相分析,测定光源为 Cu K α 射线, 2 θ 为 10° ~ 90°。

2) 使用 JSM-5600LV 型扫描电子显微镜(JEOL 公司)对纤维表面形态进行观测,放大倍数为 2000 倍。

3) 使用 YG001B 单纤维电子强力仪(太仓宏大纺织仪器有限公司)对纤维单丝拉伸强度进行测试,并用 XSP-BM20A 三目生物显微镜(上海光学仪器六厂)测量纤维断头处直径 d 。纤维拉伸强度试样的制作方法见图 1。尽量选取不弯曲的纤维,将纤维两头用快干乳胶粘在内框尺寸为 25 mm×12 mm 的纸框两

端的夹持区。用电子强力机的夹具夹住纸框两端的夹持区,将纸框在虚线处剪断。启动电子强力机,待纤维被拉断后,读出强力机显示的断强力 F 。纤维的拉伸强度 $T=4F/(\pi d^2)$ 。每批纤维制作30个试样,以这30个试样的平均拉伸强度作为该批次纤维的拉伸强度测定值。

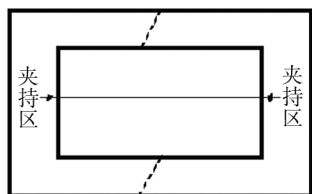


图1 纤维拉伸强度试样制作示意

Fig. 1 Schematic diagram of fiber tensile strength

2 结果与讨论

2.1 SEM分析

通过熔融纺丝得到的PBeCS原丝为无色到浅黄色的透明纤维,表面光滑,内部有少量气泡,如图2所示。此外,得到的PBeCS原丝强度极低,受外力容易碎成粉末。

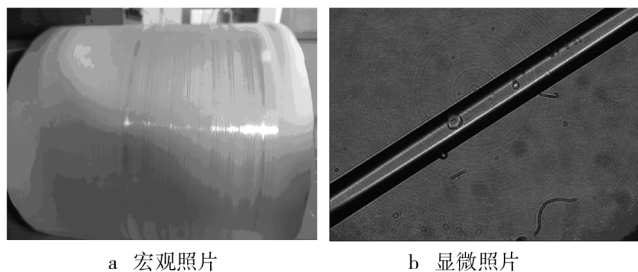


图2 PBeCS原丝

Fig. 2 PBeCS fibers

PBeCS原丝经预氧化和陶瓷化烧成后,得到黑色含铍碳化硅纤维,如图3a所示。SEM分析表明,该纤维

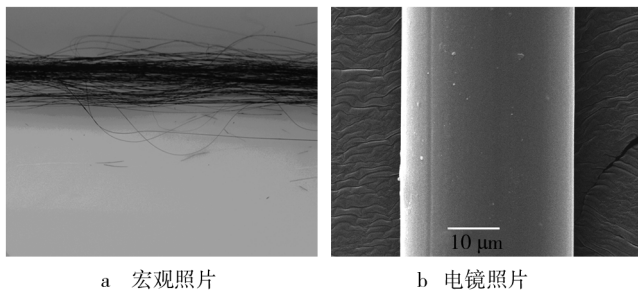


图3 含铍碳化硅纤维

Fig. 3 SiC Fibers containing beryllium

维粗细均匀,表面光滑,无明显缺陷,如图3b所示。根据本课题组的前期研究^[15],在1200~1300℃的陶瓷化温度下,含铍碳化硅并没有开始生成较大尺寸的 β -SiC结晶,因此在SEM照片上没有观察到纤维表面有SiC晶粒。

2.2 含铍碳化硅纤维的力学性能

现阶段,实验室中可制得拉伸强度为600~700 MPa,直径为20~30 μm 的含铍碳化硅纤维。虽然该纤维的绝对强度很低,但耐高温能力明显高于普通碳化硅纤维。将某一批次的含铍碳化硅纤维与国产普通碳化硅纤维置于空气中加热至一定温度,并保温2 h,冷却后测试纤维强度。对比纤维热处理后的强度保留率,结果见图4。

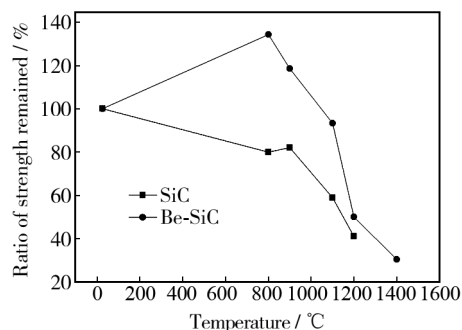


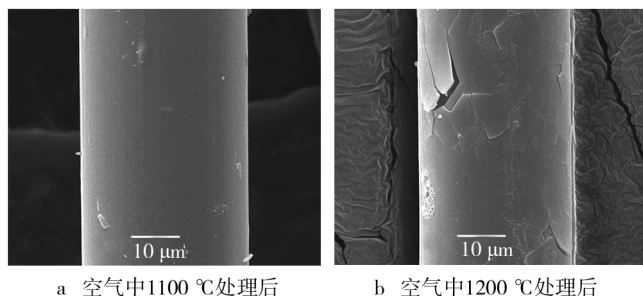
图4 空气中热处理后纤维的强度保留率

Fig. 4 Ratio of strength of the fibers remained after heat treating

由图4可见,含铍碳化硅纤维在空气中热处理后,强度保留率明显高于国产普通碳化硅纤维。经空气中1100℃热处理后,普通碳化硅纤维的强度保留率已低于60%,而含铍碳化硅纤维的强度保留率在90%以上。在800℃和900℃空气中热处理2 h后,含铍碳化硅纤维的强度非但没有损失,反而有明显的加强,在其他类型碳化硅纤维的相关文献中都没有类似现象的报道。为了验证含铍碳化硅纤维在空气中热处理后强度上升是否是偶然现象,又对3个批次的含铍碳化硅纤维进行了800℃空气中处理2 h的高温性能测试,测试结果显示,其强度保留率分别为133.8%、137.8%、134.3%。可见含铍碳化硅纤维在此条件下热处理后,强度确实会提升30%以上。这说明含铍碳化硅纤维在800℃左右的空气中具有自我强化能力。

图5是通过SEM观察到的含铍碳化硅纤维在空气中热处理后的表面形貌。可以看出,在1100℃以下空气中热处理后,纤维表面没有明显变化,但经过

1200 °C 热处理后,纤维表面出现了明显的裂纹,甚至剥落。这与图 4 中热处理温度从 1100 °C 上升至 1200 °C 时,含铍碳化硅纤维的强度大幅下降一致。可以推测,在空气中 1100 ~ 1200 °C 的高温下,含铍碳化硅纤维内部生成了大量 CO、CO₂ 以及 H₂O 气体,导致表面出现裂纹,从而强度降低。



a 空气中1100 °C处理后 b 空气中1200 °C处理后

图5 空气中热处理后的含铍碳化硅纤维

Fig. 5 Be-SiC fibers after heat treatment in the air

2.3 含铍碳化硅纤维的 XRD 分析

为了解空气中热处理对含铍碳化硅纤维组成和结构的影响,对未经空气中热处理的含铍碳化硅纤维以及在空气中分别加热至 800、900、1200、1400 °C 的含铍碳化硅纤维进行 XRD 分析,得到的图谱如图 6 所示。在未热处理纤维的图谱中,除 $2\theta = 26.5^\circ$ 处有较小的石墨衍射峰外,无法观察到其他明显的衍射峰。在 800 °C 热处理的纤维的图谱中, $2\theta = 26.5^\circ$ 处的石墨衍射峰有所增强,同时 $2\theta = 22^\circ$ 和 $2\theta = 36^\circ$ 处出现了 SiO₂(方石英)的衍射峰。热处理温度为 900 °C 时, $2\theta = 26.5^\circ$ 处的石墨衍射峰进一步增强,但方石英的衍射峰明显减弱。热处理温度为 1200 °C 时,石墨衍射峰明显减弱,直至几乎消失,但 $2\theta = 22^\circ$ 处的方石英衍射峰剧烈增强。当热处理温度达到 1400 °C 时, $2\theta = 22^\circ$ 处的方石英衍射峰明显减弱,另外在 $2\theta = 35^\circ$

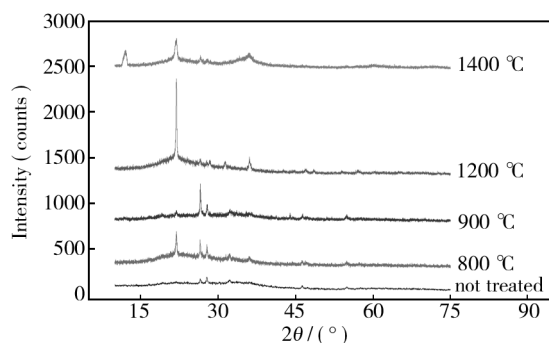


图6 不同温度空气热处理后含铍碳化硅纤维的 XRD 图谱

Fig. 6 XRD spectrum of Be-SiC fibers after heat treatment under different temperatures

处开始出现归属于 β -SiC 的衍射峰,在 $2\theta = 12^\circ$ 处出现了归属不明的衍射峰,有可能是从刚玉舟带入的 Al₂O₃ 的衍射峰。

根据 XRD 图谱,可以解释随着空气中热处理温度的升高,含铍碳化硅纤维强度先升高、后降低的变化趋势。在 900 °C 以下的空气热处理过程中,纤维中的游离碳不但没有被氧化生成 CO 和 CO₂ 气体逸出,反而有结晶化的趋势,因此没有对纤维结构造成破坏。同时,含铍碳化硅纤维表面在低温、高氧分压的条件下发生被动氧化,生成 SiO₂ 薄膜,一方面对纤维表面起到了增强作用,另一方面阻止了内部材料被进一步氧化。两者的共同作用使得含铍碳化硅纤维在 900 °C 以下的空气中热处理后,强度有较为明显的提升。当空气热处理温度达到 1200 °C 时,纤维中的游离碳被氧化生成小分子气体逸出,导致纤维表面出现裂纹,强度大幅下降。当空气热处理温度达到 1400 °C 时,纤维表面的 SiO₂ 保护层分解,纤维强度进一步下降。

为进一步明确含铍碳化硅纤维和普通碳化硅纤维在空气中耐高温性能存在差别的原因,对未热处理及在空气中 800、1000 °C 处理的普通碳化硅纤维进行表征,得到的图谱如图 7 所示。由图 7 可知,普通碳化硅纤维除了 $2\theta = 26.5^\circ$ 处的较小石墨衍射峰以外,没有其他明显的衍射峰,表明其中的碳化硅也处于不定型态,且含有一定数量的游离碳。在空气中加热到 800 °C 后, $2\theta = 26.5^\circ$ 处的石墨衍射峰显著增强,这一现象与含铍碳化硅纤维类似,但没有出现 $2\theta = 22^\circ$ 和 $2\theta = 36^\circ$ 处的方石英衍射峰。在空气中加热至 1000 °C 后,石墨的衍射峰明显减弱,同时在 $2\theta = 12^\circ$ 附近出现了归属不明的衍射峰,这与在空气中加热至 1400 °C 的含铍碳化硅纤维的 XRD 图谱类似。

对比普通碳化硅纤维和含铍碳化硅纤维在空气

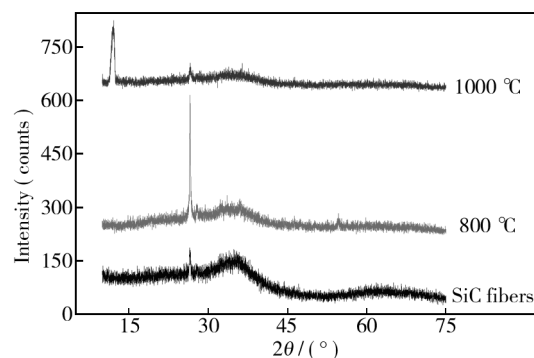


图7 不同温度空气热处理后普通碳化硅纤维的 XRD 图谱

Fig. 7 XRD spectrum of SiC fibers after heat treatment under different temperatures

中高温热处理后的 XRD 图谱,最明显的区别在于:含铍碳化硅纤维在热处理过程中生成了 SiO_2 ,作为保护膜延缓了纤维内部的氧化,并对纤维表面起到了增强作用,使得含铍碳化硅纤维的强度在热处理后有所增强;而普通碳化硅纤维在空气中热处理后没有产生 SiO_2 ,纤维被持续氧化,导致强度不断降低。可以推测,含铍碳化硅纤维中 Be 元素含量虽然很低,但在高温空气中促进了纤维表面 SiO_2 的生成,从而增强了纤维在空气中的耐高温性能。

3 结论

1) 采用先驱体转化法,经熔融纺丝、预氧化、陶瓷化可以制备出含铍碳化硅纤维,其直径在 $20 \sim 30 \mu\text{m}$,表面光滑,无明显缺陷,也观察不到明显的 SiC 结晶。

2) 含铍碳化硅纤维在 800°C 左右的空气中热处理后,强度提升了 30% 以上,在空气中长时间承受 1100°C 的高温时,强度能保持在 90% 以上,且表面形貌与热处理前无明显变化。但在 1200°C 的空气中热处理后,纤维表面会产生大量裂纹,导致强度明显下降。

3) 在 $800 \sim 1100^\circ\text{C}$ 的空气中热处理后,含铍碳化硅纤维表面生成了 SiO_2 保护层,一方面防止了内部材料被进一步氧化,另一方面对纤维表面有增强作用,使得纤维拉伸强度得到增强。

4) 由于含铍碳化硅纤维中 Be 含量极低、Be 的原子序数过小等原因,现有检测手段难以直接检测出纤维中 Be 元素的存在形式,目前只能通过实验现象对 Be 元素的作用机理进行推测。为了进一步明确 Be 元素的加入对含铍碳化硅纤维制备工艺和性能的影响,需要寻求更精确的检测和表征手段。目前含铍碳化硅纤维的性能仍有很大的提升空间,通过改进制备工艺,可以进一步提高其力学性能和耐高温性能。

参考文献

- [1] 王浩,王军,宋永才,等. 先驱体转化连续 SiC 纤维研究进展[J]. 航空制造技术,2014(6):41—44.
WANG H, WANG J, SONG Y C. Research Progress of Polymer-derived Continuous Silicon Carbide Fibers[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2014(6):41—44.
- [2] 杜若,康宁宁. 陶瓷基复合材料在高超声速飞行器热防护系统中的应用[J]. 飞航导弹,2010(2):80—87.
DU Ru, KANG Ning-ning. Application of Ceramic Matrix

- Composites in Thermal Protection System of Hypersonic Vehicles[J]. Aerodynamic Missile Journal, 2010(2):80—87.
- [3] 曹淑伟,谢征芳,王军,等. 先驱体转化法制备含铍 SiC 纤维及其组成[J]. 硅酸盐学报,2009,37(1):62—67.
CAO S W, XIE Z F, WANG J. Composition and Structure of Fibers by Polymer-derived Method[J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 2009, 37(1):62—67.
- [4] 王亦菲,赵鹏,宋永才,等. 富碳含钛碳化硅纤维的研制[J]. 新型炭材料,2000,15(2):57—60.
WANG Y F, ZHAO P, SONG Y C. Preparation of Si-Ti-C-O Fibers with Abundant Carbon[J]. New Carbon Materials, 2000, 15(2):57—60.
- [5] 余煜玺. 含铝碳化硅纤维的连续化制备与研究[D]. 长沙:国防科学技术大学,2005.
YU Y X. The Continuous Preparation and Study of SiC Fibers Containing Aluminum[D]. Changsha: National University of Defense Technology, 2005.
- [6] 陈志彦,王军,李效东,等. 连续含铁碳化硅纤维及其结构吸波材料的研制[J]. 复合材料学报,2007,24(5):72—76.
CHEN Z Y, WANG J, LI X D. Preparation of Continuous Fe Containing Carbide Silicon Fibers and Their Structural Radar-wave Absorbing Material[J]. Acta Materialae Compositae Sinica, 2007, 24(5):72—76.
- [7] 许慇. 先驱体转化法制备含硼/铝碳化硅纤维的研究[D]. 厦门:厦门大学,2011.
XU M. The Study of Preparing SiC Fibers Containing B/Al with Precursor Conversion Method[D]. Xiamen: Xiamen University, 2011.
- [8] 王军,陈革,宋永才,等. 含镍碳化硅纤维的制备及其电磁性能 I. 含镍碳化硅纤维的制备[J]. 功能材料,2001,32(1):34—36,39.
WANG J, CHEN G, SONG Y C. Preparation and Electromagnetic Properties of Silicon Carbide Fibers Containing Nickel I. Preparation of Silicon Carbide Fibers Containing Nickel[J]. Functional Materials, 2001, 32(1):34—36, 39.
- [9] 王军,陈革,宋永才,等. 含镍碳化硅纤维的制备及其电磁性能 II. 含镍碳化硅纤维的电磁性能[J]. 功能材料,2001,32(1):37—39.
WANG J, CHEN G, SONG Y C. Preparation and Electromagnetic Properties of Silicon Carbide Fibers Containing Nickel II. Electromagnetic Properties of Silicon Carbide Fibers Containing Nickel[J]. Functional Materials, 2001, 32(1):37—39.
- [10] YANG D X, SONG Y C, YU Y X. Fabrication of SiC Fibres from Yttrium-containing Polycarbosilane[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2012, 22(4):879—886.

(下转第 67 页)

- 制[J]. 涂料工业, 2013, 43(7): 24—28.
- LI Jian-tao, HAN Bing-zheng. Development of Silica Aerogel and Hollow Glass Microspheres Based Heat-Insulating Coatings[J]. Paint & Coatings Industry, 2013, 43(7): 24—28.
- [45] 刘红霞, 陈松, 贾铭琳, 等. 疏水 SiO_2 气凝胶的常压制备及在建筑隔热涂料中的应用[J]. 涂料工业, 2011, 41(8): 64—67.
- LIU Hong-xia, CHEN Song, JIA Ming-lin, et al. Preparation of Hydrophobic SiO_2 Aerogel under Ambient Pressure and Its Application in Heat-Insulating Architectural Coatings[J]. Paint & Coatings Industry, 2011, 41(8): 64—67.
- [46] 郭晓煜, 张光磊, 赵霄云, 等. 气凝胶在建筑节能领域的应用形式与效果[J]. 硅酸盐通报, 2015, 34(2): 444—449.
- GUO Xiao-yu, ZHANG Guang-lei, ZHAO Xiao-yun, et al. Forms and Effect of Aerogels as Insulation Materials in Building Energy-saving[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2015, 34(2): 444—449.
- [47] 刘侃, 盛明爽, 张小红, 等. 隔热涂料分类及发展趋势[J]. 材料保护, 2011, 44(4): 14—18.
- LIU Kan, SHENG Ming-shuang, ZHANG Xiao-hong, et al. The Classification and Development Trend of Insulating Coatings[J]. Materials Protection, 2011, 44(4): 14—18.
- [48] 吴国坚, 金骏, 蔡玉斌. 隔热涂料的研究现状及发展趋势[J]. 建筑节能, 2011, 39(242): 56—58.
- WU Guo-jian, JIN Jun, CAI Yu-bin. Research Status and Development Trends of Thermal Insulation Coatings[J]. Building Energy Efficiency, 2011, 39(242): 56—58.
- [49] 刘成楼, 曹永久, 郭立群, 等. 薄层外墙纳米隔热涂料的研制[J]. 涂料技术与文摘, 2014, 35(7): 15—18.
- LIU Cheng-lou, CAO Yong-jiu, GUO Li-qun, et al. Preparation of Thin-film Nano-scale Thermal Insulation Coatings for Exterior Wall[J]. Coatings Technology & Abstracts, 2014, 35(7): 15—18.
- [50] 李楚忠, 刘晓国. 水性透明隔热涂料中纳米ATO的分散技术[J]. 表面技术, 2013, 42(4): 119—121.
- LI Chu-zhong, LIU Xiao-guo. Nano-ATO Particles Dispersed Technology in the Preparation of Water-based Transparent and Heat Insulating Coatings[J]. Surface Technology, 2013, 42(4): 119—121.
- [51] 肖军, 樊会涛, 周惠娣. 颜/填料分散工艺对环氧防热涂层性能的影响[J]. 表面技术, 2014, 43(2): 150—155.
- XIAO Jun, FAN Hui-tao, ZHOU Hui-di. Effect of Dispersing Technique of Fillers and Paints on the Properties of Epoxy Thermo-protective Coating[J]. Surface Technology, 2014, 43(2): 150—155.

(上接第44页)

- [11] 余煜玺, 李效东, 陈国明, 等. 含铝碳化硅纤维耐高温性能[J]. 硅酸盐学报, 2004(7): 812—815.
- YU Y X, LI X D, CHEN G M. High-temperature Resistance Properties of Silicon Carbide Fibers Containing Aluminum[J]. Journal of the Chinese Ceramic Society, 2004(7): 812—815.
- [12] 陈思员, 姜贵庆, 俞继军, 等. 碳化硅材料被动氧化机理及转换温度分析[J]. 宇航材料工艺, 2009, 39(3): 21—24.
- CHEN Si-yuan, JIANG Gui-qing, YU Ji-jun. Passive Oxidation Mechanism and Transition Temperature of Silicon Carbide[J]. Aerospace Material & Technology, 2009, 39(3): 21—24.
- [13] 段曦东, 李文芳, 周珊, 等. 含铍碳化硅陶瓷先驱体聚铍碳硅烷的合成[J]. 功能材料, 2012, 43(12): 1647—1650.
- DUAN X D, LI W F, ZHOU S. Synthesis of Precursor of SiC Ceramic Containing Beryllium[J]. Functional Materials, 2012, 43(12): 1647—1650.
- [14] HUANG X Z, ZHOU S, CHENG Y. Synthesis and Ceramization of Polycarbosilane Containing Beryllium[J]. Journal of Central South University, 2014(1): 71—75.
- [15] 周珊. 含铍碳化硅陶瓷的制备及其电磁性能研究[D]. 长沙: 中南大学, 2014.
- ZHOU Shan. Synthesis of Silicon Carbide Containing Beryllium and the Research of Electromagnetic Performance[D]. Changsha: Central South University, 2014.

(上接第60页)

- [15] RANELLA A, BARBEROGLU M, BAKOGIANNI S, et al. Tuning Cell Adhesion by Controlling the Roughness and Wettability of 3D Micro/Nano Silicon Structures. [J]. Acta Biomaterialia, 2010, 6(7): 2711—2720.
- [16] BUSER D, BROGGINI N, WIELAND M, et al. Enhanced Bone Apposition to a Chemically Modified SLA Titanium Surface[J]. J Dent Res, 2004, 83(7): 529—533.
- [17] ELLINGSEN J E, JOHANSSON C B, WENNERBERG A, et al. Improved Retention and Bone-implant Contact with Fluoride-modified Titanium Implants[J]. Int J Oral Maxillofac Implants, 2004, 19(5): 65—66.
- [18] SHALABI M M, GORTEMAKER A, JANSEN J A, et al. Implant Surface Roughness and Bone Healing: a Systematic Review[J]. J Dent Res, 2006, 85(6): 496—500.