

SiC_f/SiC 复合材料耐高温氟熔盐腐蚀性能研究

王洪达^{1,2,3}, 周海军^{1,2}, 董绍明^{1,2}, 王 震^{1,2}, 胡建宝^{1,2}, 冯 倩⁴

(1. 中国科学院 上海硅酸盐研究所, 结构陶瓷与复合材料工程研究中心, 上海 200050; 2. 中国科学院 高性能陶瓷和超微结构国家重点实验室, 上海 200050; 3. 中国科学院大学 研究生院, 北京 100049; 4. 东华大学 分析测试中心, 上海 201600)

摘 要: 实验研究了熔渗(MI)工艺、浸渍-裂解(PIP)工艺和化学气相渗透(CVI)工艺制备 SiC_f/SiC 复合材料在 800℃ 的氟熔盐(46.5mol% LiF-11.5mol% NaF-42.0mol% KF)中的腐蚀行为, 通过 X 射线衍射仪、扫描电镜以及能谱仪等表征手段, 对腐蚀前后样品的物相组成和微观结构进行了分析。实验结果表明, 不同工艺获得的 SiC 基体与高温氟熔盐的相容性与基体组成有关; MI-SiC 中的游离 Si 相以及 PIP-SiC 和 CVI-SiC 中的富氧相是 SiC 基体中的两种腐蚀弱区, 易被熔盐选择性腐蚀; MI-SiC_f/SiC 复合材料以纤维束间游离 Si 基体腐蚀为主, PIP-SiC_f/SiC 复合材料基体腐蚀损伤集中在网络状富氧带, CVI-SiC_f/SiC 复合材料的腐蚀损伤主要是沉积层间的含氧边界以及由此造成的基体层状剥离。与 MI 和 PIP 样品相比, CVI 基体纯度高, 结晶度好, 表观腐蚀速率仅为 0.0445 μg/(mm²·h), 具有更好的耐氟熔盐腐蚀性能。

关 键 词: SiC_f/SiC 复合材料; 制备工艺; 氟熔盐; 腐蚀行为

中图分类号: TQ174 文献标识码: A

Corrosion Behavior of SiC_f/SiC Composites in High Temperature Fluoride Salt Environment

WANG Hong-Da^{1,2,3}, ZHOU Hai-Jun^{1,2}, DONG Shao-Ming^{1,2}, WANG Zhen^{1,2}, HU Jian-Bao^{1,2}, FENG Qian⁴

(1. Structural Ceramics and Composites Engineering Research Center, Shanghai Institute of Ceramics Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200050, China; 2. State Key Laboratory of High Performance Ceramics and Superfine Microstructure, Shanghai Institute of Ceramics Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200050, China; 3. School of Graduate, University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China; 4. Analysis and Testing Center, Donghua University, Shanghai 201600, China)

Abstract: Corrosion behavior of SiC_f/SiC composites, which were prepared *via* molten infiltration(MI), polymer impregnation and pyrolysis(PIP), and chemical vapor infiltration process(CVI), respectively, was studied by immersion in 46.5mol% LiF-11.5mol% NaF- 42.0mol% KF eutectic salt at 800℃. The evolution of phase composition and microstructure was characterized by X-ray diffraction and scanning electron microscope with energy dispersive spectrometer. The SiC matrix of SiC_f/SiC composites, derived from different preparation process, has different compositions and microstructures, leading to various compatibility with fluoride salt at high temperature. Residual free Si in MI-SiC matrix and O-contained phase in PIP-SiC matrix are the weak area with worse corrosion resistance in liquid fluoride salt and will be corroded preferentially in terms of thermodynamic. Due to the higher purity and better crystallinity over the MI-SiC matrix and PIP-SiC matrix, CVI-SiC matrix shows more excellent compatibility with fluoride salt at high

收稿日期: 2017-01-05; 收到修改稿日期: 2017-02-22

基金项目: 中国科学院战略性先导科技专项(XDA02040203); 上海市自然科学基金(14ZR1445800)

Strategic Priority Research Programme of the Chinese Academy of Sciences (XDA02040203); Natural Science Foundation of Shanghai, China (14ZR1445800)

作者简介: 王洪达(1989-), 男, 博士研究生. E-mail: whd19890819@163.com

通讯作者: 董绍明, 研究员. E-mail: smdong@mail.sic.ac.cn

temperature and has the smallest corrosion rate of 0.0445 $\mu\text{g}/(\text{mm}^2\cdot\text{h})$. Least weak area confined to the O-rich boundaries between deposited layers may account for the good corrosion resistance of CVI SiC matrix.

Key words: SiC_f/SiC composites; preparation processing; molten fluoride salt; corrosion behavior

作为六种第四代核反应堆中唯一一种液态反应堆, 钍基熔盐堆(TMSR)具有安全性高、燃料制备简单、可以无水冷却和核废料少等优点, 是未来核能利用的重要方式, 对缓解能源危机有重要意义^[1-2]。然而, 熔盐堆燃料的强辐射性和高温氟熔盐(例如 46.5mol% LiF-11.5mol% NaF-42.0mol% KF 共晶熔盐, FLiNaK)的强腐蚀性^[3-4], 导致堆内材料服役环境十分恶劣, 对熔盐堆用结构材料的辐照稳定性和耐氟熔盐腐蚀性能提出了更为严苛的要求。

连续碳化硅纤维(SiC_f)增强碳化硅(SiC)陶瓷基复合材料(SiC_f/SiC 复合材料)具有良好的高温机械性能^[5]、优异的高温热性能^[6-7]和化学稳定性, 以及突出的中子辐照稳定性^[8-9], 在核能领域具有广阔的应用前景。近年来, SiC 与氟熔盐之间良好的化学相容性逐渐受到人们的关注^[10], SiC_f/SiC 复合材料也成为熔盐堆内高温结构和功能部件的理想候选材料, 对熔盐堆的发展和应用具有积极的意义。

目前, 对于核用 SiC_f/SiC 复合材料的研究, 主要集中于 SiC_f/SiC 复合材料的辐照稳定性方面, 对 SiC_f/SiC 复合材料在冷却剂中的腐蚀行为, 尤其是在液态氟熔盐中的腐蚀行为仍缺乏系统研究, 基础实验数据, 包括材料组成、腐蚀温度和时间等对 SiC_f/SiC 复合材料性能的影响, 依然十分匮乏^[10]。SiC_f/SiC 复合材料的不同制备工艺, 如化学气相渗透(Chemical Vapor Infiltration, CVD)工艺^[11-13], 浸渍-裂解(Polymer Impregnation and Pyrolysis, PIP)工艺^[14-17], 以及熔渗(Melt infiltration, MI)工艺^[18-20]等, 使所制备的 SiC_f/SiC 复合材料具有不同的微观结构和基体组成, 造成其性能有所差异。本工作采用 XRD、SEM、EDS 等表征方法, 研究了上述三种工艺制备的 SiC_f/SiC 复合材料在液态 FLiNaK 熔盐中的腐蚀行为, 分析了其在氟熔盐中腐蚀行为差异性的原因。

1 实验方法

1.1 材料

实验对象为以熔渗(MI)工艺, 浸渍-裂解(PIP)工艺以及化学气相渗透(CVI)工艺制备的 KD-II 连续 SiC 纤维(国防科技大学)增强 SiC 陶瓷基复合材料, 具体材料信息如表 1 所示。将复合材料加工成 35 mm × 4 mm × 2 mm 的试条, 并以丙酮、去离子水超声清洗, 真空干燥。干燥后的样品经高精密天平称重后, 转移至高纯 Ar 气氛保护的手套箱内备用。每组样品各 6 根试条。

腐蚀介质为中国科学院上海有机化学研究所提供的高纯 46.5mol% LiF-11.5mol% NaF-42.0mol% KF(FLiNaK)共晶熔盐, 氧含量约 120×10^{-6} , 杂质种类及含量如表 2 所示。熔盐始终置于高纯 Ar 气氛保护的手套箱内。

1.2 实验过程

在高纯 Ar 气氛保护的手套箱内, 将各组样品试条分别插入石墨支撑板的孔中, 然后将支撑板固定在石墨坩埚内。石墨支撑板及石墨坩埚等在使用前均经高温灼烧, 以除去石墨材料的吸附气体。在手套箱中将 FLiNaK 熔盐研碎磨细, 分别称取约 80 g 熔盐加入装有复合材料样品的石墨坩埚中。将装有

表 1 不同工艺制备的 SiC_f/SiC 复合材料
Table 1 SiC_f/SiC composites prepared by different processes

Process	MI	PIP	CVI
Raw materials	Si + Resin	PCS	MTS
Architecture	3D braid	Plain woven	Plain woven
Interphase	~100 nm PyC	~100 nm PyC	~100 nm PyC
Fiber volume fraction	~42%	~35%	~40%

表 2 FLiNaK 共晶熔盐中杂质种类及含量
Table 2 Impurities of molten salts FLiNaK

Impurities	Metal cations						Acid ions and chloride ions				
	Mg	Ca	Al	Cr	Fe	Ni	Cl ⁻	NO ²⁻	NO ³⁻	PO ₄ ³⁻	SO ₄ ²⁻
Content/ $\times10^{-6}$	12	13	8	7	13	17	8.1	≤5.0	25.8	≤5.0	7.7

熔盐和复合材料的各石墨坩埚置于手套箱内的马弗炉中, 在 800℃ 保温 100 h。随炉冷却后, 将各组复合材料样品从腐蚀装置中取出, 浸入浓度为 1 mol/L 的 Al(NO₃)₃ 溶液中, 除去样品表面及内部孔隙中的附着熔盐。样品经去离子水多次超声清洗后真空干燥。

1.3 测试表征

采用高精度电子天平测量样品腐蚀前后的质量变化。利用 X 射线衍射仪(XRD, Bruker D8 Advanced, Germany)、扫描电镜(SEM, Q-250, FEI, U.S.A.)及能谱仪(EDS, Oxford, U.K.)对腐蚀前后材料的物相和微观结构变化进行表征。

2 结果与讨论

2.1 质量变化

MI、PIP 和 CVI 样品在 800℃ 腐蚀 100 h 后, 各组样品腐蚀前后的质量损失率以及腐蚀速率如图 1 中所示。三种工艺制备的样品中, CVI 样品腐蚀后的质量损失最小, 约为 0.26%; PIP 样品次之, 损失 1.61%; MI 样品最大, 高达 3.57%。CVI 样品的腐蚀速率比 PIP 和 MI 样品低一个数量级, 约为 0.0445 μg/(mm²·h)。上述结果表明, CVI SiC_f/SiC 复合材料在高温氟熔盐中的稳定性优于 PIP 样品和 MI 样品。

2.2 物相变化

图 2 所示分别为 MI、PIP 和 CVI 样品腐蚀前后的 XRD 图谱。腐蚀前, 各样品中均以 β-SiC 为主晶相。其中, MI 样品图谱中除存在 β-SiC 衍射峰外, 还存在 Si 衍射峰, 这是由于反应烧结过程中, 部分未参与反应而残留于 MI 样品基体中游离 Si 造成的; PIP 样品图谱中衍射峰宽化, 谱线背景严重, 这是由于 PIP 工艺过程中, 裂解温度相对较低, 基体物相结

晶度差, 同时前驱体 PCS 含有少量氧, 造成裂解产物中存在 Si-O-C 非晶相造成的^[21]; CVI 样品中未发现杂相存在, β-SiC 衍射峰尖锐, 谱线平滑, 表明产物 SiC 具有高的结晶度和纯度。三组样品分别在 800℃ 氟熔盐中腐蚀 100 h 后, MI 样品中 β-SiC 衍射峰强度增强, Si 衍射峰的强度降低; PIP 样品和 CVI 样品腐蚀后衍射峰强度明显降低, PIP 样品中 SiC 衍射峰宽化明显, CVI 样品衍射峰仍保持尖锐峰形。

2.3 微观结构

2.3.1 MI 样品

图 3 为 MI SiC_f/SiC 复合材料经 800℃ 氟熔盐腐蚀 100 h 前后的微观结构形貌。未腐蚀的 MI 样品的表面平整, 截面显微结构显示, SiC 纤维束内存在少

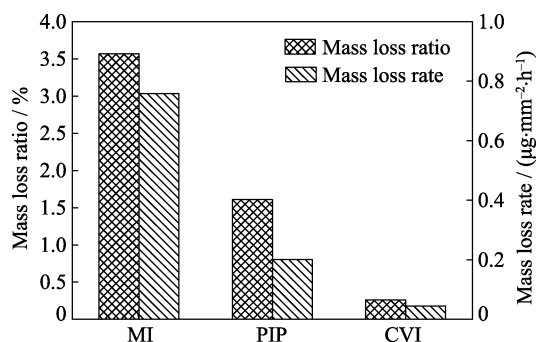


图 1 MI、PIP 和 CVI 样品在 800℃ 氟熔盐中腐蚀 100 h 后的质量损失率和腐蚀速率

Fig. 1 Mass loss ratio and apparent mass loss rate of MI, PIP and CVI samples after corrosion in molten fluoride salt at 800℃ for 100 h

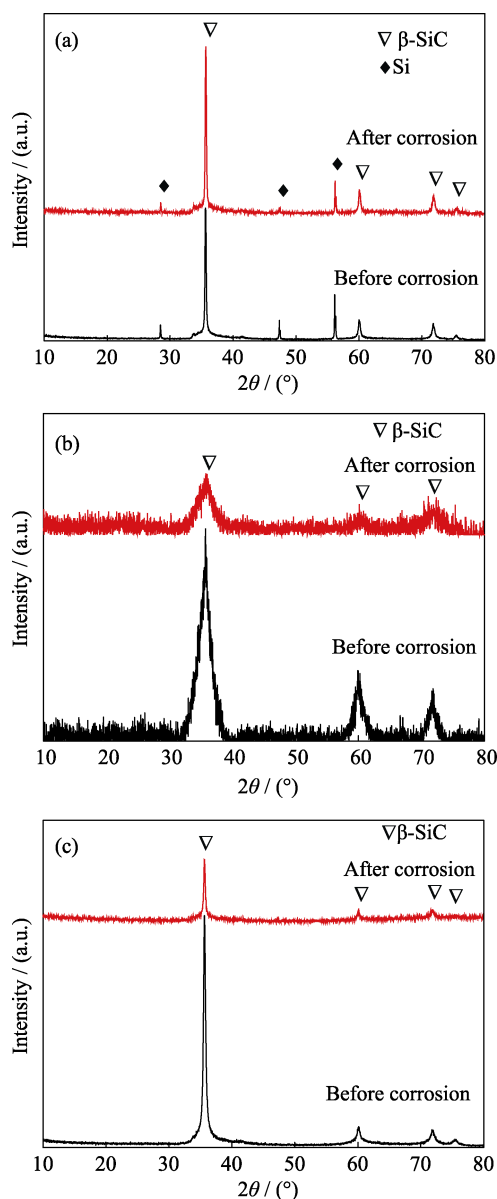


图 2 (a)MI、(b)PIP 和(c)CVI 样品腐蚀前后的 XRD 图谱
Fig. 2 XRD patterns of samples (a) MI, (b) PIP and (c) CVI before and after corrosion

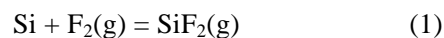
表 3 MI-SiC 基体不同物相区域元素组成/at%
Table 3 Element composition of points in MI-SiC matrix/at%

Point	1	2	3	4	5
C	—	54.87	57.59	—	54.07
Si	100	45.13	42.41	100	45.93

量残留孔隙;基体由灰色和亮灰色两种物相组成,灰色物相包覆于纤维周围,能谱分析表明,灰色区域为 SiC 相,亮灰色区域为残留 Si(表 3)。经熔盐腐蚀后,MI 样品表面纤维束间区域发生明显腐蚀损伤,腐蚀后截面 SEM(图 3(d))显示,白色虚线为腐蚀前材料外表面,腐蚀过程中基体中残留 Si 区域腐蚀较为严重,包覆纤维的 SiC 基体层几乎完整保留,表明 MI 样品在高温氟熔盐中的腐蚀以基体中残留 Si 的选择性腐蚀为主。该结果与 XRD 结果一致,由于 Si 被选择性腐蚀,腐蚀后样品中游离 Si 的含量降低, SiC 相对含量提高,造成腐蚀后 XRD 图谱中 SiC 衍射峰强度提高。

在耐腐蚀合金的设计过程中,研究人员^[22]认为,某种金属元素耐氟熔盐腐蚀性能,可以用该元素与

1 mol F_2 反应形成稳定金属氟化物的反应所对应的标准反应吉布斯自由能变(ΔG)表示。Jens Schmidt 等^[23]将该理论用于解释 SiSiC 基复合材料中不同物相间出现的耐腐蚀性能差异。Si 和 SiC 与 F_2 可能发生如下反应:



从计算结果中可以发现,在 1000℃ 以下,上述反应发生的难易程度的顺序为反应(2)>反应(3)>反应(1)>反应(4)(图 4),表明在相同温度下, Si 比 SiC 更易与氟熔盐发生反应,即 Si 的耐腐蚀性能较差。因此,在熔盐腐蚀过程中,MI 样品基体中残留的游离 Si 会被氟熔盐快速腐蚀, SiC 则被保留。由于基体中的游离 Si 主要分布于纤维束间(图 3(b)),腐蚀后样品表面在纤维束间出现较大腐蚀凹坑。同时,由于 MI 样品基体中游离 Si 含量较高,在相同腐蚀时间内造成的质量损失更大。此外,热力学计算结果表明, SiC 在高温氟熔盐中的腐蚀产物可能为 SiF_4 和 C,其中 SiF_4 可能直接溶于液态 FLiNaK 熔盐中^[24]。

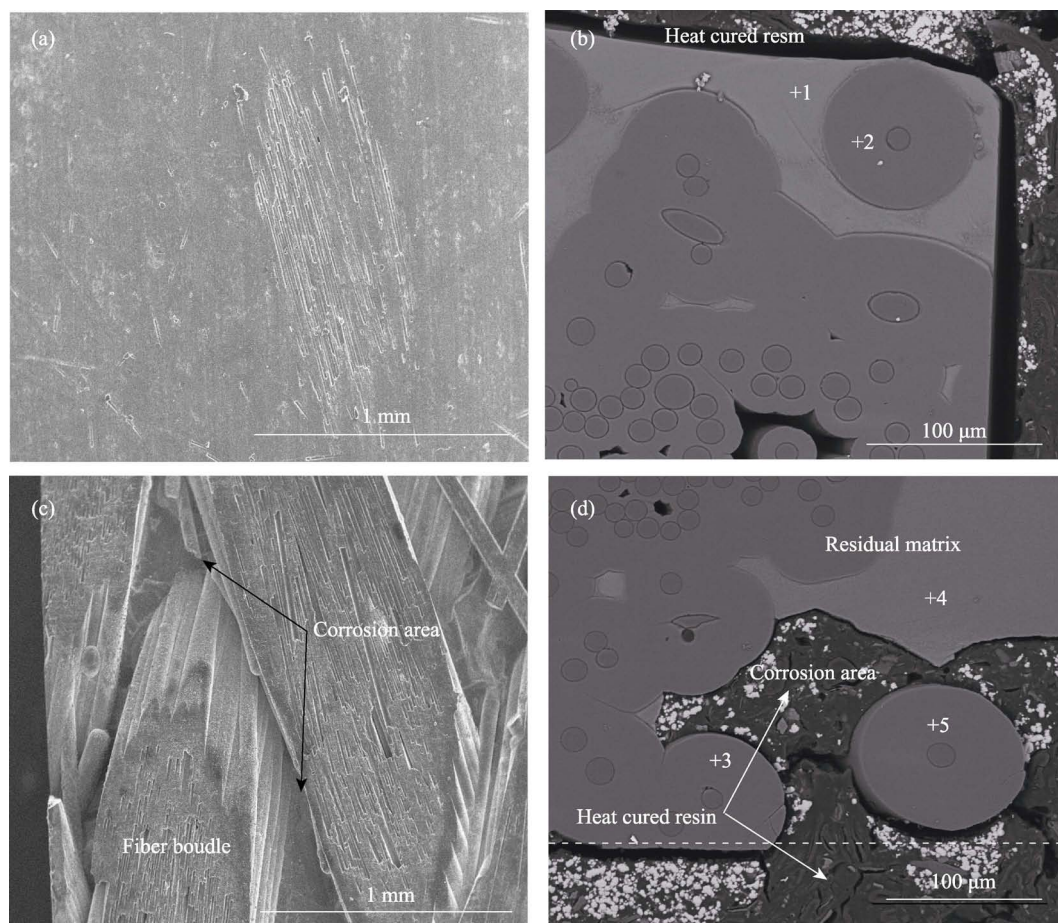


图 3 MI 样品腐蚀前(a)表面和(b)截面以及经 800℃ 氟熔盐腐蚀 100 h 后(c)表面和(d)截面 SEM 照片
Fig. 3 Surface and cross-section microstructures of MI samples (a,b) before and (c,d) after corrosion

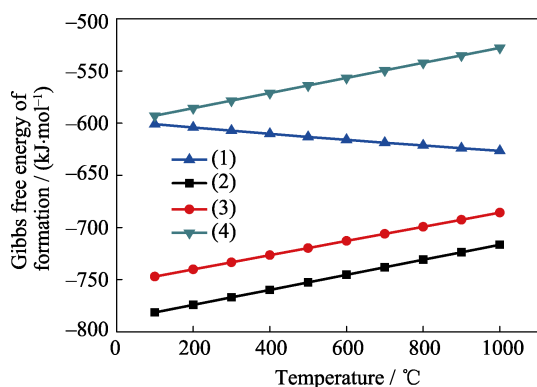


图 4 不同温度下 Si 和 SiC 与 1 mol F₂ 可能发生反应所对应的标准吉布斯自由能变

Fig. 4 Standard Gibbs free energy of formation per molecule of F₂ for the salt constituents and the silicofluoride formed from Si and SiC in the tested MI-SiC matrix at 850°C

2.3.2 PIP 样品

PIP SiC_f/SiC 复合材料腐蚀前后的界面微观结构如图 5 所示。腐蚀前, PIP 样品表面较为平整, 材料内基体较为致密, 仅出现少量裂纹, 基体在纤维束内充分填充。PIP 基体中存在深灰色带状区域和灰色块状区域, 能谱线分析结果(图 5(d))表明, 相对于灰色区域, 深灰色区域中氧含量更高。以 PCS 为前驱体, 通过 PIP 工艺制备 SiC 基体时, 在高温裂解过程中由于前驱体含有氧元素, 除形成 SiC 外, 还会形成 Si-O-C 非晶相, 甚至 SiO₂ 相(Si-O-Si 键合)^[21,25], 因此灰色富氧的网带状区域主要为 Si-O-C 相。另外, 由于在有机-无机转变过程中会放出气体副产物, 发生体积收缩, 导致基体中出现裂纹(图 5(c))。

在腐蚀过程中, 液态氟熔盐以基体中的残留裂纹为通道, 渗入到基体内部对材料进行侵蚀。腐蚀后, PIP 基体内表面出现大量裂纹和龟裂状腐蚀带, 基体完整性降低, 部分区域基体出现明显粉化脱落。龟裂区域能谱点分析(图 5(f)中点 1)表明, 裂纹附近含 Na、K、F 等熔盐元素, 表明裂纹的出现是由氟熔盐腐蚀造成的; 裂纹间区域较为完整。对比腐蚀前后的微观结构, 龟裂裂纹的形成是由于 PIP 基体中的带状富氧区域被氟熔盐选择性腐蚀造成的。

灰色富氧区域耐氟熔盐腐蚀性能较差的原因主要在于: 其较高的氧含量造成内部还有大量 Si-O-C 键合或者 Si-O-Si 键合, 而 Si-O 键合极性均高于 Si-C 键合, 在强碱性的 FLiNaK 熔盐中, 具有强的亲核取代能力的 F⁻ 趋向与极性更强的 Si-O 键合发生反应, 形成 Si-F 键合^[26], 产物以 [SiF₆]²⁻ 形式溶于氟熔盐中^[27], 造成 PIP 基体富氧相的选择性腐蚀, 导致龟裂状腐蚀区域的产生。同时, Si-O-C 的总键

长比 Si-C 键的更大, 造成晶格畸变, 有利于 F⁻ 的渗入, 加速了腐蚀过程。另一方面, 龟裂带包围的完整区域对应腐蚀前网带状包围的浅灰色区域, 其氧含量较低, Si-O 键合较少, 以 SiC 微晶为主, 腐蚀损伤不明显。另外, 由于 PIP 样品中 Si-O-C 相含量较高, 且呈网带状分布, 腐蚀后基体完整性被破坏, 致密度降低, 部分基体发生粉化脱落, 造成腐蚀后样品质量损失相对较大。

2.3.3 CVI 样品

CVI 工艺制备 SiC_f/SiC 复合材料腐蚀前后微观结构如图 6 所示。与 PIP 及 MI 样品相比, 腐蚀前后 CVI 样品表面的变化不大, 将图 6(c)中白色方框内区域进行放大后, 发现在基体外表面出现了尺寸很小的腐蚀坑(图 6(e)中白色箭头), 还存在轻微的基体层状剥离(图 6(e)中黑色箭头)。从截面 SEM 图中可以看出, CVI 工艺制备的 SiC 基体为多层结构, 沉积层间存在边界, 纤维束内和束间基体内部存在残留气孔。经 800°C 氟熔盐腐蚀 100 h 后, CVI 样品微观结构整体完整, 仅在基体中残留气孔内表面出现腐蚀损伤, 以层状剥离为主(图 6(d)); 靠近样品表面的区域存在轻微的层状基体剥离(图 6(f)白色箭头)。对比腐蚀前后样品的截面微观结构发现, 层状沉积基体的剥离, 主要是由于沉积层间边界被氟熔盐选择性侵蚀造成。

图 6(b)中氧元素能谱线分析结果表明, 沉积层间的边界含有较多的氧。这是由于在 CVI 致密化过程中, 为了提高复合材料的致密度, 需要多次重复 CVI 过程, 或通过表面机械加工打开前期 CVI 封闭的孔隙, 以提高致密化程度。在两次 CVI 致密化过程之间, CVI SiC 表面会吸附氧或者发生缓慢氧化, 在随后的 CVI 沉积过程中, 新的 SiC 层覆盖在富氧表面上, 从而形成沉积层间的富氧边界。与 PIP 样品基体中的富氧区域类似, 沉积层间边界中的氧以 Si-O-C 键合或 Si-O 键合存在, 其耐腐蚀性能较 SiC 沉积层要弱的多。因此, 在高温氟熔盐环境中, 含氧边界被氟熔盐优先腐蚀(图 6(f)黑色箭头)。边界腐蚀后, 熔盐以此为通道渗入基体内部, 沉积层间的结合力因边界腐蚀而消失, 在熔盐渗入和侵蚀作用下, 发生基体沉积层的层状剥离。

综上, 不同工艺制备的 SiC 基体在高温氟熔盐中的腐蚀主要与游离 Si、含氧相的存在、含量以及分布有关。MI 样品基体中游离 Si 含量高, 在高温氟熔盐中的腐蚀速率快, 造成纤维束间明显的腐蚀凹坑和最大的质量损失。PIP 样品基体结晶度低, 含有 Si-O-C 非晶富氧相, 且富氧相以网络带状分布

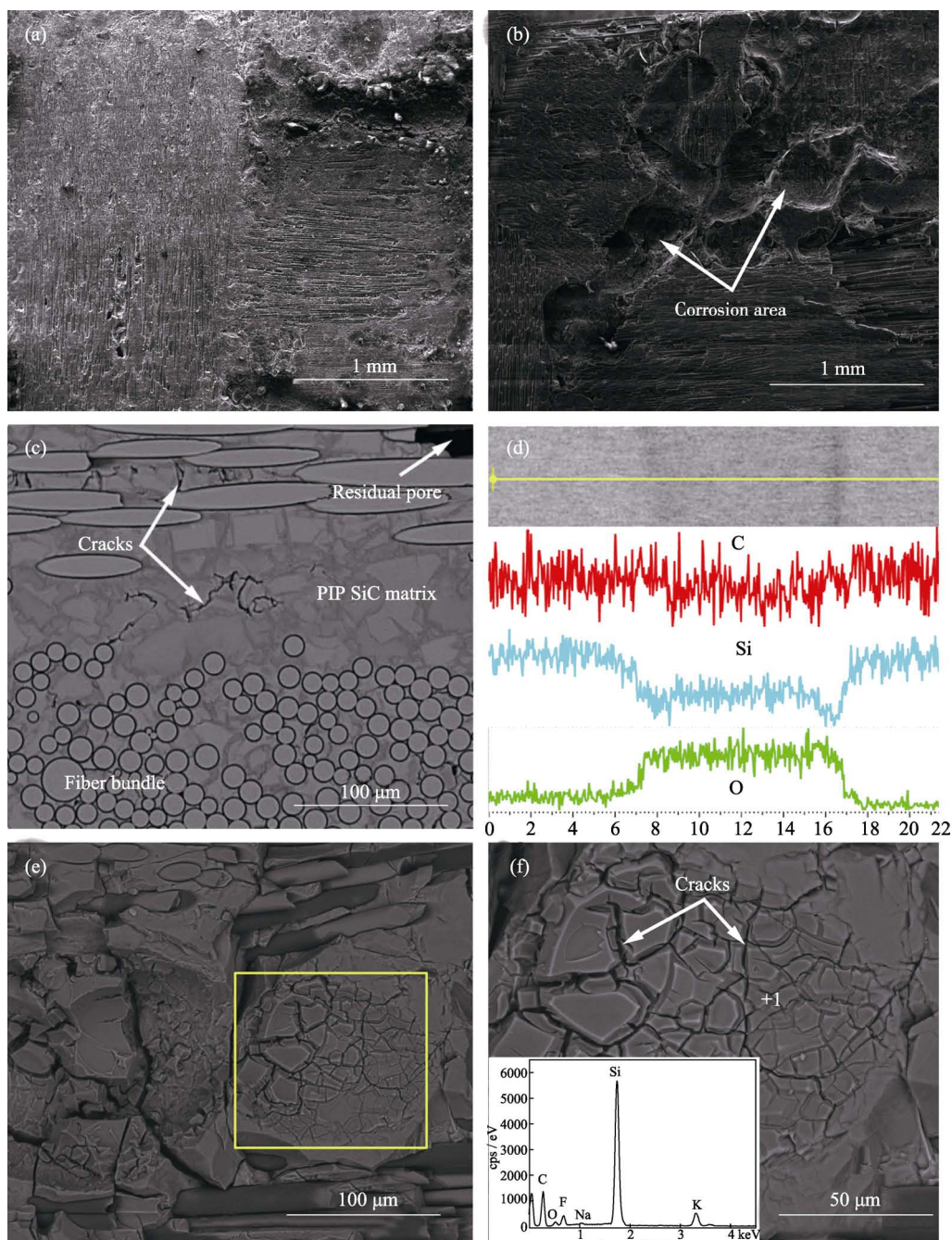


图 5 PIP 样品腐蚀前(a)表面及(c)截面和 800℃ 氟熔盐腐蚀 100 h 后(b)表面和(e)截面的微观结构, (d)为深灰色带状区域能谱线扫描结果, (f)为龟裂腐蚀区放大图

Fig. 5 Microstructure evolution of PIP samples: surface (a) before and (b) after corrosion, corrosion section (c) before and (e, f) after corrosion, and (d) EDS linerscan analysis results of dark gray area

于基体中, 经以基体残留裂纹和孔隙渗入基体的氟熔盐选择性腐蚀后形成龟裂状腐蚀带, 破坏了基体完整性, 导致基体部分区域粉化脱落, 造成较大的质量损失。CVI 样品基体存在残留气孔, 但 SiC 结晶度高, 纯度高, 仅在靠近样品表面和作为熔盐渗入通道的残留孔隙内壁的沉积层间含氧边界出现较为明显的腐蚀, 并造成轻微的基体层状剥离。由于沉积层边界含量低, 腐蚀弱区少, 腐蚀后基体完整, 对应最小的质量损失和腐蚀损伤。

3 结论

实验研究了不同工艺制备的 SiC_f/SiC 复合材料在高温 FLiNaK 熔盐中的腐蚀行为差异, 并对造成差异的原因进行了分析, 得到如下结论:

1) MI-SiC 基体中含有大量游离 Si, 在高温氟熔盐中被选择性腐蚀, 造成最严重的基体腐蚀损伤和最大的材料质量变化, 表明 Si 的耐氟熔盐腐蚀性能

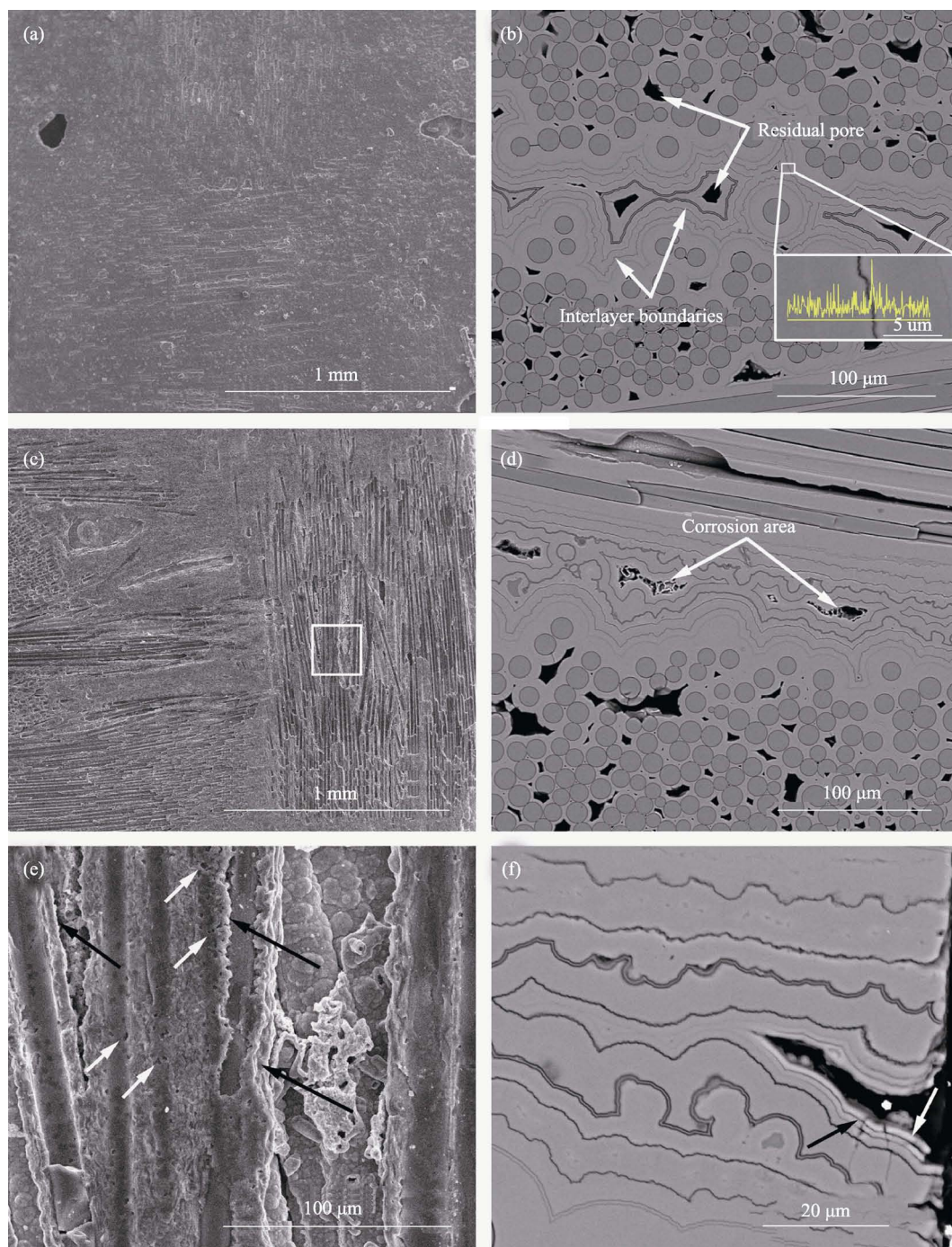


图 6 CVI 样品形貌: 腐蚀前(a)表面和(b)截面形貌以及腐蚀后(c,e)表面和(d,f)截面形貌

Fig. 6 Microstructure evolution of CVI samples: surface (a) before and (c,e) after corrosion, corrosion section (b) before and (d,f) after corrosion.

弱于 SiC , 这与热力学计算结果一致。

2) PIP-SiC 基体中存在网带状富氧相, 含有大量 Si-O 键合, 极性较 Si-C 键更强, 易被 F 通过亲核取代破坏, 形成 Si-F 键合, 造成富氧相的选择性腐蚀。在腐蚀过程中, 熔盐以基体中残留的裂纹为通道渗入基体内部, 选择性腐蚀网带状富氧相, 形成的龟裂状腐蚀带和新的裂纹, 并造成局部基体粉化, 导致较为严重的基体腐蚀损伤和较大的质量损失。

3) CVI-SiC 基体的腐蚀主要集中于表面和残留

气孔内表面附近 SiC 沉积层间含氧边界; 边界的腐蚀造成沉积层间结合力的破坏, 使得基体发生轻微的层状剥离; 经 800°C 腐蚀 100 h 后样品整体结构完整, 具有较好的耐氟熔盐腐蚀性能。

参考文献:

- [1] JIANG M H, XU H J, DAI Z M. Advanced fission energy program-TMSR nuclear energy system. *Bulletin of Chinese Academy of Sciences*, 2012, **27**(3): 366-374.

- [2] YOSHIOKA R. Nuclear Energy Based on Thorium Molten Salt. In: Lantelme F, Groult H. Molten Salts Chemistry: From Lab to Applications. San Diego: Elsevier, 2013: 471–496.
- [3] SOHAL M S, EBNER M A, SABHARWALL P, *et al.* Engineering Database of Liquid Salt Thermophysical and Thermochemical Properties, INL/EXT-10-18297, Idaho Falls: Idaho National Laboratory, 2010.
- [4] WILLIAMS D, TOTH L, CLARNO K. Assessment of Candidate Molten Salt Coolants for the Advanced High Temperature Reactor (AHTR). ORNL/TM-2006/12, Oak Ridge: Oak Ridge National Laboratory, 2006.
- [5] ARAKI H, SUZUKI H, YANG W, *et al.* Effect of high temperature heat treatment in vacuum on microstructure and bending properties of SiC_f/SiC composites prepared by CVI. *Journal of Nuclear Materials*, 1998, **258–263(Part 2)**: 1540–1545.
- [6] DONALDSON K Y, TRANDELL B D, LU Y, *et al.* Effect of delamination on the transverse thermal conductivity of a SiC-fiber-reinforced SiC-matrix composite. *Journal of the American Ceramic Society*, 1998, **81(6)**: 1583–1588.
- [7] KOWBEL W, BRUCE C, TSOU K, *et al.* High thermal conductivity SiC/SiC composites for fusion applications. *Journal of Nuclear Materials*, 2000, **283–287(Part 1)**: 570–573.
- [8] KATOH Y, OZAWA K, HINOKI T, *et al.* Mechanical properties of advanced SiC fiber composites irradiated at very high temperatures. *Journal of Nuclear Materials*, 2011, **417(1/2/3)**: 416–420.
- [9] KATOH Y, NOZAWA T, SNEAD L L, *et al.* Stability of SiC and its composites at high neutron fluence. *Journal of Nuclear Materials*, 2011, **417(1/2/3)**: 400–405.
- [10] KATOH Y, WILSON D F, FORSBERG C W. Assessment of Silicon Carbide Composites for Advanced Salt-cooled Reactors. ORNL/TM-2007/168. Oak Ridge: Oak Ridge National Laboratory (ORNL), 2007.
- [11] LAMON J. Chemical Vapor Infiltrated SiC/SiC Composites (CVI SiC/SiC). In: BANSAL N P. Handbook of Ceramic Composites. Boston: Springer US, 2005: 55–76.
- [12] TAGUCHI T, NOZAWA T, IGAWA N, *et al.* Fabrication of advanced SiC fiber/F-CVI SiC matrix composites with SiC/C multi-layer interphase. *Journal of Nuclear Materials*, 2004, **329(Part A)**: 572–576.
- [13] XU Y D, CHENG L F, ZHANG L T. Three dimensional textile SiC/SiC composites by chemical vapor infiltration. *Journal of Inorganic Materials*, 2001, **16(2)**: 344–348.
- [14] ZHAO S, ZHOU X G, YU J S, *et al.* Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of PIP-SiC/SiC composites. *Materials Science and Engineering: A*, 2013, **559**: 808–811.
- [15] KOHYAMA A, KOTANI M, KATOH Y, *et al.* High-performance SiC/SiC composites by improved PIP processing with new precursor polymers. *Journal of Nuclear Materials*, 2000, **283–287(Part 1)**: 565–569.
- [16] QIN H, DONG S M, HU J B, *et al.* Effect of SiC nanowires on mechanical properties of PIP-SiCf/SiC composites. *Journal of the Chinese Ceramic Society*, 2016, **44(10)**: 1532–1537.
- [17] ZHAO S, YANG Z C, ZHOU X G. Fracture behavior of SiC/SiC composites with different interfaces. *Journal of Inorganic Materials*, 2016, **31(1)**: 58–62.
- [18] DONG S M, HU J B, ZHANG X Y. Melt infiltration process for SiC/SiC composites. *Aeronautical Manufacturing Technology*, 2014, **450(6)**: 35–40.
- [19] BRENNAN J J. Interfacial characterization of a slurry-cast melt-infiltrated SiC/SiC ceramic-matrix composite. *Acta Materialia*, 2000, **48(18/19)**: 4619–4628.
- [20] MORSCHER G N. Stress-dependent matrix cracking in 2D woven SiC-fiber reinforced melt-infiltrated SiC matrix composites. *Composites Science and Technology*, 2004, **64(9)**: 1311–1319.
- [21] ZHOU C C, ZHANG C R, HU H F, *et al.* Preparation of 3D-Cf/SiC composites at low temperatures. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, **488(1/2)**: 569–572.
- [22] OLSON L C, AMBROSEK J W, SRIDHARAN K, *et al.* Materials corrosion in molten LiF–NaF–KF salt. *Journal of Fluorine Chemistry*, 2009, **130(1)**: 67–73.
- [23] SCHMIDT J, SCHEIFFELE M, CRIPPA M, *et al.* Design, fabrication, and testing of ceramic plate-type heat exchangers with integrated flow channel design. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 2011, **8(5)**: 1073–1086.
- [24] RAUD J F, ANDRADE H. Electro-dissolution of Silicon Carbide Material in Molten Fluoride (LiF/NaF) Solvent. Atalante 2004 conference: Advances for Future Nuclear Fuel Cycles, Nimes, 2004.
- [25] 张长瑞, 郝元恺. 陶瓷基复合材料—原理, 工艺, 性能与设计. 长沙: 国防科技大学出版社, 2001.
- [26] ZAYKOV Y P, ISAKOV A V, ZAKIRYANOVA I D, *et al.* Interaction between SiO₂ and a KF–KCl–K₂SiF₆ melt. *Journal of Physical Chemistry B*, 2014, **118(6)**: 1584–1588.
- [27] YANG X M, ZHANG D S, LIU M, *et al.* Corrosion of SiC induced by Hastelloy N alloy and its corrosion products in LiF–NaF–KF molten salt. *Corrosion Science*, 2016, **109**: 62–67.