

两种连续 SiC 纤维的高温介电及吸波性能对比

穆 阳¹, 邓佳欣¹, 李 皓¹, 周万城²

(1. 中国飞行试验研究院 航电所, 西安 710089; 2. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 西安 710072)

摘 要: 采用 XPS、XRD、Raman 光谱等方法分析了两种典型 SiC 纤维的微观结构, 研究了微观结构对纤维电导性能的影响, 并揭示了其高温介电性能和吸波性能的演变规律, 对高温结构吸波复合材料的研究具有重要意义。研究表明: KD-I SiC 纤维表面富碳, 而 SLF SiC 纤维以 Si-C-O 结构为主, 前者具有较高的电导率和复介电常数, 从而导致 KD-I 纤维与空气阻抗匹配差, 而 SLF 纤维的损耗较小, 因此两者在 X 波段的室温反射率仅为 -3.2 dB 和 -0.3 dB。KD-I 纤维的复介电常数随着温度的升高显著增大, SLF 纤维的实部增幅较大而虚部略小, 两者在 700℃ 时的复介电常数分别达到 20.9-j25.0 和 5.0-j0.37, 高温条件下由于阻抗匹配均变差, 吸波性能无明显改善。

关 键 词: SiC 纤维; 微观结构; 电导率; 高温介电性能; 高温吸波性能

中图分类号: TB34 文献标识码: A

Comparison of High-temperature Dielectric and Microwave Absorbing Property of Two Continuous SiC Fibers

MU Yang¹, DENG Jia-Xin¹, LI Hao¹, ZHOU Wan-Cheng²

(1. Department of Avionics, Chinese flight Test Establishment, Xi'an 710089, China; 2. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

Abstract: Two kinds of SiC fibers with different microstructures were analyzed by XPS, XRD and Raman spectra. The electrical conductivities of the fibers were measured, and their dielectric and microwave absorbing properties at elevated temperatures were investigated. Research results show that KD-I SiC fiber with rich carbon layers possess higher complex permittivities and electrical conductivities than do SLF SiC fiber with Si-C-O phase, resulting in poor impedance match between free space and KD-I fibers. Simultaneously, due to poor dielectric loss of SLF fiber, two fibers display inferior absorbing performance with the reflection loss values of -3.2 dB and -0.3 dB at X band, respectively. With temperatures increasing, ϵ' and ϵ'' of KD-I fiber sharply increase, while the complex permittivity of SLF fiber display a small increment. Complex permittivities of two fibers are up to 20.9-j25.0 and 5.0-j0.37 at 700℃. Microwave absorbing properties of two fibers degrade at elevated temperatures, mainly ascribed to deterioration of impedance match.

Key words: SiC fibers; microstructure; electrical conductivity; high-temperature dielectric property; high-temperature microwave absorbing property

连续 SiC 纤维是发展 SiC_f/SiC 复合材料的首要因素, 与碳纤维和氧化物纤维相比, SiC 纤维具有更

为优异的比强度、抗氧化性和陶瓷相容性。同时, SiC 纤维作为典型的半导体材料, 电导率介于绝缘体

收稿日期: 2017-05-04; 收到修改稿日期: 2017-06-23

基金项目: 国家自然科学基金(51502236); 中国博士后基金(2016M602940XB)

National Natural Science Foundation of China (51502236); Postdoctoral Science Foundation of China (2016M602940XB)

作者简介: 穆 阳(1989-), 男, 博士, 工程师. E-mail: 753340357@qq.com

与金属之间,易通过掺杂或表面改性^[1-2]、结构异形成^[3]、调整组合方式^[4]等进行调控,可用于制备多波段高温结构吸波材料,是国内外发展较快的吸波纤维之一。SiC 纤维的电性能受微观结构影响较大,并且直接决定其吸波性能。Ye 等^[5]对不同含氧量的 SiC 纤维的介电性能进行了研究。结果表明,低含氧量 SiC 纤维中 SiC 微晶含量高,易形成联通的导电网络,其室温电导率比高含氧量 SiC 纤维高两个数量级,因而呈现较高的复介电常数和介电损耗。Wang 等^[6]分析了交联工艺对 SiC 纤维微观结构和电性能的影响规律,纤维中 Si-C-O 结构的减少以及碳表面层的生成是导致其电导率增大的主要原因。Hu 等^[7]通过调整裂解工艺获得了不同厚度碳表面层的 SiC 纤维,发现当碳层厚度从 5 nm 增加至 40 nm 时, SiC 纤维的电导率提高了 5 个数量级。目前,国内可提供的通用级连续 SiC 纤维并不多,并且 SiC 纤维预制体介电性能的相关研究也较少,特别是高温介电性能的报道几乎没有,不利于 SiC_f/SiC 复合材料高温介电性能的分析,因此亟待补充完善 SiC 纤维的高温介电数据。

本文分析研究了两种不同结构的 SiC 纤维,揭示了 SiC 纤维微观结构与其电性能和吸波性能之间的关系,获取了纤维室温和高温介电性能的基础数据,为设计 SiC_f/SiC 复合材料在不同温度条件下的吸波性能奠定基础。

1 实验方法

实验中所用两种纤维分别为国防科技大学提供的 KD-I 型 SiC 纤维和苏州赛力菲陶纤有限公司提供的 SLF 型 SiC 纤维,表 1 给出了两种纤维的性能参数。纤维预制体编织方式为弯交浅联的 2.5D 结构,厚度为 3.0 mm,体积分数为 40%。硅溶胶为白色胶体溶液,用于制备 SiO₂ 基体。实验前将纤维在 700℃ 真空条件下热处理 30 min 进行除胶。

采用 SEM (JEOL JSM-6360LV) 观察 SiC 纤维表面形貌和复合材料断口形貌,采用 XPS (Thermo Scientific K-Alpha)、EDS (Tescan Vega 3 SBH)、XRD (Philips X-Pert Diffractometer) 和 Raman (HR 800 Raman) 对 SiC 纤维结构进行分析。采用高精度万用

表测量 SiC 纤维的电阻 R , 并通过 $\sigma=L/RS$ 计算电导率,其中 σ 为电导率, L 为单丝长度, S 为横截面积。采用矩形波导法测试复介电常数,所用网络分析仪型号为 E8362B,测试频段为 8.2 ~ 12.4 GHz (X 波段),试样尺寸为 22.86 mm^l × 10.16 mm^w × 3.0 mm^t。反射率计算公式如下所示^[8-9]:

$$R_L = 20 \lg \left| \frac{Z_{in} - Z_0}{Z_{in} + Z_0} \right| \quad (1)$$

其中, R_L 为吸波材料的反射率 (dB), Z_{in} 为材料的特性阻抗 (Ω), Z_0 为空间阻抗 (Ω)。分别可用下式表示:

$$Z_{in} = Z_0 \sqrt{\frac{\mu_r}{\epsilon_r} \tanh \left(j \left(\frac{2\pi ft}{c} \right) \sqrt{\mu_r \epsilon_r} \right)} \quad (2)$$

$$Z_0 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} \quad (3)$$

ϵ_r 和 μ_r 分别为材料的介电常数和磁导率, ϵ_0 和 μ_0 为真空介电常数和磁导率, c 为光速 (2.998×10^8 m/s), t 为材料厚度 (mm), f 为频率 (Hz)。

高温介电测试系统与室温基本相同,只需在波导管外加置加热系统和水冷却系统。实验测温范围为 25~700℃,分别在 25℃、100℃、200℃、300℃、400℃、500℃、600℃ 及 700℃ 取测量值。

2 结果与讨论

2.1 微观结构分析

图 1(a) 和 (b) 分别给出了除胶后两种纤维的表面 SEM 照片,由图可见,纤维表面均光滑平整且无明显缺陷。图 1(c) 的 EDS 分析表明,两种纤维均仅含 Si、C、O 元素,并且其中碳元素含量较高, KD-I SiC 纤维的 C/Si 原子比 (1.28) 相比 SLF SiC 纤维 (1.18) 较高,而氧含量较低。因此,两种纤维均为非严格化学计量比纤维,需要对其表面结构进行进一步分析。

图 2(a) 为 KD-I 和 SLF SiC 纤维的 XPS 全扫描图谱。可以看到, KD-I SiC 纤维中没有 Si 峰存在, 284.5 eV 处尖锐的 C1s 峰归属于自由碳的 C-C 键,而 532.5 eV 处较弱 O1s 峰的存在表明 KD-I 纤维表面含有少量的氧^[10],氧的引入可能是由于纤维表面的定型胶未完全处理干净导致的。由此可知, KD-I 纤维表面主要含有自由碳结构。另外, SLF SiC 纤维中呈现出明显的 Si2p 峰和 Si2s 峰。对 Si2p 峰进行进一步分峰拟合处理 (如图 2(b) 所示), 可以看到,纤维表面含有大量的 Si-C-O 键 (101.8 eV 处) 和少量的 Si-C 键 (100.5 eV 处)。图 2(a) 中 SLF 纤维在 532.9 eV 处的 O1s 峰归属于 Si-O 键,而微弱的 C1s 峰的存在说明纤维中含有少量自由碳^[11]。因此, SLF 纤维表

表 1 KD-I 和 SLF SiC 纤维的性能参数
Table 1 Properties of KD-I and SLF SiC fibers

Type	Diameter/ μm	Density/ (g·cm ⁻³)	Tensile strength/GPa	Young's mod- ulus/GPa
KD-I	14-16	~2.54	1.8-2.2	150-200
SLF	12-15	2.3-2.5	2.2-2.4	185

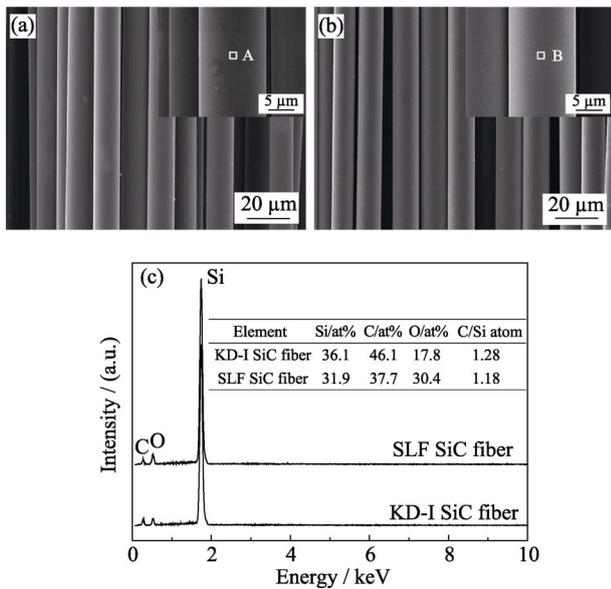


图 1 (a) KD-I SiC 纤维和(b) SLF SiC 纤维的表面 SEM 照片及其(c) EDS 分析结果

Fig. 1 Surface SEM images of (a) KD-I SiC fiber, (b) SLF SiC fiber, and (c) the corresponding EDS analysis

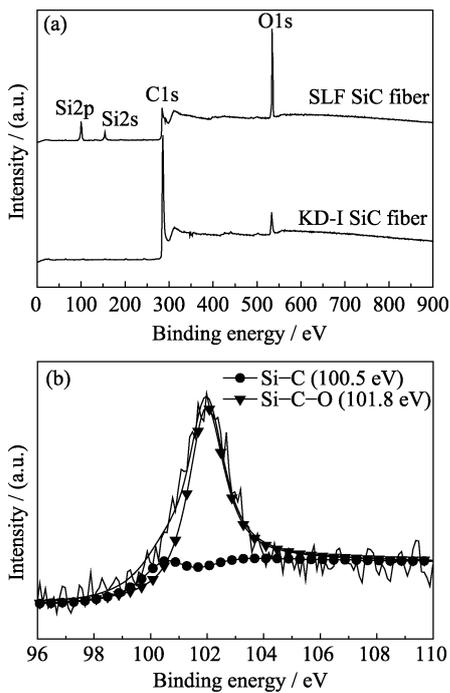


图 2 (a) KD-I SiC 和 SLF SiC 纤维的 XPS 全谱图; (b) SLF SiC 纤维的 Si2p 分峰图谱

Fig. 2 (a) XPS survey spectra of KD-I SiC and SLF SiC fibers; (b) Si2p spectra of SLF SiC fiber

面以 Si-C-O 结构为主, 并含有少量 SiC 以及自由碳结构。

图 3 给出了纤维的 XRD 和拉曼光谱分析结果, 从 XRD 图谱中可以看出, KD-I 和 SLF SiC 纤维均在约 35.6° 处存在对应于 β-SiC(111)晶面的强度较低的非衍射峰, 说明纤维中存在大量的非晶相。

Raman 光谱结果显示, 两种纤维分别在 1350 和 1600 cm^{-1} 处出现了与无定形碳和石墨化结构对应的 D 峰和 G 峰, 这两个峰出现分别是由拉曼散射 $K=0$ 选律的弛豫即 A_{1g} 模式(sp^3)和 C-C 键的伸缩振动即 E_{2g} 模式(sp^2)导致的^[12-13]。SLF SiC 纤维的 D 峰和 G 峰强度均较低且大部分重合, 表明纤维中含有少量的无定型态自由碳; KD-I SiC 纤维中较高的 G 峰表明其自由碳的石墨化程度和含量均比 SLF 纤维高。SiC 纤维的 Raman 光谱中未检测出 SiC 相的散射峰, 这是由于 SiC 的光学吸收本身较强, 从而导致 C 的拉曼散射强度至少是 SiC 的 10 倍以上^[14]。

从以上结果可以看到, 两种纤维表面均含有大量的非晶相结构, 其中 KD-I 纤维表面以石墨化程度较低的自由碳为主, 而 SLF 纤维表面主要为大量 Si-C-O 结构和少量的 SiC 相和自由碳。KD-I 和 SLF SiC 纤维均为先驱体转化法制备而成, KD-I 纤维表面碳层的生成主要是因为 PCS 不熔化纤维在进一步连续烧成过程中热分解出现了大量的含碳中间产物 (CH_4 和 $-\text{CH}_3$), 经高温裂解过程形成大量自由碳在纤维表面发生沉积导致的^[15]; SLF 纤维中高含量的氧是由于在制备过程中, 纤维先驱体经空气中低温预氧化交联反应产生的^[16]。

2.2 室温电导率及介电性能

随机抽取了 10 根 KD-I SiC 纤维和 SLF SiC 纤维

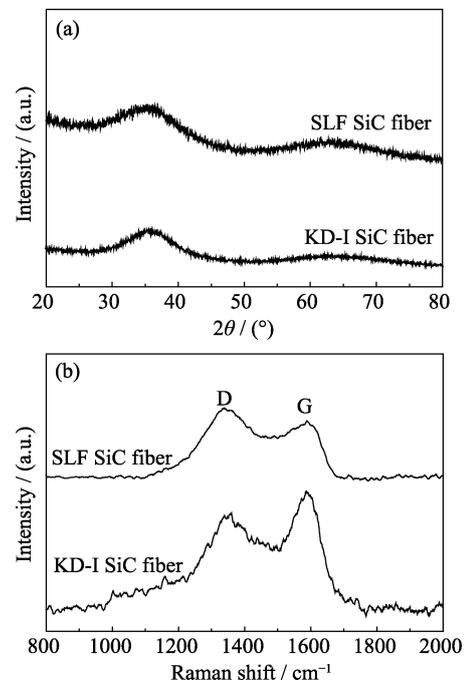


图 3 (a) KD-I SiC 与 SLF SiC 纤维的 XRD 图谱及(b)拉曼光谱图

Fig. 3 (a) XRD patterns and (b) Raman spectra of KD-I SiC and SLF SiC fibers

维,分别测量了电导率,结果如图4中所示。从图中可以看出,KD-I SiC纤维的电导率比SLF SiC纤维高三个数量级,两者分别为1.8~4.3 S/cm和0.005~0.007 S/cm。KD-I纤维较高的电导率是由其表面富碳层形成连续的导电网络造成的;SLF纤维表面的Si-C-O相电导率较低($\sim 10^{-13}$ S/cm),并且将自由碳分隔开,难以形成导电网络,从而造成纤维电导率较低。

将石蜡熔化并浸渍纤维预制体,经固化后获得了SiC_f/石蜡复合材料,对纤维预制体的复介电常数进行了测试,测试结果如图5。从图中可以看到,KD-I SiC纤维预制体复介电常数的实部和虚部分别达到11~18和15~21,呈现出较为明显的频散效应;SLF SiC纤维在整个X频段的复介电常数仅为2.7-j0.2。利用公式 $\tan\delta=\epsilon''/\epsilon'$ 对两种纤维的损耗角

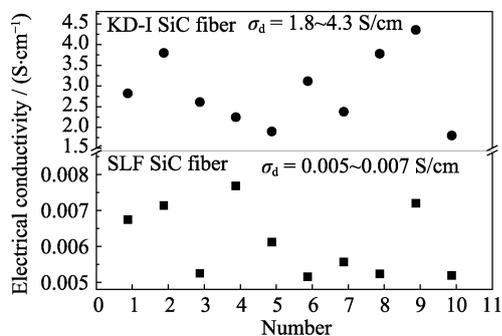


图4 KD-I SiC和SLF SiC纤维的电导率

Fig. 4 Electrical conductivities of KD-I SiC and SLF SiC fibers

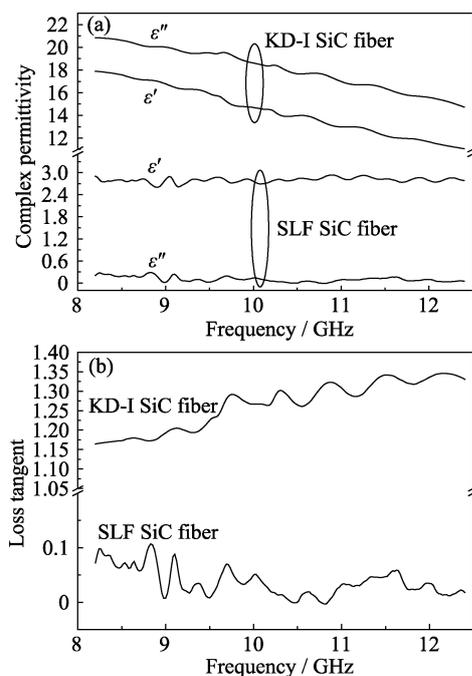


图5 SiC纤维的(a)复介电常数和(b)损耗角正切

Fig. 5 (a) Complex permittivity and (b) loss tangent of SiC fiber

正切进行了计算,结果表明,KD-I纤维具有高的介电损耗,表明KD-I纤维对电磁波具有较强的损耗能力。

计算了两种纤维预制体在厚度均为3.0 mm时的反射率,结果如图6(a)中所示。KD-I和SLF SiC纤维在8.2~12.4 GHz频段内的反射率分别为-3.2和-0.3 dB。从图6(a)可以看出,虽然KD-I SiC和SLF SiC纤维的介电损耗相差较大,但均表现出较差的吸波性能。通常,良好的吸波材料必须同时满足阻抗匹配和衰减特性^[17]。因此计算了两种纤维预制体的特性阻抗,结果示于图6(b)中,可以看到,KD-I SiC纤维虽具有较高的介电损耗,但其特性阻抗(70 Ω)与空气阻抗($Z_0=377$ Ω)严重失配,与电磁波发生相互作用时,大量电磁波很难进入材料内部便被表面反射掉,因此在整个X波段表现出较差的吸波性能;虽然SLF纤维在低频段的特性阻抗(250~450 Ω)与空气阻抗接近,但是由于介电损耗很小,大量进入材料内部的电磁波无法发生衰减作用即通过材料,从而也表现出极差的吸波性能。

2.3 高温介电特性及吸波性能研究

通常, SiC纤维作为武器装备高温部件的增强体纤维,需要在高温条件下服役,因此研究其介电性能随温度的变化具有重要意义。实验中采用耐高温基体对纤维进行保护,以降低高温下纤维的损

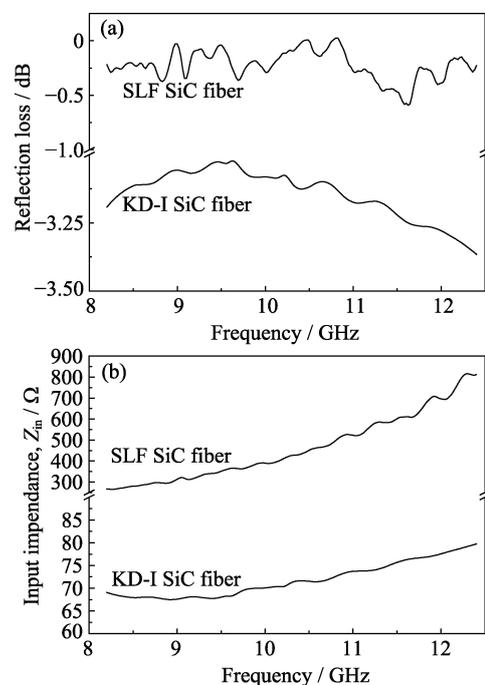


图6 厚度均为3.0 mm的KD-I SiC与SLF SiC纤维预制体的(a)计算反射率和(b)特性阻抗

Fig. 6 (a) Calculated reflection loss and (b) input impedance of KD-I SiC and SLF SiC preforms with the thickness of 3.0 mm

伤。曹茂盛等^[18-20]对 SiO₂ 的高温复介电常数进行了研究, 发现当温度从室温升至 1000℃ 时, SiO₂ 的结构和复介电常数(仅为 2.6-j0.07)不会发生明显变化, 是一种良好的高温透波材料。因此, 本实验中以 SiO₂ 为基体制备了 SiC_f/SiO₂ 复合材料, 并对其高温介电性能进行了研究, 结果可以有效反映纤维的高温介电特性。以硅溶胶为先驱体制备 SiO₂ 基体, 图 7 为 KD-I 和 SLF SiC_f/SiO₂ 复合材料的断面 SEM 照片。从图中可以看出, 两种复合材料中基体填充均较为致密, 没有发现明显的孔洞结构。另外实验中最高实验温度仅为 700℃, 因此, 所制备的 SiO₂ 基体可以有效保护 SiC 纤维。

图 8 和 9 分别给出了 KD-I 和 SLF SiC 纤维的高温复介电常数。随着温度升高, KD-I 纤维复介电常数的实部和虚部均逐渐增大, 从室温升至 700℃ 时, 10 GHz 处的复介电常数从 14.7-j18.6 增大至 20.9-j25.0, 并且复介电常数在每个温度点均呈现显著的频散特性。SLF 纤维的复介电常数随着温度升高也呈现逐渐增大的趋势, 但增加幅度很小, 且频散效应较弱, 可以看到, 当温度升至 700℃ 时, 复介电常数仅从 2.7-j0.2 增至 5.0-j0.37。因此, 高电导率 KD-I 纤维的复介电常数对温度响应强烈。

根据高温复介电常数测试结果计算了不同温度下的反射率, 图 10 给出了两种纤维预制体在厚度为 3.0 mm 时的高温反射率, 并对其损耗角正切和特性阻抗随温度的变化进行了分析。可以看出, 随着温度从室温升至 700℃, KD-I 纤维的反射率逐渐增大, 而 SLF 纤维逐渐减小, 但两者的高温反射率变化幅度均不大, 分别在 -3.5 ~ -2.0 dB 和 -2.3 ~ -0.2 dB 范围内。虽然 KD-I 纤维在高温条件下均具备较强的损耗能力(tanδ 值为 0.9~1.4), 但复介电常数实部和

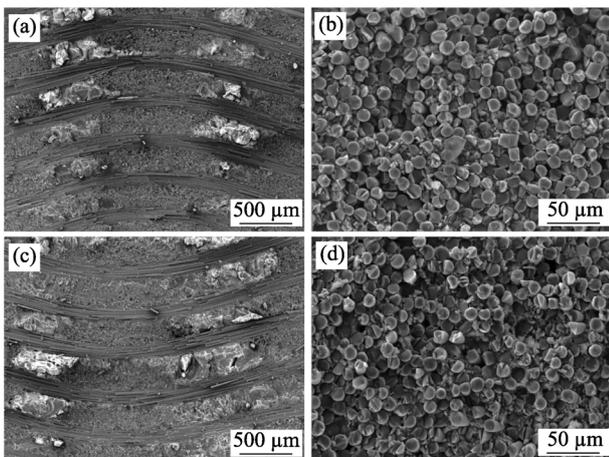


图 7 SiC_f/SiO₂ 复合材料的断面 SEM 照片
Fig. 7 Fracture surface morphologies of SiC_f/SiO₂ composites (a) and (b) KD-I SiC_f/SiO₂; (c) and (d) SLF SiC_f/SiO₂

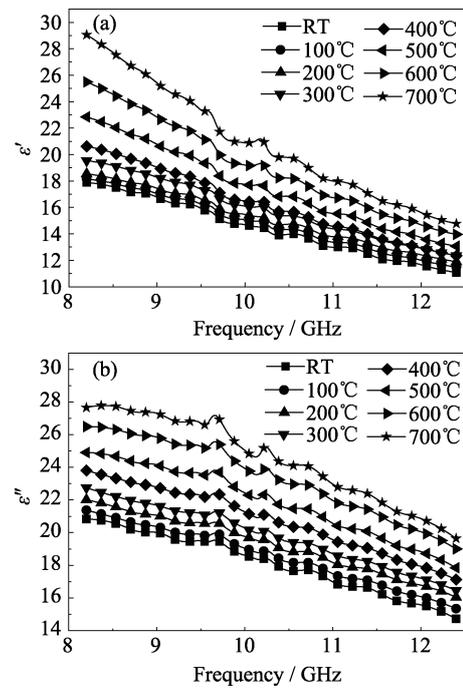


图 8 KD-I SiC 纤维高温复介电常数
Fig. 8 Complex permittivity of KD-I SiC fibers at various temperatures
(a) Real part; (b) Imaginary part

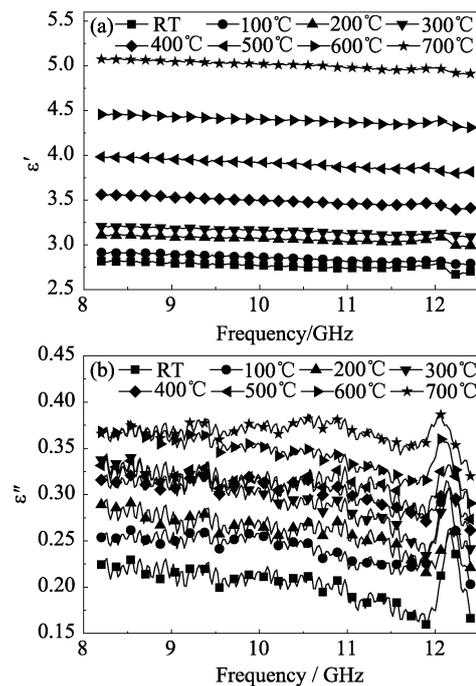


图 9 SLF SiC 纤维高温复介电常数
Fig. 9 Complex permittivity of SLF SiC fibers at various temperatures
(a) Real part; (b) Imaginary part

虚部的增加幅度均较大, 并且阻抗随着温度的升高逐渐减小(图 10(c)中所示), 与空气的匹配性越来越差, 因此高温吸波性能并未改善。SLF 纤维的反射率随着温度的升高略有减小, 但由于实部的增幅相比虚部较大, 因此高温条件下的损耗能力略有降

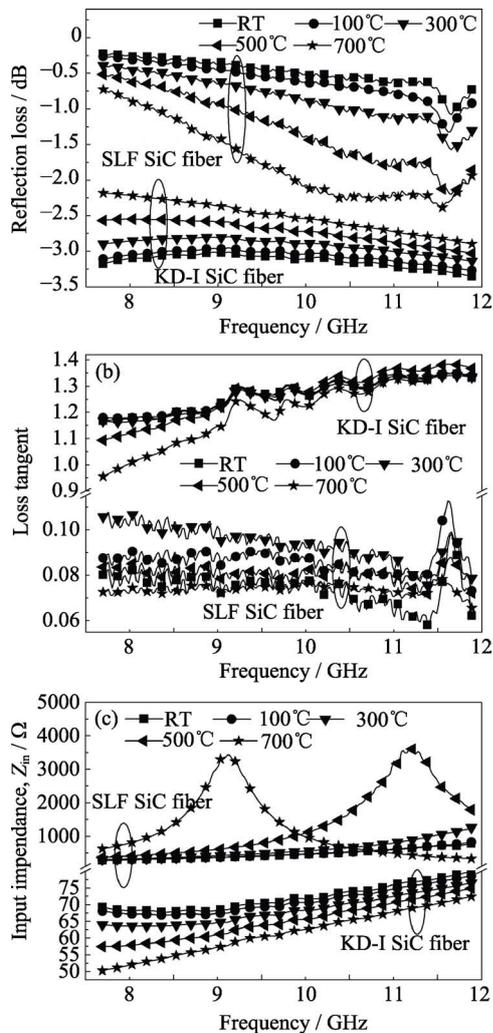


图 10 厚度为 3.0 mm 的 KD-I SiC 和 SLF SiC 纤维预制体的(a)反射率, (b)损耗角正切和(c)特性阻抗随温度的变化
Fig. 10 (a) Reflection loss, (b) loss tangent and (c) input impedance vs. frequency of KD-I SiC and SLF SiC preforms with the thickness of 3.0 mm at various temperatures

低。另外实部和虚部相差较大, 与空气的阻抗匹配特性同样越来越差, 高温吸波性能无显著提高。但从图 10 可以看出, SLF 纤维在高温下的实部和虚部仍然较小, 当用于制备复合材料时, 可以通过调整基体的介电性能来进一步优化整个复合材料的高温吸波性能。

3 结论

1) 表面富碳导致 SiC 纤维具有高的电导率, 而 Si-C-O 结构难以形成导电网络, 纤维电导率较低;

2) 高的电导率造成 KD-I 纤维的复介电常数偏高, 虽然其电磁损耗能力强, 但与空气阻抗匹配差, 而 SLF 纤维的损耗能力差, 两者的室温反射率分别为 -3.2 dB 和 -0.3 dB;

3) 温度对纤维的介电性能影响显著。随着温度升高, 两种纤维的复介电常数均逐渐增大, KD-I 纤维的复介电常数增幅较大, 阻抗匹配越来越差, 高温吸波性能恶化; SLF 纤维的实部和虚部增幅相对较小, 仍可通过调整基体介电性能优化复合材料的高温吸波性能。

参考文献:

- [1] LUO Y, WU S, YANG Y Q, *et al.* Deposition of titanium coating on SiC fiber by chemical vapor deposition with Ti-I2 system. *Applied Surface Science*, 2017, **406**: 62–68.
- [2] TANG X Y, CHEN L F, CHENG X, *et al.* Temperature-dependent microstructure and phase evolution of iron-containing SiC fibers. *Ceramics International*, 2014, **40**(9): 14223–14227.
- [3] LIU X G, WANG Y D, WANG L, *et al.* Preparation and microwave electromagnetic properties of cross-shaped SiC fibers. *Journal of Inorganic Materials*, 2010, **25**(4): 441–444.
- [4] LIU H T, CHENG H F, TIAN H. Design, preparation and microwave absorbing properties of resin matrix composites reinforced by SiC fibers with different electrical properties. *Materials Science and Engineering B*, 2014, **179**: 17–24.
- [5] YE F, ZHANG L T, YIN X W, *et al.* Dielectric and electromagnetic wave absorbing properties of two types of SiC fibres with different compositions. *Journal of Materials Science & Technology*, 2013, **29**(1): 55–58.
- [6] WANG D Y, SONG Y C, LI Y Q. Effect of composition and structure on specific resistivity of SiC fibers. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2012, **22**(5): 1133–1139.
- [7] HU T J, LI X D, LI G Y, *et al.* SiC fibers with controllable thickness of carbon layer prepared directly by preceramic polymer pyrolysis routes. *Materials Science and Engineering B*, 2011, **176**: 706–710.
- [8] KONG L, YIN X W, HAN M K, *et al.* Carbon nanotubes modified with ZnO nanoparticles: high-efficiency electromagnetic wave absorption at high-temperatures. *Ceramics International*, 2015, **41**(3): 4906–4915.
- [9] ZHANG Y J, YIN X W, YE F, *et al.* Effects of multi-walled carbon nanotubes on the crystallization behavior of PDCs-SiBCN and their improved dielectric and EM absorbing properties. *Journal of the European Ceramic Society*, 2014, **34**(5): 1053–1061.
- [10] FERRAH D, PENUELAS J, BOTTELA C, *et al.* X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) and diffraction (XPD) study of a few layers of graphene on 6H-SiC(001). *Surface Science*, 2013, **615**: 47–56.
- [11] WANG Y Y, KUSUMOTO K, LI C J. XPS analysis of SiC films prepared by radio frequency plasma sputtering. *Physics Procedia*, 2012, **32**: 95–102.
- [12] MA Y, WANG S, CHEN Z H. Raman spectroscopy studies of the

- high-temperature evolution of the free carbon phase in polycarbosilane derived SiC ceramics. *Ceramics International*, 2010, **36(8)**: 2455–2459.
- [13] GRODECKI K, JOZWIK I, BARANOWSKI J M, *et al.* SEM and Raman analysis of graphene on SiC(0001). *Micron*, 2016, **80**: 20–23.
- [14] KARLIN S, COLOMBAN P. Raman study of the chemical and thermal degradation of as-received and Sol-Gel embedded Nicalon and Hi-Nicalon SiC fibers used in ceramic matrix composites. *Journal of Raman Spectroscopy*, 1997, **28(4)**: 219–228.
- [15] YUAN Q, LI Y Q, SONG Y C. Microstructure and thermal stability of low-oxygen SiC fibers prepared by and economical chemical vapor curing method. *Ceramics International*, 2017, **43(12)**: 9128–9132.
- [16] WANG H Y, ZHU D M, WANG X F, *et al.* Influence of silicon carbide fiber (SiC_f) type on the electromagnetic microwave absorbing properties of SiC_f/epoxy composites. *Composites: Part A*, 2017, **93**: 10–17.
- [17] YIN X W, XUE Y Y, ZHANG L T, *et al.* Dielectric, electromagnetic absorption and interference shielding properties of porous yttria-stabilized zirconia/silicon carbide composites. *Ceramics International*, 2012, **38(3)**: 2421–2427.
- [18] YUAN X Y, CHENG L F, GUO S W, *et al.* High-temperature microwave absorbing properties of ordered mesoporous inter-filled SiC/SiO₂ composites. *Ceramics International*, 2017, **43(1)**: 282–288.
- [19] ZHANG L, JIN H B, CAO M S. Investigation on high-temperature dielectric properties of SiO₂ composite materials. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2007, **36(3)**: 515–518.
- [20] WEN B, CAO M S, HOU Z L, *et al.* Temperature dependent microwave attenuation behavior for carbon-nanotube/silica composites. *Carbon*, 2013, **65**: 124–139.