

СИНТЕЗ И СВОЙСТВА НЕОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

УДК 546.261546.282.3-31

ПОЛУЧЕНИЕ КОМПОЗИТНЫХ УГЛЕРОД-КАРБИДОКРЕМНИЕВЫХ ВОЛОКОН СО СТРУКТУРОЙ СЕРДЦЕВИНА–ОБОЛОЧКА

© 2021 г. Е. И. Истомина^а, *, П. В. Истомин^а, А. В. Надуткин^а, В. Э. Грасс^а,
И. М. Беляев^а, Д. А. Ермакова^а, А. С. Лысенков^б

^аИнститут химии ФИЦ Коми научный центр УрО РАН, ул. Первомайская, 48, Сыктывкар, 167982 Россия

^бИнститут металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Ленинский пр-т, 49, Москва, 119991 Россия

*e-mail: istomina-ei@yandex.ru

Поступила в редакцию 27.01.2021 г.

После доработки 09.03.2021 г.

Принята к публикации 10.03.2021 г.

Предложен новый подход к получению композитных волокон C/SiC со структурой сердцевина–оболочка путем высокотемпературного силицирования углеродных волокон газом SiO в лабораторном реакторе полужакрытого типа с использованием гранулированной смеси 9Si + SiO₂ в качестве твердофазного реакционного источника газа SiO. Предложенная схема проведения процесса обеспечивает равномерность силицирования материала по всему объему реактора, при этом степень конверсии углеродных волокон может варьироваться в широком диапазоне в зависимости от параметров загрузки реактора. Показано, что формирование композитной структуры сердцевина–оболочка происходит в результате роста слоя SiC вглубь волокна и может сопровождаться образованием глубоких продольно-радиальных трещин в случаях, когда толщина оболочки SiC превышает 0.7–0.8 мкм. При меньшей степени конверсии растрескивания оболочки SiC не происходит, и полученные композитные волокна C/SiC сохраняют целостность.

Ключевые слова: углеродные волокна, композитные волокна C/SiC, силицирование, газ SiO

DOI: 10.31857/S0044457X21080080

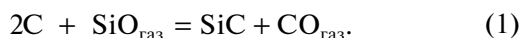
ВВЕДЕНИЕ

Карбидокремниевые (SiC) волокна обладают высокой огнеупорностью, химической стойкостью, а также имеют хорошие прочностные свойства [1–3]. Композитные материалы с керамическими, металлическими и полимерными матрицами, армированными волокнами на основе SiC, способны длительное время работать в условиях высоких температур и агрессивных сред, сохраняя на высоком уровне свои эксплуатационные характеристики, что позволяет использовать их в аэрокосмической технике, ядерной энергетике, а также в других высокотехнологичных отраслях промышленности [4–9]. Кроме того, волокна на основе SiC рассматриваются как перспективный материал функционального назначения, например, для изготовления электродов электрохимических биосенсоров [10–12]. Технический прогресс в активно развивающихся областях техники позволяет ожидать высокую востребованность карбидокремниевых волокон. В частности, согласно экономическим прогнозам [13], мировой рынок волокон SiC будет демонстрировать годовой рост на уровне 40% и к 2026 г. его объем превысит шесть миллиардов долларов США. В на-

стоящее время для коммерческого производства волокон SiC используются два основных подхода: 1) синтез методом химического осаждения паров мелилхлорсиланов на вольфрамовый или углеродный монофиламент при температуре 1200°C, позволяющий получать карбидокремниевые волокна диаметром 80–140 мкм [14–18]; 2) синтез методом пиролиза поликарбосилановых прекурсоров, позволяющий получать нити, содержащие 500–1600 карбидокремниевых волокон диаметром 8–14 мкм [19–25]. Однако серьезным сдерживающим фактором, препятствующим промышленному использованию волокон SiC, является чрезмерно высокая стоимость, которая обусловлена сложностью их получения указанными методами. В связи с этим поиск альтернативных, экономически обоснованных подходов сохраняет актуальность.

В настоящее время известно несколько альтернативных методов синтеза карбидокремниевых волокон, в том числе пиролиз полимерных кремнийсодержащих волокон, полученных методом электроспиннинга [26, 27], силицирование углеродных волокон в расплаве кремния [28, 29], карботермическое восстановление гибридных

волокон на основе оксида кремния и фенольной смолы [30], а также силицирование углеродных волокон в атмосфере газа SiO [31–34]. Последний подход представляется наименее деструктивным для микроструктуры материала, поскольку согласно уравнению реакции (1), описывающей силицирование углерода газом SiO, число атомов в твердом продукте остается неизменным:



Ранее реакция (1) была использована нами для получения волокон SiC из углеродных волокон в лабораторном реакторе открытого типа, предполагающем свободный отвод газа CO из реакционного объема [35]. Такой подход показал эффективность с химической точки зрения, поскольку при избытке газа SiO позволял успешно провести полную конверсию углерода в карбид кремния. Однако полученные волокна SiC имели характерный микроструктурный дефект в виде глубоких продольно-радиальных трещин по всей длине волокна, причиной возникновения которых, по-видимому, являлась разница мольных объемов исходного углеродного волокна, с одной стороны, и формирующегося слоя SiC — с другой, приводящая к развитию растягивающих тангенциальных напряжений в слое SiC по мере его роста. Как следствие, полученные волокна сильно уступали коммерческим волокнам SiC по прочностным характеристикам [36].

В этой связи представляется, что предложенный подход, основанный на силицировании углеродных волокон газом SiO по реакции (1), будет более перспективен для получения композитных волокон C/SiC со структурой сердцевина–оболочка. Волокна такого строения, как и полностью карбидокремниевые волокна, должны обладать хорошей совместимостью с матрицами различной химической природы и могут использоваться как компоненты высокотемпературных композиционных материалов различного назначения. При этом следует ожидать, что эффекта растрескивания удастся избежать, если толщина слоя SiC не будет превышать некоторого критического значения, величина которого для углеродных волокон может существенно различаться в зависимости от их пористости и прочих особенностей микроструктуры.

Известны подходы к получению композитных волокон C/SiC со структурой сердцевина–оболочка, которые заключаются в использовании методов формирования слоя SiC непосредственно на поверхности углеродных волокон с применением химического осаждения паров [37–41], карботермического восстановления [42–50] и реакционного спекания [51]. Кроме того, известны работы [52–54], в которых формирование слоя SiC на поверхности углеродных волокон осуществлялось с использованием реакции (1). Од-

нако в этом случае силицированию газом SiO подвергалось не само волокно, а предварительно нанесенный на него слой пиролитического углерода, служащий темплатом при формировании слоя SiC, обеспечивая равномерность его толщины по всей длине волокна.

Очевидно, что обеспечение равномерности толщины оболочки SiC при силицировании углеродного волокна по реакции (1) без предварительного нанесения темплатного слоя пиролитического углерода является серьезной проблемой. В частности, как показано в работе [35], при проведении процесса в реакторе открытого типа толщина слоя SiC у волокон, расположенных на разном удалении от источника газа SiO, значительно различается. Такое неравномерное силицирование волокон, по-видимому, связано с возникновением концентрационных градиентов вдоль потока газов SiO и CO при использовании открытого реактора. Удачным химико-технологическим решением проблемы неравномерного силицирования углеродных волокон представляется проведение процесса в реакторе полузакрытого типа, обеспечивающем затрудненный отвод газов из реакционного объема, что позволит минимизировать газовый поток и добиться выравнивания концентраций газов SiO и CO внутри реактора. Можно ожидать, что в подобных условиях формирующаяся оболочка SiC будет достаточно равномерной по толщине, при этом толщина оболочки будет определяться степенью конверсии материала углеродного волокна в SiC.

Цель настоящей работы — изучение особенностей синтеза композитных волокон C/SiC со структурой сердцевина–оболочка путем неполной конверсии материала углеродных волокон при силицировании газом SiO в специально разработанном лабораторном реакторе полузакрытого типа, обеспечивающем высокую степень равномерности силицирования материала углеродного волокна по всему объему реактора.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В качестве исходного углеволоконного материала использовали нарезанные на отрезки длиной 125 мм нити из углеродных волокон марки UMT-430 (UMATEX Group, ГК “Росатом”, РФ), содержащие 12000 монофиламентов со средним диаметром 5 мкм с массовой долей аппрета 1.4%. В качестве твердофазного реакционного источника, генерирующего при нагревании газ SiO, использовали гранулированную смесь порошков кремния (ООО “Платина”, РФ; 99.9%, 5 мкм) и диоксида кремния (АО “Уральский завод химических реагентов”, РФ; 99.8%, 5 мкм), взятых в мольном соотношении 9 : 1 с добавлением 2.4 мас. % поливинилового спирта (ПВС) в качестве временной технологической связки (размер

гранул 1.6–2.5 мм). В качестве высокотемпературного химического поглотителя газа SiO использовали активированный уголь марки БАУ-А, предварительно прокаленный в вакуумной печи при 1500°C в течение 5 ч.

Синтез проводили в лабораторном полузакрытом реакторе периодического действия, размещенном в рабочей камере вакуумной печи СНВЭ-1,3.1/16-ИЗ. Схема реактора представлена на рис. 1. Для проведения синтеза гранулированную смесь $\text{SiO}_2 + 9\text{Si}$ в количестве от 10 до 60 г загружали в цилиндрический корундовый тигель (1) объемом 100 см³, выполнявший функцию секции химического газообмена и имевший ряд щелевидных прорезей, расположенных на равном расстоянии друг от друга по всей высоте тигля, для обеспечения свободного движения газов. Загруженный тигель (1) прикрывали крышкой из графитовой фольги (2) и помещали внутрь цилиндрического корундового тигля большего диаметра (3). Свободное пространство между стенками тиглей (1) и (3) объемом 370 см³, служившее секцией силицирования, неплотно заполняли углеродными волокнами в количестве от 20 до 60 г. Загруженный тигель (3) в перевернутом виде ставили на корундовый поддон (4), тем самым создавая полузакрытый (негерметично закрытый) объем, благодаря чему удаление газов из секции силицирования было существенно затруднено. Полученную сборку помещали внутрь цилиндрического корундового тигля (5); пространство между стенками тиглей (3) и (5), служившее адсорбционной секцией, заполняли активированным углем в количестве 25 г для улавливания и химического связывания в SiC той части газа SiO, которая вместе с другими газами покидала секцию силицирования. Эту процедуру использовали для предотвращения образования трудноудаляемого налета на различных частях печного оборудования в результате конденсации газа SiO при температуре ниже 800–1200°C. Режим термообработки включал: нагрев со скоростью 200 град/ч до температуры 450°C; со скоростью 100 град/ч до температуры 540°C; со скоростью 200 град/ч до температуры 950°C; нагрев со скоростью 100 град/ч до температуры 1290°C; со скоростью 50 град/ч до температуры 1340°C; со скоростью 20 град/ч до температуры 1380°C; изотермическую выдержку при 1380°C в течение 1–3 ч; охлаждение со скоростью 200 град/ч до остывания печи. Такой сложный характер подъема температуры был обусловлен необходимостью поддерживать достаточно низкое давление в рабочей камере вакуумной печи в ходе всего процесса за счет ограничения скорости протекания газообразовательных реакций.

Синтез проводили при различной загрузке углеродных волокон (m_{CF}) и реакционного источника газа SiO (m_{SiO}). Параметры загрузки представле-

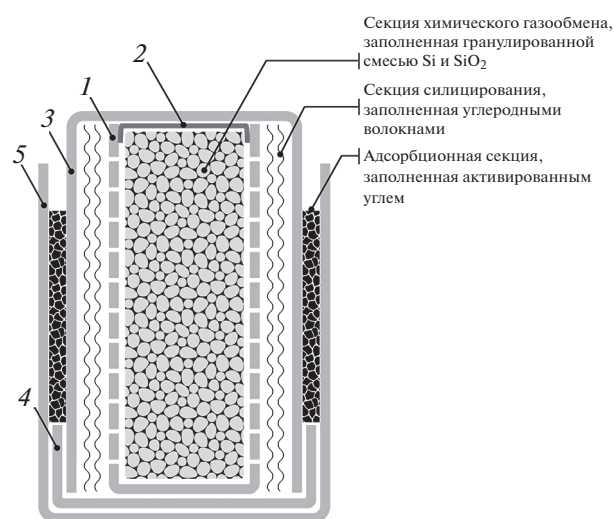


Рис. 1. Схема полузакрытого реактора для силицирования углеродных волокон.

ны в табл. 1 вместе с данными по относительному изменению массы материалов после термической обработки и степени конверсии углеродного волокна в SiC (α), рассчитанной по изменению массы волокна в результате силицирования в соответствии с реакцией (1). Фазовый состав продуктов термической обработки исследовали методом порошковой рентгеновской дифрактометрии (рентгенофазовый анализ (РФА)) на дифрактометре XRD-6000 (Shimadzu, Япония) с использованием $\text{CuK}\alpha$ -излучения. Количественное содержание кристаллических фаз в образцах оценивали по рентгеновским данным методом Ритвельда. Микроструктуру образцов изучали методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на микроскопе Vega3 SBU (TESCAN, Чехия). Локальный элементный состав образцов определяли методом рентгеноспектрального микроанализа (РСМА) с помощью энергодисперсионного микроанализатора X-act (Oxford Instruments, Великобритания), совмещенного с электронным микроскопом.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Термическая обработка сопровождалась выделением газов из реактора, которое проявлялось в изменении давления в рабочей камере вакуумной печи. Типичная барограмма процесса представлена на рис. 2. Наблюдаемый интенсивный рост давления в вакуумной камере в интервале температур 460–500°C связан с пиролизом органических добавок, а именно аппрета, содержащегося в углеродном волокне в количестве 1.4 мас. %, и ПВС, введенного в состав реакционного источника газа SiO при гранулировании в количестве 2.4 мас. %. После завершения пиролитического

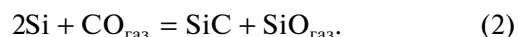
Таблица 1. Весовой анализ исходных материалов и продуктов синтеза: загрузка углеродных волокон (m_{CF}) и реакционного источника газа SiO (m_{SiO}); отношение массы реакционного источника газа SiO к массе углеродных волокон ($m_{\text{SiO}}/m_{\text{CF}}$); относительные изменения массы волокон (δm_{CF}) и реакционного источника газа SiO (δm_{SiO}) после термической обработки; степень конверсии углеродного волокна в SiC (α)

Эксперимент	m_{CF} , г	m_{SiO} , г	$m_{\text{SiO}}/m_{\text{CF}}$	δm_{CF} , %	δm_{SiO} , %	α , %
1	59.6	10.0	0.17	5.6	–48.3	8.4
2	60.0	20.0	0.33	9.8	–43.4	14.7
3	58.8	30.1	0.51	14.9	–48.0	22.4
4	59.0	40.2	0.68	19.1	–46.6	28.6
5	59.4	50.1	0.84	23.5	–47.2	35.3
6	47.6	60.0	1.26	34.8	–44.8	52.2
7	37.6	60.0	1.60	43.2	–47.6	64.8
8	29.4	60.0	2.04	55.4	–45.2	83.2
9	24.5	60.0	2.45	63.3	–49.1	95.0

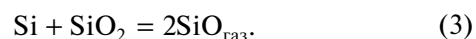
разложения органических компонентов и удаления газообразных продуктов пиролиза вакуум в рабочей камере печи восстанавливался до исходного уровня. Начиная с 1200–1250°C наблюдался плавный рост давления в вакуумной камере, который указывал на начало процессов образования газа SiO и силицирования углеродных волокон по реакции (1). По мере нагревания процессы газообразования постепенно усиливались вплоть до достижения температуры изотермической выдержки 1380°C. Далее в течение периода изотермической выдержки наблюдалось постепенное замедление процессов газообразования до полного их прекращения и восстановления вакуума в рабочей камере печи. Резкое снижение давления, наблюдаемое на стадии охлаждения, было обусловлено исключительно физическим эффектом сжатия газов при уменьшении температуры.

Важно отметить, что, судя по характеру барограммы, количество газа CO, покинувшего реактор на стадии силицирования, было намного меньше ожидаемого в соответствии с реакцией (1).

В частности, на это указывало то, что, в отличие от случая силицирования углеродных волокон в открытом реакторе [35], рост давления на стадии силицирования был существенно ниже пика, связанного с пиролизом органических добавок. Такая ситуация объясняется взаимодействием кремния с газом CO по следующей реакции:



В условиях затрудненного удаления газов, реализуемых в реакторе полужакрытого типа, используемом в настоящей работе, газ CO, не имея возможности свободно покинуть реакционный объем, расходовался на генерирование новых порций газа SiO в соответствии с реакцией (2). При этом сохранялась возможность образования газа SiO по хорошо известной реакции взаимодействия кремния и диоксида кремния:



Для утилизации большей части газа CO непосредственно внутри реактора в настоящей работе вместо эквимольной смеси Si + SiO₂, обычно ис-

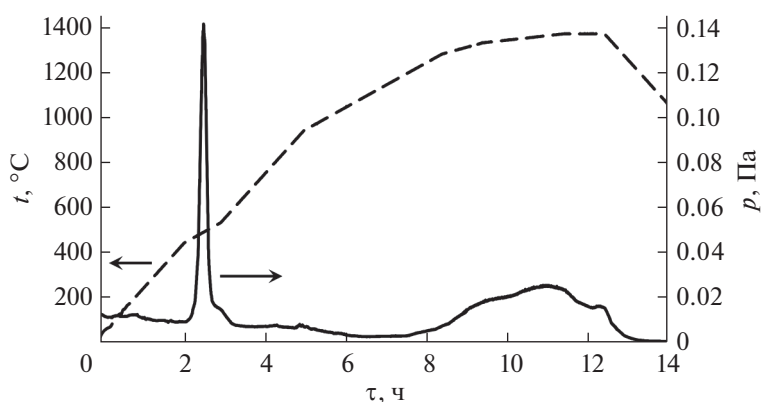


Рис. 2. Типичная барограмма процесса термической обработки.

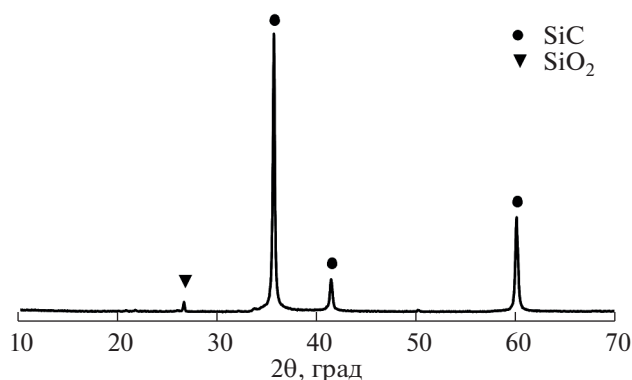
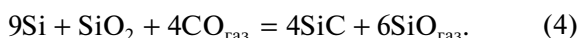


Рис. 3. Типичная рентгенограмма реакционного источника газа SiO после термической обработки.

пользуемой в качестве реакционного источника газа SiO, использовали смесь, в составе которой доля кремния была существенно увеличена, а именно — до соотношения Si : SiO₂ = 9 : 1. В этом случае две трети газа SiO образовывалось по реакции (2) и только одна треть — по реакции (3). Таким образом, суммарная реакция для генерирования газа SiO имела следующий вид:



Уменьшение массы реакционного источника газа SiO после термической обработки, рассчитанное по реакции (4) с учетом того, что исходная смесь содержала дополнительно 2.4 мас. % ПВС в качестве временной связки, должно составлять 49.9%. Экспериментально наблюдаемые потери массы реакционного источника газа SiO, представленные в табл. 1, достаточно хорошо совпадают с расчетным значением, что подтверждает предполагаемый механизм генерирования газа SiO. Другим подтверждением этого служат данные РФА. Типичная рентгенограмма реакционного источника газа SiO после термической обработки показана на рис. 3. Во всех случаях единственным твердофазным продуктом, обнаруживаемым в реакционном источнике газа SiO после термической обработки, являлась кубическая модификация карбида кремния (β-SiC), содержание которой было близко к 100%, тогда как исходные компоненты реакционной смеси присутствовали только в следовых количествах.

Из данных весового анализа, представленных в табл. 1, следует, что в результате силицирующей обработки наблюдалось закономерное увеличение массы волокон. Это позволило количественно оценить степень конверсии углеродного волокна в SiC исходя из предположения, что SiC образуется строго в соответствии с реакцией (1). На рис. 4 показана взаимосвязь между степенью конверсии углеродных волокон и относительным количеством реакционного источника газа SiO. Как

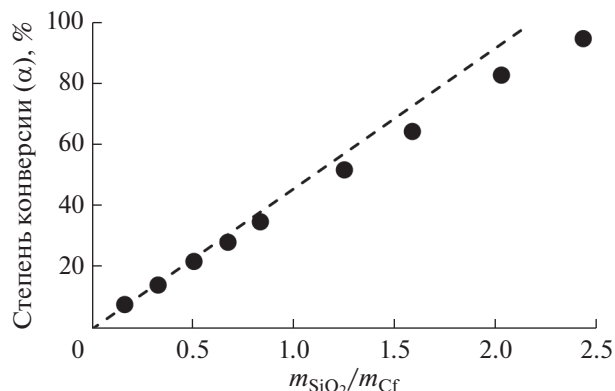


Рис. 4. Степень конверсии углеродных волокон в зависимости от относительного количества реакционного источника газа SiO: теоретическая кривая (пунктирная линия), экспериментальные данные (точки).

видно из рис. 4, теоретически ожидаемая зависимость, построенная исходя из реакций (1) и (4), достаточно хорошо согласуется с экспериментальными данными с учетом того, что некоторая часть газа SiO покидала реакционный объем, не принимая участия в силицировании волокон, поскольку процесс проводили в неполностью закрытом реакторе. На частичное удаление газа SiO из секции силицирования также указывает образование небольшого количества SiC в адсорбционной секции реактора в результате химического связывания газа SiO активированным углем, сопровождающееся соответствующей прибавкой массы адсорбционного материала.

Волокна, полученные в результате термической обработки, были исследованы методами РФА, СЭМ и РСМА. На рис. 5 приведены результаты картирования по элементам методом СЭМ—РСМА, а на рис. 6 — рентгенограммы волокон, полученных в экспериментах 1 и 7. Микроструктура волокон показана на рис. 7. Представленные данные подтверждают, что во всех случаях, независимо от параметров загрузки реактора, взаимодействие углеродных волокон с газом SiO приводит к формированию на их поверхности равномерного по длине волокна слоя SiC. Поперечное сечение волокон, как показало картирование по элементам, имеет четко выраженную композитную структуру типа сердцевина—оболочка, в которой оболочка содержит атомы кремния и углерода, т.е. образована частицами SiC, тогда как в элементном составе сердцевины присутствуют только атомы углерода. При этом, судя по данным РФА, единственной кристаллической фазой, присутствующей в силицированных волокнах помимо исходного графитизированного углерода, является β-SiC, характерной кристаллографической особенностью которого является наличие в его

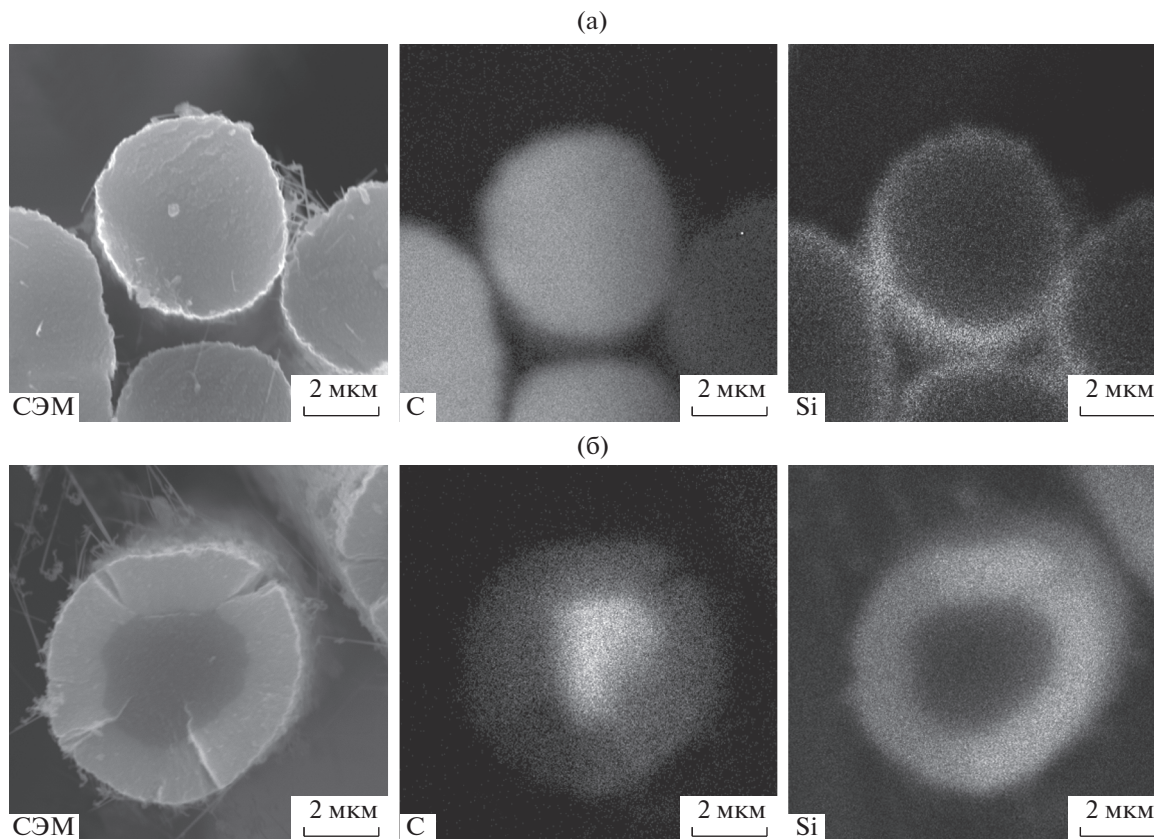


Рис. 5. Картирование по элементам методом СЭМ–РСМА поперечного сечения композитных волокон C/SiC, синтезированных в экспериментах 1 (а) и 7 (б).

структуре множественных нарушений регулярности укладки атомных слоев кубической упаковки. На рентгенограммах эта особенность проявляется в виде дополнительного пика в области $2\theta = 33.6^\circ$ (отмечен стрелкой на рис. 6) и резкого уменьшения интенсивности пика (200) в области $2\theta = 41.1^\circ$ [55]. Следует отметить, что такая нерегулярность укладки атомных слоев упаковки типична для кубической модификации SiC, образующейся в процессах с участием газа SiO, в том числе при карботермическом восстановлении SiO₂ [56, 57].

Анализ микроструктуры полученных волокон показал, что формирование композитной структуры сердцевина–оболочка происходит в результате роста слоя SiC вглубь волокна. При этом, как видно из рис. 7, внешний диаметр волокон после силицирующей обработки практически не меняется, оставаясь в среднем равным 5 мкм, тогда как толщина оболочки SiC закономерно растет по мере увеличения степени силицирования. Важно отметить, что толщина оболочки SiC у всех волокон, полученных в каждом отдельном эксперименте, примерно одинаковая, что указывает на равномерность силицирования волокон по всему объему реактора. Кроме того, во всех случаях на-

блюдается хорошая связанность карбидокремневой оболочки с материалом углеродной сердцевины, что позволяет рассматривать полученные волокна как композитный материал.

Эффект растрескивания, характерный для волокон, полученных методом силицирования углеволоконных материалов газом SiO с использованием реактора открытого типа [35], также проявляется в исследованных образцах в случаях, когда степень конверсии превышает 40–50% и толщина оболочки SiC больше 0.7–0.8 мкм. При этом растрескиванию подвергается только оболочка SiC, а сердцевина остается неповрежденной. Трещины имеют выраженную продольно-радиальную направленность и фактически разрывают оболочку SiC на отдельные сегменты. Такой характер растрескивания подтверждает, что причиной образования трещин является развитие в слое SiC растягивающих тангенциальных напряжений, обусловленных разницей молярных объемов углеродного волокна и слоя SiC. Очевидно, при степени конверсии ниже 40–50% величина растягивающих напряжений в слое SiC сравнительно невелика. Как следствие, композиционные волокна C/SiC с толщиной оболочки SiC

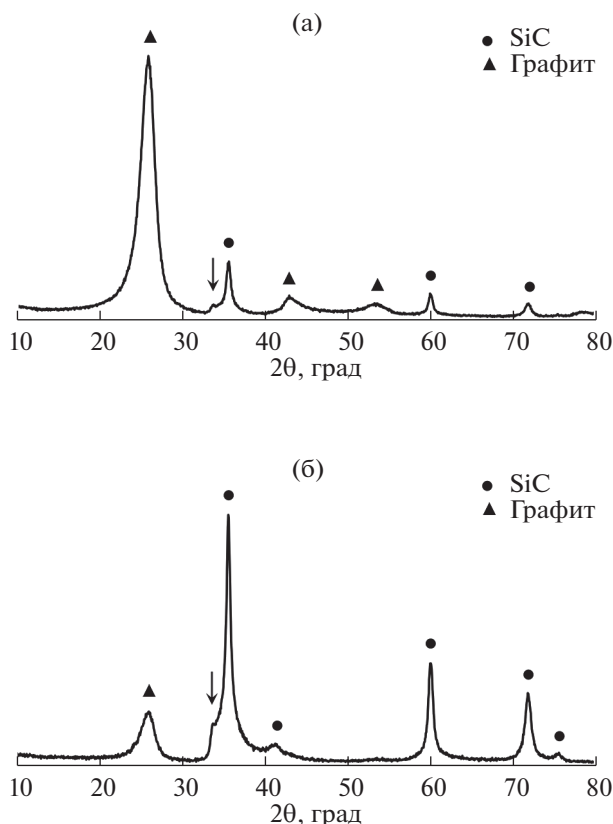


Рис. 6. Рентгенограммы композитных волокон C/SiC, синтезированных в экспериментах 1 (а) и 7 (б).

<0.7–0.8 мкм сохраняют целостность и не имеют никаких признаков растрескивания.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Композитные волокна C/SiC со структурой сердцевина–оболочка получены путем силицирования углеродных волокон газом SiO по реакции (1). Синтез проводили в специально разработанном лабораторном реакторе полузакрытого типа при температуре 1380°C с использованием гранулированной смеси $9\text{Si} + \text{SiO}_2$ в качестве твердофазного реакционного источника газа SiO. Показано, что степень конверсии углеродных волокон может варьироваться в широком диапазоне и линейно зависит от относительного количества реакционного источника газа SiO. Установлено, что при проведении процесса в условиях затрудненного удаления газов из секции силицирования генерирование газа SiO происходит преимущественно в результате взаимодействия кремния с газом CO по реакции (2), что позволяет утилизировать большую часть газа CO непосредственно внутри реактора. Показано, что проведение силицирования в реакторе полузакрытого типа дает возможность минимизировать газовые потоки и добиться выравнивания концентраций газов

SiO и CO внутри реактора, что, в свою очередь, обеспечивает равномерность силицирования материала по всему объему реактора. Установлено, что формирование композитной структуры сердцевина–оболочка происходит в результате роста слоя SiC вглубь волокна. При этом в случаях, когда степень конверсии превышает 40–50% и толщина оболочки SiC больше 0.7–0.8 мкм, наблюдается образование глубоких продольно-радиальных трещин, тогда как композиционные волокна C/SiC с толщиной оболочки SiC <0.7–0.8 мкм сохраняют целостность и не имеют признаков растрескивания.

БЛАГОДАРНОСТЬ

Работа выполнена с использованием оборудования Центра коллективного пользования “Химия” Института химии ФИЦ Коми НЦ УрО РАН.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

ДОПОЛНИТЕЛЬНАЯ ИНФОРМАЦИЯ

Статья публикуется по итогам Шестого Междисциплинарного научного форума с международным

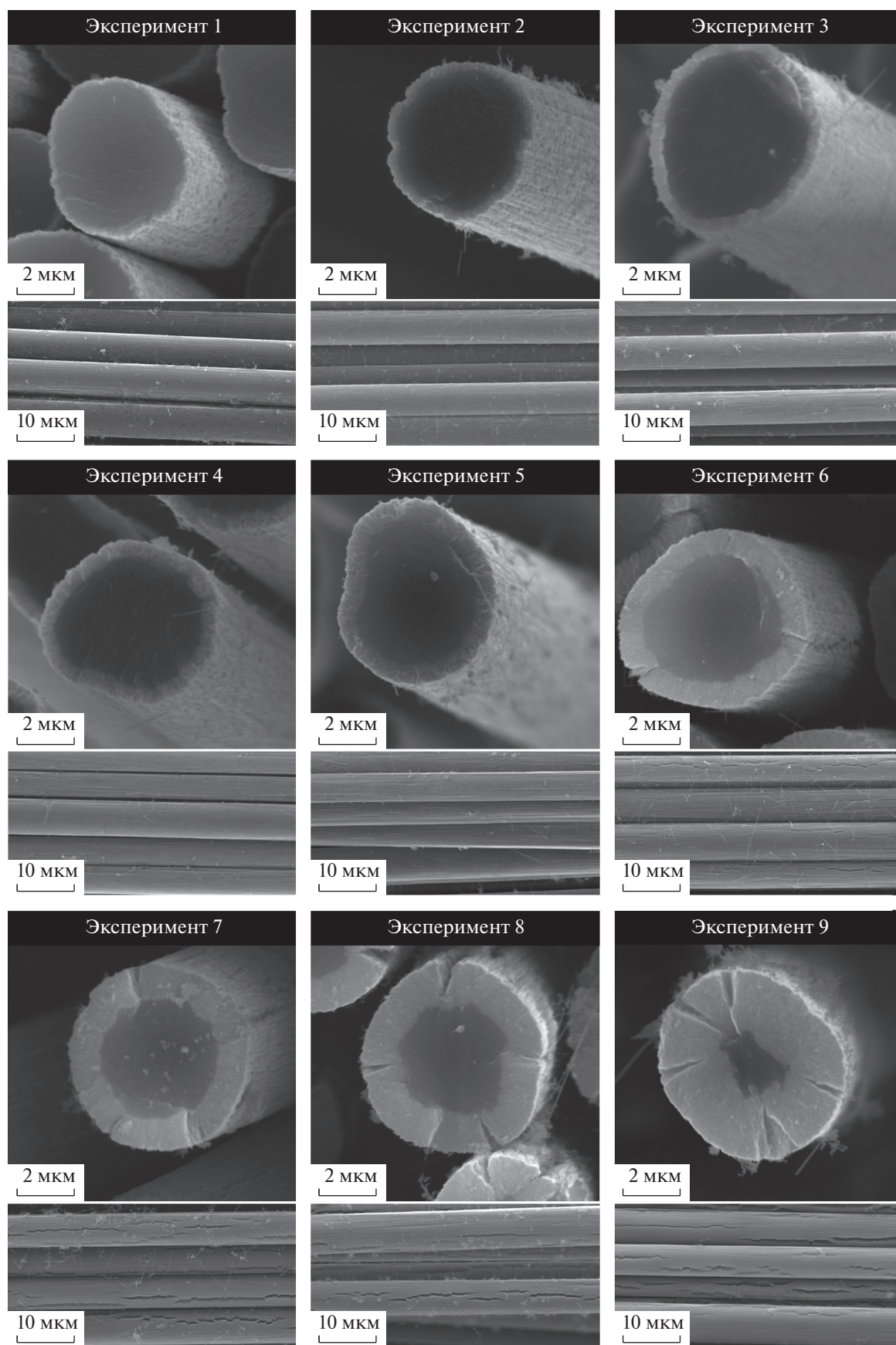


Рис. 7. Микроструктура композитных волокон C/SiC.

участием “Новые материалы и перспективные технологии”, Москва, 23–26 ноября 2020 г., <https://n-materials.ru>.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Bunsell A.R., Piant A. // J. Mater. Sci. 2006. V. 41. P. 823.
<https://doi.org/10.1007/s10853-006-6566-z>
2. Schawaller D., Clauß B., Buchmeiser M.R. // Macromol. Mater. Eng. 2012. V. 297. P. 502.
<https://doi.org/10.1002/mame.201100364>
3. Liu Y., Fu Q., Li L. et al. // Adv. Appl. Ceram. 2016. V. 115. P. 449.
<https://doi.org/10.1080/17436753.2016.1186856>
4. DiCarlo J.A., Yun H.M. // Handbook of Ceramic Composites / Ed. Bansal N.P. Boston: Springer, 2005. P. 33.
https://doi.org/10.1007/0-387-23986-3_2
5. Flores O., Bordia R.K., Nestler D. et al. // Adv. Eng. Mater. 2014. V. 16. P. 621.
<https://doi.org/10.1002/adem.201400069>
6. Kowbel W., Withers J.C., Loufy R.O. et al. // J. Nucl. Mater. 1995. V. 219. P. 15.
[https://doi.org/10.1016/0022-3115\(94\)00393-9](https://doi.org/10.1016/0022-3115(94)00393-9)
7. Li M., Zhou X., Yang H. et al. // Scripta Mater. 2018. V. 143. P. 149.
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.03.001>
8. Ishikawa T. Ceramic Fibers and Their Applications. Singapore: Jenny Stanford Publishing Pte. Ltd., 2019. 108 p.
<https://doi.org/10.1201/9780429341885>
9. Simonenko E.P., Simonenko N.P., Nikolaev V.A. et al. // Russ. J. Inorg. Chem. 2019. V. 64. № 11. P. 1456.
<https://doi.org/10.1134/S0036023619110202>
10. Singh S., Buchanan R.C. // Mater. Sci. Eng. C. 2007. V. 27. P. 551.
<https://doi.org/10.1016/j.msec.2006.05.053>
11. Oliveros A., Guiseppi-Elie A., Sadow S.E. // Biomed. Microdevices. 2013. V. 15. P. 353.
<https://doi.org/10.1007/s10544-013-9742-3>
12. Silicon Carbide Biotechnology: A Biocompatible Semiconductor for Advanced Biomedical Devices and Applications / Ed. Sadow S.E. Elsevier Inc., 2016. 356 p.
<https://doi.org/10.1016/C2014-0-03629-5>
13. Maximize Market Research PVT. Ltd., Global Silicon Carbide Fiber Market – Industry Analysis and Forecast (2019–2026) by Form, by Usage, by End-Use Industry and by Geography. <https://www.maximizemarketresearch.com/market-report/silicon-carbide-fiber-market/489>, 2018.
14. Galasso F., Basche M., Kuehl D. // Appl. Phys. Lett. 1966. V. 9. P. 37.
<https://doi.org/10.1063/1.1754590>
15. Smith P.R., Gambone M.L., Williams D.S. et al. // J. Mater. Sci. 1998. V. 33. P. 5855.
<https://doi.org/10.1023/A:1004478804694>
16. Zhao C., Wang Y., Zhang G. et al. // J. Mater. Sci. Technol. 2017. V. 33. P. 1378.
<https://doi.org/10.1016/j.jmst.2017.02.009>
17. Luo X., Guo P., Yang Y. et al. // Mater. Sci. Eng. A. 2015. V. 647. P. 265.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.09.019>
18. Liu S., Yang Y., Luo X. et al. // J. Am. Ceram. Soc. 2019. V. 102. P. 5656.
<https://doi.org/10.1111/jace.16434>
19. Yajima S., Okamura K., Hayashi J. et al. // J. Am. Ceram. Soc. 1976. V. 59. P. 324.
<https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1976.tb10975.x>
20. Okamura K., Shimoo T., Suzuya K. et al. // J. Ceram. Soc. Jpn. 2006. V. 114. P. 445.
<https://doi.org/10.2109/jcersj.114.445>
21. Gou Y., Wang H., Jian K. et al. // J. Eur. Ceram. Soc. 2017. V. 37. P. 517.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2016.09.023>
22. Yoon B.I., Choi W.C., Kim J.I. et al. // Compos. Res. 2017. V. 30. P. 116.
<https://doi.org/10.7234/composres.2017.30.2.116>
23. Gan Y., Wang X., Wang J. et al. // RSC Adv. 2018. V. 8. P. 17453.
<https://doi.org/10.1039/C8RA01816B>
24. Wang P., Gou Y., Wang H. et al. // J. Eur. Ceram. Soc. 2020. V. 40. P. 2295.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2020.01.038>
25. Heiss C., Travitzky N., Greil P. // Adv. Eng. Mater. 2012. V. 14. P. 162.
<https://doi.org/10.1002/adem.201100192>
26. Lu P., Huang Q., Mukherjee A., Hsieh Y.-L. // J. Mater. Chem. 2011. V. 21. P. 1005.
<https://doi.org/10.1039/C0JM02543G>
27. Yao B., Lu B., Huang Q. et al. // Ceram. Int. 2020. V. 46. P. 9894.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.12.265>
28. Bazhenov A.V., Brantov S.K., Kolchin A.A. et al. // Compos. Sci. Technol. 2004. V. 64. P. 1203.
<https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2003.09.023>
29. Brantov S.K., Borisenko D.N. // Inorg. Mater. Appl. Res. 2018. V. 9. P. 595.
<https://doi.org/10.1134/S2075113318040068>
30. Hasegawa I., Nakamura T., Motojima S. et al. // J. Sol-Gel Sci. Technol. 1997. V. 8. P. 577.
<https://doi.org/10.1007/BF02436902>
31. Okada K., Kato H., Nakajima K. // J. Am. Ceram. Soc. 1994. V. 77. P. 1691.
<https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1994.tb09782.x>
32. Lee J.C., Park M.J. // Carbon. 1999. V. 37. P. 1075.
[https://doi.org/10.1016/S0008-6223\(98\)00303-0](https://doi.org/10.1016/S0008-6223(98)00303-0)
33. Ryu Z., Zheng J., Wang M. et al. // Carbon. 2002. V. 40. P. 715.
[https://doi.org/10.1016/S0008-6223\(01\)00159-2](https://doi.org/10.1016/S0008-6223(01)00159-2)
34. McHugh K.M., Garnier J.E., Griffith G.W. // ASME 2011 Small Modular Reactors Symp. Washington, DC, USA, 2011. P. 165.
<https://doi.org/10.1115/SMR2011-6584>
35. Istomina E.I., Istomin P.V., Nadutkin A.V. et al. // Inorg. Mater. 2018. V. 54. P. 787.
<https://doi.org/10.1134/S0020168518080095>
36. Frolova M.G., Titov D.D., Lysenkov A.S. et al. // Ceram. Int. 2020. V. 46. P. 18101.
<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.04.130>

37. Marx G., Martin P.W., Meyer N. et al. // *Fresenius J. Anal. Chem.* 1993. V. 346. P. 181.
<https://doi.org/10.1007/BF00321409>
38. Piquero T., Vincent H., Vincent C. et al. // *Carbon*. 1995. V. 33. P. 455.
[https://doi.org/10.1016/0008-6223\(94\)00170-5](https://doi.org/10.1016/0008-6223(94)00170-5)
39. Kusakabe K., Sea B.-K., Hayashi J.-I. et al. // *Carbon*. 1996. V. 34. P. 179.
[https://doi.org/10.1016/0008-6223\(96\)00166-2](https://doi.org/10.1016/0008-6223(96)00166-2)
40. Zhao X., Wang X., Xin H. et al. // *Appl. Surf. Sci.* 2018. V. 450. P. 265.
<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.04.164>
41. Yang X., Ying L., Hua-Fei C., Feng C. // *Compos. Part B: Eng.* 2015. V. 79. P. 204.
<https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.04.028>
42. Zhang Y., Wang Z., Zhang B. et al. // *J. Mater. Chem. C*. 2015. V. 3. P. 9684.
<https://doi.org/10.1039/C5TC01987G>
43. Mun S.Y., Lim H.M., Lee D.J. // *Thermochim. Acta*. 2015. V. 600. P. 62.
<https://doi.org/10.1016/j.tca.2014.11.025>
44. Gadiou R., Serverin S., Gibot P. et al. // *J. Eur. Ceram. Soc.* 2008. V. 28. P. 2265.
<https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2008.02.022>
45. Lee C.-W., Kim I.-H., Lee W. et al. // *Surf. Interface Anal.* 2010. V. 42. P. 1231.
<https://doi.org/10.1002/sia.3495>
46. Lee Y.J. // *Diam. Relat. Mater.* 2004. V. 13. P. 383.
<https://doi.org/10.1016/j.diamond.2003.11.062>
47. Shimoo T., Okamura K., Akizuki T. et al. // *J. Mater. Sci.* 1995. V. 30. P. 3387.
<https://doi.org/10.1007/BF00349884>
48. Wang H.J., Gao P.Z., Jin Z.H. // *Mater. Lett.* 2005. V. 59. P. 486.
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2004.10.028>
49. Xia K., Lu C., Yang Y. // *Appl. Surf. Sci.* 2013. V. 265. P. 603.
<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2012.11.056>
50. Ahn S.B., Nguyen M.D., Bang J.W. et al. // *Thin Solid Films*. 2020. V. 694. P. 137748.
<https://doi.org/10.1016/j.tsf.2019.137748>
51. Kang P.C., Chen G.Q., Zhang B. et al. // *Surf. Coat. Tech.* 2011. V. 206. P. 305.
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2011.07.016>
52. Ouyang H., Li H., Qi L. et al. // *Carbon*. 2008. V. 46. P. 1339.
<https://doi.org/10.1016/j.carbon.2008.05.017>
53. Li H., Ouyang H., Qi L. et al. // *J. Mater. Sci. Technol.* 2010. V. 26. P. 211.
[https://doi.org/10.1016/S1005-0302\(10\)60035-7](https://doi.org/10.1016/S1005-0302(10)60035-7)
54. Ouyang H., Li H., Qi L. et al. // *J. Mater. Sci.* 2008. V. 43. P. 4618.
<https://doi.org/10.1007/s10853-008-2664-4>
55. Pujar V.V., Cawley J.D. // *J. Am. Ceram. Soc.* 1995. V. 78. P. 774.
<https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1995.tb08246.x>
56. Istomina E.I., Istomin P.V., Nadutkin A.V. // *Inorg. Mater.* 2013. V. 49. P. 984.
<https://doi.org/10.1134/S0020168513090070>
57. Seo W.-S., Koumoto K. // *J. Am. Ceram. Soc.* 1996. V. 79. P. 1777.
<https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1996.tb07995.x>