

高温热处理对国产 KD-SA 型 SiC 纤维 组成结构与力学性能的影响

吴爽, 苟燕子, 王永寿, 宋曲之, 张庆雨, 王应德

(国防科技大学 空天科学学院, 新型陶瓷纤维及其复合材料重点实验室, 长沙 410073)

摘要: 高结晶近化学计量比 SA 型 SiC 纤维以其优异的耐温性, 在新一代航空发动机和高超声速飞行器等领域得到广泛应用。对比国产第二代 SiC 纤维(F-II), 本工作研究了第三代 SA 型 SiC 纤维(F-III)高温热处理前后的微观结构演变和拉伸强度及断裂行为。结果表明, F-III 纤维主要由 β -SiC 晶粒(~ 200 nm)和少量游离碳组成, F-II 纤维则由 β -SiC 晶粒(~ 5 nm)、游离碳和 SiC_xO_y 无定形相组成。与 F-II 纤维相比, F-III 纤维具有更大的晶粒尺寸与孔隙, 室温下的拉伸强度较低。但经 1800°C 热处理后, F-III 纤维结构和强度基本保持不变, 而 F-II 纤维由于发生了 SiC_xO_y 相的分解和晶粒长大, 强度明显降低。SA 型 SiC 纤维的耐高温性能优异, 可归因于纤维组成结构上的高结晶、大晶粒和低碳氧含量。

关键词: SiC 纤维; 高温热处理; 微观结构; 拉伸强度

中图分类号: TQ174 文献标志码: A

Effect of Heat Treatment on Composition, Microstructure and Mechanical Property of Domestic KD-SA SiC Fibers

WU Shuang, GOU Yanzi, WANG Yongshou, SONG Quzhi, ZHANG Qingyu, WANG Yingde

(Science and Technology on Advanced Ceramic Fibers and Composites Laboratory, College of Aerospace Science and Engineering, National University of Defense Technology, Changsha 410073, China)

Abstract: Polycrystalline near stoichiometric SA type SiC fibers have a prospective application in the fields of the new generation aero engine and hypersonic vehicles due to their excellent temperature resistance. In this work, microstructure evolution, tensile strength as well as fracture behavior of the second-generation domestic F-II SiC and the third-generation SA (F-III) SiC fibers before and after heat treatment were studied. The results showed that F-III fiber was mainly composed of β -SiC grains (~ 200 nm) and a small amount of free carbon, while F-II fiber was composed of β -SiC grains (~ 5 nm), free carbon and amorphous SiC_xO_y phase. Compared with the F-II fiber, the F-III fiber showed lower tensile strength at room temperature, owing to their larger grain size and pores. However, after heat treatment at 1800°C , the structure and strength of F-III fiber remained almost unchanged, while the strength of F-II

收稿日期: 2022-09-19; 收到修改稿日期: 2022-11-10; 网络出版日期: 2022-11-16

基金项目: 国家自然科学基金(51772327); 湖南省自然科学基金面上项目(2022JJ30662); 科工局稳定支持科研项目(WDZC-20205500504, WDZC20215250507)

National Natural Science Foundation of China (51772327); Natural Science Foundation of Hunan Province (2022JJ30662); Fund of Industry for National Defence (WDZC20205500504, WDZC20215250507)

作者简介: 吴爽(1996-), 女, 博士研究生. E-mail: alanwu37@163.com

WU Shuang(1996-), female, PhD candidate. E-mail: alanwu37@163.com

通信作者: 苟燕子, 副研究员. E-mail: y.gou2012@hotmail.com; 王应德, 教授. E-mail: wangyingde@nudt.edu.cn

GOU Yanzi, associate professor. E-mail: y.gou2012@hotmail.com; WANG Yingde, professor. E-mail: wangyingde@nudt.edu.cn

fiber decreased sharply due to decomposition of SiC_xO_y phase and grain growth. The excellent high temperature resistance of SA type fiber could be attributed to high crystallinity, large grain size, low carbon and oxygen content in microstructure and composition.

Key words: SiC fibers; heat treatment; microstructure; tensile strength

随着航空航天工业的不断发展,飞行器热端部件的服役环境将更加严峻。以高推重比航空发动机为例,其发动机构件表面温度将达 $1700\text{ }^\circ\text{C}$,这对高温结构材料提出了更高的要求^[1]。连续 SiC 纤维增强的陶瓷基复合材料以其耐高温和抗氧化以及良好的机械性能,成为航空发动机、可重复使用运载器热防护系统热端部件的理想候选材料^[2-6]。因此, SiC 纤维是我国发展航空航天以及高技术武器装备的关键原材料之一。

在商业化的 SiC 纤维中,Hi-Nicalon 和 Hi-Nicalon S 纤维经过高于 $1500\text{ }^\circ\text{C}$ 的高温热处理后,由于纤维中无定形相分解以及晶粒长大,纤维拉伸强度会急剧下降^[7-10]。而 Tyranno SA 纤维兼具高结晶的微观结构和近化学计量比的元素组成,经 $1800\text{ }^\circ\text{C}$ 高温处理后仍然能够保持良好的稳定性,国内外研究者对其制备过程以及高温性能评价等开展了大量研究^[9-12]。

国产第三代 SA 型 SiC 纤维与 Tyranno SA 纤维的类型相同,国防科技大学突破了其关键制备技术并实现了小批量生产,牌号为 KD-SA 纤维^[13]。然而,针对国产 SA 型 SiC 纤维高温热处理前后组成结构以及性能变化的相关研究较少,相应的变化规律和机理仍然不清楚。为进一步深入研究国产 SA 型 SiC 纤维热处理前后组成结构与性能变化,本工作选用国产 KD-SA 型 SiC 纤维样品(命名为 F-III 纤维),同时以第二代 SiC 纤维样品(命名为 F-II 纤维)为对照组,在 $1800\text{ }^\circ\text{C}$ 分别保温处理 1 h,详细研究了热处理前后纤维的元素组成、微观结构和力学性能的变化,探讨组成结构的改变引起力学性能变化的原因,为进一步提高国产 SiC 纤维的综合性能提供指导。

1 实验方法

F-II 和 F-III SiC 纤维由本实验室生产,采用先驱体转化法制备,通过先驱体合成、熔融纺丝、不熔化、高温烧成等四大工序得到成品纤维,具体制备过程详见本课题组前期工作^[14]。两种纤维均在氩气气氛下 $1800\text{ }^\circ\text{C}$ 热处理 1 h,加热速率为 $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$,热处理后的纤维分别命名为 F-II- $1800\text{ }^\circ\text{C}$ 和 F-III- $1800\text{ }^\circ\text{C}$ 。

采用碱熔法测定纤维中的硅含量,碳/硫分析仪

EMIA-320V 和氧/氮分析仪 EMIA-820(Horiba)分别测定碳和氧含量,电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES, Thermo ICP 6300)分析铝含量。利用阿基米德原理测量纤维的密度。采用纤维单丝拉伸试验机(Testometrix Micro350)测量纤维的平均拉伸强度和弹性模量。采用 X 射线光电子能谱(XPS, Thermo ESCALAB 250Xi)分析纤维粉末样品的组成,X 射线衍射仪(XRD, Rigaku)表征纤维的晶体结构,激光共聚焦显微拉曼光谱仪(Raman, Renishaw inVia)对纤维进行拉曼光谱分析。使用配有能量色散光谱仪(EDS)的扫描电子显微镜(SEM, 日立 FEG S4800 和蔡司)表征纤维形貌。此外,利用 FEI Tecnai G2 F20 高分辨率显微镜分析纤维的微观结构。利用聚焦离子束(FIB, FEI Helios 600i)对 TEM 样品进行切片。

2 结果与讨论

2.1 纤维的元素组成与微观结构

纤维热处理前后的组成如表 1 所示,与 F-II 纤维相比, F-III 纤维的杂质氧含量更低($<0.1\%$, 质量分数),而且 C/Si 原子比更接近 SiC 的化学计量比。 $1800\text{ }^\circ\text{C}$ 热处理前后, F-III 纤维的成分几乎没有变化,而 F-II- $1800\text{ }^\circ\text{C}$ 纤维中氧含量明显下降(降低 46%)。热处理前后纤维的 Si2p XPS 谱图如图 1 所示, F-II 纤维中 Si 元素主要以 SiC、 SiO_2 和 SiC_xO_y 形式存在(图 1(a)),经 $1800\text{ }^\circ\text{C}$ 热处理后, F-II- $1800\text{ }^\circ\text{C}$ 纤维中

表 1 热处理前后 SiC 纤维的组成和基本性能
Table 1 Composition and general properties of SiC fibers before and after heat treatment

Parameter	F-II	F-II- $1800\text{ }^\circ\text{C}$	F-III	F-III- $1800\text{ }^\circ\text{C}$
C/Si	1.34	1.42	1.08	1.08
Al content/ (%, in mass)	/	/	<1.00	<1.00
O content/ (%, in mass)	0.98	0.53	0.07	0.05
Diameter/ μm	12.0	11.9	9.9	9.9
Density/ ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	2.72	2.66	3.08	3.09
Tensile strength/ GPa	2.7	0.9	1.8	1.8
Elastic modulus/GPa	260	207	372	366

Si 元素主要以 SiC 和 SiO₂ 形式存在(图 1(b)), F-III 和 F-III-1800 °C 纤维中的 Si 元素始终以 SiC 和 SiO₂ 的形式存在(图 1(c, d))。

图 2(a)为热处理前后纤维的 XRD 图谱, 四种纤维都主要由 β -SiC 相组成, 其中 F-III 纤维的结晶性明显优于 F-II 纤维。从 F-III、F-III-1800 °C 和 F-II-1800 °C SiC 纤维的 XRD 图谱中还观察到少量的 α -SiC 相。此外, 纤维中都存在少量的石墨相。为了进一步研究纤维热处理前后的游离碳, 对纤维进行了 Raman 分析(图 2(b)), 其 Raman 峰信息如表 2 所示。F-II 纤维的 D 和 G 峰的重叠表明 F-II 纤维的游离碳是无序的。热处理后的 F-II 纤维石墨化程度增加, 石墨微晶长大, 与 F-III 纤维中石墨微晶尺

寸度相近。F-III 纤维热处理前后石墨微晶尺寸无明显变化。

F-II 和 F-III 纤维的形貌如图 3 所示, 可以看到, F-II(图 3(a))和 F-III(图 3(i))纤维表面光滑。热处理后, F-II-1800 °C 纤维表面出现大量颗粒(图 3(d, f)), EDS 证实为 SiC 颗粒, 断口呈现皮芯结构(图 3(d, h)), 内部晶粒明显长大(图 3(g))。而 F-III 纤维热处理后表面仍保持光滑状态(图 3(m))。F-III 和 F-III-1800 °C 纤维的截面均由结构致密的 SiC 晶粒组成, 此外还可以观察到一些纳米孔(图 3(l, p))。

为了进一步研究纤维热处理前后的微观结构变化, 用 FIB 将 F-II、F-II-1800 °C 以及 F-III-1800 °C 纤维切片后进行 TEM 和 HRTEM 分析, 如图 4 所示。

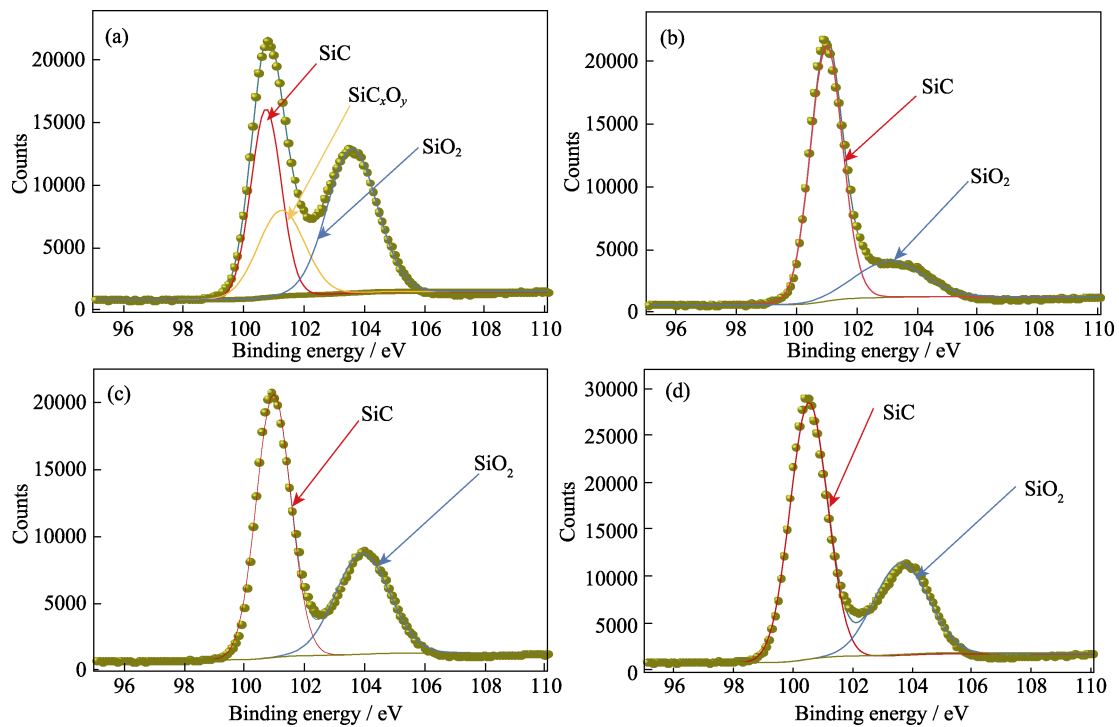


图 1 (a)F-II, (b)F-II-1800 °C、(c)F-III 和(d)F-III-1800 °C 纤维的 Si2p 的 XPS 图谱
Fig. 1 Si2p XPS spectra of (a) F-II, (b) F-II-1800 °C, (c)F-III, and (d)F-III-1800 °C fibers

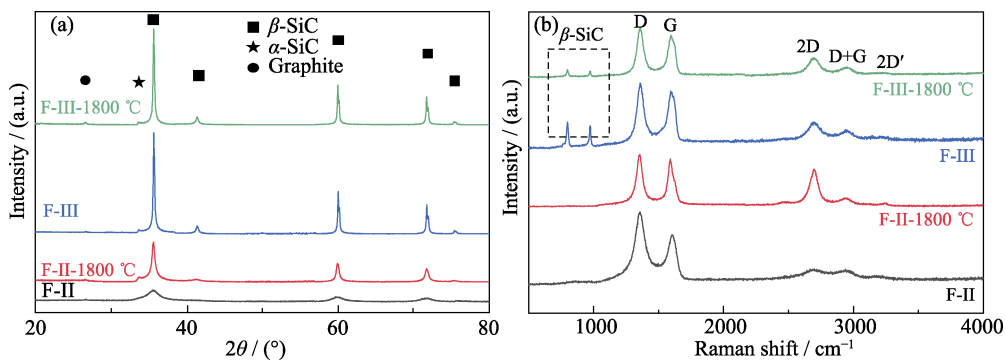


图 2 纤维的(a)XRD 图谱和(b)Raman 图谱
Fig. 2 (a) XRD patterns and (b) Raman spectra of SiC fibers

表 2 纤维中自由碳的拉曼峰信息

Table 2 Raman characteristics of free carbon phase of the fibers

Sample	D Band		G Band		I_D/I_G	L_a/nm
	Position/ cm^{-1}	FWHM	Position/ cm^{-1}	FWHM		
F-II	1356.3	112.5	1599.8	122.7	1.39	13.8
F-II-1800 °C	1351.3	59.9	1586.8	63.2	1.09	17.6
F-III	1352.9	79.9	1590.1	89.0	1.12	17.2
F-III-1800 °C	1354.3	64.9	1593.0	72.8	1.18	16.3

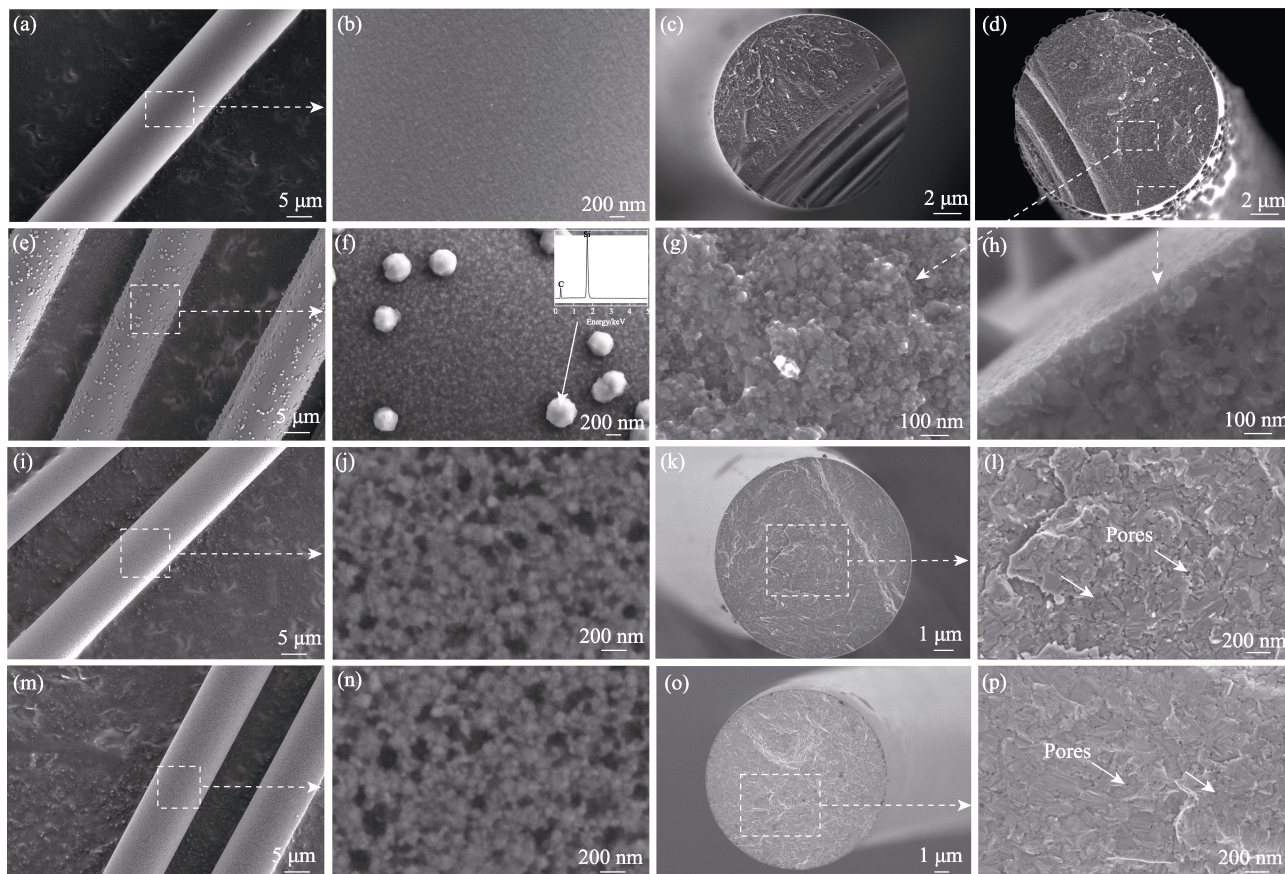


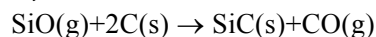
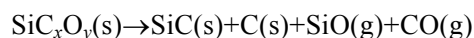
图 3 (a~c)F-II, (d~h)F-II-1800 °C, (i~l)F-III, and (m~p)F-III-1800 °C 纤维的 SEM 形貌照片
 Fig. 3 SEM morphologies of (a-c) F-II, (d-h) F-II-1800 °C, (i-l) F-III, and (m-p) F-III-1800 °C fibers

在 F-II 纤维中 Si、C、O 元素分布均匀(图 4(b~d)), 也可观察到少量的纳米孔。在图 4(e)中, F-II 纤维中 SiC 晶粒(~5 nm)被残余碳和无定形相包围。热处理后的 F-II-1800 °C 纤维中 SiC 晶粒明显长大(图 4(f)), 可以观察到部分碳元素的富集(图 4(g, h)), 从 HRTEM 中可以观察到 SiC 晶粒主要被石墨相包围(图 4(j)), 但看不到明显的无定形相。在 F-III-1800 °C 纤维中, 可以看到均匀分布的 Si、C、O 元素以及较大的纳米孔(如图 4(k~n)), 晶粒尺寸可达~200 nm(图 4(k))。HRTEM 照片中可以观察到 SiC 晶粒的层错, 但几乎没有看到无定形相(图 4(o))。此外, 在 F-III-1800 °C 纤维中, SiC 晶粒与孔隙的边缘可以明显看到附着生长的石墨(图 4(o))。F-II-1800 °C 纤维表面有富集的

C 元素。F-II-1800 °C 纤维中 SiC 晶粒尺寸沿径向从外到内逐渐减小(图 5(a, b)), 靠近表面的晶粒可达~100 nm, 并且可以在孔隙中观察到有序的石墨(图 5(d))。

2.2 纤维的组成与结构演变

由以上分析可知, F-II 纤维主要由 β -SiC、游离碳和少量 SiC_xO_y 无定形相组成。但 SiC_xO_y 相在高温下不稳定, 主要发生如下反应^[7-10]。



SiC_xO_y 相分解是 F-II 纤维热处理过程中晶粒生长的一个重要因素(图 1)。由于 SiC_xO_y 相是从纤维表面分解到芯部, 因此靠近纤维表面的 SiC 晶粒

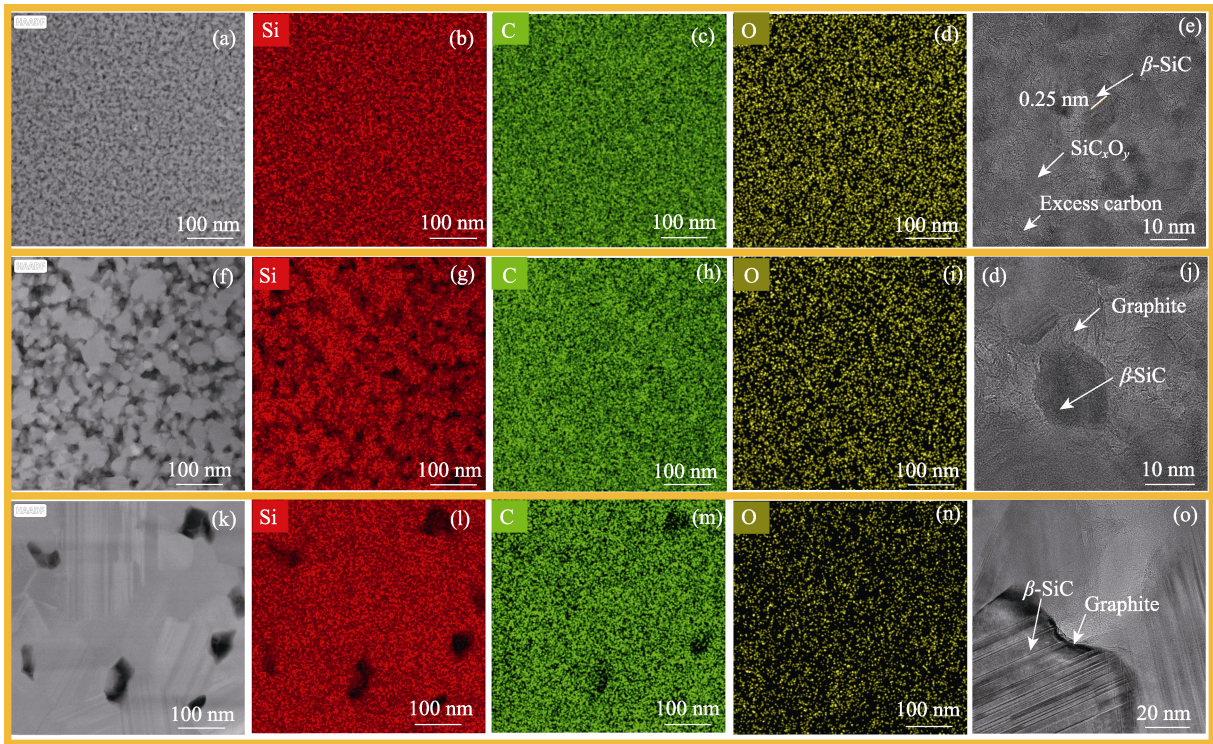


图 4 (a~e) F-II、(f~j) F-II-1800 °C 和(k~o) F-III-1800 °C 纤维的 TEM 和 HRTEM 照片

Fig. 4 TEM and HRTEM images of (a-e) F-II fibers, (f-j) F-II-1800 °C fibers, and (k-o) F-III-1800 °C fibers

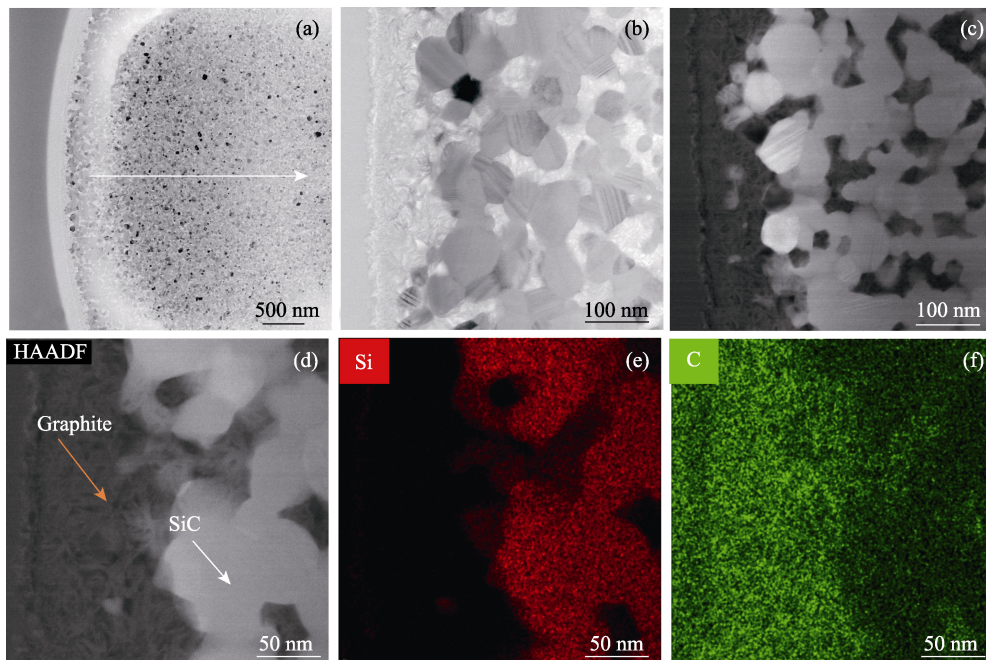


图 5 F-II-1800 °C 纤维的(a~c)TEM 照片及其(d~f)元素分析

Fig. 5 (a-c) TEM images and (d-f) elemental distributions of the F-II-1800 °C fibers

比靠近芯部的 SiC 晶粒大。F-II 纤维的 SiC 微晶被大量游离碳包围(图 5)。随着 SiC 晶粒的长大, 游离碳转化而成的石墨也随之长大。同时, 石墨也在一定程度上抑制了 SiC 晶粒的进一步生长^[15], F-II-1800 °C 的皮芯结构形成过程如图 6(a)示意。

实际上, F-III 纤维在制备过程中也发生了类似

的 SiC_xO_y 相的分解^[16]。但与 F-II SiC 纤维热处理过程不同的是, F-III 纤维先在制备过程中发生了 SiC_xO_y 相的分解从而及时消除了游离碳。在之后的高温(1800 °C 以上)烧结过程中, 没有大量石墨的抑制, SiC 晶粒可以长到更大的尺寸(~200 nm)。因此, 即使 F-II-1800 °C 纤维的 SiC 晶粒明显大于 F-II 纤

纤维的晶粒,但仍远小于 F-III 纤维中的晶粒尺寸。由于 F-III 纤维本身主要是由 β -SiC 大晶粒(~ 200 nm)和少量石墨组成,而且 F-III 纤维的制备温度在 1800 $^{\circ}\text{C}$ 以上,因此, 1800 $^{\circ}\text{C}$ 短时间热处理的热驱动力不足以使 F-III 纤维中 SiC 晶粒的二次生长,并且纤维中的 Al 原子占据 SiC 晶粒中的一些 Si 位,也抑制了 β -SiC 的进一步生长^[17-18]。此外, SiC 晶粒周围的少量石墨还会抑制其进一步生长。因此, F-III 纤维热处理前后的组成与结构几乎看不到明显差异,如图 6(b)所示。

2.3 纤维力学性能与断裂行为

两种纤维热处理前后的拉伸强度如表 1 所示,虽然 F-II 纤维的原始强度(2.7 GPa)高于 F-III 纤维(1.8 GPa)。但经 1800 $^{\circ}\text{C}$ 热处理后 F-II 纤维的平均强度为 0.9 GPa,保留率仅为 33%,而 F-III 纤维强度保持不变。显然,与 F-II 纤维相比, F-III 纤维在高温

下具有显著的优势。两种纤维热处理前后的代表性应力-应变曲线如图 7(a)所示。

热处理前后纤维的 Weibull 分布如图 7(b)所示, Weibull 模数 m 越大,拉伸强度的分散性越低,断裂越集中^[19]。其中, F-II 纤维具有较高的 m ,断裂集中。热处理使 F-II 纤维中 SiC_xO_y 相分解,在纤维中形成更多类型的缺陷,导致 m 较低,强度分布不均匀。F-III 纤维在热处理前后的 Weibull 分布近似。此外, F-II 和 F-III 纤维在低强度下都具有较高的 m ,这意味着在低强度纤维集中存在着类似的缺陷。

断口形貌可以在某种程度上直接反映纤维的断裂行为,为了进一步研究纤维的断裂行为,对纤维的断裂形貌进行观察。由于 F-III 纤维在热处理前后几乎无任何变化,所以仅研究 F-III 纤维的断口。如图 8(a)所示, F-II 纤维的断口呈现出镜面-雾化-羽毛区脆断形貌特征,断面高低起伏, F-III 纤维也

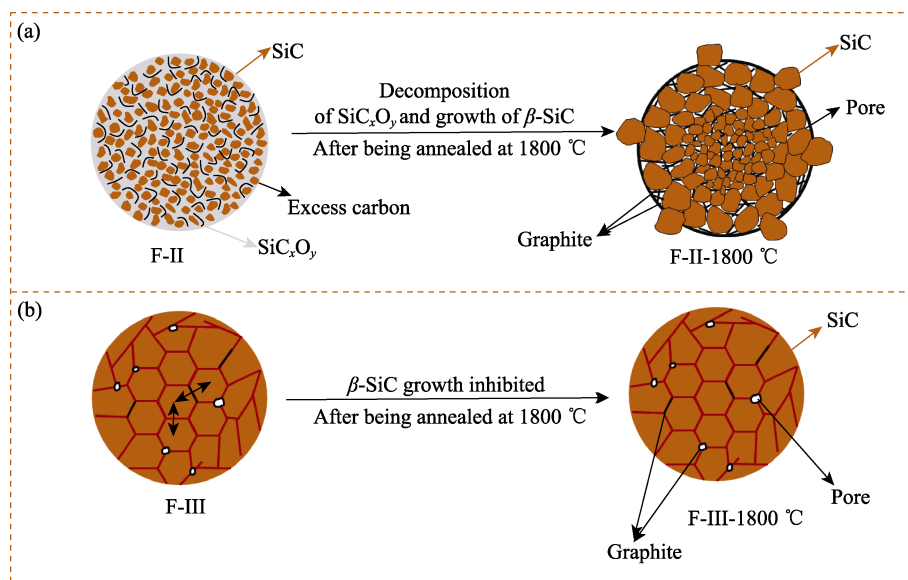


图 6 (a)F-II- 1800 $^{\circ}\text{C}$ 纤维皮芯结构示意图和(b)F-III 纤维热稳定性的示意图

Fig. 6 Schematic diagram of (a) formation process of skin-core structure of F-II- 1800 $^{\circ}\text{C}$ and (b) thermal stability of F-III fibers

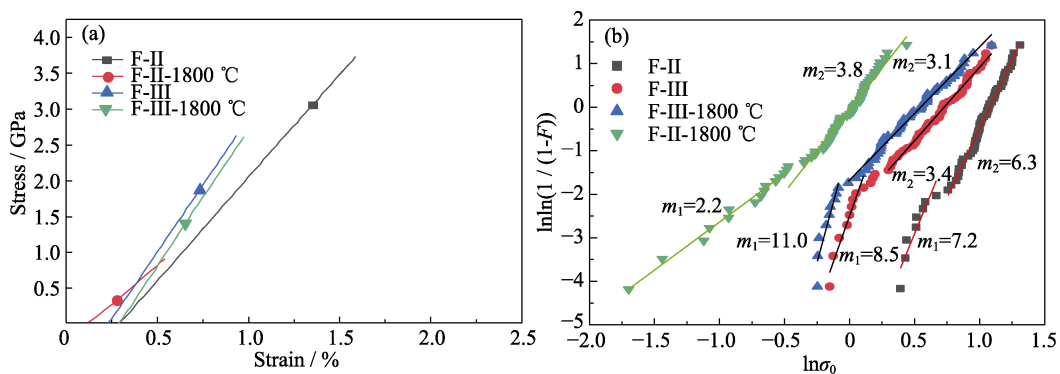


图 7 (a)纤维的应力-应变曲线和(b)Weibull 分布

Fig. 7 (a) Representative strain-stress curves and (b) Weibull plots of the fibers

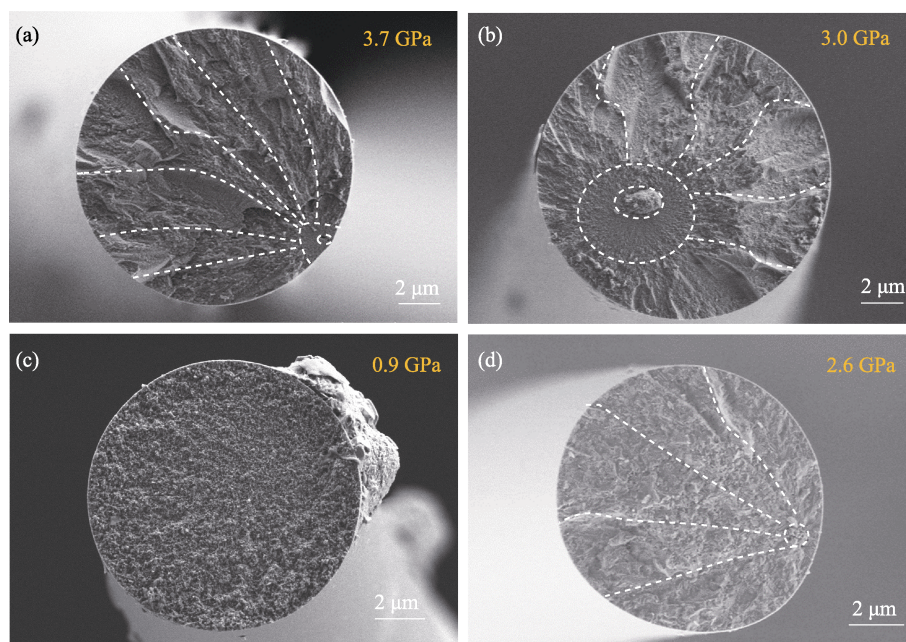


图8 (a, b)F-II、(c)F-II-1800℃和(d)F-III纤维的断口形貌照片

Fig. 8 Fracture morphologies of (a, b) F-II, (c) F-II-1800℃, and (d) F-III fibers

呈现明显起伏的断口(图8(d))。但在图8(c)中, F-II-1800℃纤维的断口平缓, 呈现明显的解理断裂特征^[20]。纤维断口表面越粗糙意味着裂纹面积越大, 需要的断裂能越多, 强度越高。据报道, SiC纤维的抗拉强度直接与临界缺陷尺寸有关^[21]。与F-III纤维相比, F-II纤维有更大的临界缺陷尺寸, 但拉伸强度更高(图8(b, d))。这可归因于F-II纤维的晶粒更细(~5 nm), 而细晶粒的应力集中效应小于粗晶粒的, 从而增大了断裂时裂纹扩展的阻力。此外, F-III纤维的孔隙也明显大于F-II纤维。对于F-II-1800℃纤维, 未观察到明显的缺陷源, 即使F-II-1800℃纤维的晶粒尺寸小于F-III纤维, 其抗拉强度仍低于F-III纤维。因此, 不能忽略纤维中孔隙的影响, 图4可明显观察到F-II-1800℃纤维中SiC_xO_y相分解留下的大量孔隙。并且石墨相阻碍SiC晶粒进一步长大致密化, 减少了应力承载区, 引起应力集中, 在外力作用下更容易形成裂纹发生断裂, 从而使其强度降低。F-II-1800℃纤维表面的大颗粒也是影响其强度的另一个因素^[22]。

3 结论

本工作对比研究了国产第二代SiC纤维(F-II)和第三代SA型SiC纤维(F-III)高温热处理前后的微观结构演变和拉伸强度及断裂行为。结果表明, F-III纤维主要由β-SiC晶粒(~200 nm)和少量游离碳组成, F-II纤维则由β-SiC晶粒(~5 nm)、游离碳和SiC_xO_y

无定形相组成, F-III纤维比F-II纤维具有更大的晶粒和孔隙。虽然F-III纤维的室温强度比F-II更低, 但经1800℃热处理后F-II纤维的强度保留率仅为33%, 而F-III纤维强度保持不变。F-II纤维在高温下性能急剧下降主要是由无定形相分解以及晶粒长大造成。而F-III纤维具有高结晶、大晶粒以及近化学计量比的组成, 基本不存在SiC_xO_y无定形相, 因而高温稳定性更好。

为进一步提高SA型纤维的室温力学性能和耐高温性能, 可重点从以下方面入手: 1)在不熔化阶段精确控制引入的氧含量, 为晶粒生长和碳氧含量的精准控制奠定基础; 2)通过工艺精准控制, 调控无定形相的分解速度, 实现纤维径向成分和结构梯度调控, 或引入合适的异质元素, 进一步减少纤维孔洞缺陷, 实现致密化, 从而提高纤维性能。

参考文献:

- [1] AN Q L, CHEN J, MING W W, *et al.* Machining of SiC ceramic matrix composites: a review. *Chinese Journal of Aeronautics*, 2021, **34(4)**: 540.
- [2] YUAN Q, SONG Y C. Research and development of continuous SiC fibers and SiC_f/SiC composites. *Journal of Inorganic Materials*, 2016, **31(11)**: 1157.
- [3] WANG P, WANG Q L, ZHANG X Y, *et al.* Oxidation behavior of SiC_f/SiC composites modified by layered-Y₂Si₂O₇ in wet oxygen environment. *Journal of Inorganic Materials*, 2019, **34(8)**: 904.
- [4] LÜ X X, JIANG Z Y, ZHOU Y R, *et al.* Effect of BN/SiC multilayered interphases on mechanical properties of SiC Fibers and minicomposites by PIP. *Journal of Inorganic Materials*, 2020, **35(10)**: 1099.

- [5] 刘虎, 杨金华, 焦健. 航空发动机用连续 SiC_f/SiC 复合材料制备工艺及应用前景. *航空制造技术*, 2017, **(16)**: 90.
- [6] WANG P, LIU F Q, WANG H, *et al.* A review of third generation SiC fibers and SiC_f/SiC composites. *Journal of Materials Science and Technology*, 2019, **35(12)**: 2743.
- [7] BUNSELL A R, PIANT A. A review of the development of three generations of small diameter silicon carbide fibres. *Journal of Materials Research*, 2016, **46(1)**: 335.
- [8] INCHIKAWA H. Polymer-derived ceramic fibers. *Annual Review of Materials Research*, 2016, **46(1)**: 335.
- [9] SHA J J, HINOKI T, KOHYAMA A. Microstructural characterization and fracture properties of SiC-based fibers annealed at elevated temperatures. *Journal of Materials Science*, 2007, **42(13)**: 5046.
- [10] SHA J J, NOZAWA T, PARK J S, *et al.* Effect of heat treatment on the tensile strength and creep resistance of advanced SiC fibers. *Journal of Nuclear Materials*, 2004, **329-333**: 592.
- [11] ISHIKAWA T, KOHTOKU Y, KUMAGAWA K, *et al.* High-strength alkali-resistant sintered SiC fibre stable to 2200 °C. *Nature*, 1998, **391(6669)**: 773.
- [12] HUGUST-GARCIA J, JANKOWIAK A, MIRO S, *et al.* Ion irradiation effects on third generation SiC fibers in elastic and inelastic energy loss regimes. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 2014, **327**: 93.
- [13] GOU Y Z, JIAN K, WANG H, *et al.* Fabrication of nearly stoichiometric polycrystalline SiC fibers with excellent high-temperature stability up to 1900 °C. *Journal of the American Ceramic Society*, 2018, **101(5)**: 2050.
- [14] 王军, 宋永才, 王浩, 等. 先驱体转化法制备碳化硅纤维. 北京: 科学出版社, 2018: 199–250.
- [15] CAO S Y, 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.
- [16] WANG P R, GOU Y Z, WANG H, *et al.* Revealing the formation mechanism of the skin-core structure in nearly stoichiometric polycrystalline SiC fibers. *Journal of the European Ceramic Society*, 2020, **40(6)**: 2295.
- [17] ZHANG Y, WU C L, WANG Y D, *et al.* A detailed study of the microstructure and thermal stability of typical SiC fibers. *Materials Characterization*, 2018, **146**: 91.
- [18] USUKAWA R, ISHIKAWA T. Effect of Al contained in polymer-derived SiC crystals on creating stable crystal grain boundaries. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 2021, **18(1)**: 6.
- [19] WEIBULL W, STOCKHOLM, SWEDEN. A statistical distribution function of wide applicability. *Journal of Applied Mechanics: Transactions of the ASME*, 1951, **18(3)**: 293.
- [20] 姚荣迁, 唐学原, 王艳艳, 等. Hi-Nicalon SiC 纤维高温热处理后的断裂机理研究. *金属热处理*, 2007**(8)**: 55.
- [21] ISHIKAWA T, ODA H. Defect control of SiC polycrystalline fiber synthesized from poly-aluminocarbosilane. *Journal of the European Ceramic Society*, 2016, **36(15)**: 3657.
- [22] CAO S Y, WANG J, WANG H. Formation mechanism of large SiC grains on SiC fiber surfaces during heat treatment. *CrystEngComm*, 2016, **18(20)**: 3674.