

## Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 对原位制备 SiC<sub>w</sub>/SiC 太阳能储热陶瓷的结构与性能的影响

徐晓虹, 田江洲, 吴建锋, 张乾坤, 金 昊, 杜恽鑫

(武汉理工大学 材料科学与工程学院, 武汉 430070)

**摘 要:** 为调控 SiC<sub>w</sub>/SiC 复相陶瓷中原位生长 SiC 晶须的生长发育和形貌, 以提高 SiC 复相储热陶瓷的性能, 在 CF0 配方(SiC 69.31wt%, AlN 20.30wt%, Si 10.39wt%)的基础上添加 0.5wt%~2.0wt% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 作为催化剂。研究了 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 对晶须形貌、生长机制及 SiC 复相陶瓷结构与性能的影响。研究表明, 引入 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 后晶须生长机制由气-固机理转变为气-液-固机理。Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 添加量通过调节 C 元素在 Fe-Si 熔球中的溶解度, 与烧成温度共同调控晶须形貌。经 1500 °C 烧成的 CF4(2.0wt% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)样品性能最佳, 晶须直径 50~100 nm, 长度 1~6 μm, 其体积密度、抗折强度、比热容分别为 2.19 g/cm<sup>3</sup>、45.08 MPa、0.95 J/(g·K) (25 °C), 热导率达 18.15 W/(m·K) (25 °C), 相比于未添加 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的样品增加了 169%。气-液-固机理生长的 SiC 晶须缺陷少、直径大, 可有效降低晶须-基体传输势垒, 具有更好的热学性能。

**关 键 词:** Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; SiC 晶须; SiC<sub>w</sub>/SiC 复相陶瓷; 太阳能储热

中图分类号: TQ174 文献标识码: A

## Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on *In-situ* Synthesized SiC<sub>w</sub>/SiC Composite Ceramics for Solar Thermal Energy Storage

XU Xiao-Hong, TIAN Jiang-Zhou, WU Jian-Feng, ZHANG Qian-Kun, JIN Hao, DU Yi-Xin

(School of Materials Science and Engineering, Wuhan University of Technology, Wuhan 430070, China)

**Abstract:** In order to improve solar thermal storage properties of the SiC<sub>w</sub>/SiC composite ceramics, *in-situ* growth and morphology of SiC whiskers (SiC<sub>w</sub>) were controlled by adding catalyst Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(0.5wt%~2.0wt%) on the basis of formula CF0 (SiC 69.21wt%, AlN 20.30wt%, Si 10.39wt%). Effect of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on morphology of SiC<sub>w</sub> as well as growth mechanism and properties of SiC composite ceramics were analyzed. Results indicated that SiC<sub>w</sub> growth mechanism changed from vapor-solid to vapor-liquid-solid after adding Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. The addition of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> *via* adjusting solubility of C element into Fe-Si droplets, as well as firing temperature jointly controlled morphology of SiC<sub>w</sub>. The sample CF4 (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 2.0wt%) fired at 1500 °C with whiskers diameter of 50~100 nm and 1~6 μm in length obtained optimal performance, the bulk density, bending strength, heat capacity and thermal conductivity were 2.19 g/cm<sup>3</sup>, 45.08 MPa, 0.95 J/(g·K) (25 °C), 18.15 W/(m·K) (25 °C), respectively. The value of thermal conductivity increased by 169% compared to the sample without Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. The few defects and large-diameter of whisker grown by vapor-liquid-solid mechanism could improve thermal properties by reducing the matrix-whisker thermal barrier.

**Key words:** Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; SiC whiskers; SiC<sub>w</sub>/SiC composite ceramics; solar thermal energy storage

太阳能热发电技术经过 30 多年的研究与发展,已经成为一种性能可靠、成本稳定的新能源技术<sup>[1-2]</sup>。其中大部分技术已趋向于成熟,但储热系统作为关键技术,仍处于发展和重构阶段<sup>[3]</sup>。储热技术主要有显热、潜热和化学反应储热三类,其中显热储热具有简单高效、经济实用的特点,可以满足储热系统要求。显热储热材料中,储热陶瓷与混凝土、花岗岩等固体储热介质相比,具有明显的性能优势,如使用寿命长、热导率高、比热容大和高温性能稳定等<sup>[4-6]</sup>。

SiC 陶瓷因具有优异的热学、电学及力学等性能,被广泛应用于化工、能源和军工等方面<sup>[7-8]</sup>。SiC 晶须(SiC<sub>w</sub>)常被用作增强材料来改善金属基、陶瓷基等材料的力学、热学等性能。如 Karamian 等<sup>[9]</sup>研究了在铝矾土-C 复合材料中引入 6wt% Fe-Si 合金,原位合成了直径为 50~90 nm 的单晶 SiC<sub>w</sub>,使得其常温耐压强度(CCS)值提高了 4 倍。Xu 等<sup>[10]</sup>通过碳热还原反应去除铝硅酸盐中残留的 Si,合成了 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/SiC 复相陶瓷材料,样品的热导率可达 13.73 W/(m·K),比热容为 1.16 J/(g·K)。为进一步提高晶须的增强作用,有效的研究方法是利用催化剂促进晶须的生长,因此选择高效催化剂并优化添加量,成为 SiC<sub>w</sub> 制备过程中的研究重点<sup>[11]</sup>。选择晶须催化剂的原则是在催化剂熔化时需要具有优异的润湿性,对于 SiC<sub>w</sub> 而言,过渡金属(Fe、Co、Ni)及其合金能较好地满足上述条件<sup>[12]</sup>。

综上所述,本研究为增强原位制备 SiC<sub>w</sub>/SiC 储热陶瓷的力学与热学性能,以 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 为催化剂调控 SiC<sub>w</sub> 生长发育和形貌。研究了 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的添加量以及烧成温度对样品相组成、显微形貌以及性能的影响,并探讨了催化机理。

## 1 实验方法

### 1.1 样品制备

本研究采用 SiC(东莞百特研磨材料有限公司,按照紧密堆积原理设计颗粒级配为 SiC(104 μm): SiC(43 μm): SiC(21 μm)=25:40:35 (wt%)), Si 粉(国药集团化学试剂, 75 μm), AlN(秦皇岛一诺高新材料开发有限公司, 20~30 μm)为原料,以前期 CF0 配方为基础(69.31wt% SiC, 20.30wt% AlN, 10.39wt% Si),分别外加 0.5wt%, 1.0wt%, 1.5wt%, 2.0wt% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(国药集团化学试剂有限公司),设计了 CF1~CF4 配方组成。

按配方准确称料后,干法球磨混料 30 min 得到坯粉,用 5wt% 的聚乙烯醇(PVA)溶液作粘结剂,造粒后经 45 MPa 压制成型得坯体,100 °C 干燥 24 h 后,

将坯体用分层埋粉(首先在匣钵底部铺一层石墨微粉,再铺一层氮化硅粉,然后将坯体置于其上,再用一层氮化硅粉掩埋,最外层平铺一层石墨微粉)的方式置于氧化铝陶瓷匣钵中,在硅钼棒炉中烧成,升温速率 5 °C/min,烧成范围 1475~1575 °C,在最高烧成温度保温 2 h,随炉冷却。

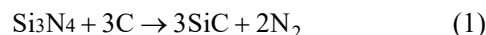
### 1.2 性能与结构表征

根据 Archimedes 原理,利用密度测试仪(AUY120, Shimadzu, Japan)测试样品的吸水率、气孔率、体积密度;利用电子万能试验机(RGM-4100, Shenzhen Reger Instrument Co., China)测定样品的抗折强度,跨距为 28 mm,加载速度为 0.5 mm/min;利用扫描电子显微镜(JSM-5610LV, Jeol., Japan)观测样品显微结构,加速电压 20 kV;采用转靶 X 射线衍射仪(D/max-III A, Rigaku, Japan)测定样品的相组成, Cu 靶,步长 0.02°;用场发射扫描电子显微镜(Nova 400 Nano SEM, FEI, USA)结合能谱仪(Ie350 Penta-FETX-3, Oxford, UK)进行微区成分分析;采用激光导热系数仪(LFA457, Netzsch, German)测量试样(φ10 mm×2.5 mm)的热导率。

## 2 结果与讨论

### 2.1 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 对物理性能的影响

图 1 为样品物理性能与烧成温度的关系曲线图。由图可知,CF0 样品适宜的烧成温度为 1550 °C。引入 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 后,CF1~CF4 样品的物理性能随着烧成温度的提高,呈先增强后降低的趋势,在 1500 °C 达到最大值。当烧成温度高于 1500 °C 时,CF1~CF4 样品的物理性能下降的原因为: Si 粉在烧成温度高于 1410 °C 时,逐渐开始熔化并转变为 SiO 气体,随着烧成温度的提高其转变反应愈加剧烈,在促进气相传质的同时气体会逸出坯体表面,使得样品的吸水率、气孔率随之升高。本研究中为了防止 SiC 在烧成过程中发生氧化使样品的性能下降,采取了分层埋粉烧成的方式,在烧成过程中可能发生如下反应(式 1):



经查阅热力学数据并计算可知<sup>[13]</sup>,该反应在  $T > 1443$  °C 即可自发进行。可知在烧成温度范围(1475~1575 °C)内该反应可能发生。

随着 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 添加量的增加,样品的物理性能逐渐改善,当添加量为 2.0wt% 时达到最优。实验发现,经 1500 °C 烧成的 CF4 样品的性能最佳,其体积密度、抗折强度分别为 2.19 g/cm<sup>3</sup>、45.08 MPa。Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

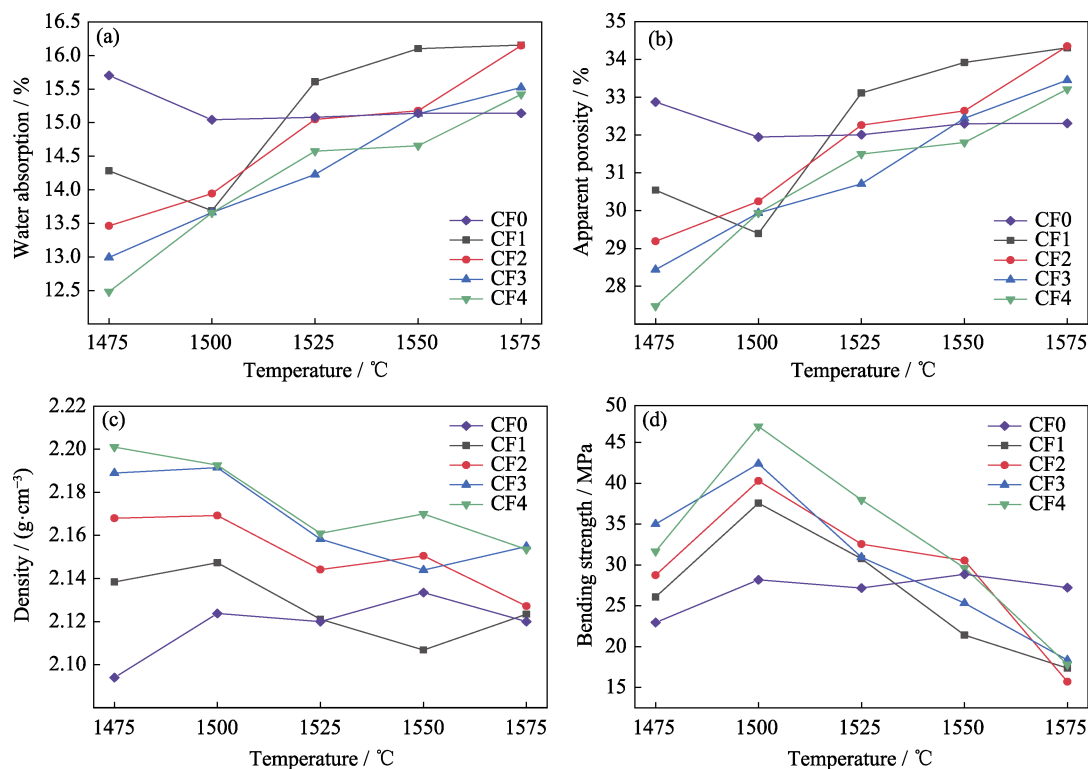


图 1 CF 系列样品的物理性能与烧成温度的关系曲线图

Fig. 1 Relationships between physical properties and firing temperatures of the samples CF

对样品物理性能的影响因素主要为两方面: 一是在高温下形成液相  $\text{Fe-Si}$  合金, 促进传质, 改善样品的物理性能; 二是添加量对原位合成  $\text{SiC}_w$  的分布及其形貌有显著影响, 继而影响样品的性能。

## 2.2 XRD 分析

图 2 为经 1500 °C 烧成 CF 系列样品的 XRD 图谱。由图 2 可见, 在烧成温度相同的情况下,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  添加量对样品相组成无影响, 没有检测到  $\text{FeSi}$ 、 $\text{Fe}_3\text{Si}$  等不同固溶度的合金相。但  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  添加量越多、形成的液相  $\text{Fe-Si}$  也越多, 进而填充部分气孔。因此随着  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  添加量增加, 样品的物理性能逐步改善, 与测试结果一致(见图 1)。

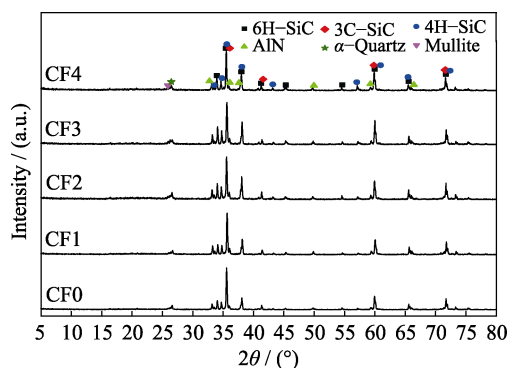


图 2 经 1500 °C 烧成的 CF 系列样品的 XRD 图谱

Fig. 2 XRD patterns of the samples CF fired at 1500 °C

图 3 是经不同温度烧成 CF4 样品的 XRD 图谱。由图 3 可知, 烧成温度低于 1550 °C 时, 样品的相组成无显著变化; 当烧成温度达到 1575 °C 时, 莫来石相消失, 出现  $O'$ -Sialon( $\text{Si}_{2-z}\text{Al}_z\text{O}_{1+z}\text{N}_{2-z}$ )及刚玉相, 这可能是因为埋粉层在高温时发生了剧烈的碳热还原反应和氧化, 莫来石通过碳热还原氮化反应法<sup>[14-15]</sup>生成  $Z=0.16$  的  $O'$ -Sialon。由于无定型石英的存在, 使得  $Z$  值较低<sup>[16]</sup>,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  没有全部转化为  $O'$ -Sialon, 冷却析晶为刚玉相。  $O'$ -Sialon 虽然具有优异的抗氧化性和抗腐蚀性, 但是本身强度较低, 其生成过程也伴随着大量气相的产生, 因此烧成温度升高, 样品的物理性能却出现下降(如图 1)。

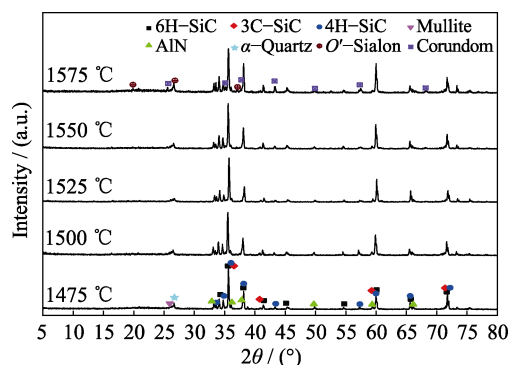


图 3 经不同温度烧成的 CF4 样品的 XRD 图谱

Fig. 3 XRD patterns of the sample CF4 fired at different temperatures

### 2.3 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 对显微结构的影响

图 4 是 CF0 的断面 SEM 照片。由图 4 可见在大颗粒 SiC 表面和孔洞中生长有大量的  $\text{SiC}_w$ , 但长径比较小(10~20)、表面粗糙, 晶须与基体间桥联作用弱, 样品性能较差。此外生长有大量串珠状晶须(图 4(b)), 此种结构的  $\text{SiC}_w$  一般通过 VS(Vapor-Solid) 机制生长<sup>[17]</sup>。由于串珠状晶须的生长存在较多缺陷, 且在每一晶须的节点处都有  $\text{SiO}_2$  颗粒聚集, 显著影响样品的强韧化和传热效率。因此, 为改善晶须的生长状态, 引入  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  作为晶须生长的催化剂是必要的。

$\text{Fe}_2\text{O}_3$  添加量对晶须的形貌影响如图 5 所示。当添加量为 0.5wt% 时(图 5(a)), 晶须表面光滑, 直径 50 nm, 长度 1~4  $\mu\text{m}$ , 在部分晶须顶端可以观察到液滴。与 CF0 对比发现,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  颗粒的引入对  $\text{SiC}_w$  的成核与生长起到了重要的催化作用。当  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  添加量逐渐增加时, 晶须形貌发生变化, 晶须生长方向杂乱, 直径变大<sup>[18]</sup>, 分布密度略有降低, 团簇颗粒增加, 在  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  添加量达 2.0wt% 的样品中可以观察到晶须直径 50~100 nm, 长度 1~6  $\mu\text{m}$ , 并出现分叉弯曲生长(图 5(d))。Cao 等<sup>[19]</sup>指出晶须分叉生长

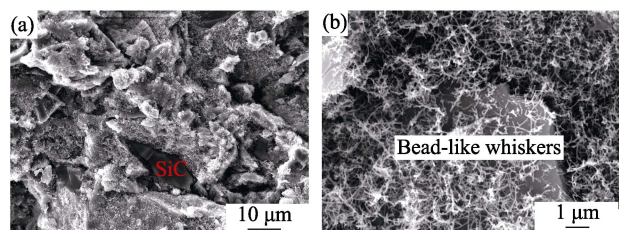


图 4 经 1550 °C 烧成的 CF0 样品的断面 SEM 照片  
Fig. 4 SEM morphologies of fractured surface of the sample CF0 fired at 1550 °C

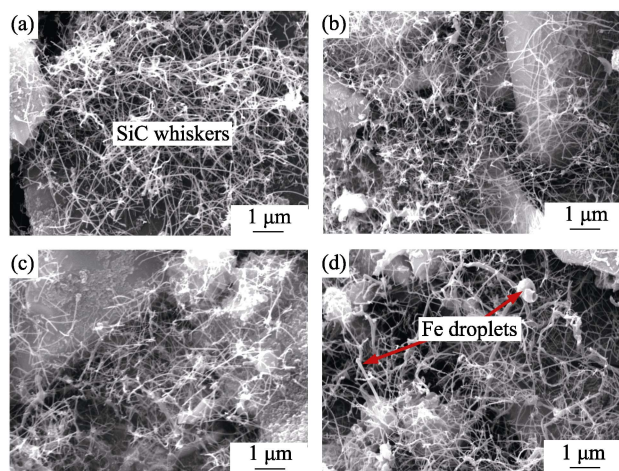


图 5 经 1500 °C 烧成的 CF 系列样品的断面 SEM 照片  
Fig. 5 SEM morphologies of fractured surface of the samples CF fired at 1550 °C  
(a) CF1; (b) CF2; (c) CF3; (d) CF4

的原因是由于液滴在气流的影响下, 大液滴随机震动、分散, 然后晶须沿着分散的小液滴继续生长。 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  添加量越多, 形成的活性位点也越多, 因此当晶须达到一定长径比时开始发生接触及团聚, 直径变大、弯曲生长, 致使晶须分布的均匀性下降<sup>[20]</sup>。

图 6 为不同烧成温度的 CF4 样品的断面 SEM 照片。可见烧成温度较低时晶须形貌均一、分散均匀、长径比大; 当烧成温度高于 1550 °C 后, 晶须粗糙且长度明显缩短。图 6(c)中可观察到串珠状晶须, 图 6(d)还可见一些团聚的液相颗粒, 晶须合成量显著减少。当烧成温度高于  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  的熔点(1565 °C)时, 部分  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  可能直接熔化, 没有形成 Fe-Si 合金。而  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  对降低 Si 粉熔点的作用没有 Fe-Si 合金显著, 即中间产物  $\text{SiO}$  气体生成量较少, 因此在此温度生成的晶须既短且少。同时, 烧成温度较高时晶须直径明显大于低温生成的晶须直径, 由于金属液滴固-液界面能降低使润湿角变小, 导致晶须直径变大<sup>[21]</sup>。

图 7 为 CF4 样品的二次电子像及指定点的能谱图。分别选取晶须直杆(Spot 1)与顶端部位(Spot 2)做指定点分析, 结果如表 1 所示。由表 1 可见直杆部位 C/Si 原子比近似为 1, 可以确定为  $\text{SiC}_w$ 。在晶须的顶端和直杆部位都存在 Fe 元素, 但顶端部位 Fe 熔球中含有较高的 C 含量。由此可知: Fe 熔球可通过提高 C 元素在其内的溶解度, 促进晶须的生长<sup>[22]</sup>; 不同固溶度的 Fe-Si 合金, 对 C 元素的溶解度也不同, 晶体的生长方式也不同。如, Fe 含量较低的 FeSi 溶解度不足导致无 SiC 生长, 而 Fe 含量过高的  $\text{Fe}_3\text{Si}$  溶解度过大导致只析出 C 而同样没有 SiC 生长, 因此  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  的添加量不宜过多<sup>[23-24]</sup>。

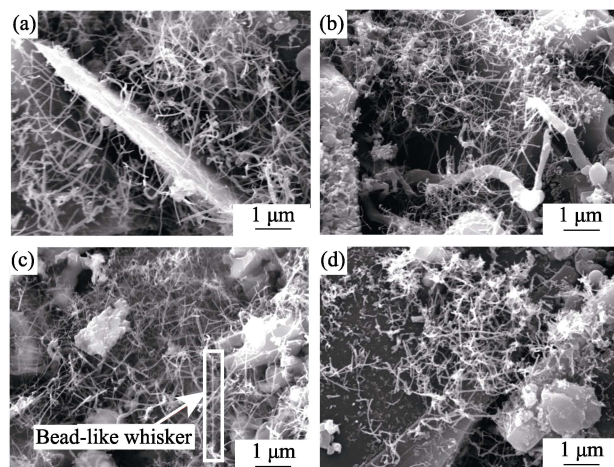


图 6 经不同烧成温度的 CF4 样品断面 SEM 照片  
Fig. 6 SEM morphologies of fractured surface of the sample CF4 fired at different temperatures  
(a) 1475 °C; (b) 1525 °C; (c) 1550 °C; (d) 1575 °C

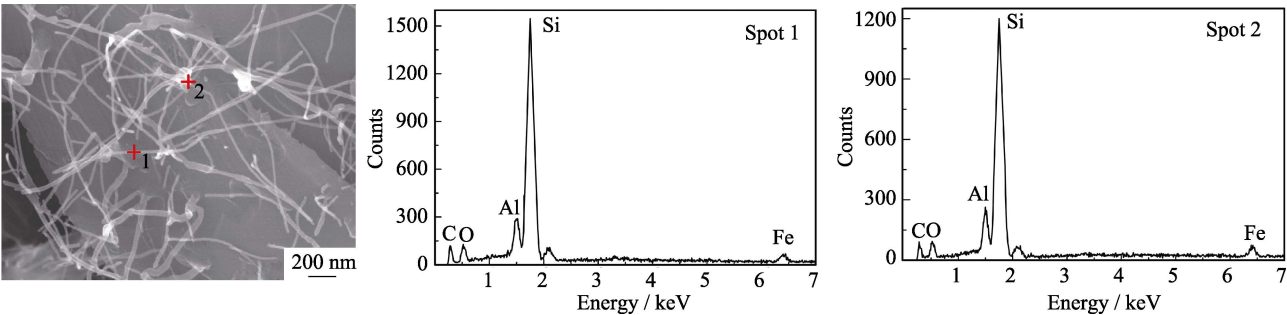


图 7 经 1500 °C 烧成的 CF4 样品的二次电子像与指定点能谱图

Fig. 7 Secondary electron image and EDS patterns of the sample CF4 fired at 1500 °C

由图 5、图 7 可知, 晶须端部都存在液滴, 因此晶须的生长机制为 VLS(Vapor-Liquid-Solid)。Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 作为催化剂促进晶须生长的机理如下: (1)在埋粉气氛中, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 首先被还原分解为活性 Fe 颗粒<sup>[23]</sup>, 当烧成温度高于 Fe-Si 合金低共熔点(1207 °C)时, Fe 颗粒与金属 Si 形成 Fe-Si 液滴<sup>[19]</sup>; (2)Fe-Si 液滴对 Si 氧化形成的 SiO 与埋粉层石墨下渗所形成的 CO 具有较好的润湿性, 两者通过气-液界面进入液滴, 发生反应并达到过饱和后 SiC 成核; (3)随着反应过程的不断进行, SiO、CO 不断进入液滴, 晶核沿着一维方向生长成为具有一定长径比的 SiC<sub>w</sub>, 且在晶须顶端形成球形液滴。由表 1 结果可知, 晶须中都存在 O 元素, 原因主要是生长过程中在晶须表面形成了一层 SiO<sub>x</sub> 膜<sup>[25]</sup>。

2.4 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 对热学性能的影响

比热容与热导率是储热材料重要的性能指标。为了考察 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 对样品热学性能的影响, 选取最优样品作对比, 其主要热物理性能测试结果如表 2 所示。由表可知, 当添加 2.0wt% Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 后, 样品的热导率、比热容分别为 18.15 W/(m·K) (25 °C)、0.95 J/(g·K) (25 °C), 相比于 CF0, 热导率增加了 169%。

表 1 指定点能谱分析结果

Table 1 EDS analysis results of selected spots

Spot	C/at%	O/at%	Al/at%	Si/at%	Fe/at%
1	44.54	7.12	2.54	44.74	1.06
2	50.40	9.29	1.51	38.43	0.37

表 2 样品的热物理性能测试结果

Table 2 Experimental results of thermal physical properties of the samples

Sample No.	Testing temperature/°C	Thermal diffusivity/(mm <sup>2</sup> ·s <sup>-1</sup> )	Heat capacity/(J·g <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )	Thermal conductivity/(W·m <sup>-1</sup> ·K <sup>-1</sup> )
CF0	25	3.87	0.81	6.74
	300	2.25	1.10	5.62
CF4	25	8.812	0.95	18.15
	300	5.513	1.23	14.69

由图 2 可知, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的引入对材料的相组分无影响, 但对 SiC<sub>w</sub> 晶体结构有显著改善。从晶体结构分析, 材料的比热容与晶体的有序-无序转变和缺陷有关, 而热扩散系数则与致密度和显微结构有关<sup>[26]</sup>。加入 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 后可起到促进烧结的作用, 使晶体结晶程度提高, 样品的比热容增加; 同时样品的气孔率降低、体积密度增大, 有效减少了声子散射。由前述分析可知, 引入 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 后 SiC<sub>w</sub> 的生长机制由 VS 转变为 VLS, SiC<sub>w</sub> 显微形貌显著改善, 缺陷减少、长径比增大。有研究指出<sup>[27]</sup>, 同一体系内通过 VLS 机制生长的晶须热导率高于 VS 机制生长的晶须, 其原因主要是晶须与基体间的晶界势垒和晶须直径。CF0 样品中晶须合成量少且直径较短, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 引入后晶须形貌及结构发生优化, 通过大长径比的 SiC<sub>w</sub> 将每一个声子传输的“孤岛”连接起来, 在“孤岛”间形成一个快速的导热通道, 声子平均自由程延长, 导致热导率升高。

3 结论

本研究探讨了 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 添加量对 SiC<sub>w</sub>/SiC 复相储热陶瓷样品性能及晶须原位生长的影响, 得出结论如下:

1) 添加 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 可改善样品性能, 经 1500 °C 烧成的 CF4 样品的性能较优。其体积密度、抗折强度分别为 2.19 g/cm<sup>3</sup>、45.08 MPa, 热导率、比热容分别为 0.95 J/(g·K) (25 °C)、18.15 W/(m·K) (25 °C), 热导率相比于 CF0 样品提高了 169%。

2) 添加 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 使 SiC<sub>w</sub> 生长机制从 VS 转变为 VLS。形成的 Fe-Si 合金液滴可提高 C 元素溶解度, 促进 SiC<sub>w</sub> 生长发育, CF4 样品的晶须直径为 50~100 nm, 长度为 1~6 μm。

3) 烧成温度与 Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 添加量可以调控晶须形貌。适宜烧成温度范围为 1475~1500 °C; Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 添加量为 0.5wt%~1.0wt% 时, SiC<sub>w</sub> 形貌均一, 直径小, 直晶多; Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 添加量为 1.5wt%~2.0wt% 时, SiC<sub>w</sub> 直径变大, 分布杂乱, 弯晶增加。

4) VLS 机制相比 VS 机制, 生长的晶须缺陷少、直径大, 可降低基体-晶须热传导势垒, 提高材料的热学性能。

## 参考文献:

- [1] PY X, CALVET N, OLIVES R, *et al.* Recycled material for sensible heat based thermal energy storage to be used in concentrated solar thermal power plants. *J. Sol. Energy Eng.*, 2011, **133**(8): 31008–31017.
- [2] MULLER-STEINHAGEN H. Concentrating solar thermal power. *Phil. Trans. R. Sci. A*, 2013, **371**(1996): 1–20.
- [3] KURAVI S, TRAHAN J, GOSWAMI D Y, *et al.* Thermal energy storage technologies and systems for concentrating solar power plants. *Prog. Energy Combust. Sci.*, 2013, **39**(4): 285–319.
- [4] ROMERO M, GONZÁLEZ-AGUILAR J. Solar thermal CSP technology. *Energy Environ.*, 2014, **3**(1): 42–59.
- [5] LAO X B, XU X H, WU J F, *et al.* Effect of silicon on properties of  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}_w$  composite ceramics *in-situ* synthesized by aluminium-assisted carbothermal reduction of coal series kaolin for solar thermal storage. *J. Alloys Compd.*, 2017, **692**: 825–832.
- [6] XU X H, RAO Z G, WU J F, *et al.* *In-situ* synthesis and thermal shock resistance of cordierite/silicon carbide composites used for solar absorber coating. *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, 2014, **130**: 257–263.
- [7] KIM K J, KIM Y, LIM K, *et al.* Electrical and thermal properties of SiC-AlN ceramics without sintering additives. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2015, **35**(10): 2715–2721.
- [8] ZHANG C, YAO X M, LI Y S, *et al.* Effect of AlN addition on the thermal conductivity of pressureless sintered SiC ceramics. *Ceram. Int.*, 2015, **41**(7): 9107–9114.
- [9] KARAMIAN E, MONSHI A, BATAILLE A, *et al.* Formation of nano SiC whiskers in bauxite-carbon composite materials and their consequences on strength and density. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2011, **31**(14): 2677–2685.
- [10] XU X H, LAO X B, WU J F, *et al.* Synthesis and characterization of  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$  composite ceramics *via* carbothermal reduction of aluminosilicate precursor for solar sensible thermal storage. *J. Alloys Compd.*, 2016, **662**: 126–137.
- [11] CHEN Y, WANG C G, GAO R R, *et al.* Research of the preparation technology for the SiC whisker. *J. Inorg. Mater.*, 2013, **28**(7): 757–762.
- [12] MILEWSKI J V, GAC F D, PETROVIC J J, *et al.* Growth of beta-silicon carbide whiskers by the VLS process, *J. Mater. Sci.*, 1985, **20**(4): 1160–1166.
- [13] 陈肇友. 化学热力学与耐火材料. 北京: 冶金工业出版社, 2005: 494–496.
- [14] HAO H S, XU L H, LIU M, *et al.* Synthesis of  $O'$ -SiAlON/SiC by using non-traditional resources: Yangtze river sand. *Mater. Sci. Forum.*, 2009, **610–613**: 267–273.
- [15] MA B Y, LI Y, XU L B, *et al.* *In-situ* synthesis of ( $O'$  +  $\beta$ )-Sialon/mullite composite materials. *J. Northeast Univ.*, 2011, **32**(1): 102–105.
- [16] XU X W, LIANG H, LI X L, *et al.* *In situ* synthesis and phase analysis of low density  $O'$ -sialon based multiphase ceramics. *Rare Met.*, 2010, **29**(2): 214–219.
- [17] LI Z, SHI T J, TAN D X. Long  $\beta$ -Silicon carbide necklace-like whiskers prepared by carbothermal reduction of wood flour/silica/phenolic composite. *J. Am. Ceram. Soc.*, 2010, **93**(10): 3499–3503.
- [18] LI X W, QU D L, LI Z J, *et al.* Study on the thermodynamics and characterization of synthesizing SiC whiskers. *J. Synth. Cryst.*, 2013, **42**(10): 2160–2163.
- [19] CAO L Z, LIU X, ZHAO J Q, *et al.* Synthesis and photoluminescence of the branching silicon carbide nanowires. *Physica E*, 2012, **46**(9): 57–60.
- [20] LI X W, QU D L, LI Z J, *et al.* Effect of catalysts on synthesis of silicon carbide whiskers with silica sol. *Bull. Chin. Ceram. Soc.*, 2014, **33**(3): 593–595.
- [21] CHEN Y Q, ZHANG K, MIAO B, *et al.* Temperature dependence of morphology and diameter of silicon nanowires synthesized by laser ablation. *Chem. Phys. Lett.*, 2002, **358**(5/6): 396–400.
- [22] YANG G Y, WU R B, GAO M X, *et al.* SiC crystal growth from transition metal silicide fluxes. *Cryst. Res. Technol.*, 2007, **42**(5): 445–450.
- [23] VAKIFAHMETOGLU C, PIPPEL E, WOLTERSDORF J, *et al.* Growth of one-dimensional nanostructures in porous polymer-derived ceramics by catalyst-assisted pyrolysis. Part 1: Iron catalyst. *J. Am. Ceram. Soc.*, 2010, **93**(4): 959–968.
- [24] WANG F Q, YAN L S, HAO Z B, *et al.* *In-situ* preparation of SiC whiskers on C/C-SiC composite surface by catalytic chemical vapor deposition. *Mater. Mech. Eng.*, 2011, **35**(10): 98–102.
- [25] BI J Y, GU Y Z, ZHANG Z C, *et al.* Core-shell SiC/SiO<sub>2</sub> whisker reinforced polymer composite with high dielectric permittivity and low dielectric loss. *Mater. Des.*, 2016, **89**: 933–940.
- [26] 奚同庚. 无机材料热物性学. 上海: 上海科学技术出版社, 1981: 92–121.
- [27] HASSELMAN D P H, DONALDSON K Y, THOMAS JR J R. Thermal conductivity of vapor-liquid-solid and vapor-solid silicon carbide whisker-reinforced lithium aluminosilicate glass-ceramic composites. *J. Am. Ceram. Soc.*, 1996, **79**(3): 742–748.