

УДК 677.523

ИССЛЕДОВАНИЕ ЖАРОПРОЧНЫХ СВОЙСТВ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ ВОЛОКОН SiCN ДЛЯ ИХ ПРИМЕНЕНИЯ В МЕТАЛЛОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛАХ

© 2024 г. К. А. Князев^{1, *}, П. А. Стороженко², А. Н. Тимофеев¹,
С. В. Жукова², М. А. Венков¹

¹АО «Композит», Россия, 141070 Московская обл., Королев,
ул. Пионерская, 4

²АО «ГНИИХТЭОС», Россия, 105118 Москва, ш. Энтузиастов, 38

*e-mail: knyazev.kir16@yandex.ru

Поступила в редакцию 03.08.2023 г.

После доработки 11.12.2023 г.

Принята к публикации 12.12.2023 г.

Карбонитридокремниевые (SiCN) волокна являются высокотемпературными керамическими материалами, работоспособными при температурах выше 1000 °С. В данной работе представлены результаты исследований жаропрочных свойств керамических SiCN-волокон в окислительной среде и вакууме.

Ключевые слова: керамические волокна, карбонитрид кремния, полисилазаны, металломатричные композиционные материалы

DOI: 10.31857/S0002337X24010097, EDN: MHDHWG

ВВЕДЕНИЕ

Развитие энергетической отрасли машиностроения неразрывно связано с разработкой и внедрением новых материалов. Особый интерес представляют металломатричные композиционные материалы (МКМ), состоящие из металлических матриц и неметаллических высокотемпературных керамических волокон. Изготовление из них различных деталей и узлов для высокоскоростных транспортных средств, корпусных элементов различных двигательных установок, реакторов позволит обеспечить современные требования к условиям их эксплуатации.

Основная сложность разработки подобных материалов заключается в соблюдении баланса между механическими характеристиками и плотностью, в связи с чем широкое применение получили алюминиевые и титановые сплавы. Проведя анализ измене-

ния предела прочности от температуры титановых сплавов (рис. 1а), можно отметить, что прочность при комнатной температуре чистого титана марки ВТ1-0 и легированного ВТ3-1 отличается более чем в два раза, но при 800 °С прочность практически одинакова для большинства титановых сплавов. В этой связи применение титановых сплавов ограничено температурой 0.5–0.6 от температуры плавления [1].

Аналогичная ситуация обстоит с алюминиевыми сплавами (рис. 1б), у которых температура эксплуатации не превышает 250–300 °С, за исключением САПов. Однако у САПов есть другой недостаток – это высокая хрупкость и низкое значение трещиностойкости, что ограничивает их применение. Таким образом, рабочая температура алюминиевых сплавов для применения в летательных аппаратах также ограничивается значениями 0.5–0.6 от температуры плавления.

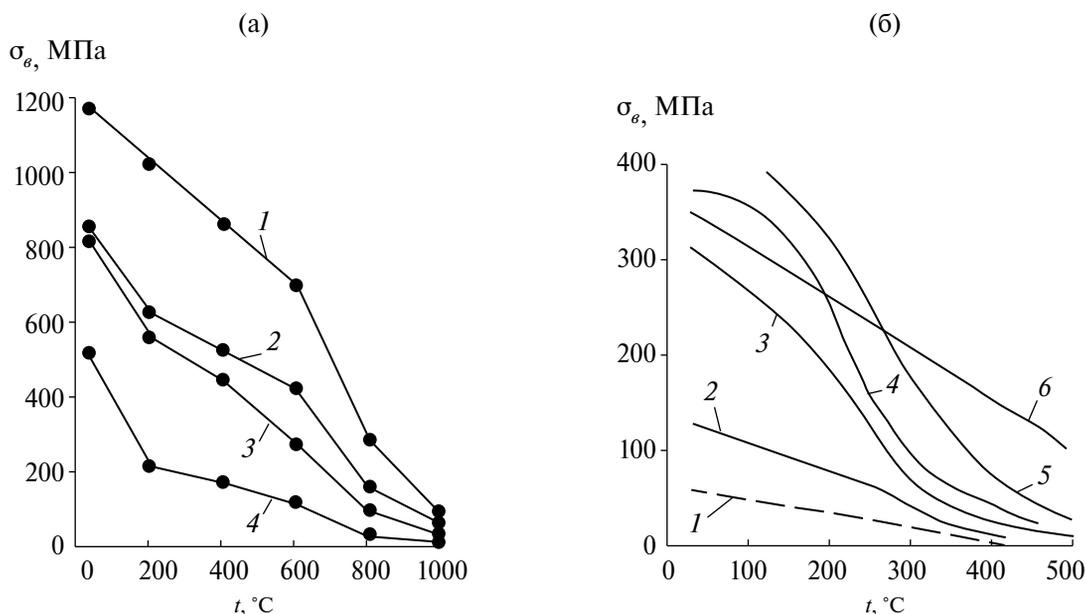


Рис. 1. Температурные зависимости прочности титановых сплавов: 1 – ВТ3-1, 2 – ВТ5-1, 3 – ОТ4, 4 – ВТ1-0 (а) и алюминиевых сплавов: 1 – чистый, 2 – технический, 3 – АМг3, 4 – АМг6, 5, 6 – САПы [1] (б).

В этой связи повышение прочности, в том числе при повышенных рабочих температурах, алюминиевых и титановых сплавов является одним из наиболее актуальных и перспективных направлений на сегодняшний день [1].

Специалисты Великобритании (фирма TISICS) для повышения рабочих температур алюминиевых и титановых сплавов используют упрочнение непрерывными волокнами карбида кремния. В работе [2] показано, что

при объемной доле волокон в алюминиевой матрице порядка 30–35 % прочность при 20 °С увеличивается до 1500 МПа, а при температуре 400 °С остается на уровне 1100 МПа (рис. 2).

Аналогично, при содержании армирующих волокон карбида кремния в титановых сплавах 30–35 об.%, в частности сплава Ti-6Al-4V (отечественный аналог ВТ6), при 20 °С прочность увеличивается до 1700 МПа, а при 800 °С находится на уровне 850 МПа.

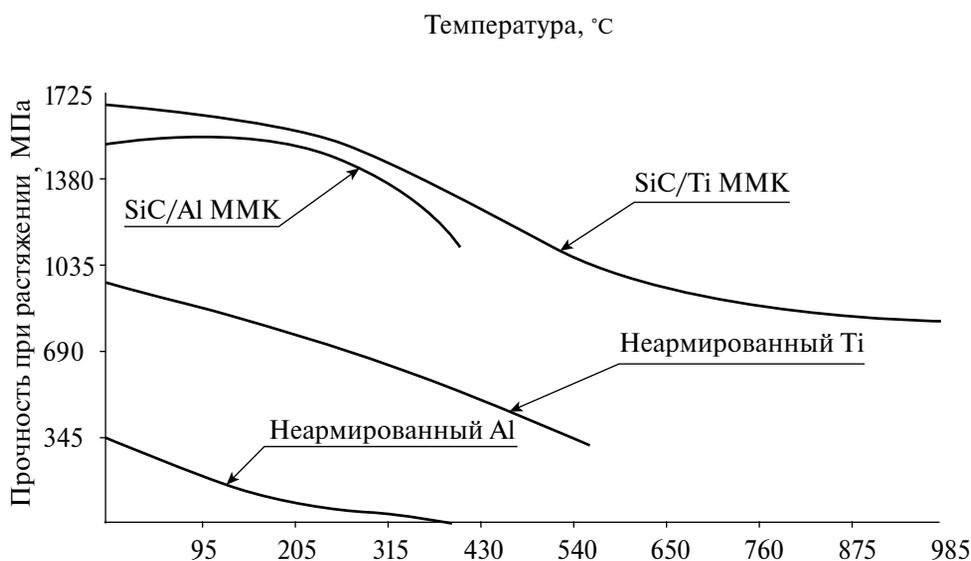


Рис. 2. Температурные зависимости прочности при растяжении для МКМ, армированных керамическими высокотемпературными волокнами и без армирования [2].

Таким образом, интервал рабочих температур алюминиевых и титановых сплавов, упрочненных высокотемпературными керамическими волокнами, поднимается до 0.7–0.8 от температуры плавления [3]. При этом стоит отметить, что повышение механических свойств композиционных материалов на основе алюминиевых и титановых сплавов, в том числе при температуре, напрямую зависит от физико-механических свойств армирующих волокон. Поэтому разработка технологии и исследование свойств высокотемпературных керамических волокон является ключевым при создании рассматриваемых материалов.

В качестве альтернативы SiC-волокнам из-за их высокой стоимости рассматриваются другие керамические волокна, в том числе карбонитридокремниевые (SiCN). Эти волокна обладают высокими механическими свойствами, термостойкостью и достаточной для текстильной переработки гибкостью. Карбонитридокремниевые волокна, аналогично волокнам карбида кремния, проявляют стойкость к окислению до 1200 °С. Помимо этого, их производство предполагает снижение затрат по сравнению с SiC-волокнами благодаря относительно недорогим прекурсорам и более простым режимам синтеза [2, 4–7].

Многие зарубежные компании активно проводят исследования в области создания композиционных материалов на основе металлических матриц из сплавов алюминия и тугоплавких металлов (титан, молибден, ниобий, вольфрам и др.) и керамических волокон [8]. Отечественными разработками SiCN-волокон занимается АО «Композит» совместно с АО «ГНИИХТЭОС» [9, 10]. Для их успешного применения в композитах с металлическими матрицами волокна должны обеспечивать высокие физико-механические характеристики при тепловом нагружении.

Цель работы – исследование деградации физико-механических характеристик отечественных SiCN-волокон и получение зависимости их прочности от температуры термообработки в окислительной среде и вакууме.

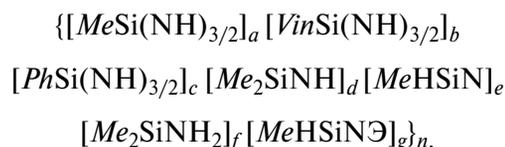
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Синтез и исследование волокнообразующего олигосилазана. Изготовление SiCN-во-

локон проводили из олигоорганосилазана (ООЭС). Гетероэлементы, такие как бор и тугоплавкие металлы (Ti), вводились в состав олигоорганосилазана на стадии синтеза для улучшения физико-механических свойств получаемых на его основе керамических волокон SiCN.

Синтез волокнообразующего ООЭС (ВОЭС) осуществлялся последовательным аммонолизом смеси органотрихлорсиланов (метилтрихлорсилана, винилтрихлорсилана, фенилтрихлорсилана) с диметилдихлорсиланом в различных соотношениях в толуоле по методике [10] с дальнейшей термической перегруппировкой смеси олигоорганосилазанов с олигометилгидридэлементосилазанами (Э-ОМГС, где Э = В или Ti) [9]. Для синтеза Э-ОМГС сначала получали олигометилгидридсилан (ОМГС) аммонолизом метилдихлорсилана в толуоле. Ti-ОМГС получали взаимодействием ОМГС с тетрабутоксититаном. В-ОМГС получали взаимодействием ОМГС с амминбораном $\text{BH}_3 \cdot \text{NH}_3$ по методикам, описанным в работах [11, 12].

Фрагмент молекулярной формулы синтезированного ООЭС в общем виде представлен ниже:



где Э = Ti, Hf и/или В.

Молекулярно-массовые характеристики определяли методом гелипроникающей хроматографии (ГПХ) на хроматографической системе, состоящей из насоса высокого давления СТАЙЕР (Аквилон, Россия), рефрактометрического детектора Smartline RI 2300 (KNAUER, Германия) и термостата колонок JETSTREAM 2 PLUS (KNAUER, Германия). Температура термостатирования – 40 ± 0.1 °С. Элюент – тетрагидрофуран, скорость потока – 1.0 мл/мин. Колонки длиной 300 и диаметром 7.8 мм (300 × 7.8 мм) были заполнены сорбентом Phenogel (Phenomenex, США), размер частиц – 5 мкм, размер пор – от 103 до 105 Å. Обработка результатов анализа

Таблица 1. Физико-химические характеристики ВООЭС

Массовая доля нелетучих веществ, мас. %	98.20
Содержание металла (и/или бора), мас. %	Ti – 0.41; B – 2.68
Содержание кремния, мас. % (не менее)	38.88
Содержание углерода, мас. %	23.14
Содержание азота, мас. %	18.22
Содержание водорода, мас. %	6.94
M_n (по ГПХ)	1356
M_w	5635
Полидисперсность, D	4.156
Температура плавления, °C	75
Температура волокнообразования, °C	120
Массовый выход керамического остатка после пиролиза до 1100 °C в аргоне, мас. % (не менее)	62.0

проводилась с помощью программ Мульти-Хром 1.6 ГПХ (Амперсенд, Россия).

Содержание кремния определяли весовым методом по ГОСТ 20841.2 [13] при разложении навески в фарфоровом тигле 25%-ным олеумом и дымящей азотной кислотой с дальнейшим прокаливанием при 800 °C. Содержание азота определяли методом объемного титрования, который основан на разложении навески продукта до аммиака избытком соляной кислоты с последующим титрованием избытка кислоты стандартным раствором щелочи в присутствии индикатора метилового оранжевого. Дополнительно содержание углерода и водорода определяли гравиметрическим методом: сжиганием навески образца в токе кислорода на автоматическом анализаторе Euro Vector EA 3000 [14]. Содержание бора находили при сплавлении навески с щелочью в бомбе и последующем разложении кислотой в сочетании со спектрометрическим определением в виде комплекса бора с азометином [15]. Содержание металлов определяли рентгенофлуоресцентным методом на приборе «Спектроскан» МАКС-GVM [16].

Температуру плавления определяли на приборе REACH Devices (RD-MP) капиллярным методом [17]. Измерения проводи-

Таблица 2. Элементный состав (ат.%) образца SiCN-1 в торце

Элемент	C	N	O	Si
Макс.	28.34	14.34	28.70	33.68
Мин.	24.19	12.75	26.14	31.38
Усреднение	26.07	13.59	27.51	32.55
Стандартное отклонение	1.47	0.58	1.04	0.73

Таблица 3. Элементный состав (ат.%) образца SiCN-2 в торце

Элемент	C	N	O	Si
Макс.	34.70	30.38	10.01	37.48
Мин.	30.66	25.15	5.40	27.89
Усреднение	32.32	27.35	6.99	33.34
Стандартное отклонение	1.29	1.73	1.37	2.93

Таблица 4. Элементный состав (ат.%) образца SiCN-3 в торце

Элемент	C	N	O	Si
Макс.	44.56	12.67	29.10	57.76
Мин.	26.77	5.35	9.37	16.01
Усреднение	34.85	10.33	22.81	32.01
Стандартное отклонение	4.12	1.97	5.67	10.52

лись в диапазоне температур от 25 до 150 °C со скоростью нагрева 12 °C/мин.

Температуру волокнообразования определяли методом ручного формования волокон. Для этого твердый порошок ВООЭС помещали в грушевидную колбу, а затем нагревали в токе инертного газа от комнатной температуры до 150 °C за 15–30 мин. С помощью термометра и стеклянной палочки, опущенной в массу полисилазана, определяли температуру, при которой в процессе удаления стеклянной палочки из массы образца вытягивалось длинное тонкое эластичное волокно.

Термическую стабильность керамики, полученной в ходе высокотемпературного пиролиза олигосилазана при 1100 °C в атмосфере аргона, исследовали методами ТГА и ДТА [18] на приборе TGA/SDTA851E фирмы Mettler Toledo (Швейцария) в аргоне со

скоростью нагревания 10 °С/мин на образцах массой ~20 мг в интервале температур 20–1000 °С.

Результаты физико-химических характеристик ВООЭС представлены в табл. 1.

Изготовление керамических SiCN-волокон и исследование их жаропрочных свойств. Изготовление SiCN-волокон проводили PDC-методом (polymer derived ceramics), получая сначала хрупкую полимерную нить, затем подвергая ее релаксационной сшивке для придания гибкости и высокотемпературной обработке с получением керамических волокон.

Полученные олигосилазаны переводили в полимерные волокна путем расплавно-го формования при температуре 95–100 °С. Полученные образцы разделяли на две части. Первую партию направляли на облучение электронами в инертной среде (образец SiCN-1). Общая доза облучения волокон составляла 3.5 МГр. Вторую партию волокон оставляли на воздухе на некоторое время для первичных процессов окислительной сшивки. После нескольких часов выдержки на воздухе часть образцов второй партии загружали в сушильный шкаф и окисляли в температурном интервале 150–300 °С в течение 4–6 ч (образец SiCN-2), а оставшая партия продолжала окисляться на воздухе при комнатной температуре более 72 ч (образец SiCN-3).

Высокотемпературную обработку отвержденных волокон проводили в температурном интервале 1200–1300 °С в вакууме.

Полученные SiCN-волокна исследовали на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ). Для подтверждения химического состава волокон использовали результаты локального рентгеноспектрального анализа (рис. 3–5 и табл. 2–4).

Полученные SiCN-волокна подвергали высокотемпературным испытаниям для исследования деградации прочностных свойств. Одну часть волокон помещали в корундовые тигли и подвергали окислению воздухом в печи, вторую направляли на термообработку в вакууме в графитовых тиглях. В обоих случаях нагрев проводили в темпе-

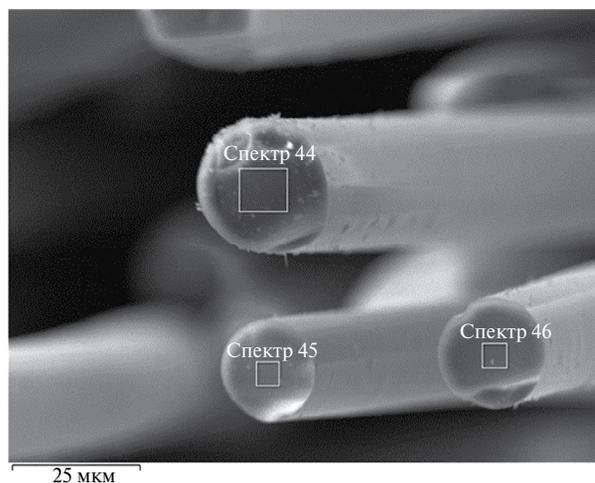


Рис. 3. Микрофотография торцов образцов SiCN-1.

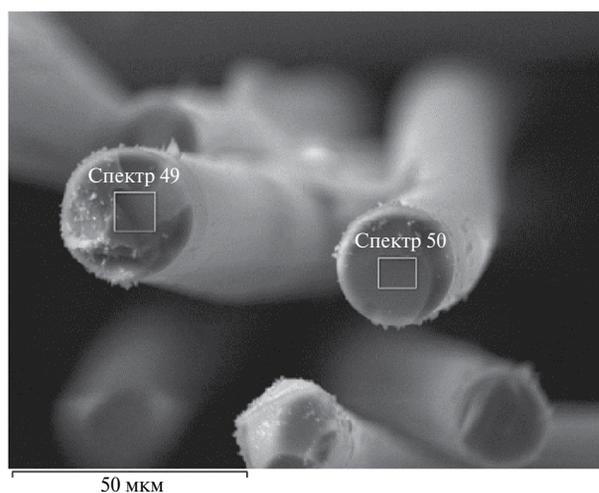


Рис. 4. Микрофотография торцов образцов SiCN-2.

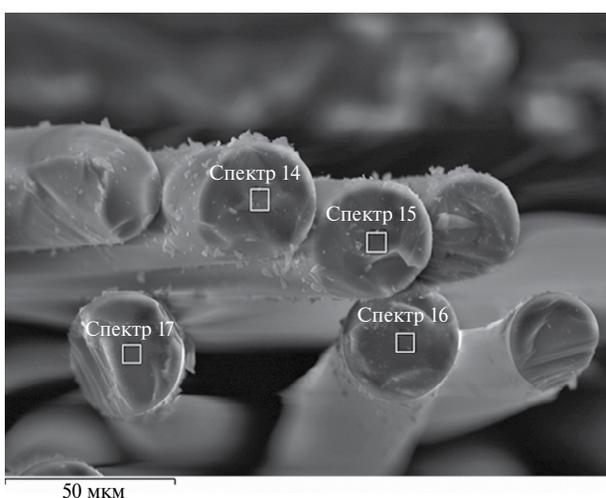


Рис. 5. Микрофотография торцов образцов SiCN-3.

Таблица 5. Результаты по определению предела прочности при растяжении SiCN-волокон

№	SiCN-1			SiCN-2			SiCN-3		
	F , Н	d , мкм	σ , МПа	F , Н	d , мкм	σ , МПа	F , Н	d , мкм	σ , МПа
1	0.31	16.3	1495.50	0.21	16.1	1032.04	0.21	14.1	1327.88
2	0.65	21.4	1814.85	0.44	17.4	1851.33	0.10	15.5	530.23
3	0.17	11.1	1760.82	0.34	17.1	1481.21	0.15	15.4	805.71
4	0.23	15.4	1235.43	0.41	19.9	1318.89	0.32	15.2	1754.82
5	0.31	14.0	2029.29	0.41	17.1	1786.17	0.24	15.9	1233.63
6	0.32	17.2	1373.12	0.44	17.7	1789.11	0.22	14.8	1286.32
7	0.23	13.1	1699.53	0.33	17.5	1372.68	0.21	16.8	947.83
8	0.46	17.2	1980.76	0.35	18.1	1360.95	0.15	16.6	693.43
9	0.25	16.8	1129.72	0.24	15.8	1224.69	0.25	15.5	1300.70
10	0.20	14.4	1233.81	0.41	20.5	1242.81	0.21	14.5	1242.44
11	0.41	19.7	1347.17	0.43	20.1	1355.83	0.12	16.1	586.82
12	0.23	15.3	1256.55	0.33	20.2	1030.25	0.33	15.6	1717.86
13	0.21	13.6	1457.04	0.37	18.2	1422.95	0.24	15.0	1347.84
14	0.12	13.2	880.00	0.26	16.6	1201.95	0.17	15.0	962.49
15	0.15	12.1	1311.62	0.22	17.1	958.43	0.27	14.9	1525.16
16	0.22	13.5	1549.20	0.43	24.8	890.63	0.24	15.0	1375.42
17	0.31	16.1	1521.60	0.15	19.7	492.37	0.21	15.6	1099.26
18	0.21	17.2	901.11	0.35	24.9	719.12	0.10	13.5	719.90
19	0.15	14.2	951.66	0.35	19.1	1222.17	0.25	13.2	1827.77
20	0.31	13.8	2076.65	0.41	17.8	1648.44	0.23	15.2	1268.15
Ср.	0.27 ± 0.05	15.3 ± 1.1	1450.27 ± 153.76	0.34 ± 0.04	18.8 ± 1.1	1270.10 ± 151.39	0.21 ± 0.03	15.16 ± 0.39	1177.68 ± 162.73

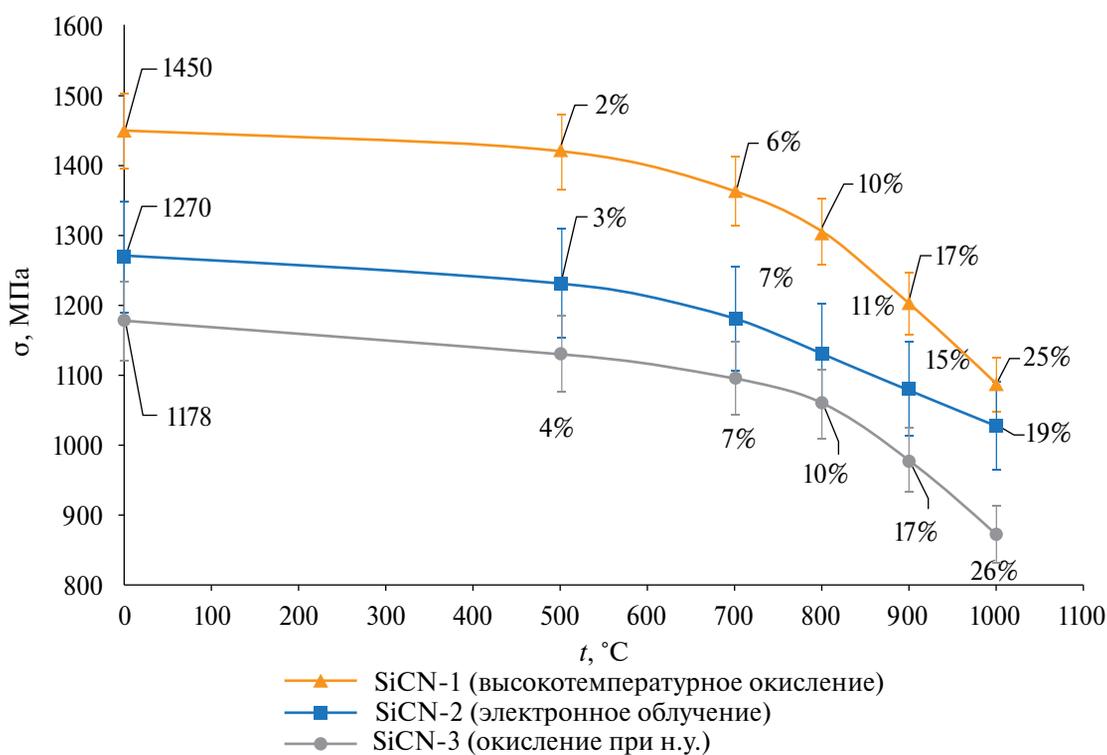


Рис. 6. Зависимости прочности SiCN-волокон от температуры термообработки в вакууме.

Таблица 6. Элементный состав (ат.%) образца SiCN-2 в торце после термообработки при 1000 °С на воздухе

Элемент	C	N	O	Si
Макс.	38.18	9.86	30.47	34.40
Мин.	33.48	5.76	24.43	24.98
Усреднение	35.17	7.64	26.64	30.38
Стандартное отклонение	1.30	1.12	1.95	2.60

ратурном интервале 500–1000 °С со скоростью 300 °С/ч и временем выдержки 1 ч.

Диаметр SiCN-волокон определяли в соответствии с ГОСТ 32666-2014 (метод В) [19] на оптическом микроскопе Olympus GX-51.

Испытания по определению предела прочности при растяжении SiCN-волокон проводили в соответствии с ГОСТ 32667-2014 [20] на универсальной испытательной машине Zwick/Roell Z005 kN ProLine. Результаты испытаний приведены в табл. 5.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 6 представлена зависимость прочности волокна от температуры обработки в вакууме. Исходная прочность окисленных SiCN-волокон (оранжевая линия на рис. 6) оказалась выше, чем у образцов, отвержден-

ных с помощью электронного луча (синяя линия на рис. 6), на 12 %. В результате термообработки при 500 °С в вакууме прочность волокон всех типов отверждения практически не изменяется (в пределах погрешности измерений). С дальнейшим повышением температуры малоокислородные SiCN-волокна, отвержденные электронным облучением, показывают лучшие показатели прочности и большую стабильность в сравнении с окисленными. При 1000 °С потеря прочности у образца SiCN-2 составила 13%, что в два раза ниже аналогичного показателя у образца SiCN-1 (26%).

Образец SiCN-3 обладает схожими тенденциями снижения прочности при повышении температуры с SiCN-1, образцы имеют идентичную потерю прочности при 1000 °С, однако исходная прочность волокон SiCN-3 снижена, что свидетельствует о неполном протекании окисления в процессе сшивки при комнатной температуре и необходимости интенсификации с помощью нагрева.

Для МКМ с титановой и алюминиевой матрицами наибольший интерес представляют характеристики прочности после термообработки в интервале 500–700 °С, так как именно при этих температурах проис-

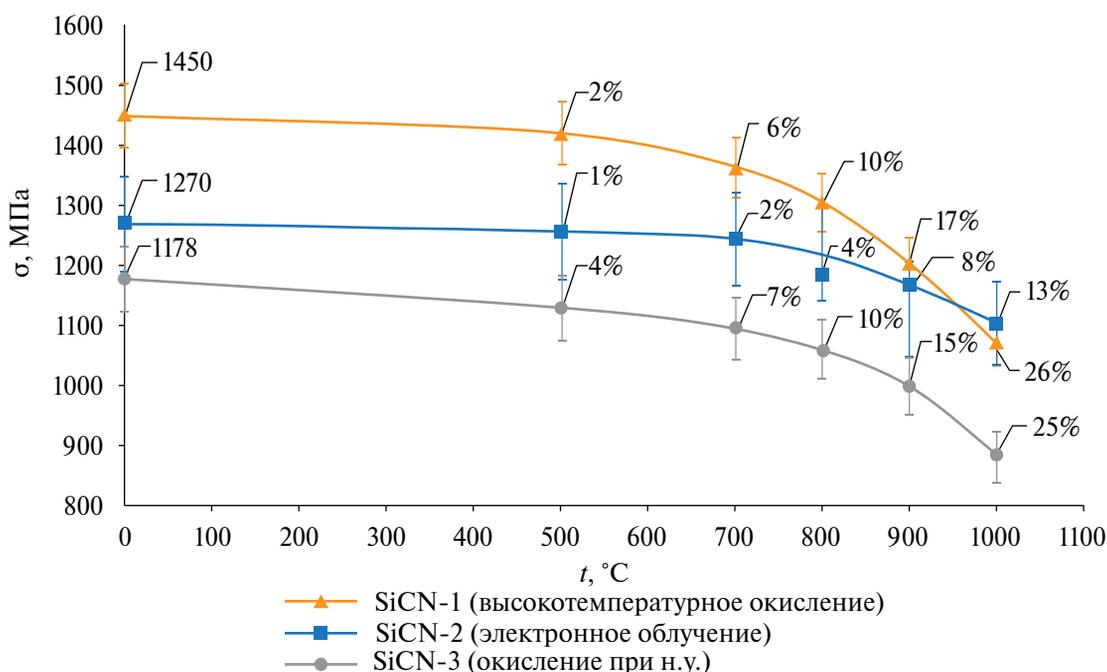


Рис. 7. Зависимости прочности SiCN-волокон от температуры термообработки на воздухе.

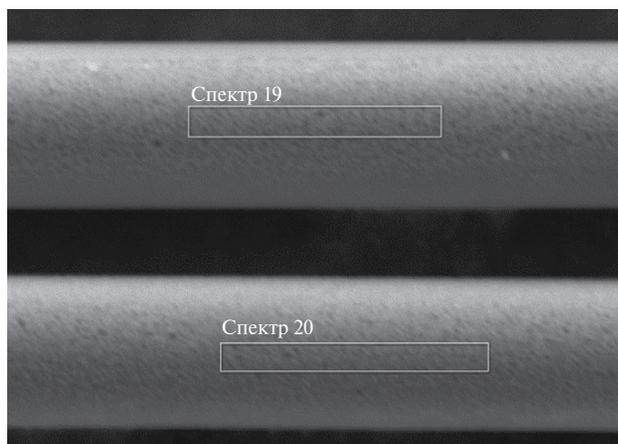


Рис. 8. Микрофотография поверхности образца SiCN-2 после термообработки при 1000 °С на воздухе.

ходит формирование матриц. Как видно из рис. 6, при данных температурах в вакууме снижение прочности для всех типов волокон сопоставимо и незначительно, что позволит сохранить прочностные характеристики армирующих волокон на достаточном уровне (более 1 ГПа) и обеспечить высокие физико-механические характеристики получаемых МКМ.

Дополнительно исследована зависимость прочности SiCN-волокон от температуры окисления на воздухе (рис. 7). После термообработки при температуре 500 °С наблюдается незначительное снижение прочностных характеристик волокон всех типов отверждения, при этом образец SiCN-1 показывает наименьшую потерю прочности. В температурном интервале 500–800 °С окисленные волокна SiCN-1 демонстрируют несколько лучшие прочностные свойства, чем SiCN-2. Это объясняется пассивным характером окисления волокон SiCN-1 на воздухе из-за наличия поверхностного оксидного слоя, а также склонностью нитридной бескислородной керамики к активному окислению, что характерно для SiCN-2.

С повышением температуры для образцов SiCN-2 процесс окисления становится все более пассивным, образуется достаточный поверхностный слой SiO₂ (белый шероховатый слой на поверхности испытанного волокна, представленный на рис. 8 и 9) в результате окисления связей Si–N, что подтверждается увеличением содержания кис-

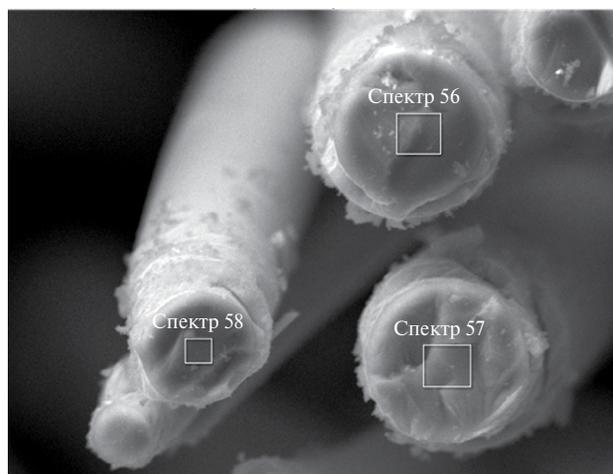


Рис. 9. Микрофотография торцов образцов SiCN-2 после термообработки при 1000 °С на воздухе.

лорода, снижением содержания азота при сохранении достаточного количества кремния (табл. 6). Интенсивность потери прочности для образцов SiCN-2 снижается относительно SiCN-1 и SiCN-3.

Одновременно с этим при температурах около 1000 °С начинаются процессы взаимодействия кислорода волокна с углеродом, кремнием, азотом, что приводит к деструкции волокна и, соответственно, к снижению прочностных свойств. При этом, несмотря на снижение на 19–26 % при 1000 °С, прочность полученных SiCN-волокон остается на достаточном уровне, а МКМ в основном эксплуатируются при температурах до 1000 °С, что позволяет предполагать, что композиционный материал с SiCN-волоконками сохранит требуемые конструкционные свойства во всем температурном диапазоне эксплуатации.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследование молекулярно-массовых характеристик показало, что введение элементов титана и бора на стадии синтеза олигосилазана позволило увеличить молекулярные массы ВООЭС за счет образования межмолекулярных сшивок. Значения среднечисловой (M_n), средневесовой (M_w) молекулярных масс и полидисперсности (D) ВООЭС с хорошими волокнообразующими свойствами находятся в интервалах: 1200–1400, 5000–6000, 3.5–4.2 соответственно.

После термообработки при 500 °С в окислительной среде наблюдается незначительное снижение прочностных характеристик волокон всех типов отверждения, при этом образец SiCN-1 показывает наименьшую потерю прочности. В температурном интервале 500–800 °С окисленные волокна SiCN-1 демонстрируют несколько лучшие прочностные свойства, чем волокна, отвержденные электронным облучением.

После термообработки при температуре 500 °С в вакууме прочность волокон всех типов отверждения сохраняется практически стопроцентной. С дальнейшим повышением температуры SiCN-волокна, отвержденные электронным облучением, показывают лучшие показатели прочности и большую стабильность в сравнении с окисленными.

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Савилов А.В., Николаева А.В., Сорокова С.Н., Ефременков Е.А., Колесникова К.А. Аэрокосмические материалы. Иркутск: Изд-во ИРНТУ, 2021. 246 с.
2. Watt G. An Investigation of the Use of Metal Matrix Composites for Pressure Vessels. Surrey: Tisics, 2018.
3. Житнюк С.В. Бескислородные керамические материалы для аэрокосмической техники (обзор) // Тр. ВИАМ. 2018. № 8 (68). С. 81–88.
4. Flores O., Bordia K., Nestler D., Krenkel W., Motz G. Ceramic Fibers Based on SiC and SiCN Systems: Current Research, Development, and Commercial Status // Adv. Eng. Mater. 2014. V. 16. № 6. P. 621–636.
5. Flores O., Bordia K., Nestler D., Krenkel W., Motz G. Processing and Characterization of Large Diameter Ceramic SiCN Monofilaments from Commercial Oligosilazanes // Adv. Eng. Mater. 2015. V. 5. № 129. P. 107001–107011.
6. Flores O., Schmalz T., Krenkel W., Heymann L., Motz G. Selective Cross-Linking of Oligosilazanes to Tailored Melttable Polysilazanes for the Processing of Ceramic SiCN Fibres // J. Mater. Chem. A. 2013. V. 1. P. 15406–15415.
7. Motz G. Synthesis of SiCN-Precursors for Fibres and Matrices // Adv. Sci. Technol. 2006. V. 50. P. 24–30.
8. Hooker J.A., Doorbar P.J. Metal Mmatrix Composites for Aeroengines // Mater. Sci. Technol. 2000. V. 16. № 7–8. P. 725–731.
9. Рыжова О.Г., Стороженко П.А., Герасимов К.Н., Тимофеев П.А., Жукова С.В., Князев К.А., Гумеров Д.Р., Куришев А.О. Керамообразующие полисилазаны для тугоплавких керамических матриц, волокнообразующих составов и покрытий // Тез. докл. IV Всерос. науч.-техн. конф. «Высокотемпературные керамические композиционные материалы и защитные покрытия». М. 2020. С. 42–65.
10. Рыжова О.Г., Стороженко П.А., Жукова С.В. Способ получения предкерамических волокнообразующих олигоорганосилазанов: Пат. RU 2767238. Заявлено 23.03.2021; опубл. 17.03.2022.
11. Рыжова О.Г., Стороженко П.А., Жукова С.В. и др. Способ получения олигоборсилазанов: Пат. RU 2546664. Заявлено 30.12.2013; опубл. 10.04.2015.
12. Жукова С.В., Стороженко П.А., Рыжова О.Г., Драчев А.И., Кузнецова М.Г., Тимофеев П.А. Получение и свойства предкерамических олигоборсилазанов // Неорганические материалы. 2021. Т. 57. № 12. С. 1365–1372. DOI: 10.31857/S0002337X21120150
13. ГОСТ 20841.2-75. Продукты кремнийорганические. Методы определения массовой доли кремния.
14. Соколова О.В., Ворожов Д.Л. Разработка экспрессного способа определения содержания общего углерода в образцах карбида бора с использованием элементного анализатора // Журн. прикл. химии. 2014. Т. 87. № 11. С. 1600–1603.
15. Баженов М.А., Тихова В.Д., Фадеева В.П. Определение бора в органических соединениях атомно-эмиссионным методом с микроволновой плазмой // Журн. аналит. химии. 2016. Т. 71. № 11. С. 1145–1151.
16. Клименко Ю.Д., Малинкина Т.А., Агеева Л.Д. Определение тяжелых металлов в порошковых пробах растительных материалов рентге-

- нофлуоресцентным методом // *Инновации в атомной отрасли: проблемы и решения*. 2021. Т. 13. С. 27.
17. *Гусева М.А., Проконова Л.А., Хасков М.А.* Определение температур плавления твердых полимеров реологическим методом // *Завод. лаб. Диагностика материалов*. 2021. Т. 87. № 7. С. 38–43.
18. *Рыжова О.Г., Стороженко П.А., Герасимов К.Н. и др.* Керамообразующие полисиланы для тугоплавких керамических матриц, волокнообразующих составов и покрытий // *Высокотемпературные керамические композиционные материалы и защитные покрытия*. 2020. С. 42–65.
19. ГОСТ 32666-2014. Волокно углеродное. Определение диаметра и площади поперечного сечения элементарной нити.
20. ГОСТ 32667-2014. Волокно углеродное. Определение свойств при растяжении элементарной нити.