

## KD-II型碳化硅纤维热输运性质的实验研究

施徐国<sup>1</sup>, 李明远<sup>2</sup>, 马维刚<sup>1</sup>, 周新贵<sup>2</sup>, 张兴<sup>1</sup>

(1. 清华大学 工程力学系, 热科学与动力工程教育部重点实验室, 北京 100084; 2. 国防科技大学 新型陶瓷纤维及其复合材料重点实验室, 长沙 410073)

**摘要:** SiC 纤维是复合材料 SiC<sub>f</sub>/SiC 中的组分材料, 其力学性能已经得到实验验证, 但热学性能尚未见报道。本研究采用综合 T 型法测量了不同温度热处理的 KD-II 型 SiC 纤维在 80~300 K 温度范围内的电导率、热导率和塞贝克系数, 热处理温度分别为 1400、1500 和 1600℃。研究发现, 在实验设定的热处理温度范围内, SiC 纤维电导率不随热处理温度改变而改变, 但其热导率随热处理温度升高有显著的变化。在环境温度为 290 K 时, 1600℃ 热处理的 SiC 纤维热导率为 11.6 W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>, 比未热处理的材料提高了 42% 以上。

**关键词:** 碳化硅纤维; 热导率; 电导率

中图分类号: O482 文献标识码: A

## Experimental Study on Thermal Transport Property of KD-II SiC Fiber

SHI Xu-Guo<sup>1</sup>, LI Ming-Yuan<sup>2</sup>, MA Wei-Gang<sup>1</sup>, ZHOU Xin-Gui<sup>2</sup>, ZHANG Xing<sup>1</sup>

(1. Key Laboratory for Thermal Science and Power Engineering of Ministry of Education, Department of Engineering Mechanics, Tsinghua University, Beijing 100864, China; 2. Science and Technology on Advanced Ceramic Fiber and Composites Laboratory, National University of Defense Technology, Changsha 410073, China)

**Abstract:** SiC fiber is a component material of SiC<sub>f</sub>/SiC, its mechanical properties have been verified experimentally. In present work, the electrical conductivity, thermal conductivity and Seebeck coefficient of KD-II SiC fibers heat-treated at different temperatures were measured from 80 K to 300 K by a comprehensive T-type method. Heat treatment temperatures were 1400℃, 1500℃ and 1600℃, respectively. It is found that the electrical conductivity of SiC fiber does not change with the heat treatment temperature, however the thermal conductivity of SiC fiber is significantly enhanced as the heat treatment temperature increases. At the environment temperature of 290 K, the thermal conductivity of SiC fiber after heat-treated at 1600℃ is 11.6 W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>, which is 42% higher than that of unheated SiC fiber.

**Key words:** SiC fiber; thermal conductivity; electrical conductivity

连续 SiC 纤维增强碳化硅基陶瓷复合材料 (SiC<sub>f</sub>/SiC) 是一种具有良好力学性能和抗氧化性能的陶瓷基复合材料, 在核防护材料中具有重要的潜在应用价值。热导率对 SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料的应用有着重要的影响。SiC<sub>f</sub>/SiC 复合材料作为结构材料和功能材料时, 对其热导率的要求有所不同<sup>[1]</sup>: 结构

材料面临高热流传热的问题, 要求材料热导率尽可能高; 而起热绝缘作用的插件(功能材料)则要求材料热导率尽可能低。

目前, 商用复合材料在热导率方面存在不足<sup>[2]</sup>, 面向热导率约为 15 W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup>, 法向热导率为 9 W·m<sup>-1</sup>·K<sup>-1</sup><sup>[3]</sup>, 在高温和辐照条件下复合材料的法向热导率则更低,

收稿日期: 2017-09-02; 收到修改稿日期: 2017-10-19

基金项目: 国家自然科学基金重点项目(51327001) National Natural Science Foundation of China(51327001)

作者简介: 施徐国(1990-), 男, 博士研究生. E-mail: sxg12@mails.tsinghua.edu.cn

通讯作者: 张兴, 教授. E-mail: x-zhang@tsinghua.edu.cn

与工程应用要求( $20 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ )还有一定的差距。因此, 高热导率  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  材料的开发已成为国内外的研究热点。2002 年, Jones 等<sup>[4]</sup>提出了  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料热导率的 Hasselman-Johnson 估算模型, 模型中指出提高  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料热导率的三个途径: 提高基体热导率、提高纤维热导率和降低接触热阻。为了提高  $\text{SiC}_f/\text{SiC}$  复合材料热导率, 需要深入理解  $\text{SiC}$  纤维热导率随热处理温度的变化规律。

1978 年, Yajima 等<sup>[5]</sup>提出了以聚碳硅烷(Poly-carbosilane, PCS)为先驱体制备碳化硅纤维的方法, 先驱体转化法可以分为先驱体合成、先驱体熔融、纺丝和高温烧结四个步骤。先驱体制备碳化硅纤维历经了三代<sup>[6]</sup>。第一代碳化硅纤维的特点是成分中包含多余的碳和氧, 多余的氧形成了无定型的  $\text{Si-C-O}$  晶间相,  $\beta\text{-SiC}$  晶粒相的比例小, 发生氧化时, 其强度显著降低<sup>[7]</sup>。Nippon Carbon 公司生产的 Nicalon 和 Ube Industries 生产的 Tyranno Lox-M 纤维是第一代碳化硅纤维的代表。第二代碳化硅纤维的特点是氧含量低,  $\beta\text{-SiC}$  晶粒尺寸较大。与第一代纤维类似, 第二代碳化硅纤维依然呈无定型态。Nippon Carbon 公司生产的 Hi-Nicalon 和 Ube Industries 生产的 Tyranno Lox-E 纤维是第二代碳化硅纤维的代表。第三代碳化硅纤维的特点是近理想化学计量比, 进一步减少了纤维中的单相碳和氧。第三代碳化硅纤维的  $\beta\text{-SiC}$  晶粒尺寸更大, 约  $50\sim 200 \text{ nm}$ <sup>[8]</sup>。Nippon Carbon 公司生产的 Hi-Nicalon S 和 Ube Industries 生产的 Tyranno SA 纤维是第三代碳化硅纤维的代表。

KD 系列  $\text{SiC}$  纤维是由国防科技大学于 1985 年开始主导研究的系列  $\text{SiC}$  纤维, 目前已包含 KD-I 型、KD-II 型和 KD-S 型  $\text{SiC}$  纤维。其中 KD-II 型纤维的拉伸强度达  $3.0 \text{ GPa}$ , 拉伸模量达  $278 \text{ GPa}$ <sup>[9]</sup>, 达到日本同类产品的指标。但上述材料的典型热学特性(热导率)尚未研究。针对国防科技大学研制的 KD-II 型  $\text{SiC}$  纤维, 本工作测量其经  $1400^\circ\text{C}$ 、 $1500^\circ\text{C}$  和  $1600^\circ\text{C}$  热处理后纤维的电导率、热导率和塞贝克系数。

## 1 实验测量原理

$\text{SiC}$  纤维的电导率、热导率和塞贝克系数用综合 T 型法测量。综合 T 型法中的待测线以 T 型搭接与热线传感器相连, 如图 1 所示。T 型搭接包含以下特点: 在基底上有 6 个与基底绝缘且彼此绝缘的电极, 这些电极与基底导热良好且热容远大于热线和待测线, 因此可以看作温度等于环境温度的热沉。以铂为材料的热线横跨在 4 个电极间, 悬浮于基底

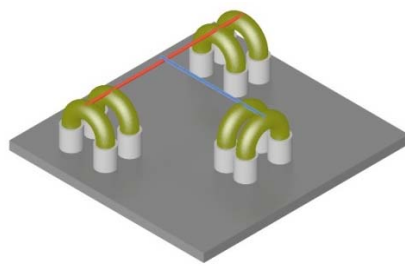


图 1 T 型搭接示意图

Fig. 1 Schematic diagram of T-type assembling

之上; 待测线一端与两个电极相连, 一端搭接与热线中点位置。在热线左侧的两个电极称为热线的正极, 而热线右侧的两个电极称为热线的负极。T 型搭接是四线制 T 型法、直流 T 型法和赛贝克 T 型法的基础, 实现了对同一个样品一次搭接无需转移即可实现综合测量。

(1) 四线制 T 型法, 即在 T 型搭接的基础上, 使用四线制测量待测线的电阻, 再结合待测线的尺寸, 计算待测线的电导率。待测线电阻  $R_f$  可以表示为测量的电压和电流线性拟合的斜率  $R_f = \text{slop}(I, U)$ , 待测线电导率  $\sigma_f$  可以表示为  $\sigma_f = l_f / (A_f R_f)$ 。其中  $l_f$  表示  $\text{SiC}$  纤维的长度,  $A_f$  表示  $\text{SiC}$  纤维的截面积。

(2) 直流 T 型法, 也称作稳态热线法, 是一种测量一维材料热导率的电学测量方法。直流 T 型法最初由 Zhang 等<sup>[10]</sup>提出, 用于测量单根碳纤维的热导率。直流 T 型法包含一根作为传感器的热线和一根样品线, 它的基本测量过程包括以下 4 步: a) 搭接样品。将热线与样品 T 型搭接后放置于气压小于  $10^{-4} \text{ Pa}$ 、温度波动小于  $0.1 \text{ K}$  的真空恒温槽内; b) 测量。在热线两端通直流电, 通过测量热线电阻与热线加热功率的关系, 计算热线-待测线系统的总热阻  $k = \text{slop}(P, R) / (\beta_{273.15} R_{273.15})$ ; c) 标定。取下待测线后重复步骤 b, 标定热线系统的热阻  $k_0 = \text{slop}(P_0, R_0) / (\beta_{273.15} R_{273.15})$ ; d) 计算测量结果。在准一维有内热源的稳态导热模型的基础上对比步骤 b 与步骤 c 的结果, 计算待测线的热导率。待测线的热导率  $\lambda_f$  可以表达为:

$$\lambda_f = \frac{l_f A_h}{l_h A_f \left( \frac{3}{16} \frac{1}{1 - k/k_0} - \frac{1}{4} \right)} \lambda_h \quad (1)$$

其中,  $l_h$  表示热线的长度,  $A_h$  表示热线的截面积,  $l_f$  表示  $\text{SiC}$  纤维的长度,  $A_f$  表示  $\text{SiC}$  纤维的截面积。

(3) 交流加热-直流探测 T 型法是由 Miao 等<sup>[11]</sup>在直流 T 型法的基础上提出的一种测量待测线塞贝克系数的方法。交流加热是指在热线两端加载正弦

交流电  $I_0 \sin(\omega t)$ , 此时在热线温升分布包含一个谐波分量与一个稳态分量, 可以表示为:

$$T_h(x_h) = T_{h,static}(x_h) + T_{h,harmonic}(x_h, t) \quad (2)$$

同理, 在热线与待测线的搭接点与待测线的热沉端之间的温升也可以分为谐波分量和稳态分量, 即:

$$\Delta T_f = \Delta T_{f,static} + \Delta T_{f,harmonic}(t) \quad (3)$$

求解热线的一维导热方程, 可以将节点稳态温升  $\Delta T_{f,static}$  表示为:

$$\Delta T_{f,static} = \frac{I_0^2 R_h l_h l_f}{4(A_f \lambda_f l_h + 4A_h \lambda_h l_f)} \quad (4)$$

其中,  $l_h$  表示热线的长度,  $A_h$  表示热线的截面积,  $\lambda_h$  表示热线热导率,  $R_h$  表示热线电阻,  $l_f$  表示 SiC 纤维的长度,  $A_f$  表示 SiC 纤维的截面积,  $\lambda_f$  表示 SiC 纤维热导率。温升的正弦分量引起了待测线两端塞贝克电势的正弦变化, 而温升的稳态分量引起了塞贝克电势的直流分量。通过直流电压表检测待测线两端的直流塞贝克电动势, 可以计算待测线的塞贝克系数  $S$  为:

$$S = -\frac{V_s}{\Delta T_{f,static}} \quad (5)$$

本工作采用光学显微镜和电动位移平台测量热线和样品的长度, 测量精度为  $0.5 \mu\text{m}$ , 对于  $30 \text{ mm}$  长的热线, 其相对不确定度小于  $2 \times 10^{-5}$ , 对于  $5 \text{ mm}$  长的样品, 其相对不确定度小于  $10^{-4}$ 。采用扫描电子显微镜测量样品直径, 测量精度为  $10 \text{ nm}$ , 对于  $12 \mu\text{m}$  直径的样品, 其相对不确定度小于  $10^{-3}$ 。

根据本研究的测试回路, 四线制 T 型法测量待测线电导率的计算公式可以进一步表示为:

$$\sigma_f = \frac{4l_f U_s}{\pi D_f^2 U_f R_s} \quad (6)$$

其中  $U_f$  为待测线两端电压,  $U_s$  为标准电阻两端电压,  $l_f$  为待测线长度,  $D_f$  为待测线直径,  $R_s$  为标准电阻阻值。本研究使用两台 Keithley 2002 作为电压表, 其不确定度的表达式为:  $\delta U = \pm(\alpha \times U_m + \beta \times U_r)/1000000$ , 其中  $U_m$  表示电压测量值,  $U_r$  表示电压表量程。以典型情况为例, 电压表量程选取为  $200 \text{ mV}$ , 实测电压值为  $100 \text{ mV}$ , 此时电压表不确定度为  $\delta U = 0.0043 \text{ mV}$ , 相对不确定度小于  $5 \times 10^{-5}$ 。标准电阻型号为 YOKOYAWA 2792, 其相对不确定度小于  $3 \times 10^{-3}$ 。根据电导率误差传递公式, 测量 SiC 纤维电导率的相对不确定度小于  $0.2\%$ 。

直流 T 型法中测量系统的总热阻的表达式为:

$$k = \frac{P}{R\beta_{273.15}R_{273.15}} \quad (7)$$

其中,  $P$  为热线两端加热功率, 测量相对不确定度小于  $8 \times 10^{-5}$ 。  $R$  为热线电阻, 测量相对不确定度小于  $8 \times 10^{-5}$ 。  $\beta_{273.15}$  为热线在环境温度为  $273.15 \text{ K}$  下的电阻温度系数,  $R_{273.15}$  为热线在环境温度为  $273.15 \text{ K}$  下的热线电阻, 测量相对不确定度小于  $8 \times 10^{-5}$ 。根据误差传递公式, 测量系统的总热阻  $k$  的相对不确定度小于  $10^{-4}$ , 结合公式(1), 可以得到测量 SiC 纤维热导率的相对不确定度小于  $1\%$ 。

塞贝克 T 型法中, 测量交流电压均方根使用 NI-PXI-5922, 其相对不确定度为  $0.06\%$ , 测量赛贝克电势采用 Keithley 2002, 其相对不确定度小于  $5 \times 10^{-5}$ 。SiC 热导率  $\lambda_f$  使用直流 T 型法的测量结果, 其相对不确定度小于  $1\%$ , 因此测量 SiC 赛贝克系数的相对不确定度小于  $1\%$ 。

## 2 结果与讨论

实验测量了 3 种热处理温度和未进行热处理的 KD-II 型 SiC 材料的电导率、热导率和塞贝克系数。热处理在氩气中进行, 热处理温度分别为  $1400^\circ\text{C}$ 、 $1500^\circ\text{C}$  和  $1600^\circ\text{C}$ 。热处理升温速率为  $300^\circ\text{C/h}$ , 达到设定温度后保持恒温  $1 \text{ h}$ 。热处理的三种样品和未热处理的样品的尺寸信息如表 1 所示。

### 2.1 KD-II 型 SiC 纤维的电导率

SiC 纤维的电导率采用综合 T 型法中的四线制 T 型法测量。图 2 是环境温度在  $80\sim 290 \text{ K}$  范围内, 未进行热处理以及经  $1400$ 、 $1500$  和  $1600^\circ\text{C}$  热处理的 KD-II 型 SiC 纤维的电导率。由图 2 可见, 四种条件下 SiC 纤维的电导率均随环境温度升高而增大, 但热处理温度对电导率没有影响。文献[12-15]发现 SiC 纤维在空气中进行热处理时, SiC 纤维的电导率会显著增加; 而本研究的 SiC 纤维在氩气中进行的热处理, 其电导率和文献报道有很大差别。

表 1 不同温度热处理的 SiC 纤维的尺寸信息  
Table 1 Size details of SiC fibers heat-treated at different temperatures

Heat treatment temperature	Diameter/ $\mu\text{m}$	Number of fibers	Length/mm
Unheated	12.00	130	5.31
$1400^\circ\text{C}$	12.00	122	5.22
$1500^\circ\text{C}$	12.00	152	4.83
$1600^\circ\text{C}$	12.00	91	5.62

## 2.2 KD-II 型 SiC 纤维的热导率

SiC 纤维的热导率采用综合 T 型法中的直流 T 型法测量。图 3 是环境温度在 80~290 K 范围内, 未进行热处理以及经 1400、1500 和 1600℃ 热处理的 KD-II 型 SiC 纤维的热导率。由图 3 可见, 4 种条件下的 SiC 纤维的热导率均随着环境温度升高而增大。同时, 热处理后的 SiC 纤维的热导率随热处理温度的升高而增大。在环境温度为 290 K 时, 未热处理的 SiC 纤维的热导率为  $8.0 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ; 经 1400、1500、1600℃ 热处理的 SiC 纤维的热导率分别为 8.1、9.3 和  $11.6 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ , 其中 1600℃ 热处理的 SiC 纤维的热导率比未热处理时的 SiC 纤维的热导率提高了 42%。

为了分析 SiC 纤维热导率随热处理温度显著变化的原因, 本文分析了平均  $\beta$ -SiC 尺寸与 SiC 纤维热导率之间的关系。Scherrer 公式<sup>[16]</sup>指出, XRD 谱图中的半峰宽  $B$  可以表示为  $B = K\lambda / (L \cos \chi/2)$ , 其中  $K$  是一个常数,  $K = 2(\ln 2 / \pi)^{1/2} \approx 0.93$ ,  $\lambda$  是

X 射线的波长,  $L$  是晶粒尺寸,  $\chi/2$  是布拉格角度。

根据 Scherrer 公式, KD-II 型纤维的  $\beta$ -SiC 的尺寸可以根据 XRD 图谱中(111)、(220)和(311)晶面对应的峰位计算得到。KD-II 型 SiC 纤维中主要物相为  $\beta$ -SiC, 但当热处理温度超过 1600℃ 时, 会出现  $\alpha$ -SiC 相<sup>[9]</sup>。对比本研究测量的 KD-II 型 SiC 纤维的热导率与文献<sup>[17]</sup>中 Tyranno-SA 型 SiC 纤维的热导率, 可以发现,  $\beta$ -SiC 平均尺寸每增加 1 nm, SiC 纤维的热导率平均增加  $1.6 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ , 结果如图 4 所示。

## 2.3 KD-II 型 SiC 纤维的塞贝克系数

SiC 纤维的塞贝克系数采用综合 T 型法中的交流加热-直流探测 T 型法测量。图 5 是环境温度在 80~290 K 范围内, 未进行热处理以及经 1400、1500 和 1600℃ 热处理的 KD-II 型 SiC 纤维的塞贝克系数。当热处理温度在 1500℃ 以下时, SiC 纤维的塞贝克系数随环境温度和热处理温度的升高而降低。当热处理温度为 1600℃ 时, SiC 纤维的塞贝克系数几乎不随环境温度变化。

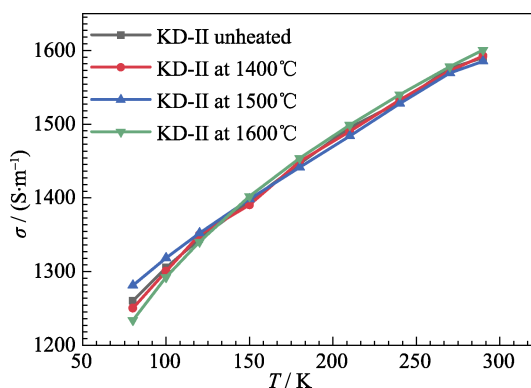


图2 SiC 纤维的电导率随环境温度的变化曲线  
Fig. 2 Change of electrical conductivity of SiC fibers with environment temperature

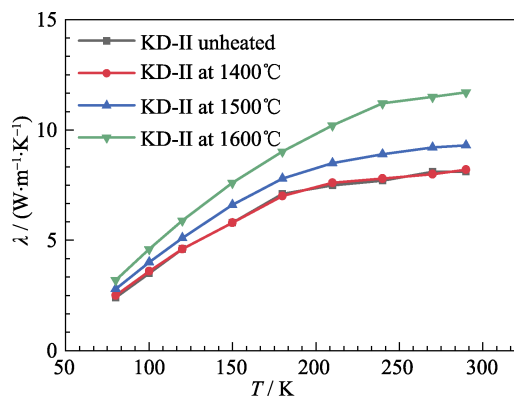


图3 SiC 纤维的热导率随环境温度的变化曲线  
Fig. 3 Change of thermal conductivity of SiC fibers with environment temperature

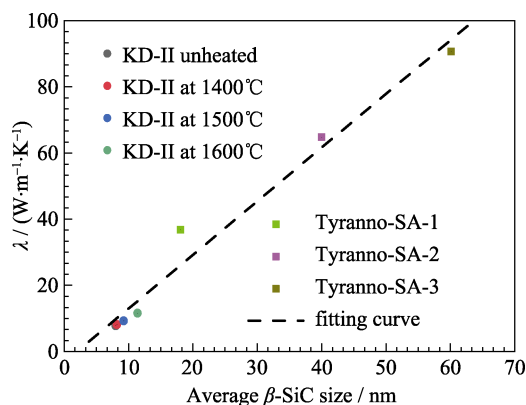


图4 SiC 纤维的热导率随平均  $\beta$ -SiC 尺寸的变化曲线  
Fig. 4 Change of thermal conductivity of SiC fibers with size of average  $\beta$ -SiC

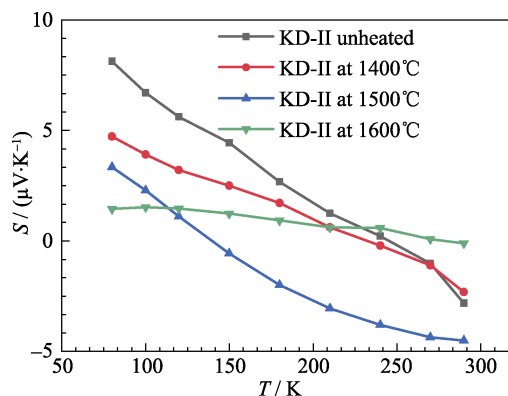


图5 SiC 纤维的塞贝克系数随环境温度的变化曲线  
Fig. 5 Seebeck coefficient of SiC fibers varies with environment temperature increasing

### 3 结论

实验测量了未经热处理以及经 1400、1500 和 1600℃ 热处理的 KD-II 型 SiC 纤维的电导率、热导率和塞贝克系数, 所得结论如下:

1) 4 种条件下的 SiC 纤维的电导率没有明显变化, 这是由于热处理的气氛为氩气, 没有发生氧化反应。

2) 1400℃ 热处理的 SiC 纤维的热导率与未热处理的 SiC 纤维的热导率相比, 没有明显变化。当热处理温度进一步升高时, SiC 纤维的热导率有显著提高。当热处理温度为 1500℃ 时, SiC 纤维的热导率比未热处理的 SiC 纤维的热导率提高了 42%, 这是由于升高热处理温度能够增加 SiC 纤维中的  $\beta$ -SiC 的尺寸。

3) 热处理温度在 1500℃ 以下时, SiC 纤维的塞贝克系数随环境温度和热处理温度的升高而降低; 当热处理温度为 1600℃ 时, SiC 纤维的塞贝克系数几乎不随环境温度变化。

### 参考文献:

- [1] WU YI-CAN, WANG WEI-HUA, LIU SONG-LIN, *et al.* The dual functional lithium lead test blanket module and the testing strategy for ITER. *Chinese Journal of Nuclear Science and Engineering*, 2005, **25**(4): 347–360.
- [2] RICCARDI B, GIANCARLI L, HASEGAWA A, *et al.* Issues and advances in SiC/SiC composites development for fusion reactors. *Journal of Nuclear Materials*, 2004, **329**: 56–65.
- [3] RAFFRAY A, JONES R, AIELLO G, *et al.* Design and material issues for high performance SiC/SiC-based fusion power cores. *Fusion Engineering and Design*, 2001, **55**(1): 55–95.
- [4] JONES R H, GIANCARLI L, HASEGAWA A, *et al.* Promise and challenges of SiC/SiC composites for fusion energy applications. *Journal of Nuclear Materials*, 2002, **307**: 1057–1072.
- [5] YAJIMA S, HASEGAWA Y, HAYASHI J, *et al.* Synthesis of continuous silicon carbide fibre with high tensile strength and high young's modulus. *Journal of Materials Science*, 1978, **13**(12): 2569–2576.
- [6] BUNSELL A R, PIANT A. A review of the development of three generations of small diameter silicon carbide fibres. *Journal of Materials Science*, 2006, **41**(3): 823–839.
- [7] MAH T, HECHT N, MCCULLUM D, *et al.* Thermal stability of SiC fibres (nicalon®). *Journal of Materials Science*, 1984, **19**(4): 1191–1201.
- [8] YUN H M, DICARLO J A. Comparison of the Tensile, Creep, and Rupture Strength Properties of Stoichiometric SiC Fibers. Proceedings of the 23rd Annual Conference on Composites, Materials and Structures, 1999, **20**: 259–72.
- [9] CAO S, WANG J, WANG H. Effect of heat treatment on the microstructure and tensile strength of KD-II SiC fibers. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, **673**: 55–62.
- [10] ZHANG X, FUJIWARA S, FUJII M. Measurements of thermal conductivity and electrical conductivity of a single carbon fiber. *International Journal of Thermophysics*, 2000, **21**(4): 965–980.
- [11] MIAO T, MA W, ZHANG X. Ac heating–dc detecting method for seebeck coefficient measurement of the thermoelectric micro/nano devices. *Journal of Vacuum Science & Technology B, Nanotechnology and Microelectronics: Materials, Processing, Measurement, and Phenomena*, 2012, **30**(5): 051804.
- [12] SHIMODA K, COLIN C. Thermo-physical, -mechanical, and electrical behaviors of ion-irradiated tyranno-sa SiC fibers at high temperatures (1473 K). *Journal of Nuclear Materials*, 2013, **442**(1): S376–S379.
- [13] SHIMODA K, COLIN C. Longitudinal dilation behavior of ion-irradiated tyranno-sa SiC fibers at elevated-temperatures. *Journal of Nuclear Materials*, 2012, **429**(1): 298–304.
- [14] SMITH C, MORSCHLER G. Determination of silicon carbide fiber electrical resistivity at elevated temperature. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 2017, **14**(2): 228–235.
- [15] ZU M, ZOU S M, HAN S, *et al.* Effects of heat treatment on the microstructures and properties of KD-I SiC fibres. *Materials Research Innovations*, 2015, **19**(sup1): 437–441.
- [16] PATERSON A. The scherrer formula for x-ray particle size determination. *Physical review*, 1939, **56**(10): 978.
- [17] NAKAYASU T, SATO M, YAMAMURA T, *et al.* Recent Advancement of Tyranno/SiC Composites r&d. 23rd Annual Conference on Composites, Advanced Ceramics, Materials, and Structures: B: Ceramic Engineering and Science Proceedings, 1999, **20**(4): 301–308.