

纳米压痕技术表征 T800 碳纤维的弹性模量和硬度

张东生¹ 李新涛² 夏汇浩¹ 冯志海² 赵高文²

(1 中国科学院上海应用物理研究所,上海 201800)

(2 航天材料及工艺研究所,先进功能复合材料技术重点实验室,北京 100076)

文 摘 利用纳米压痕技术对 T800SC 碳纤维不同取向(纤维轴向与纳米压痕测试面成 θ 夹角)的弹性模量和硬度进行了测试,结合 Weibull 分布函数对 T800SC 碳纤维不同取向的弹性模量和硬度进行统计分析。结果表明:随着测试面与纤维轴向夹角的增大,T800SC 碳纤维的弹性模量和硬度逐渐增大。T800SC 碳纤维的弹性模量从平行纤维轴向时的 (15.84 ± 2.00) GPa 增加到垂直纤维轴向时的 (50.96 ± 5.73) GPa;T800SC 碳纤维的硬度从平行纤维轴向时的 (2.71 ± 0.51) GPa 增加到垂直纤维轴向时的 (5.24 ± 0.91) GPa。对于纤维不同取向的弹性模量,其 Weibull 模数在 9.0~10.5;对于纤维不同取向的硬度,其 Weibull 模数在 6.0~8.0。

关键词 纳米压痕,碳纤维,弹性模量,Weibull 分布,硬度

中图分类号:TB332

DOI:10.12044/j.issn.1007-2330.2017.04.018

Characterization of Elastic Modulus and Hardness of T800 Carbon Fiber Via Nanoindentation Technique

ZHANG Dongsheng¹ LI Xintao² XIA Huihao¹ FENG Zhihai² ZHAO Gaowen²

(1 Shanghai Institute of Applied Physics Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800)

(2 Science and Technology on Advanced Functional Composites Laboratory, Aerospace Research Institute of Materials & Processing Technology, Beijing 100076)

Abstract The elastic modulus and hardness of T800SC carbon fiber with different orientation respect to its axis direction were tested by nanoindentation, and the scatter in the data was treated in terms of the two-parameter Weibull statistical analysis. It is shown that with the increase of the intersection angle between the test plane and the axis direction, the elastic modulus and hardness of T800SC increase. When the intersection angle increases from 0° to 90° , the elastic modulus of T800SC rises to (50.96 ± 5.73) GPa from (15.84 ± 2.00) GPa, and the hardness increases from (2.71 ± 0.51) GPa to (5.24 ± 0.91) GPa. For the elastic modulus and hardness of T800SC carbon fiber with different orientation, the modulus of Weibull distribution ranges from 9.0 to 10.5 and from 6.0 to 8.0, respectively.

Key words Nanoindentation, Carbon fiber, Elastic modulus, Weibull distribution, Hardness

0 引言

纳米压痕技术作为一种优异的测试材料微小区域力学性能的方法,已广泛用于玻璃碳、石墨及富勒烯膜的性能表征^[1-4]。国内外学者已采用纳米/微米压痕方法对复合材料中的增强相碳纤维的性能开展了研究^[5-9]。对于 T800 级碳纤维的研究主要集中在微观结构及微观结构与性能相关性等方面^[10-17],关于 T800 级碳纤维弹性模量和硬度的研究却鲜见报道。本文采用纳米压痕技术系统研究了纤维不同取

向(纤维轴向与纳米压痕测试面成 θ 夹角, $0^\circ \leq \theta \leq 90^\circ$)的弹性模量和硬度。采用两参数 Weibull 分布函数对 T800SC 碳纤维的弹性模量和硬度进行统计分析,获得了 T800SC 碳纤维的特征弹性模量、硬度及 Weibull 模数,以期对 C/E 复合材料构件、部件的结构设计、分析、可靠性评价提供详尽的性能数据。

1 实验

1.1 试样准备

T800SC 碳纤维:直径 $5.3 \mu\text{m}$,密度 1.81 g/cm^3 ,

收稿日期:2016-10-20

第一作者简介:张东生,1983 年出生,博士,主要从事碳纤维、C/C 复合材料性能的研究工作。E-mail:zhangdongsheng@sinap.ac.cn

通信作者:李新涛,1979 年出生,博士,主要从事高性能 C/C 复合材料制备工艺与性能的研究工作。E-mail:xtlee99@tom.com

拉伸强度 5.88 GPa, 模量 294 GPa, 断裂伸长率 1.9%。经环氧树脂浸渍后连续通过自制挤压模具, 经加热固化后脱去模具获得直径 2 mm 的碳纤维棒, 将该棒固定在直径 10 mm 的铝质圆管中, 并在圆管内灌装环氧树脂(以芳香胺为固化剂), 常温固化 24

h。将镶嵌有碳纤维棒的铝质圆管进行机械切割。切割时, 刀具与质圆管轴线的夹角从 $0^\circ \sim 90^\circ$ 变化, 每隔 10° 切割一个试样, 以获得纤维不同取向的试样。具体制备流程如图 1 所示。

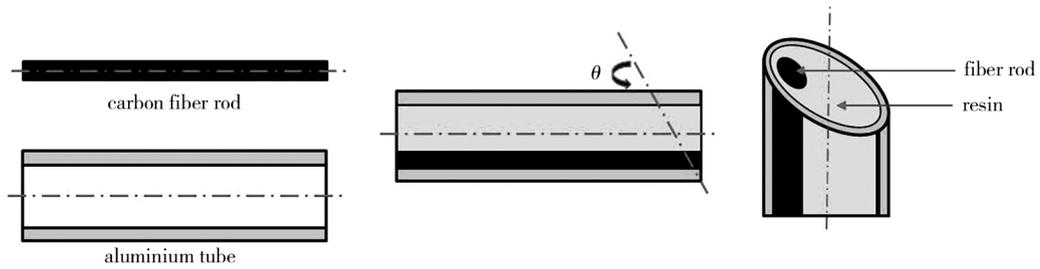


图 1 碳纤维不同取向试样的制备流程

Fig.1 Schematic diagram for preparing carbon fiber samples with different orientations

采用自动金相镶样机将切割后的试样镶嵌在树脂中, 制成尺寸为 $\Phi 30 \text{ mm} \times 35 \text{ mm}$ 的圆柱试样。将镶嵌后的试样置于自动抛磨机上, 顺序用 $400^\#$ 、 $800^\#$ 、 $2000^\#$ 金相砂纸研磨, 随后用 0.5 、 0.25 、 $0.05 \mu\text{m}$ 的氧化铝粉进行抛光处理。

1.2 实验方法

采用 ZEISS Imager. M2m 型光学显微镜对纤维不同取向的试样进行观察, 采用 Image J 软件对纤维截面面积进行计算。

采用美国 Agilent 公司的 G200 型纳米压痕仪对碳纤维进行纳米压痕测试。选用 Berkovich 三棱锥压头, 载荷系统分辨率为 50 nN , 位移分辨率为 0.01 nm 。测试时采用连续刚度测试方法 (CSM), 在加载过程中连续计算试样的接触刚度, 利用 Oliver-Pharr 模型获得试样弹性模量随测试位移的变化^[18]。CSM 法测试时应变速率为 $0.5/\text{s}$, 谐波位移和频率分别为 2 nm 和 45 Hz , 碳纤维的泊松比假设为 0.30 。通过纳米压痕测试获得 p - h 曲线、最大载荷 p_{max} 下的压痕位移 h_{max} 、卸载后由于弹性回复而残留的压痕位移 h_{max} , 借助 Oliver-Pharr 模型计算得到材料的弹性模量、硬度。纳米压痕测试时各测量参数示意图如图 2 所示。

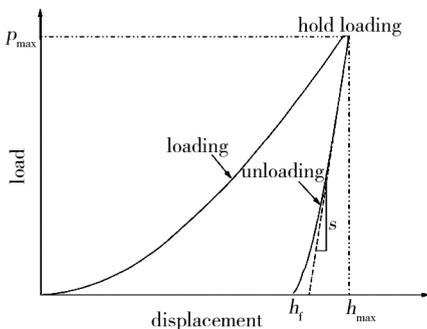


图 2 纳米压痕载荷-位移曲线

Fig.2 Load-displacement curve of nanoindentation

测试时将金相试样固定在样品台上, 通过光学显

微镜观察试样表面情况并进行定位, 压痕位移设定为 600 nm 。对于同一试样, 在试样上随机选取 45 个测试点。

采用两参数 Weibull 分布函数对纳米压痕测试结果进行统计分析。两参数 Weibull 分布函数可用下式表示:

$$p = 1 + \left(\frac{x}{x_0}\right)^m \quad (1)$$

式中, p 为失效概率; x 为试样实测性能; x_0 为尺度参数; m 为 Weibull 分布模数, 其值越高, 含缺陷越少, 强度分散性越小, 性能越稳定。

将测试结果按升序排列, 试样在 x_i 时发生失效的概率为

$$p = (i - 0.5) / N \quad (2)$$

则得到 N 个 (p_i, x_i) 数对, 将式 (1) 取两次对数变换为

$$\ln\left(\ln\frac{1}{1-p}\right) = m(\ln x - \ln x_0) \quad (3)$$

用最小二乘法对 N 个 (p_i, x_i) 数对按式 (3) 进行拟合处理, 可获得 Weibull 分布模数 m 值。

2 结果与讨论

2.1 不同取向碳纤维的光学图像

图 3 为碳纤维不同取向的截面光学图像。从每张图像中随机选取 15 根纤维, 计算其截面面积, 通过对比纤维不同取向的理论截面面积与实际测量截面面积, 考查试样制备时纤维取向角是否准确。图 3 (a) 随机选取的 15 根纤维的平均直径为 $(5.4 \pm 0.2) \mu\text{m}$, 与生产商的标称直径 ($5.3 \mu\text{m}$) 正偏差 2.21% 。从图 3 中可以看出, 当纤维与其轴向夹角从 90° 减小至 40° 时, 纤维截面面积的变化较小, 纤维截面基本为圆形; 当纤维与其轴向取向角从 30° 减小至 10° 时, 纤维截面面积明显增大, 纤维截面也从圆形逐渐转变为椭圆形。采用 Image J 软件, 在每张图片中随机选取 15 根纤维, 对其截面面积进行统计, 其结果如表 1 所示。

纤维不同取向时获得的纤维截面面积与理论面积非常接近,最大标准偏差在 10% 以内,可认为制备的纤维

不同取向金相试样满足实验设计要求,能够用于后续纳米压痕测试。

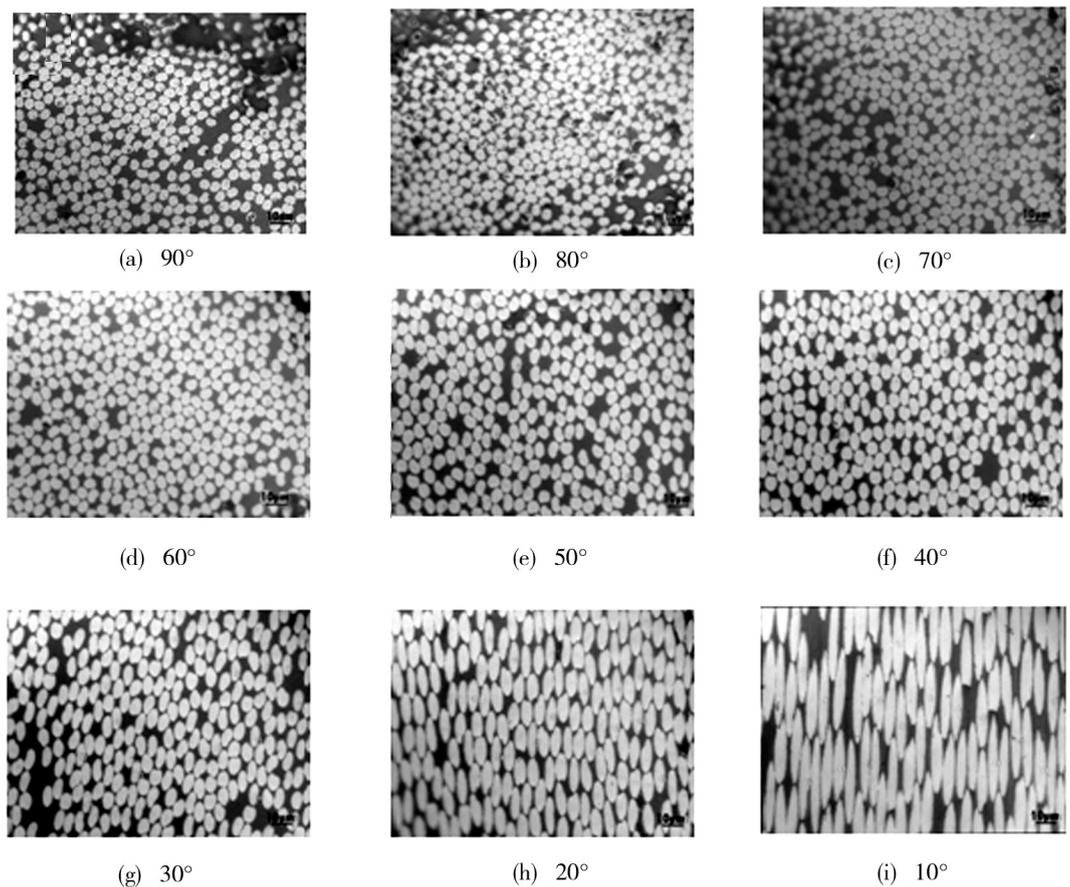


图 3 T800SC 碳纤维不同取向试样的光学图像

Fig. 3 Optical light images of T800SC carbon fiber with different orientations

表 1 T800SC 碳纤维不同取向截面的理论面积与实际面积的比较

Tab.1 Comparison between the theoretical and realistic cross-section area of T800SC carbon fiber with different orientations

| 取向角 / (°) | 理论面积 / μm^2 | 实际面积 / μm^2 | 偏差 / % |
|-----------|------------------------|------------------------|--------|
| 90 | 22.06 | 23.07±1.59 | 4.59 |
| 80 | 22.40 | 23.26±1.34 | 3.84 |
| 70 | 23.48 | 25.80±1.75 | 9.89 |
| 60 | 25.47 | 27.95±1.57 | 9.72 |
| 50 | 28.80 | 31.63±1.98 | 9.84 |
| 40 | 34.32 | 37.67±1.56 | 9.76 |
| 30 | 44.12 | 45.13±2.89 | 2.28 |
| 20 | 64.50 | 69.50±3.43 | 7.75 |
| 10 | 127.05 | 132.47±5.75 | 4.26 |

2.2 碳纤维的载荷-位移曲线

图 4 为碳纤维不同取向时的纳米压痕载荷-位移曲线。碳纤维作为一种典型的脆性材料,在加载过程中,试样表面发生弹塑性变形,随着载荷的增加,位

宇航材料工艺 <http://www.yhclgy.com> 2017 年 第 4 期

移逐渐增大。卸载过程主要是弹性变形的回复过程。

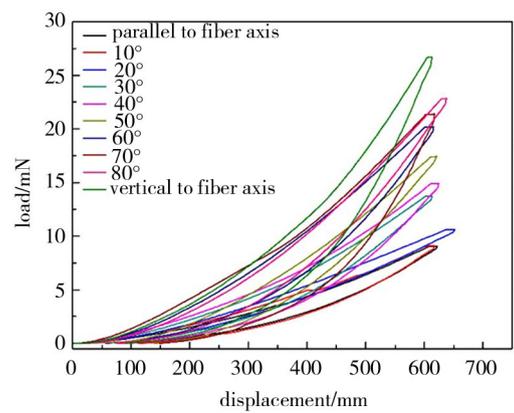


图 4 T800SC 碳纤维纳米压痕的载荷-位移曲线
Fig.4 Nanoindentation load-displacement curves of T800SC carbon fiber

对于不同取向的碳纤维,其载荷-位移曲线存在如下差异:(1)最大压痕位移 h_{max} 对应的最大载荷 p_{max} 不同,表明不同取向的碳纤维对载荷有不同的响应机制;(2)卸载段曲线的斜率不同,说明不同取向上碳纤维的弹性模量不同。

T800SC 为 PAN 基碳纤维,主要由<5 nm 的石墨微晶组成^[19-21]。沿垂直纤维轴向方向,石墨微晶结合较弱,其微观结构趋于各向同性;沿纤维轴向方向,石墨微晶择优取向,结合较强。T800SC 碳纤维微观

结构可用图 5(a)表示^[22-24]。PAN 基碳纤维中石墨微晶的无序结构与有序结构相间排列并相互缠绕,微晶相互连接沿纵向形成带状结构。

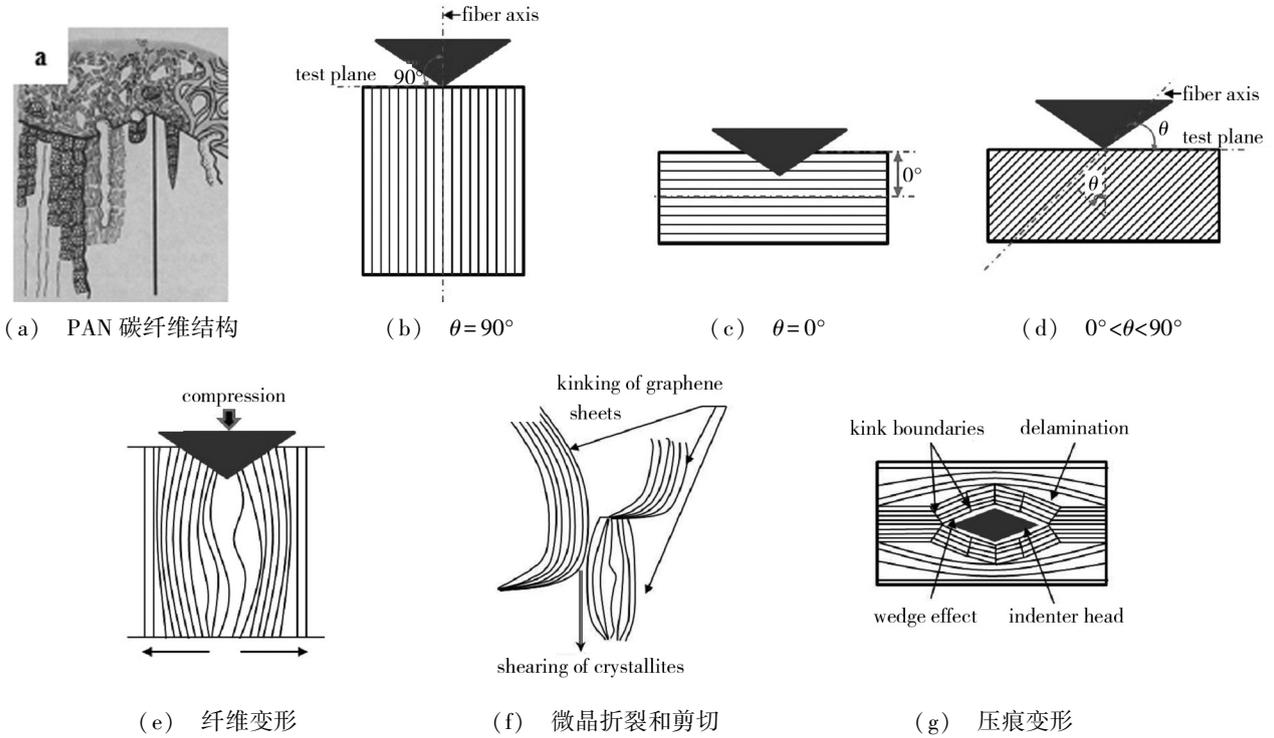


图 5 PAN 基碳纤维的结构示意图及纳米压头作用下碳纤维的变形示意图

Fig.5 Schematic microstructure of PAN-based carbon fiber and deformation of carbon fiber under compressive load of nanoindentation

图 5(b)、(c)和(d)为碳纤维不同取向时测试面与纳米压头的相对关系。图 5(d)中,T800SC 碳纤维的受力面与纤维轴向成 θ 夹角($0^\circ < \theta < 90^\circ$),在这种情况下,碳纤维受力面所受的纳米压头载荷可以分解为平行和垂直于纤维轴向的两个方向的载荷^[25-27]。

从图 5(e)可看出,碳纤维横截面受压缩载荷时,纤维内将产生两种模式的变形^[28]:石墨微晶中石墨烯片层的剪切和折裂。折裂主要发生在微晶内部及石墨烯微晶的边界处。在折裂过程中,石墨烯片层内的共价键仍然保持完整。若无共价键的断裂,则由石墨烯片层的折裂造成的变形是完全弹性的。而石墨烯片层的剪切与石墨烯片层间 Van der Waals 键的断裂有关。因为键的断裂是不可逆的,由剪切造成的变形在本质上是塑性的,具体变形过程如图 5(f)所示,这种情形下,需施加较大的压缩载荷才能在碳纤维的石墨微晶边界处产生折裂变形。

从图 5(g)可看出,压缩行为体现为纤维横向受拉伸长,且碳纤维的这种变形行为可能因孔隙的作用而增强。同时,石墨烯片层之间结合力较弱,在纳米压头压缩载荷作用下,石墨烯片层之间趋于彼此分离(楔形效应)。这种情况下,较小的压缩载荷即可在碳纤维的纵剖面上形成较大的压缩位移。

当碳纤维的受力面与纤维轴向的夹角处于 0° 和 90° 之间时,所受的压缩载荷可以分解为平行和垂直于纤维轴向的两个方向的载荷。随着受力面与纤维轴向夹角的增大,纳米压痕的压头与碳纤维石墨微晶中石墨烯片层的楔形效应减弱,石墨微晶边界处的折裂现象增加,相应地,在相同压痕位移下,压缩载荷逐渐增加^[25,29-30]。

2.3 碳纤维模量-位移和硬度-位移曲线

图 6 为碳纤维的模量和硬度与位移的曲线。在压入位移为 100 nm 之前,实验获得的纤维不同取向的弹性模量和硬度波动较大,这主要是由两方面原因造成的:(1)试样表面为物理表面,存在一定的粗糙度;(2)纤维不同取向的试样均采用机械抛光,存在一定厚度的表面硬化层,其厚度约 100 nm。压入位移超过 100 nm 后,实验获得的数据比较稳定,对于不同取向的碳纤维,其弹性模量和硬度随位移增加而趋于平缓。因此,取 100~500 nm 数据的平均值作为每次测试的模量和硬度,并计算纤维不同取向的弹性模量和硬度的平均值和标准偏差,其结果如图 6 所示。文献[31-34]中有关碳纤维横向模量的报道值变化较大,对于 PAN 碳纤维,其弹性模量分布在 10~60 GPa,纵向弹性模量主要分布在 6~20 GPa。

从图7中可以看出,随着测试面与纤维轴向夹角的增大,T800SC碳纤维不同取向的弹性模量和硬度逐渐增大。T800SC碳纤维的弹性模量从平行纤维轴向时的(15.84±2.00) GPa增加到垂直纤维轴向时的(50.96±5.73) GPa;T800SC碳纤维的硬度从平行纤维轴向时的(2.71±0.51) GPa增加到垂直纤维轴向

时的(5.24±0.91) GPa。对于T800SC碳纤维的模量测试,测试面与纤维轴向夹角超过50°后,模量快速增加,表明在此阶段后,在压缩载荷作用下,碳纤维内石墨微晶处的折裂现象逐渐占主导作用。对于碳纤维不同取向的硬度,硬度虽随着测试面与纤维轴向夹角的增加而增加,但是增加趋势较缓。

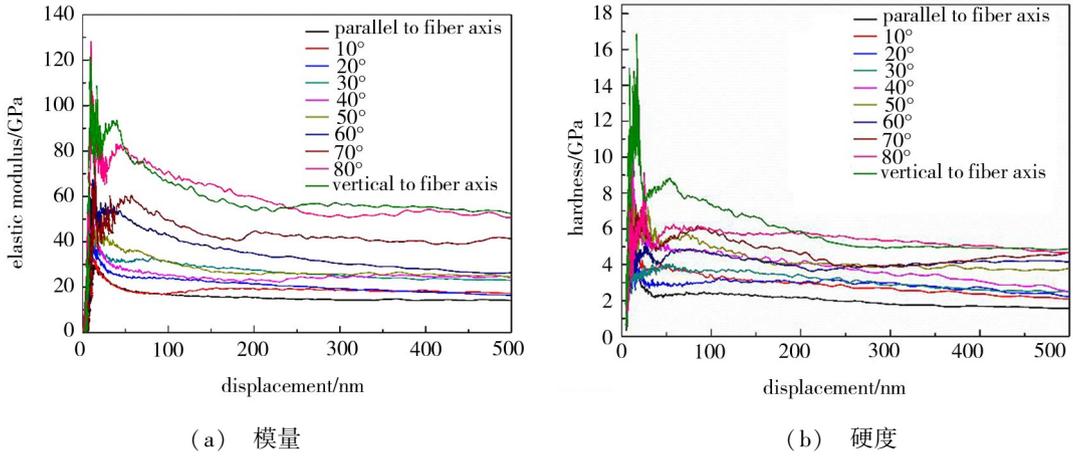


图6 碳纤维纳米压痕的模量和硬度与位移的曲线

Fig.6 Modulus-depth curves and hardness-depth curves of T800SC carbon fiber under nanoindentation test

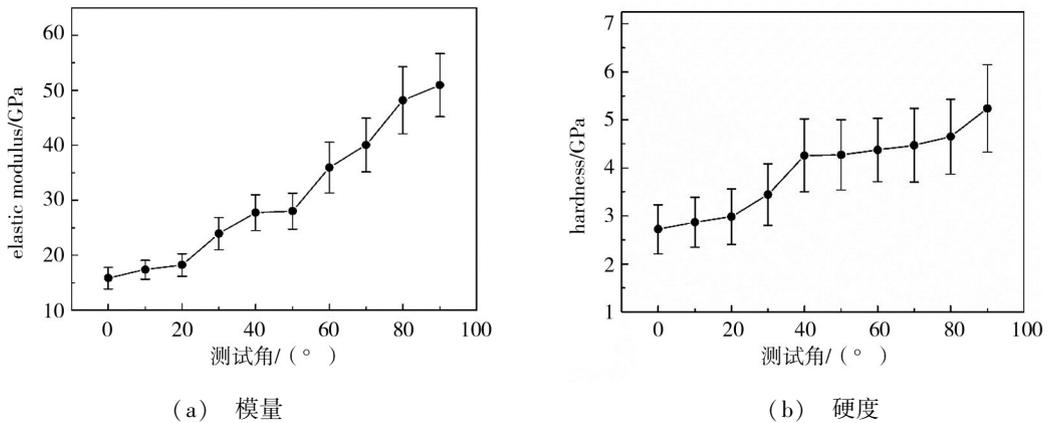


图7 T800SC碳纤维弹性模量和硬度随纳米压痕测试角度的变化

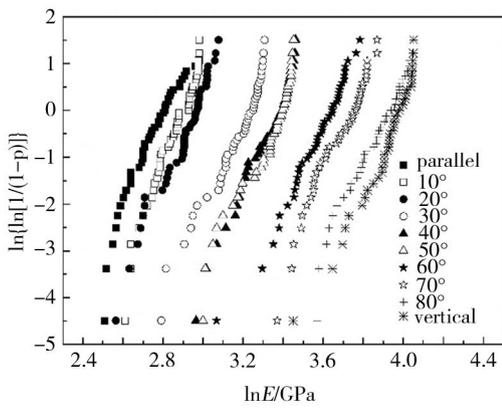
Fig.7 Variation of the elastic modulus and hardness of T800SC carbon fiber with nanoindentation test angle

2.4 碳纤维模量和硬度的 Weibull 统计分析

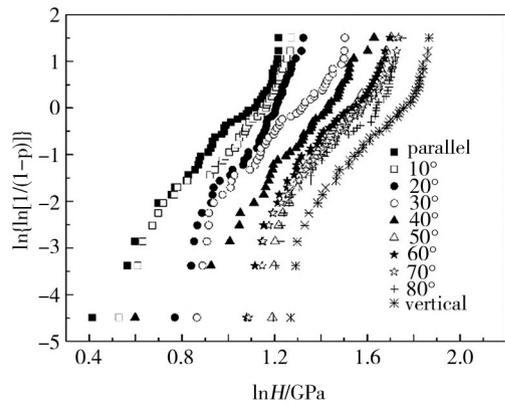
图8为碳纤维不同取向的弹性模量和硬度的Weibull分布曲线。对于纤维不同取向的弹性模量,其Weibull模数变化较小(9.0~10.5);对于纤维不同取向的硬度,其Weibull模数在6.0~8.0。相对于弹性模量,碳纤维的硬度的Weibull模数分散性较大,这主要归结于纳米压痕硬度的定义和计算方式。纳米压痕硬度反应样品承受接触载荷的能力。因为碳纤维内分布着众多纳米尺度的孔隙。由于孔隙的存在,在压缩载荷作用下,不同纤维的不同测试区域承受载荷的能力差异性较大,所以测试结果分散性较

大,Weibull模数较小。

总体来看,T800SC碳纤维不同取向的弹性模量和硬度的Weibull模数均超过5,表明其性能均匀性较好^[35]。由最小二乘法获得T800SC碳纤维不同取向的弹性模量和硬度的Weibull模数如表2所示。T800SC碳纤维不同取向的弹性模量和硬度的特征值与弹性模量和硬度的平均值接近,并略大于平均值。对比碳纤维不同取向的弹性模量和硬度的变异系数及Weibull模数,两者均能描述碳纤维性能的离散程度,但是在预测碳纤维的失效概率方面,Weibull模数的作用更加突出^[36]。



(a) 模量



(b) 硬度

图 8 T800SC 碳纤维不同测试角度弹性模量和硬度的 Weibull 分布曲线

Fig.8 Weibull plots for calculating elastic modulus and hardness under different test angle

表 2 T800SC 碳纤维的弹性模量和硬度的特征值

Tab.2 Characteristic values of modulus and hardness of T800SC carbon fiber

| $\theta/(\circ)$ | $E_{\text{average}}/\text{GPa}$ | E_{ch}/GPa | m | $H_{\text{average}}/\text{GPa}$ | H_{ch}/GPa | m |
|------------------|---------------------------------|----------------------------|-------|---------------------------------|----------------------------|------|
| 0 | 15.84 | 16.69 | 9.62 | 2.71 | 2.92 | 6.18 |
| 10 | 17.39 | 18.12 | 10.24 | 2.87 | 3.10 | 6.16 |
| 20 | 18.21 | 19.27 | 10.11 | 2.97 | 3.29 | 7.70 |
| 30 | 23.92 | 25.40 | 9.40 | 3.44 | 3.70 | 6.42 |
| 40 | 27.74 | 29.15 | 9.90 | 4.26 | 4.57 | 6.97 |
| 50 | 28.03 | 29.50 | 9.66 | 4.27 | 4.59 | 6.27 |
| 60 | 35.96 | 37.90 | 9.03 | 4.37 | 4.65 | 7.87 |
| 70 | 40.04 | 42.15 | 9.78 | 4.47 | 4.98 | 6.88 |
| 80 | 48.17 | 51.15 | 9.36 | 4.65 | 5.61 | 6.71 |
| 90 | 50.96 | 53.24 | 9.94 | 5.24 | 5.90 | 6.80 |

3 结论

(1) 随着测试面与纤维轴向夹角的增大, T800SC 碳纤维不同取向的弹性模量和硬度逐渐增大。

(2) T800SC 碳纤维的弹性模量从平行纤维轴向时的 (15.84 ± 2.00) GPa 增加到垂直纤维轴向时的 (50.96 ± 5.73) GPa; 其硬度从平行纤维轴向时的 (2.71 ± 0.51) GPa 增加到垂直纤维轴向时的 (5.24 ± 0.91) GPa。

(3) 对于纤维不同取向的弹性模量, 其 Weibull 模数在 9.0 ~ 10.5; 对于纤维不同取向的硬度, 其 Weibull 模数在 6.0 ~ 8.0。T800SC 碳纤维不同取向的弹性模量和硬度的 Weibull 模数均超过 5, 定量表明其性能均匀性较好。

(4) 碳纤维横截面在受压缩载荷作用时, 纤维内的石墨微晶中石墨烯片层的剪切和折裂, 需施加较大的压缩载荷才能在碳纤维的石墨微晶边界处产生折裂变形; 碳纤维纵剖面在受压缩载荷作用时, 石墨烯片层之间结合力较弱, 在纳米压头压缩载荷作用下, 石墨烯片层之间趋于彼此分离(楔形效应), 较小的压缩载荷即可在碳纤维的纵剖面上形成较大的压缩

位移。

(5) 当碳纤维的受力面与纤维轴向的夹角处于 0° 和 90° 之间时, 随着受力面与纤维轴向夹角的增大, 纳米压痕的压头与碳纤维石墨微晶中石墨烯片层的楔形效应减弱, 石墨微晶边界处的折裂现象增加。

参考文献

- [1] UMEMURA S, ANDOH Y, HIRONO S, et al. Nanoindentation and nanowear tests on amorphous carbon films [J]. Philosophical Magazine A, 1996, 74(5): 1143-1157.
- [2] FIELD S, SWAIN M V. The indentation characterization of the mechanical properties of various carbon materials: glassy carbon, coke and pyrolytic carbon [J]. Carbon, 1996, 34(11): 1357-1366.
- [3] KANARI M, TANAKA K, BABA S, et al. Nanoindentation behavior of a two-dimensional carbon-carbon composite for nuclear applications [J]. Carbon, 1997, 35(10): 1429-1437.
- [4] RICHTER A, RIES R, SMITH R, et al. Nanoindentation of diamond, graphite and fullerene films [J]. Diamond and Related Materials, 2000, 9(2): 170-184.
- [5] HAO M Y, LUO R Y, XIANG Q, et al. Effects of fiber type on the microstructure and mechanical properties of carbon/宇航材料工艺 <http://www.yhclgy.com> 2017 年 第 4 期

carbon composites[J]. *New Carbon Material*, 2014,29(6):444-453.

[6] SARKAR S, DEY A, DAS P K, et al. Evaluation of micromechanical properties of carbon/carbon and carbon/carbon-silicon carbide composites at ultralow load [J]. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 2011,8(2):282-297.

[7] MARX D T, RIESTER L. Mechanical properties of carbon-carbon composite components determined using nanoindentation [J]. *Carbon*, 1999,37(11):1679-1684.

[8] OZCAN S, TEZCAN J, FILIP P. Microstructure and elastic properties of individual components of C/C composites[J]. *Carbon*, 2009,47(15):3403-3414.

[9] DISS P, LAMON J, CARPENTIER L, et al. Sharp indentation behavior of carbon/carbon composites and varieties of carbon[J]. *Carbon*, 2002,40(14):2567-2579.

[10] 谭婷婷. 高性能 PAN 基碳纤维微观结构与力学性能相关性研究[D]. 山东大学,2013:20-26.

[11] 陈丽. 碳纤维微观结构表征与性能分析[D]. 西南科技大学,2015:23-30.

[12] 井敏, 谭婷婷, 王成国, 等. PAN 基碳纤维的微观结构与力学性能相关性分析[J]. *航空材料学报*, 2013,33(1):78-85.

[13] 井敏, 谭婷婷, 王成国, 等. 东丽 T800H 与 T800S 碳纤维的微观结构比较[J]. *材料科学与工艺*, 2015,23(2):45-52.

[14] 井敏, 谭婷婷, 王成国, 等. 3 种高强中模型 PAN 基碳纤维的微观结构比较[J]. *功能材料*, 2014,45(8):08028-08032.

[15] 张新, 马雷, 李常清, 等. PAN 基碳纤维微观结构特征的研究[J]. *北京化工大学学报*, 2008,35(5):57-60.

[16] 赵洪江. PAN 原丝取向与碳纤维模量的相关性研究[D]. 北京化学大学,2015:26-32.

[17] 胡胜泊. 碳纤维结构与性能关系的电子显微镜研究[D]. 北京化工大学,2008:20-30.

[18] OLIVER W C, PHARR G M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments [J]. *Journal of Materials Research*, 1992,7(6):564-1583.

[19] HUSON M G, CHURCH J S, KAFI A A, et al. Heterogeneity of carbon fiber[J]. *Carbon*, 2014,68:240-249.

[20] CRAWFORD D, JOHNSON D J. High resolution electron microscopy of high modulus carbon fibers [J]. *Journal of Microscopy*, 1971,94(1):51-62.

[21] HUANG Y, YOUNG R J. Effect of fiber microstructure upon the modulus of PAN- and pitch-based carbon fibers [J]. *Carbon*, 1995,33(2):97-107.

[22] CHAE H G, NEWCOMB B, GULGUNJE P, et al. High strength and high modulus carbon fibers[J]. *Carbon*, 2015,93:81-87.

[23] ZHOU Gengheng, LIU Yequn, HE Lianlong, et al. Microstructure difference between core and skin of T700 carbon fibers in heat-treated carbon/carbon composites [J]. *Carbon*, 2011,49(9):2883-2892.

[24] GUIGON M, OBERLIN A, DESARMOT G. Microtexture and structure of some high modulus, PAN-based carbon fibers[J]. *Fiber science and technology*, 1984,20(3):177-198.

[25] GROSS T S, TIMOSHCHUK N, TSUKROV I I, et al. On the ability of nanoindentation to measure anisotropic elastic constants of pyrolytic carbon [J]. *Journal of Applied Mathematics and Mechanics*, 2013,93(5):301-312.

[26] BARSOUM M W, MURUGAIAH A, KALIDINDI S R, et al. Kink bands, nonlinear elasticity and nanoindentations in graphite[J]. *Carbon*, 2004,42(8/9):1435-1445.

[27] GROSS T S, TIMOSHCHUK N, TSUKROV I, et al. Unique nanoindentation damage for highly textured pyrolytic carbon [J]. *Carbon*, 2013,60:273-279.

[28] OZCAN S, TEZCAN J, FILIP P. Microstructure and elastic properties of individual components of C/C composites[J]. *Carbon*, 2009,47(15):3403-3414.

[29] GEBERT J M, REZNIK B, PIAT R, et al. Elastic constants of high texture pyrolytic carbon measured by ultrasound phase spectroscopy[J]. *Carbon*, 2010,48(12):3635-3658.

[30] GUELLALI M, OBERACKER R, HOFFMAN M J. Influence of heat treatment on microstructure and properties of highly textured pyrocarbons deposited during CVD at about 1100°C and above 2000°C [J]. *Composites science and technology*, 2008,68(5):1122-1130.

[31] SARKAR S, DEY A, DAS P K, et al. Evaluation of micromechanical properties of carbon/carbon and carbon/carbon-silicon carbide composites at ultralow load[J]. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 2011,8(2):282-297.

[32] DISS P, LAMON J, CARPENTIER L, et al. Sharp indentation behavior of carbon/carbon composites and varieties of carbon[J]. *Carbon*, 2002,40(14):2567-2579.

[33] FUJITA K, SAWADA Y, NAKANISHI Y. Effect of cross-sectional textures on transverse compressive properties of pitch-based carbon fibers[J]. *Materials Science Research International*, 2011,7(2):116-121.

[34] WEI Liming, ZHANG Yue, XU Chenghai, et al. Mechanical properties of 3D carbon/carbon composites by nanoindentation technique [J]. *Journal of Central South University*, 2012,19(1):36-40.

[35] 龚江宏, 关振铎. 一种确定陶瓷材料 Weibull 模数的简便方法[J]. *硅酸盐学报*, 1998,26(1):81-86.

[36] ANTON N, VELASCO F, GORDO E, et al. Statistical approach to mechanical behavior of ceramic matrix composites based on Portland clinker [J]. *Ceramics International*, 2001,27(4):391-399.