

# *Композиты и наноструктуры*

## *(Composites and Nanostructures)*

*Научно-технический журнал*

<http://www.issp.ac.ru/journal/composites/>

ISSN 1999-7590

Издаётся с 2009 г.

**Учредители:**

ИФТТ РАН  
ООО «Научно-техническое предприятие  
«Вираж-Центр»

**Редакция:** ИФТТ РАН

Россия, 142432, г. Черноголовка Московской обл.  
Тел./Факс: +7(49652)22493  
<http://www.issp.ac.ru>  
Ведущий редактор: Нелли Анатольевна Прокопенко

**Издательство:**

ООО НТП «Вираж-Центр»  
Россия, 105264, Москва, ул. Верхняя Первомайская, д. 49, корп. 1 офис 401.  
Почтовый адресс: Россия, 105043, Москва, а/я 29  
Тел.: 7 495 780-94-73  
<http://www.machizdat.ru>  
e-mail: [virste@dol.ru](mailto:virste@dol.ru)

Директор журнала  
М.А.Мензуллов

Вёрстка  
А.А.Мензуллов

Отпечатано: ООО «РПЦ ОФОРТ» г. Москва, пр-кт  
Будённого, 21  
Заказ №  
Тираж 100  
Цена – договорная

Журнал зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере связи и массовых коммуникаций.  
Свидетельство о регистрации средства массовой информации № ФС77-33449 от 08.10.2008.

*Авторы опубликованных материалов несут полную ответственность за достоверность приведённых сведений, а также за наличие в них данных, не подлежащих открытой публикации. Материалы рецензируются.*

*Перепечатка, все виды копирования и воспроизведения материалов, публикуемых в журнале, осуществляются только с разрешения редакции.*

**На первой стр. обложки:** Рис. 2. (a)- FESEM изображение общего вида нановолокон; (b,c) - FESEM изображение отдельных волокон в форме гексагональной призмы и бамбука, соответственно; (d-g) – TEM изображение нановолокон в светлом поле, стр. 8 статья «Синтез и морфология наноструктур SiC при карботермическом восстановлении диоксида кремния».

**Главный редактор**

**С.Т. Милейко**  
д-р техн. наук, проф., ИФТТ РАН, Россия

**Редакционная коллегия**

**М.И. Алымов**  
чл.-корр. РАН, ИМЕТ РАН, Россия

**Р. А. Андриевский**  
д-р физ.-мат. наук, ИПХФ РАН, Россия

**Ю.О. Бахвалов**  
д-р техн. наук, ГКНПЦ им. Хруничева, Россия

**С.И. Бредихин**  
д-р физ.-мат. наук, ИФТТ РАН, Россия

**Л.Р. Вишняков**  
д-р техн. наук, ИПМ НАНУ, Украина

**В. В. Викулин**  
проф., ФГУП ОНПП «ТЕХНОЛОГИЯ»

**В.М. Кийко**  
канд. техн. наук, ИФТТ РАН, Россия

**Ю.Р. Колобов**  
д-р физ.-мат. наук, проф., БелГУ, Россия

**В.И. Костиков**

чл.-корр. РАН, МИСИС, Россия

**А.М. Куперман**  
д-р техн. наук, ИХФ РАН им. Н.Н. Семёнова, Россия

**С.А. Лурье**  
д-р физ.-мат. наук, ВЦ РАН, Россия

**Б.Е. Победря**

д-р физ.-мат. наук, проф., МГУ им. М.В. Ломоносова, Россия

**В.Г. Севастьянов**

д-р хим. наук, ИОНХ РАН, Россия

**А.В. Серебряков**

д-р техн. наук, проф., ИФТТ РАН, Россия

**A.R. Bunsell**

проф., Франция

**K. Chawla**

проф., США

**T-W. Chou**

проф., США

**George C. Sih**

проф., США

**Shanyi Du**

проф., Китай

**T. Ishihara**

проф. Япония

**A. Kelly**

проф., Великобритания

**A. Koayama**

проф. Япония

**W.M. Kriven**

проф., США

**L.M. Manocha**

проф., Индия

**V.M. Orera**

проф., Испания

**H. Schneider**

проф., Германия

**K. Schulte**

проф., Германия

**M. Singh**

проф., США

**H.D. Wagner**

проф., Израиль

# Composites and Nanostructures

<http://www.issp.ac.ru/journal/composites/>

ISSN 1999-7590

**Editor-in-Chief:**

Professor **S.T. Mileiko**,  
Institute of Solid State Physics of RAS , Russia

**Editorial Board:**

Professor **M.I. Alymov**

**A.A. Baikov**

Institute of Metallurgy and Materials Science of RAS, Russia

Professor **R. A. Andriyevskii**

Institute of Problem of Chemical Physics of RAS, Russia

**Dr Yu.O. Bakhvalov**

Khrunichev State Research and Production Space Center, Russia

**Dr S.I. Bredikhin**

Institute of Solid State Physics of RAS , Russia

Professor **A.R. Bunsell**

Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, France

Professor **K. Chawla**

University of Alabama, USA

Professor **T-W. Chou**

University of Delaware, USA

Professor **T. Ishihara**

Japan

Professor **Shanyi Du**

Harbin Institute of Technology, China

Professor **A. Kelly**

University of Cambridge, UK

**Dr V.M. Kiiko**

Institute of Solid State Physics of RAS , Russia

Professor **A. Koyama**

Kyoto University, Japan

Professor **Yu.R. Kolobov**

Belgorod State University, Russia

Professor **V.I. Kostikov**

State Technological University «Moscow Institute of Steel and Alloys»,  
Russia

Professor **W.M. Kriven**

The University of Illinois at Urbana-Champaign, USA

Dr. **A.M. Kuperman**

Institute of Chemical Physics of RAS , Russia

Professor **S.A. Lurie**

Dorodnicyn Computing Centre of RAS, Russia

Professor **L.M. Manocha**

Sardar Patel University, India

Professor **V.M. Orera**

Instituto de Ciencia de Materiales, Spain

Professor **B.E. Pobedyra**

Lomonosov Moscow State University, Russia

Professor **H. Schneider**

Institute of Crystallography, University of Koeln, Germany

Professor **K. Schulte**

Technical University Hamburg – Hamburg, Germany

Professor **George C. Sih**

Lehigh University, Bethlehem, USA

Professor **A.V. Serebryakov**

Institute of Solid State Physics of RAS , Russia

Professor **V.G. Sevastyanov**

Institute of General and Inorganic Chemistry of RAS , Russia

Dr **M. Sing**

NASA Glenn Centre, USA

Professor **V.V. Vikulin**

FSUE ORPE «TECHNOLOGIYA» State Research Centre of the Russian Federation, Russia

Dr **Leon Vishnyakov**

Frantsevich Institute for Problems of Materials Science, Ukraine

Professor **H.D. Wagner**

Weizmann Institute of Science, Israel

**Established by:**

Solid State Physics Institute  
Russian Academy of Sciences  
(ISSP RAS)

and

Science Technical Enterprise  
«Virag-Centre» LTD

**ISSP RAS:**

2, Institutskaya str., Chernogolovka, Moscow district., Russia,  
142432

**Tel./Fax:** +7(49652)22493

<http://www.issp.ac.ru/journal/composites/>

**Editor:** Nelli Prokopenko

**Publishing House:**

STE Virag-Centre LTD

49/1, Verchnaya Pervomayskaya str., Moscow,  
Russia, 105264.

**Phone:** 7 495 780 94 73

<http://www.mashizdat.ru>

**Director of journal**

M.A. Menzullov

**Making-up**

A.A. Menzullov

*Subscriptions: please apply to one of the partners of JSC «MK-Periodica» in your country or to JSC «MK-Periodica» directly:*

*39, Gilyarovskiy Street, Moscow Russia, 129110;*

*Tel: +7(495) 681-9137, 681-9763;*

*Fax +7(495) 681-3798*

*E-mail: [info@periodicals.ru](mailto:info@periodicals.ru)*

<http://www.periodicals.ru>

*(Inquire Komposity i nanostruktury)*

**Photo on the cover:** Fig. 2. (a)- FESEM image of the nanowires (general view); (b,c) –FESEM images of the single hexagonal prism-shaped wire and bamboo-like wire, respectively; (d-g) – TEM bright-field images of the nanowires. «Synthesis and Morphology of SiC nanowires under carbothermal reduction silicon dioxide» p. 8.

## СОДЕРЖАНИЕ

**Е.А.Куренко, В.Роддатис, А.А.Жохов, И.И.Зверькова,**

**И.И.Ходос, Г.А.Емельченко**

**СИНТЕЗ И МОРФОЛОГИЯ НАНОСТРУКТУРЫ SiC ПРИ КАРБОТЕРМИЧЕСКОМ ВОССТАНОВЛЕНИИ  
ДИОКСИДА КРЕМНИЯ .....**

**5**

Исследован синтез нанокристаллов SiC методом карботермического восстановления коллоидного диоксида кремния при температурах 1700, 2100 и 2200К. При температуре 1700К были получены SiC нановолокна с диаметром от 20 до 200 нм и длиной, достигающей несколько десятков микрон. Рентген-дифракционный анализ (XRD) и просвечивающая электронная микроскопия (TEM) показали, что волокна имеют преимущественно 3C-SiC структуру с высокой плотностью дефектов упаковки. Было обнаружено три типа нановолокон: (i) –нановолокна с морфологией гексагональной призмы и осью роста [111]; (ii) –нанопластины с поперечным сечением близким к прямоугольному и направлениями роста [110], [112], [113] и [331]; (iii) - бамбукообразные нановолокна, состоящие из широких сегментов с совершенной 3C-структурой. Повышение температуры процесса до 2100-2200К привело к радикальному изменению морфологии нанокристаллов карбида кремния. Проведен термодинамический анализ возможных реакций в исследуемой системе. Особое внимание уделено местам зарождения и механизмам роста нановолокон (с. 5-22; ил. 13).

**Чесноков В.В., Чичкань А.С., Зайковский В.И., Паукштис Е.А., Пармон В.Н.**

**ПОЛУЧЕНИЕ УНТ-SiO<sub>2</sub> КОМПОЗИТОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ОЛИГОМЕТИЛГИДРИДСИЛОКСАНА  
В КАЧЕСТВЕ ПРЕДШЕСТВЕННИКА SiO<sub>2</sub> .....**

**23**

Разработан метод синтеза УНТ-SiO<sub>2</sub> композита с использованием олигометилгидридсилоксана (ОМГС) в качестве предшественника SiO<sub>2</sub>. Наличие активного водорода в составе олигометилгидридсилоксана позволило достичь химического взаимодействия между поверхностью углеродных нанотрубок и нанесенным слоем оксида кремния. Исследовано влияние пленки оксида кремния на окисление УНТ кислородом. Установлено, что скорость окисления УНТ-SiO<sub>2</sub> композита уменьшается примерно на порядок по сравнению с исходными УНТ. Изучены морфология и структура аморфного оксида кремния, получающегося после окисления УНТ-SiO<sub>2</sub> композита. Исследована термическая стабильность УНТ-SiO<sub>2</sub> композита. Установлено, что в инертной среде УНТ-SiO<sub>2</sub> композит обладает термической стабильностью до температур 1100-1200°C. Повышение температуры прокалки до 1300 °C приводит к разделению УНТ-SiO<sub>2</sub> композита на отдельные составляющие: УНТ и частицы SiO<sub>2</sub> (с. 23-32; ил. 8).

**В.С.Попов, В.Г.Севастьянов, Н.Т.Кузнецов**

**ПОЛУЧЕНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ SnO<sub>2</sub> ЧЕРЕЗ НОВЫЕ ЛЕТУЧИЕ ПРЕКУРСОРЫ  
МЕТОДОМ APCVD С ИНДУКЦИОННЫМ НАГРЕВОМ .....**

**33**

Выполнены синтез и идентификация четырех летучих координационных соединений олова: [Sn(AcAc)<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>], [Sn(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>Cl<sub>4</sub>]·18K6, [Sn(18K6)Cl<sub>4</sub>], [Sn(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>Cl<sub>4</sub>]·15K5. Синтезированные соединения использованы в качестве новых прекурсоров покрытий диоксида олова в химическом парофазном осаждении при атмосферном давлении (APCVD) на установке с индукционным нагревом в зоне деструкции. Полученные покрытия охарактеризованы комплексом физико-химических методов анализа. Исследована взаимосвязь морфологии покрытий и использовавшихся прекурсоров (с. 33-43; ил. 6).

**Л.В.Леснякова, Т.А.Акопова, Г.А.Вихорева, Н.С.Перов, А.Н.Зеленецкий**

**ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ ТВЕРДОФАЗНОГО ПОЛУЧЕНИЯ ПРИВИТЫХ СОПОЛИМЕРОВ ХИТОЗАНА  
И ПОЛИВИНИЛОВОГО СПИРТА НА ИХ СТРОЕНИЕ И РАСТВОРИМОСТЬ .....**

**44**

В условиях воздействия давления и сдвиговых деформаций в опытно-промышленном двухшнековом экструдере получены водорастворимые привитые сополимеры хитозана и поливинилового спирта. На первой стадии обработке подвергалась реакционная смесь, состоящая из твёрдых NaOH и хитина. К полученному щелочному хитозану добавляли ПВА и повторно экструдировали. Влияние соотношения компонентов реакционных смесей и ММ исходного ПВА на структуру и свойства продуктов исследовалось методами элементного анализа, вискозиметрии, ИК-спектроскопии, протонно-магнитного резонанса и гельпроникающей хроматографии (с. 44-55; ил. 6).

**В.Я.Варшавский, В.А.Морозов**

**О ГРАФИТИРУЕМОСТИ УГЛЕРОДНЫХ ВОЛОКОН ИЗ ПОЛИАКРИЛОНИТРИЛЬНЫХ ВОЛОКОН .....**

**56**

Методом Риетвелда (полнопрофильного анализа) исследованы структуры графитированных углеродных волокон, содержащих соединения внедрения бора. Метод Риетвелда подтвердил способность борсодержащих углеродных волокон к графитации при высокой температуре и позволил выявить, что структура волокон лучше описывается в ромбоэдрической модели структуры графита (с. 56-62 ил. 3).

## CONTENS

**E.A.Kudrenko, V.Roddatis, A.A.Zhokhov, I.I.Zverkova, I.I.Khodos, G.A.Emelchenko**

SYNTHESIS AND MORPHOLOGY OF SiC NANOWIRES UNDER CARBOTHERMAL REDUCTION

SILICON DIOXIDE ..... 5

Synthesis of SiC nanocrystals by carbothermal reduction of colloidal silica at temperature of 1700, 2100 и 2200K has been studied. The nanocrystals at 1700K a shape of nanowires of a diameter between 20 and 200 nm an a length of tens to hundreds of microns. The X-ray diffraction (XRD) and transmission electron microscopy (TEM) analysis have shown the beta-SiC structure of the nanowires with a high density of stacking faults. The three types of the nanowires have been found: (i) - hexagonal nanowires with the [111] growth direction; (ii) -nanobelts with a rectangle-like cross-section and the [110], [112], [113] or the [331] growth directions; (iii) - «bamboo-like» nanowires, formed by wide segments with the perfect beta-SiC structure. Enhancing the process temperature up to 2100-2200K leads a major change in the SiCnanocrystal morphology. A thermodynamic analysis of possible reactions in the system was performed. Special attention was paid to nucleation sites and growth mechanism of nanowires (p. 5-22; fig. 13).

**V.V.Chesnokov, A.S.Chichkan, V.I.Zaikovskii, E.A.Paukshtis, V.N.Parmen**

FABRICATION OF CNT-SiO<sub>2</sub> COMPOSITES WITH USE

OF OLIGOMETHYLHYDRIDESILOXANE AS THE PRECURSOR OF SiO<sub>2</sub> ..... 23

A new method of fabrication of CNT-SiO<sub>2</sub> composite is developed. The oligomethylhydridesiloxane (OMHS) was used as the precursor of SiO<sub>2</sub>. The presence of active hydrogen in the composition of OMHS made it possible to reach the chemical interaction between the surface of carbon nanotubes and the deposited layer of the silicon oxide. An effect of the silicon oxide film on the oxidizing ability of CNT is studied. It is found that the oxidation rate of the CNT-SiO<sub>2</sub> composite decreases approximately by an order of the magnitude in comparison with the virgin CNT. The morphology and structure of the amorphous silicon oxide obtained after oxidation CNT-SiO<sub>2</sub> composite were studied. The thermal stability of the CNT-SiO<sub>2</sub> composite was also studied. It is found that the CNT-SiO<sub>2</sub> composite is thermally stable up to temperatures of 1100-1200°C. An increase in the temperature of head tempering to 1300 °C leads to separation of CNT-SiO<sub>2</sub> composite into individual components: CNT and particles of SiO<sub>2</sub> (p.23-32; fig. 8).

**V.S.Popov, V.G.Sevastynov, N.T.Kuznetsov**

SYNTHESIS OF NANOSTRUCTURED SnO<sub>2</sub> COATINGS THROUGH

NEW VOLATILE PRECURSORS BY APCVD WITH INDUCTION HEATING ..... 33

In this paper four volatile tin coordination compounds [Sn(AcAc)<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>], [Sn(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>Cl<sub>4</sub>]·18K6, [Sn(18K6)Cl<sub>4</sub>], [Sn(H<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>Cl<sub>4</sub>]·15K5 were synthesized and identify. Synthesized compounds were used as new precursors for tin dioxide coatings in atmospheric pressure chemical vapor deposition (APCVD) at the facility with induction heating in destruction zone. The coatings were characterized with physicochemical methods of analysis. Relationship of coatings morphology and precursors was investigated (p.33-43; fig. 6).

**L.V.Lesnyakova, T.A.Akopova, N.S.Perov, G.A.Vikhoreva, A.N.Zelenetskii**

AN EFFECT OF CONDITIONS OF SOLID-STATE SYNTHESIS OF GRAFT COPOLYMERS CHITOSAN

AND POLYVINYL ALCOHOL ON THEIR STRUCTURE AND SOLUBILITY ..... 44

Water-soluble graft copolymers of chitosan and polyvinyl alcohol were obtained in an experimental twin-screw extruder, in which pressure and shear strains were applied. On the first stage, the reaction mixture of solid NaOH and chitin was treated. To a product produced chitosan alkaline PVA was added and re-extruded. An effect of ratio of the components of reaction mixtures and MM PVA source on structure and properties of the products were examined by elemental analysis, measuring viscosity, IR spectroscopy, NMR and gel - chromatography (p. 44-55; fig. 6).

ON GRAPHITISING PAN-CARBON FIBRES ..... 56

X-ray powder diffraction patterns of boron-containing carbon fibres were analysed using the Rietveld method. Rietveld refinements confirm possibility of carbon fibers contained boron to graphitization at high temperature. A age of the Rietveld refinement technique allows revealing that the structure of carbon fibres is better described by the rhombohedral model of graphite structure (p. 56-62; fig. 3).