

C/C 复合材料拉伸强度与针刺成型参数相关性研究

郑金煌¹, 李贺军¹, 崔红^{1,2}, 王毅², 邓海亮², 殷忠义²,
姚冬梅², 苏红²

(1. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 西安 710072; 2. 西安航天复合材料研究所, 西安 710025)

摘 要: 采用 Design-expert 软件设计预制体不同针刺成型参数组合试验, 研究预制体针刺成型参数对针刺碳/碳(C/C)复合材料拉伸强度的影响, 并构建了响应曲面数学模型, 实现对针刺 C/C 复合材料拉伸强度的优化与预测, 其模型显著性 $P=0.0206$, 各试验实测值与预测值相对误差 $\leq 10.82\%$, 模型具有较高的拟合度。响应曲面回归分析表明: 针刺深度对拉伸强度有极显著影响, 针刺密度对拉伸强度有显著影响, 在本研究的针刺成型参数取值范围内, 拉伸强度的预测区间为 42.31~91.87 MPa。通过模型优化出的针刺成型参数组合为: 针刺密度 11 pin/cm²、针刺深度 11 mm、网胎面密度 50 g/m², 相应拉伸强度预测值为 88.62 MPa, 验证值为 90.71 MPa, 相对误差 2.36%。

关 键 词: 针刺预制体; 碳/碳复合材料; 拉伸强度; 响应曲面; 模型

中图分类号: TB332 文献标识码: A

Relations between Needling Processing Parameters and Tensile Strength of C/C Composites

ZHENG Jin-Huang¹, LI He-Jun¹, CUI Hong^{1,2}, WANG Yi², DENG Hai-Liang²,
YIN Zhong-Yi², YAO Dong-Mei², SU Hong²

(1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China; 2. Xi'an Aerospace Composite Research Institute, Xi'an 710025, China)

Abstract: The experiments for the fabrication of needling preform were designed according to response surface methodology (RSM) by the design-expert software to study effects of three variable needling processing parameters on the tensile strength of carbon/carbon (C/C) composites. Mathematical model between needling processing parameters and tensile strength of C/C composites was set up to optimize the needling processing parameters of preform and to predict the tensile strength of C/C composites. The mathematical model has good fitting degree with P-value of 0.0206 and the relative error between the predicted and the actual is no more than 10.82%. Based on the analysis of response surface of tensile strength, the needling depth has very significant influence and the needling density has significant influence on the tensile strength of C/C composites. The predicted scope of the tensile strength by the mathematical model is from 42.31 MPa to 91.87 MPa. The calculated optimal values are tensile strength 88.62 MPa, needling density 11 pin/cm², needling depth 11 mm, and density of non-woven 50 g/m², while the corresponding experimental result is 90.71 MPa with relative error 2.36%.

Key words: needling preform; carbon/carbon composites; tensile strength; response surface methodology; model

收稿日期: 2017-01-22; 收到修改稿日期: 2017-03-19

基金项目: 国家 973 计划(613184); 国家自然科学基金(51202233); 装备预研基金(9140A12060514HT43190)
National Basic Research Program of China (973Program 613184); National Natural Science Foundation of China (51202233); Equipment Research Foundation (9140A12060514HT43190)

作者简介: 郑金煌(1973-), 男, 高级工程师. E-mail: zjh114@sohu.com

通讯作者: 李贺军, 教授. E-mail: lihejun@nwpu.edu.cn; 崔红, 研究员. E-mail: cuihong@ht43.com.cn

碳纤维预制体作为增强体,对碳/碳(C/C)复合材料的性能起到决定性作用^[1]。针刺成型碳纤维预制体(针刺预制体)具有孔隙分布均匀、易致密成型等优点,并且克服了二维铺层结构层间强度低、编织结构预制体工艺复杂及成本高等缺点^[2-4],成为美、法等发达国家优先发展的一种增强预制体成型技术^[5-11]。

拉伸强度是针刺 C/C 复合材料应用的一个核心技术指标,直接反映了针刺预制体的面内性能。不同的应用工况需要研究预制体成型工艺与 C/C 复合材料性能的关联性^[12],以便对针刺 C/C 复合材料拉伸性能进行可控设计和预测。然而,由于针刺预制体性能表征的难度较大、C/C 复合材料的成型工艺波动大、性能离散不可避免,以及多个针刺成型参数间的交互作用复杂,导致针刺预制体及针刺 C/C 复合材料的性能设计与预测难度较大,进而制约了针刺 C/C 复合材料的性能发挥与拓展应用。科学家研究了针刺预制体成型参数对 C/C 复合材料力学性能的影响^[12-17],并获得了针刺密度、针刺深度、网胎面密度等影响拉伸强度的关键针刺成型参数。但相关研究主要集中在单个针刺成型参数对针刺预制体或针刺 C/C 复合材料性能的定性影响,并未研究针刺成型参数之间的交互作用,特别是未构建出二者的相关性模型,无法对针刺 C/C 复合材料拉伸性能进行量化设计与预测。基于此,本工作运用数理统计与实验研究相结合的方法,以针刺密度、针刺深度、网胎面密度等针刺成型参数为关键影响因素,针刺 C/C 复合材料的拉伸强度为响应目标,采用响应曲面法构建针刺成型参数与针刺 C/C 复合材料拉伸强度的相关性数学模型,分析针刺成型参数及其交互作用对材料拉伸强度的影响趋势,优化得到最佳的拉伸强度,并对模型的预测值进行验证。

1 实验与模型构建

1.1 实验方法

以针刺密度、针刺深度和网胎面密度为关键作用因素,采用 Design-expert 8.0.6 软件基于响应曲面法设计了三因素、三水平、三个起点共 17 组预制体针刺成型工艺试验^[18-20](见表 1)。其中,预制体针刺密度为 8~16 针/cm²,深度为 10~16 mm,网胎面密度为 50~150 g/m²,网胎碳纤维为 T700 的 12 K 短纤维。

按照表 1 所列的针刺成型参数,在仿形芯模上轴向铺放及纬向卷缠 12K T700 聚丙烯腈基无纬布,并通过网胎针刺固定成型中空筒形件,完成 17 件中空筒形预制体针刺成型。中空筒形预制体尺寸为内径 232 mm、高度 150 mm、厚度 20 mm。采用化学

气相渗透方法对筒形针刺预制体进行致密化,得到密度为 1.64~1.66 g/cm³ 的针刺 C/C 复合材料筒形件。沿 C/C 复合材料筒形件轴向机加拉伸试样,并在 SANS 5304-20KN 型万能试验机上按照 GBT1447-2005 标准测试 C/C 复合材料的拉伸强度,相关结果见表 1。

1.2 模型构建

选择二次方程,并考虑所有的二次项、一次项和两两交叉项,获得二次响应曲面模型方程的通式为:

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^3 \beta_i X_i + \sum_{i=1}^3 \beta_{ii} X_i X_i + \sum_{i=1}^3 \sum_{j=i+1}^2 \beta_{ij} X_i X_j \quad (1)$$

式中, Y 为响应目标; β_0 为截距; β_i 为一次模型系数; β_{ii} 为二次模型系数; β_{ij} 为交互作用系数; X_i 为独立变量。

应用 Design-expert8.0.6 实验设计软件的 Box-Behnken Design(BBD)方法,以针刺成型参数为输入相、拉伸强度为输出相(响应目标)进行数据处理^[21-23],拟合出回归方程。

2 结果与讨论

2.1 响应曲面模型的显著性

依表 1 各试验点数据,应用回归分析确定一次和二次相关系数,所得拉伸强度(Y)的响应曲面模型

表 1 预制体针刺参数及拉伸强度试验结果

Table 1 Needling parameters and tested tensile strengths of C/C composites

No.	X_1	X_2	X_3	Tensile strength /MPa
1	8	10	100	89.80
2	16	16	100	47.30
3	12	13	100	87.56
4	16	13	50	69.44
5	12	10	150	86.72
6	12	13	100	90.00
7	16	13	150	83.70
8	8	13	50	74.13
9	16	10	100	72.83
10	12	16	50	61.46
11	12	13	100	79.66
12	8	13	150	82.73
13	12	13	100	93.10
14	12	16	150	73.90
15	12	13	100	80.73
16	12	10	50	89.00
17	8	16	100	70.96

Note: X_1 , X_2 , and X_3 indicate needling density, needling depth and density of non-woven, respectively

可表示为针刺密度(X_1)、针刺深度(X_2)和网胎面密度(X_3)的二次多项式非线性回归方程:

$$Y = 12.36146X_1 + 19.25743X_2 - 0.25087X_3 - 0.13927X_1 \cdot X_2 + 7.08125 \times 10^{-3} X_1 \cdot X_3 + 0.024533X_2 \cdot X_3 - 0.52688X_1^2 - 0.90653X_2^2 - 3.52500 \times 10^{-4} X_3^2 - 72.85340 \quad (2)$$

对回归方程及其系数进行显著性检验^[19-20],应用方差法分析所拟合的响应曲面模型回归方程,判定模型的拟合效果:若模型显著性 $P \leq 0.05$,说明模型拟合显著;若 $P \leq 0.01$,则模型拟合极显著;若 $P > 0.05$ 时,则模型拟合不显著。方程拟合性质由复相关系数平方和(R-Squared)表达,其越趋近于 1,说明该方程的预测效果越好。

响应曲面模型回归方程及其系数的显著性分析结果列于表 2。由于模型 $P=0.0206 < 0.05$,表明该模型拟合显著,模型失拟性检验无显著性差异(失拟度 $=0.2027 > 0.05$),且方程复相关系数平方和(R-Squared)为 0.8695,说明实际验证模拟值与实测值吻合程度较高,模型拟合效果较好,拟合模型能够反映试验结果,可较为准确反映针刺成型参数对 C/C 复合材料拉伸性能影响规律,较好地分析和预测 C/C 复合材料的拉伸性能。

从表 2 回归方程系数的显著性分析结果可以看出,针刺深度对响应目标的影响极为显著,针刺密度及其二次项、针刺深度二次项对响应目标的影响显著。其中,针刺密度、针刺深度和网胎面密度对拉伸强度的影响显著性依次为针刺深度>针刺密度>网胎面密度,两两交互作用的影响显著程

度为针刺深度和网胎面密度的交互作用>针刺深度和针刺密度的交互作用>针刺密度和网胎面密度的交互作用。

2.2 针刺参数对拉伸强度的影响

以回归方程为数学模型绘制的响应曲面图可形象描绘拉伸性能与各个针刺成型参数的内在关系。图 1~3 为针刺密度、针刺深度、网胎面密度两两交互作用时,拉伸强度的响应曲面及等高线图,由这些图可以获得任一针刺参数下的拉伸强度响应值,分析各针刺参数及其交互作用对拉伸强度的影响趋势,并确定最佳取值范围。

图 1 为针刺密度、针刺深度交互作用拉伸强度响应曲面及等高线图,可以看出,在给定网胎面密度下,针刺密度、针刺深度交互作用时的响应曲面呈现凸曲面,说明随着针刺密度、针刺深度的增大,拉伸强度先提高后降低,这主要是由于针刺预制体增强特性决定的^[13-17]。

针刺预制体是通过刺针倒钩引入贯穿多层的 Z 向纤维束,形成垂直的“销钉”结构,整体上构成类似于“钉板”的三维网状结构,起到层间增强作用,Z 向纤维束来自于网胎层无序碳纤维,并与网胎层无序碳纤维相互缠结,使针刺预制体各层间紧密结合,纤维间的缠结度越高,预制体密实度就越高,最终预制体整体纤维体积分数就越高,从而赋予预制体较高的整体性能。复合材料拉伸强度主要由增强纤维的强度和沿载荷方向纤维的体积分数来控制,在 C/C 复合材料中,碳纤维作为主要承载件承受大部

表 2 针刺 C/C 拉伸强度响应曲面模型回归方程及相关系数显著性分析表
Table 2 Analysis of signification for response surface model and its correlation coefficient of tensile strength

Source	Sum of squares	df	Mean square	F Value	P-value prob > F
Model	1978.209000	9	219.800900	5.180009	0.0206
X_1	245.865300	1	245.865300	5.794263	0.0470
X_2	897.290700	1	897.290700	21.146290	0.0025
X_3	136.248800	1	136.248800	3.210950	0.1163
X_1X_2	11.172310	1	11.172310	0.263296	0.6237
X_1X_3	8.023056	1	8.023056	0.189078	0.6768
X_2X_3	54.169600	1	54.169600	1.276605	0.2958
X_1^2	299.220600	1	299.220600	7.051679	0.0327
X_2^2	280.274500	1	280.274500	6.605179	0.0370
X_3^2	3.269901	1	3.269901	0.077061	0.7893
Residual	297.027800	7	42.432540	—	—
Lack of Fit	192.536200	3	64.178730	2.456799	0.2027
Pure Error	104.491600	4	26.122900	—	—
Cor Total	2275.236000	16	—	—	—
R-Squared	0.869500	—	—	—	—
Adj R-Squared	0.701600	—	—	—	—

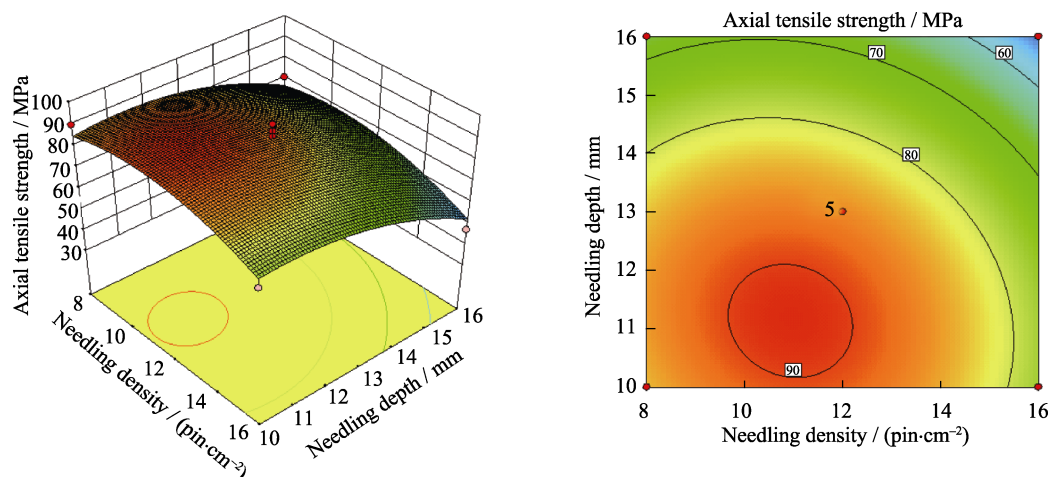


图 1 针刺密度、针刺深度交互作用拉伸强度响应曲面及等高线图(网胎面密度 100 g/m^2)

Fig. 1 Response surface and contour of tensile strength influenced by the interaction of needling density and needling depth (The density of non-woven is 100 g/m^2)

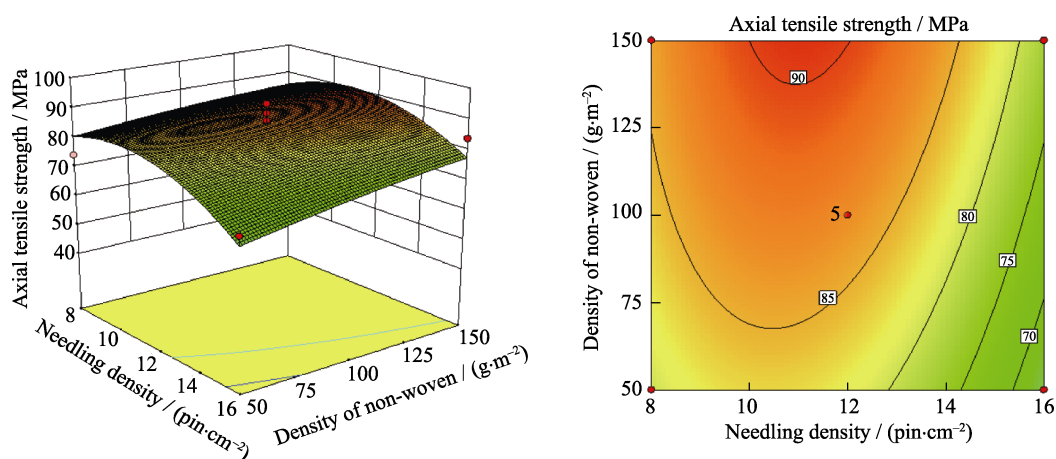


图 2 针刺密度、网胎面密度交互作用拉伸强度响应曲面及等高线图(针刺深度 13 mm)

Fig. 2 Response surface and contour of tensile strength influenced by the interaction of needling density and density of non-woven (The needling depth is 13 mm)

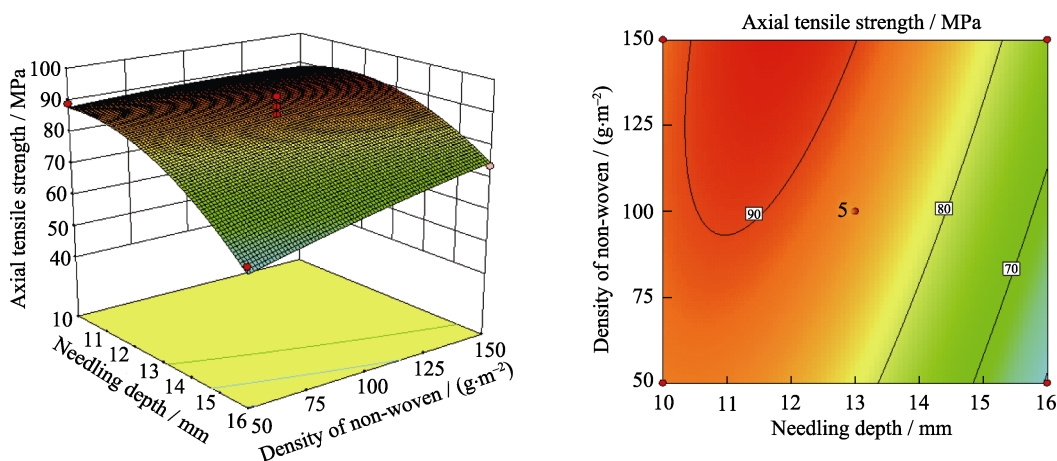


图 3 针刺深度、网胎面密度交互作用拉伸强度响应曲面及等高线图(针刺密度 12 pin/cm^2)

Fig. 3 Response surface and contour of tensile strength influenced by interaction of needling depth and density of non-woven (The needling density is 12 pin/cm^2)

分应力, 一般认为纤维体积分数越高则其 XY 向拉伸强度越高。由于在针刺预制体成型过程中, 引入 Z

向短纤维, 刺针会对 XY 向碳布纤维、XY 向网胎短纤维以及已经引入的 Z 向短纤维造成不同程度的损

伤, 纤维长度会降低, 导致预制体强度降低, 因此针刺成型参数在不同取值区间内对纤维缠结度、预制体密实度及纤维损伤影响程度决定了不同阶段拉伸强度随针刺参数的变化趋势。

图 2 为针刺深度恒定时, 针刺密度、网胎面密度交互作用下材料拉伸强度响应面及等高线图。图 2 表明, 针刺密度对拉伸强度的影响不是单一的, 这是由于预制体密实度与 XY 向碳纤维损伤两方面对拉伸强度不同影响趋势共同作用的结果。当针刺密度较小时, 针刺过程对纤维的损伤较小, 随着针刺密度的增加, Z 向纤维束数目提高, 纤维间缠结度与针刺预制体密实度相应提高, 这阶段密实度提高对拉伸强度的增强作用大于纤维损伤对拉伸强度的不利影响, 预制体拉伸强度总体呈现上升。当针刺密度继续增大到一定程度时, 一方面随着针孔数增多, 对 XY 向纤维的损伤加剧, XY 向纤维长度下降明显, 从而影响预制体的拉伸强度^[13-14]; 另一方面, Z 向纤维的损伤也会导致短纤维长度下降, 对短纤维的缠结度及针刺预制体的整体紧密度也有不利影响, 因此预制体拉伸强度总体呈现下降。

图 3 为针刺密度一定时针刺深度、网胎面密度交互作用下材料拉伸强度的响应面及等高线图, 可以看出, 针刺深度对拉伸强度的影响也不是单一的, 其变化仍然是针刺深度对预制体增强与损伤作用的综合结果, 并受刺穿各层的刺针钩槽的形状、大小和位置影响显著。针刺深度对拉伸强度增强作用主要体现在针刺深度增大, 引入的 Z 向纤维长度增大, 同时刺针上能够抓取短纤维的钩槽数增多, 相应引入的 Z 向纤维数增多, 从而提高纤维间缠结度, 针刺预制体密实度也相应提高, 对拉伸强度具有显著影响。

针刺深度增大对于 XY 向纤维的损伤与针刺密度不同。针刺密度的增加导致刺孔稳定增加, 对 XY 向纤维的损伤随之稳定增大, XY 向纤维长度随之稳定减小, 从而稳定影响拉伸强度, 在图 2 响应曲面图上呈现相对平缓的变化态势。针刺深度的增加对 XY 向纤维的损伤影响程度取决于刺穿单元层(一层无纬布与一层网胎构成一个单元层)的刺针钩槽的形状、大小和位置, 由于针刺是逐层进行, 针刺深度变化对 XY 向纤维的损伤度呈现如下特征: (1)在低于 11 mm 的针刺深度下, 参与抓取短纤维的刺针钩槽少且为定数(到一定深度, 下一组钩槽才参与), 引入的 Z 向纤维数及对纤维的损伤变化不大, 影响预制体密实度的主要为引入的 Z 向纤维长度, 因此预制体拉伸强度稳步增加; (2)在 11~13 mm 的针刺深度范围内, 随着针刺深度的增加, 参与抓取短纤

维的刺针钩槽数显著增多, 引入的 Z 向纤维数及对纤维的损伤度都会发生较大变化, 拉伸强度变化显著, 其变化的趋势起决于 Z 向纤维数增大引起预制体密实度提高与纤维损伤对拉伸强度共同作用。此阶段 Z 向纤维数随着钩槽的间断加入, 发生较为明显的增加, 有利于纤维缠结度、预制体密实度的提高, 另一方面由于针板上相邻刺针间纤维断裂损伤逐渐加大, 引入的 Z 向纤维长度变化将会出现反转, 导致纤维缠结度、预制体密实度的降低, 响应面上拉伸强度呈现先升后降的变化表明此阶段损伤逐步起主导作用。(3)在大于 13 mm 的针刺深度下, 刺针钩槽贯穿的单元层数相对增多, 相当于每个单元层实际受到的针刺次数增多, 相对于较低针刺深度, 其对纤维的损伤相当于针刺密度与针刺深度交互作用损伤的叠加, 对于拉伸强度的影响起到增大效应。

图 2 与图 3 对比结果表明, 针刺深度对拉伸强度的影响显著度比针刺密度高。尤其是当网胎面密度恒定时, 可引入的 Z 向纤维数受限, 针刺深度对 XY 向纤维损伤叠加会引起拉伸强度明显下降。图 3 中网胎面密度在较小的区间(50~75 g/cm²), 针刺深度增大至 13 mm 左右以上时, 拉伸强度开始陡然下降证实了这一变化。当网胎面密度在较高的区间(125~150 g/cm²), 针刺深度 14 mm 左右, 拉伸强度仍然缓慢下降, 这是由于较高的网胎面密度, 可引入的 Z 向纤维数相对增多, 对提高预制体密实度有利, 同时随网胎面密度的增加, 网胎本身的强度也相应增加, 提高了预制体与针刺 C/C 的拉伸强度, 缓解了纤维损伤所引起的针刺 C/C 拉伸强度的下降趋势, 使之变化趋于平缓。

图 2 和图 3 的对比结果进一步表明, 针刺密度与网胎面密度的交互作用、针刺深度与网胎面密度的交互作用对拉伸强度的影响趋势相同, 只是程度不同, 针刺深度与网胎面密度的交互作用相对显著, 较高的拉伸强度响应值都处于低针刺深度区域、低针刺密度区域、高网胎面密度区域。

2.3 优化与预测

表 3 为响应曲面回归方程拟合值与实际值的对照表, 最大相对误差 10.82%, 说明对于针刺 C/C 复合材料, 此模型的预测值较为准确。

基于式(2)求取参数范围内的极值和极值点得到表 4: 针刺密度为 11.17 pin/cm², 针刺深度为 11.79 mm 且网胎面密度为 150 g/m² 时, 拉伸强度最大, 达 91.87 MPa; 针刺密度为 16 pin/cm², 针刺深度为 16 mm 且网胎面密度为 50 g/m² 时, 拉伸强度最小, 达 42.31 MPa。

表 3 针刺 C/C 复合材料拉伸强度响应面拟合值
与实际值的对照表

Table 3 Comparison of the fitting values of the fitting
equation of response surface with the actual values

Actual value	Predicted value	Residual	Relative error
89.80	84.684375	5.115625	5.70%
72.83	76.939375	-4.114375	5.65%
70.96	66.845625	4.114375	5.80%
47.30	52.415625	-5.115625	10.82%
74.13	80.331875	-6.201875	8.37%
69.44	66.411875	3.028125	4.36%
82.73	85.753125	-3.028125	3.66%
83.70	77.498125	6.201875	7.41%
89.00	87.913750	1.086250	1.22%
61.46	59.372500	2.087500	3.40%
86.72	88.807500	-2.087500	2.41%
73.90	74.986250	-1.086250	1.47%
90.00	86.810000	3.190000	3.54%
87.56	86.810000	0.750000	0.86%
82.66	86.810000	-4.150000	5.02%
80.73	86.810000	-6.080000	7.53%
93.10	86.810000	6.290000	6.76%

表 4 拉伸强度取值范围
Table 4 Scope of tensile strength

	Needling density /(pin·cm ⁻²)	Needling depth/mm	Density of non-woven /(g·m ⁻²)	Tensile strength /MPa
Max	11.17	11.79	150.00	91.87
Min	16.00	16.00	50.00	42.31

表 5 拉伸强度优化结果
Table 5 Optimization results of tensile strength

Needling density /(pin·cm ⁻²)	Needling depth /mm	Density of non-woven /(g·m ⁻²)	Tensile strength/ MPa		Relative error
			Predictive value	Actual value	
11	12	50	86.72	83.53	3.68%
11	11	50	88.62	90.71	2.36%
12	11	50	87.69	85.23	2.28%
12	12	50	85.65	88.64	3.49%

在实际应用中，基于预制体成型工艺性，针刺密度和针刺深度取整数，并通常采用低网胎面密度，而且根据显著性分析，网胎面密度对拉伸强度影响为非显著，因此在表 4 中得出的针刺密度 11.17 pin/cm²、针刺深度为 11.79 mm 附近取整，并采用 50 g/m²网胎面密度，其结果如表 5。其中以针刺密度 11 pin/cm²、针刺深度 11 mm、网胎面密度 50 g/m²为工艺参数进行设计，对应预测值为 88.62 MPa，实际验证值为 90.71 MPa，相对误差 2.36%，工艺和性能都得到优化。

3 结论

1) 应用响应曲面法构建了针刺成型参数与针刺 C/C 复合材料拉伸强度的响应曲面模型，显著性分析表明，该模型的 $P = 0.0206$ ，失拟性检验无显著性差异(失拟度= 0.2027 > 0.05)，且复相关系数平方和(R -Squared)为 0.8695，拟合的模型能够反映试验结果，其预测值与实际值最大误差为 10.82%，可以较好地对针刺 C/C 复合材料拉伸强度进行分析和预测。

2) 针刺深度对拉伸强度有极显著的影响，针刺密度、针刺密度的二次项、针刺深度的二次项对拉伸强度有显著影响，针刺深度、针刺密度对拉伸强度的影响为先升后降，其变化趋势受刺针钩槽的影响较大。

3) 在本针刺参数取值范围内，拉伸强度的预测区间为 42.31~91.87 MPa，模型优化出的针刺成型参数为：针刺密度 11 pin/cm²、针刺深度 11 mm、网胎面密度 50 g/m²，相应拉伸强度预测值为 88.62 MPa，实际验证值为 90.71 MPa，相对误差 2.36%。

参考文献:

[1] FITZER E, MANOCHA L M. Carbon Reinforcements and Carbon/Carbon Composites. Germany: Springer-verlag Berlin Heidelberg GmbH&Co.K, 1998: 71-95.

[2] MOURITZ A P, BANNISTER M K, FALZON P J, *et al.* Review of applications for advanced three-dimensional fibre textile composites. *Composites: Part A*, 1999, **30**: 1445-1461.

[3] FAWCETT R, HORNICK J, BACKLUND D, *et al.* Advanced 3rd Stage Carbon-Carbon Exit Cone. AIAA 2008-4888, 2008.

[4] CHEN XIAO-MING, CHEN LI, ZHANG CHUN-YAN, *et al.* Three-dimensional needle-punching for composites - A review. *Composites: Part A*, 2016, **85**: 12-30.

[5] RUSSELL A ELLIS. Testing of Novoltex 3D Carbon-Carbon Integral Throat and Cones (ITECs). AIAA-88-3361, 1988.

[6] MONTAUDON M. Arine 5 Carbon-Carbon Nozzle Throat: Development Result. AIAA95-3016, 1995.

[7] BROQUERE B H. Carbon/Carbon Nozzle Exit Cones: SEP's Experience and New Development. AIAA97-2674, 1997.

[8] BOURY D, FILIPUZZI L. Sepcarb Materials For Solid Rocket Booster Nozzle Components. AIAA 01-3438, 2001.

[9] LACOMBE A, PICHON T, Lacostet M. 3D Novoltex and Naxeco Carbon-Carbon Nozzle Extensions: Matured, Industrial and Available Technologies to Reduce Programmatic and Technical Risks and to Increase Performance of Launcher Upper Stage Engines. AIAA 2008-5236, 2008.

[10] LACOMBE A, PICHON T, LACOSTET M. 3D Carbon-Carbon Composites are Revolutionizing Upper Stage Liquid Rocket Engine Performances by Allowing Introduction of Large Nozzle Extension. AIAA 2009-2678, 2009.

[11] SU JUN-MING, XIAO ZHI-CHAO, LIU YONG-QIONG, *et al.*

- Preparation and characterization of carbon/carbon aircraft brake materials with long service life and good frictional properties. *New Carbon Materials*, 2010, **25**(5): 329–334.
- [12] SU JUN-MING, ZHOU SHAO-JIAN, LI RUI-ZHEN, *et al.* A review of carbon-carbon composites for engineering applications. *New Carbon Materials*, 2015, **30**(2): 107–114.
- [13] LI FEI, LIU JIAN-JUN, CHENG WEN, *et al.* Effect of technology parameters on mechanical performances of C/C composites needling fabrication. *Carbon*, 2004, **(1)**: 25–27.
- [14] JI A-LIN, CUI HONG, LI HE-JUN, *et al.* Performance analysis of a carbon cloth/felt layer needled preform. *New Carbon Materials*. 2011, **26**(2): 11–18.
- [15] JI A-LIN, LI HE-JUN, CUI HONG, *et al.* Axial thermodynamic performance analysis of the different preform C/C composites. *Journal of Inorganic Materials*, 2010, **09**(25): 995–998.
- [16] ZHANG XIAO-HU, LI HE-JUN, HAO ZHI-BIAO, *et al.* Influence of needle-punching processing on mechanical properties of C/C composites reinforced by carbon cloth and carbon fiber net. *Journal of Inorganic Materials*. 2007, **22**(5): 963–967.
- [17] SU JUN-MING, CUI HONG, LI RUI-ZHEN, *et al.* The structure and property of new needle carbon cloth C/C composite. *New Carbon Materials*, 2000, **15**(2): 11–15.
- [18] 徐向宏, 何明珠. 试验设计与 Design-Expert、SPSS 应用. 北京: 科学出版社, 2010: 146–157.
- [19] GEORGIU S D, STYLIANOU S, AGGARWAL M. A class of composite designs for response surface methodology. *Computational Statistics and Data Analysis*, 2014, **71**: 1124–1133.
- [20] ADELEKE A O, LATIFF A B AZIZ A B, AL-GHEETHI A A, *et al.* Optimization of operating parameters of novel composite adsorbent for organic pollutants removal from POME using response surface methodology. *Chemosphere*, 2017, **174**: 232–242.
- [21] THAKRE A A, SONI S. Modeling of burr size in drilling of aluminum silicon carbide composites using response surface methodology. *Engineering Science and Technology*, 2016, **19**: 1199–1205.
- [22] BOROOJ M BAGHERY, SHOUSHARI M AHMAD, HAJI AMINODDIN, *et al.* Optimization of plasma treatment variables for the improvement of carbon fibres/epoxy composite performance by response surface methodology. *Composites Science and Technology*, 2016, **128**: 215–221.
- [23] XU YING, LI MING-LI, ZHAO XUAN-MIN, *et al.* The response curved surface regression analysis technique – the application of a new regression analysis technique in materials research. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2001, **30**(6): 428–432.