

BN/SiC 复合涂层改性碳纤维的吸波性能研究

周 伟, 肖 鹏, 李 杨, 罗 衡, 洪 文

(中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 长沙 410083)

摘 要: 以尿素、硼酸为原料, 采用浸涂工艺先在碳纤维表面制备 BN 涂层, 再以三氯甲基硅烷为前驱体, 采用化学气相沉积工艺在纤维表面沉积 SiC 涂层, 制得了 BN/SiC 复合涂层改性碳纤维。对 BN/SiC 复合涂层改性碳纤维的微观结构、抗氧化性能、介电性能及吸波性能进行了研究。结果表明: 碳纤维表面 BN 涂层的厚度约为 0.1 μm , SiC 涂层的厚度约为 0.7 μm 。碳纤维经表面 BN/SiC 复合涂层改性后, 抗氧化性能明显提高, 开始明显氧化失重温度从 560 $^{\circ}\text{C}$ 提高到 790 $^{\circ}\text{C}$, 最终氧化温度从 780 $^{\circ}\text{C}$ 提高到 1200 $^{\circ}\text{C}$ 以上; 且介电性能得到有效改善, 吸波性能显著提高。相比于未改性碳纤维, 厚度为 2 mm 的 BN/SiC 复合涂层改性碳纤维的最小反射率减小到 -13.3 dB, 小于 -10 dB 的带宽增加至 2.5 GHz。

关 键 词: BN/SiC 复合涂层; 碳纤维; 抗氧化性能; 介电性能; 吸波性能

中图分类号: TM25 文献标识码: A

Microwave Absorbing Properties of Carbon Fibers Modified with BN/SiC Composite Coatings

ZHOU Wei, XIAO Peng, LI Yang, LUO Heng, HONG Wen

(State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: BN coating were prepared firstly on carbon fibers by dip-coating process using boric acid and urea as raw materials. Then, SiC coating were deposited on BN coating surface by chemical vapor deposition process using methyltrichlorosilane as precursor. Finally, BN/SiC composite coatings modified carbon fibers were obtained. The oxidation resistance, dielectric and microwave absorption properties, and microstructure of the BN/SiC composite coatings modified carbon fibers were investigated. The results showed that the thickness of the BN and SiC coating on the surface of carbon fibers were about 0.1 μm and 0.7 μm , respectively. After being modified by BN/SiC composite coatings, the initial and final oxidation temperatures of the modified carbon fibers were increased from 560 $^{\circ}\text{C}$ and 780 $^{\circ}\text{C}$ to 790 $^{\circ}\text{C}$ and above 1200 $^{\circ}\text{C}$, respectively. The dielectric properties of the modified carbon fibers changed significantly, and the microwave absorption properties were improved. Compared with the uncoated carbon fibers, the lowest reflectivity of the BN/SiC composite coatings modified carbon fibers with the thickness of 2 mm reduced to -13.3 dB, and the bandwidth (less than -10 dB) increased to 2.5 GHz.

Key words: BN/SiC composite coatings; carbon fibers; oxidation resistance; dielectric properties; microwave absorption properties

收稿日期: 2014-01-08; 收到修改稿日期: 2014-02-20

基金项目: 国家重点基础研究发展规划(973 计划)(2011CB605804)

State Key Development Program for Basic Research of China (2011CB605804)

作者简介: 周 伟(1986-), 男, 博士研究生. E-mail: chowvy@163.com

通讯作者: 肖 鹏, 教授. E-mail: xiaopeng@mail.csu.edu.cn

近些年来,微波吸波材料由于在军事和航空航天领域的应用日趋广泛,已受到世界各国极大重视,并得到广泛研究^[1-5]。理想的吸波材料应具有密度低、厚度小、质量轻、吸收频带宽、强度高、制备成本低以及工艺简单等特点。碳纤维具有低密度、优异的电性能和力学性能,是制备吸波材料的理想候选材料之一^[6-8]。但碳纤维的电阻率较小($10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$),是电磁波的强反射体。为了改善碳纤维的吸波性能,许多研究学者对碳纤维进行了大量的改性处理,特别是在碳纤维表面包覆一层磁性金属或其氧化物涂层被证明是一种有效的改性方法^[9-12]。然而,磁性金属及其氧化物具有较高的密度,且其居里温度较低,在高温下将失去磁性而不能损耗电磁波,这使得改性碳纤维难以满足当前吸波材料对于高温吸波的发展需求。

碳化硅(SiC)具有高强度、高硬度、良好的抗氧化性能和热稳定性,是一种可满足轻质、高强和耐高温要求的优良微波吸收剂^[13-15]。因此,在碳纤维表面制备 SiC 涂层有望改善碳纤维的吸波性能,同时提高碳纤维的抗氧化性能。但直接在碳纤维表面制备 SiC 涂层会因工艺过程中的 Si、C 反应对碳纤维造成损伤,以及 SiC 涂层和碳纤维的热膨胀系数差异等,导致碳纤维强度显著降低。为解决这一问题,需要在碳纤维和 SiC 涂层之间制备界面相作为保护层,并匹配热膨胀系数。

BN 具有类石墨结构,与碳纤维的密度、结构、化学性质近似。且 BN 为良好的绝缘体,具有较低的介电常数,它对材料的介电性能影响非常小^[16]。此外,BN 的起始氧化温度高于 800°C ,并且 BN 在高温下会形成 B_2O_3 保护层可阻止材料进一步被氧化^[17]。因此,BN 是一种较理想的界面相材料。

本研究先采用浸涂工艺在碳纤维表面制备 BN 涂层,再采用化学气相沉积工艺在纤维表面沉积 SiC 涂层,制备了 BN/SiC 复合涂层改性碳纤维,并研究了改性碳纤维的微观结构、抗氧化性能、介电性能及吸波性能,以期在保持碳纤维优良力学性能的同时,改善碳纤维的吸波性能,并提高纤维的抗氧化性能。

1 实验方法

1.1 实验原料

碳纤维为日本东丽公司生产的聚丙烯腈基碳纤维(T700, 12 K)。 H_3BO_3 (分析纯),汕头市西陇化工厂; $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ (分析纯),汕头市西陇化工厂; N_2 (纯度 99.99%),长沙高科气体有限公司; H_2 (纯度 99.99%),长

沙高科气体有限公司;Ar(纯度 99.99%),长沙高科气体有限公司; CH_3SiCl_3 (纯度 93.1%),江西星火化工厂。

1.2 试样制备

1.2.1 BN 涂层制备

首先将 H_3BO_3 和 $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ 按摩尔比 1:3 溶于无水乙醇中形成 BN 先驱体溶液,再将表面去胶后的碳纤维置于先驱体溶液中,超声振动 15 min 后,将碳纤维取出,在真空干燥箱中 60°C 干燥。将充分干燥后的碳纤维置于真空炉中,在 800°C 处理 4 h,升温速率为 $5^\circ\text{C}/\text{min}$, N_2 气氛保护。通过 H_3BO_3 和 $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ 在高温下的化学反应生成产物 BN,从而在碳纤维表面制得 BN 涂层。

1.2.2 SiC 涂层制备

将表面制备有 BN 涂层的碳纤维置于真空炉中,采用化学气相沉积法(CVD)在碳纤维表面制备 SiC 涂层,其工艺条件为:压力 500~700 Pa,沉积温度 1100°C ,沉积时间 4 h, CH_3SiCl_3 作为 SiC 源, H_2 作为载气和稀释气体,Ar 为保护气体。

1.3 性能测试

采用 D/max 2550 型 X 射线衍射仪分析改性碳纤维的物相组成。用 Thermo scientific IS10 红外光谱仪分析改性碳纤维的化学成分。采用 Nova NanoSEM 230 型扫描电子显微镜观察改性碳纤维的显微形貌。用 STA 409PC 型 DTA/TGA 分析仪以空气为氧化气氛,升温至 1200°C 测试改性碳纤维的氧化性能。采用 AV3618 型矢量网络分析仪,用同轴法测试改性碳纤维在 2~18 GHz 频带内的电磁参数。电磁参数测试试样由石蜡与改性碳纤维(短切成 2 mm 左右,质量分数为 20%)经 3 次以上熔融搅拌、冷却研磨过程混合均匀后,在外径为 7 mm,内径为 3 mm,厚度为 2 mm 的磨具中压制制得。其中石蜡基体为无损耗介质,其复介电常数实部 ϵ' 和虚部 ϵ'' 分别为 2.26 和 0,复磁导率实部 μ' 和虚部 μ'' 分别为 1 和 0。

2 结果与讨论

2.1 改性碳纤维的微观结构

图 1 所示为碳纤维改性前后的 XRD 图谱。由图 1 可知,碳纤维经 BN 涂层和 SiC 涂层改性处理后,图谱中依次出现了 h-BN 和 β -SiC 的特征衍射峰,说明碳纤维表面生成了 BN 涂层和 SiC 涂层。由于涂层制备温度较低,BN 涂层主要为非晶结构,其衍射峰宽化且与碳衍射峰重叠。图 2 所示为碳纤维改性前后的红外光谱。从图 2 中可以看出,当碳纤维经 BN/SiC 复合涂层改性处理后,不仅在 1380 cm^{-1}

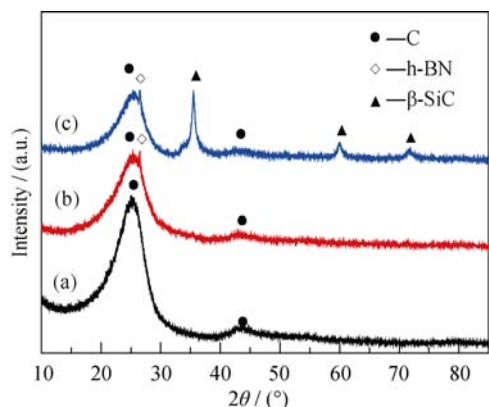


图 1 碳纤维改性前后的 XRD 图谱

Fig. 1 XRD patterns of carbon fibers before and after modification (a) Carbon fibers, (b) BN modified carbon fibers and (c) BN/SiC composite coatings modified carbon fibers

处出现 BN 的吸收峰^[18], 而且在 $790 \sim 970 \text{ cm}^{-1}$ 之间出现了明显的 SiC 的特征吸收峰^[19], 这进一步证明碳纤维表面生成了 BN/SiC 复合涂层。

图 3 为碳纤维改性前后的显微形貌。由图 3(a) 可见, 未改性碳纤维的表面光滑无异物。在碳纤维表面制备 BN 涂层后, 纤维表面由光滑变得粗糙, 并附着有片状 BN 物质(图 3(b))。继续在表面沉积 SiC 涂层后, SiC 涂层将 BN 层和碳纤维紧紧包裹, 其厚度约为 $0.7 \mu\text{m}$, 而 BN 界面层厚度约为 $0.1 \mu\text{m}$ (图 3(c))。由图 3(c)插图可知, SiC 涂层呈菜花状, 均匀、致密地包覆在碳纤维表面。

2.2 改性碳纤维的氧化性能

图 4 所示为未改性碳纤维和涂层改性碳纤维的 TGA 氧化曲线, 其中空气为氧化气氛。从图 4 可以看出, 当温度超过 560°C 时, 未改性碳纤维开始明显氧化失重, 当温度接近 780°C 时, 碳纤维已被氧化完全。而在碳纤维表面制备 BN 涂层后, 纤维在 650°C 以上才开始明显被氧化, 当温度接近 1000°C 纤维明显氧化失重的温度提高。且当 BN 被氧化后,

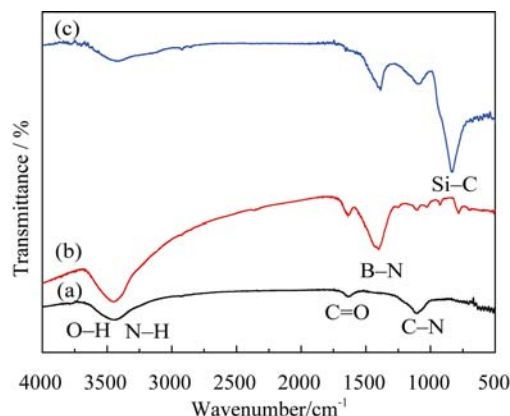


图 2 碳纤维改性前后的红外光谱

Fig. 2 IR spectra of carbon fibers before and after modification (a) Carbon fibers, (b) BN modified carbon fibers and (c) BN/SiC composite coatings modified carbon fibers

时, 碳纤维被氧化完全。这主要是因为 BN 涂层具有高的起始氧化温度阻止了碳纤维的氧化, 使得炭其氧化产物 B_2O_3 可在纤维表面形成保护层阻止氧的渗透^[20], 从而降低了碳纤维的氧化速率, 使得最终氧化温度提高。在涂有 BN 涂层的碳纤维表面继续制备 SiC 涂层后, 纤维开始明显氧化失重的温度进一步提高到 790°C , 且纤维的氧化速率进一步降低。当温度达到 1200°C 时, 改性碳纤维的质量仍有 60% 的残留, 说明此时 BN/SiC 复合涂层改性碳纤维尚未氧化完全。这主要是因为 SiC 涂层具有更高的起始氧化温度, 它包覆在碳纤维表面可以有效地隔离碳纤维与氧气的接触, 从而使得碳纤维开始明显氧化失重的温度进一步提高。且当 SiC 涂层被氧化后, 其氧化产物 SiO_2 具有良好的流动性和自愈合能力, 可填充裂纹和孔隙等缺陷, 这将会在 BN 界面层阻碍碳纤维氧化的基础上, 进一步阻止氧气向内层扩散, 从而大大降低碳纤维的氧化速率, 导致最终氧化温度进一步提高到 1200°C 以上。以上表明, 对碳纤维进

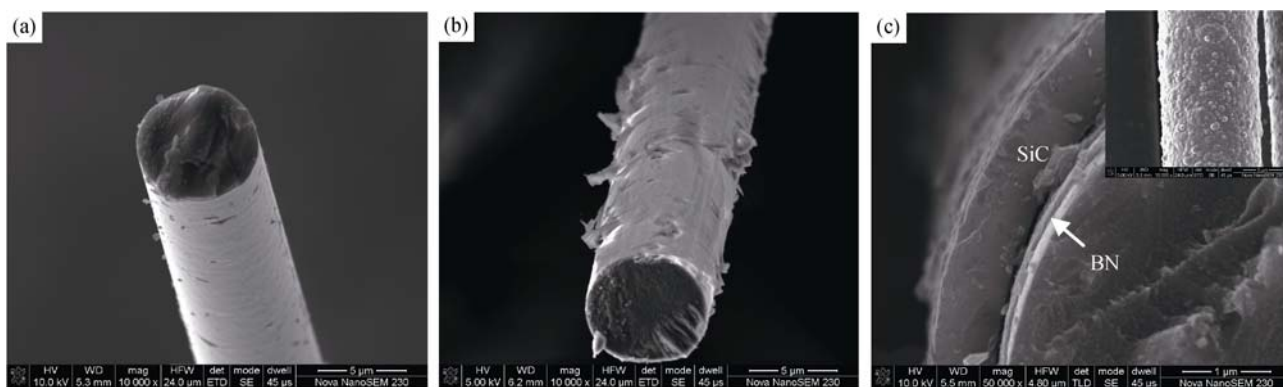


图 3 碳纤维改性前后的 SEM 照片

Fig. 3 SEM images of carbon fibers before and after modification

(a) Carbon fibers, (b) BN modified carbon fibers, (c) BN/SiC composite coatings modified carbon fibers. Inset shows the morphology of SiC coating

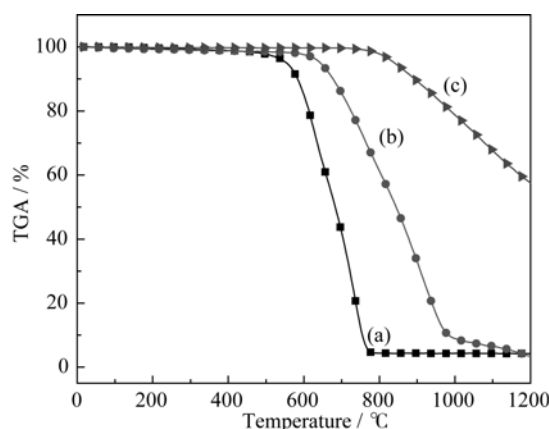


图 4 碳纤维和涂层改性碳纤维的 TGA 氧化曲线

Fig. 4 TGA curves of carbon fibers before and after modification (a) Carbon fibers, (b) BN modified carbon fibers and (c) BN/SiC composite coatings modified carbon fibers

行表面 BN/SiC 复合涂层改性, 可显著提高纤维的抗氧化性能, 延长其在高温环境下的使用时间。

2.3 改性碳纤维的介电性能

图 5 所示为未改性碳纤维和涂层改性碳纤维的复介电常数与频率的关系。从图 5 中可以看出, 未改性碳纤维的介电实部 ϵ' 和虚部 ϵ'' 的值均较高, 分别为 5.1~60.5 和 37.7~166.1。当碳纤维表面制备 BN 涂层后, 其介电常数实部 ϵ' 和虚部 ϵ'' 均明显下降, 分别降至 6.8~51.4 和 17.0~42.4。在碳纤维表面继续制备 SiC 涂层后, 纤维的介电常数实部 ϵ' 和虚部 ϵ'' 进一步下降, 分别降至 6.8~23.3 和 5.7~13.2。从以上结果可以看出, 碳纤维经表面 BN/SiC 复合涂层改性后, 其介电虚部 ϵ'' 下降更为显著。在整个 2~18 GHz 频率范围内, 未改性碳纤维与改性碳纤维的介电常数实部 ϵ' 和虚部 ϵ'' 均随频率的增大而减小, 具有频散效应。此外, 未改性碳纤维与改性碳纤维的磁导率均与石蜡的相同 ($\mu' = 1$, $\mu'' = 0$), 为电损耗型材料。

在微波频段, 碳纤维等电损耗型材料的介电常

数主要与其内部电子运动有关。在电磁波作用下, 碳纤维中的电子运动状态如图 6 所示, 同时存在石墨平面方向上的迁移电子和无序石墨层之间的跳跃电子^[6]。当两根碳纤维的距离很小或相互接触时, 由于隧道效应, 跳跃电子可从一根碳纤维的表面石墨层跳跃到另一根碳纤维的表面石墨层(图 6(a))。当多根碳纤维相互接触时, 由于跳跃电子和传导电子的运动, 纤维间极易形成导电回路而形成稳定的导电网络(图 6(b))。

由以上可知, 碳纤维的介电实部(ϵ') 则主要与纤维内迁移电子和跳跃电子运动形成的电偶极矩有关, 而介电虚部(ϵ'') 主要与电子运动形成的电导, 即与电导率有关。特别是当碳纤维之间形成稳定的导电网络后, 材料的导电性能显著增强, 导致碳纤维具有很高的介电虚部(ϵ'')。且当稳定的导电网络形成后, 会显著促进纤维内迁移电子和跳跃电子的运动, 使得碳纤维介电实部(ϵ') 增大, 而具有较高的值。

碳纤维经表面 BN/SiC 复合涂层改性后, 高电阻的 BN 涂层和 SiC 涂层包覆在碳纤维表面, 使得相互接触的碳纤维彼此绝缘, 阻断了电子运动的传导通路, 并在纤维间形成较高的能量势垒(如图 6(c)), 导致纤维间的跳跃电子无法越过能量势垒而消失。因此, 纤维石墨层中的电子只能在单根碳纤维内运动, 无法形成导电回路而形成稳定的导电网络, 这使得改性碳纤维的导电性能显著下降, 导致介电虚部(ϵ'') 显著降低。而无法形成稳定的导电网络, 又会使得纤维内的电子运动减弱, 导致介电实部(ϵ') 降低。但纤维内仍存在大量迁移电子和跳跃电子运动, 因此改性碳纤维的介电实部下降幅度明显小于介电虚部。

此外, 具有低介电常数的 BN 涂层和 SiC 涂层包覆在高介电的碳纤维表面, 存在复合效应^[21]:

$$\ln \epsilon = X_1 \ln \epsilon_1 + X_2 \ln \epsilon_2 \quad (1)$$

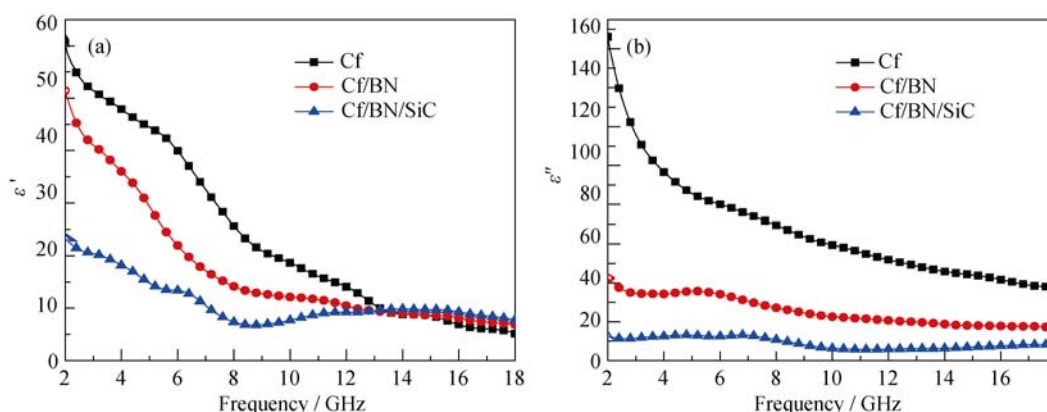


图 5 碳纤维和涂层改性碳纤维的复介电常数

Fig. 5 Permittivity of non(Cf)-, BN- and BN/SiC-coating modified carbon fibers

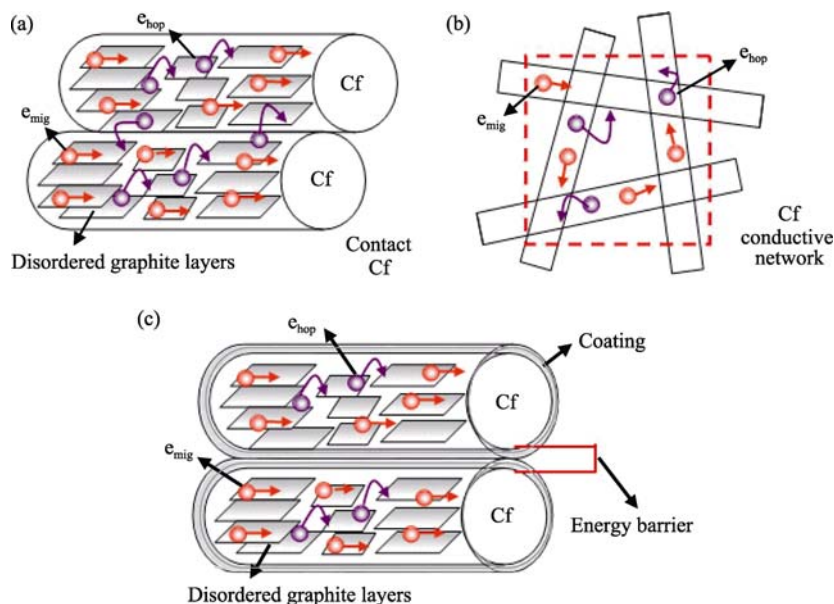


图 6 碳纤维中电子运动示意图

Fig. 6 Illustrations of electron transport

(a) Contact carbon fibers; (b) Carbon fibers conductive network; (c) Contact BN/SiC composite coatings modified carbon fibers

式中: ε 为改性碳纤维的介电常数, ε_1 、 ε_2 分别为碳纤维和表面涂层的介电常数, X_1 、 X_2 分别为碳纤维和表面涂层的体积分数。因此, 在碳纤维表面制备 BN/SiC 复合涂层后, 改性碳纤维的介电常数实部和虚部均降低。

2.4 改性碳纤维的吸波性能

材料的微波吸波性能通常用反射率 $R(\text{dB})$ 来表示。根据电磁场理论, 材料的反射率可由材料的复介电常数和复磁导率根据下列传输线理论关系式^[22]计算得到:

$$R = 20 \lg \left| \frac{Z_{\text{in}} - 1}{Z_{\text{in}} + 1} \right| \quad (2)$$

$$Z_{\text{in}} = \sqrt{\frac{\mu_r}{\varepsilon_r}} \tanh \left[j \left(\frac{2\pi}{c} \right) \sqrt{\mu_r \varepsilon_r} f d \right] \quad (3)$$

其中, Z_{in} 为归一化输入阻抗, $\varepsilon_r = \varepsilon' - j\varepsilon''$ 和 $\mu_r = \mu' - j\mu''$ 分别为材料的复介电常数和复磁导率, c 为电磁波在自由空间的传播速度, f 为电磁波频率, d 为材料的厚度。

图 7 为未改性碳纤维和涂层改性碳纤维在厚度 $d=2 \text{ mm}$ 条件下的计算反射率曲线。由图 7 可知, 当厚度为 2 mm 时, 未改性碳纤维的反射率值较高 ($>-2.1 \text{ dB}$), 吸波性能较差。这主要是因为未改性碳纤维在电磁波作用下形成了导电网络, 对电磁波呈强反射特性。在碳纤维表面制备 BN 涂层后, 纤维的吸波性能有所改善, 但由于涂层厚度较小, 改善效果并不理想, 反射率的值仍较高 ($>-4 \text{ dB}$)。在涂有 BN 涂层的碳纤维表面继续制备 SiC 涂层后, BN/SiC 复合涂层

改性碳纤维的吸波性能明显改善, 反射率最小值达到 -13.3 dB , 小于 -10 dB 的带宽为 2.5 GHz 。

碳纤维经表面 BN/SiC 复合涂层改性后, 其吸波性能显著提高主要有以下几个原因: (1) BN/SiC 复合涂层改性碳纤维的复介电常数显著降低, 导致其波阻抗增大, 从而与自由空间的阻抗匹配度增大, 使得材料表面对电磁波的反射减少, 而更多的电磁波进入材料内部, 增加了对电磁波的损耗和吸收。(2) BN/SiC 复合涂层改性碳纤维形成“核壳”结构, 增加了电磁波在吸波介质中的波程长以及多重散射机率, 从而增大了对电磁波的损耗。(3) BN/SiC 复合涂层与碳纤维之间界面处存在多重偶极电荷, 它与微波辐射相互作用将导致界面极化^[23], 从而增强了对电磁波的损耗。

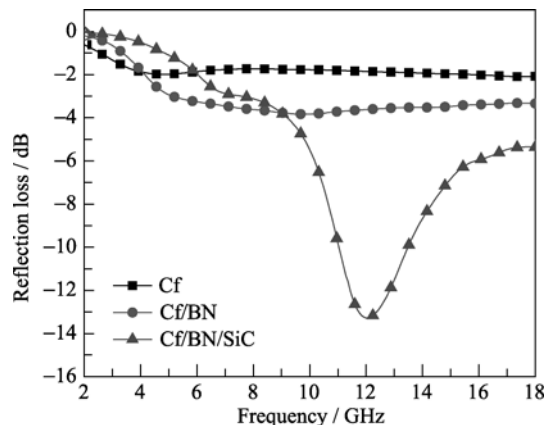


图 7 碳纤维和涂层改性碳纤维的反射率曲线

Fig. 7 Microwave reflection loss of the carbon fibers (Cf) and coating modified carbon fibers

3 结论

本研究先采用浸涂工艺在碳纤维表面制备 BN 涂层,再采用化学气相沉积工艺在纤维表面沉积 SiC 涂层,制备了 BN/SiC 复合涂层改性碳纤维。碳纤维经表面 BN/SiC 复合涂层改性后,抗氧化性能明显提高,开始明显氧化失重温度提高到 790℃,而最终氧化温度提高到 1200℃以上,且其介电性能得到有效改善,吸波性能显著提高。相比于对电磁波呈强反射特性的未改性碳纤维,厚度为 2 mm 的 BN/SiC 复合涂层改性碳纤维的最小反射率减小至 -13.3 dB,小于 -10 dB 的带宽增加至 2.5 GHz。

参考文献:

- [1] SINGH A P, GUPTA B K, MISHRA M, *et al.* Multiwalled carbon nanotube/cement composites with exceptional electromagnetic interference shielding properties. *Carbon*, 2013, **56**: 86–96.
- [2] CHUNG D D L. Carbon materials for structural self-sensing, electromagnetic shielding and thermal interfacing. *Carbon*, 2012, **50**(9): 3342–3353.
- [3] SINGH V K, SHUKLA A, PATRA M K, *et al.* Microwave absorbing properties of a thermally reduced graphene oxide/nitrile butadiene rubber composite. *Carbon*, 2012, **50**(6): 2202–2208.
- [4] AL-SALEH M H, SUNDARARAJ U. Electromagnetic interference shielding mechanisms of CNT/polymer composites. *Carbon*, 2009, **47**(7): 1738–1746.
- [5] IM J S, KIM J G, LEE Y S. Fluorination effects of carbon black additives for electrical properties and EMI shielding efficiency by improved dispersion and adhesion. *Carbon*, 2009, **47**(11): 2640–2647.
- [6] CAO MAO-SHENG, SONG WEI-LI, HOU ZHI-LING, *et al.* The effects of temperature and frequency on the dielectric properties, electromagnetic interference shielding and microwave-absorption of short carbon fiber/silica composites. *Carbon*, 2010, **48**(3): 788–796.
- [7] ROSA I M D, DINESCU A, SARASINI F, *et al.* Effect of short carbon fibers and MWCNTs on microwave absorbing properties of polyester composites containing nickel-coated carbon fibers. *Compos. Sci. Technol.*, 2010, **70**(1): 102–109.
- [8] XIE WEI, CHENG HAI-FENG, CHU ZENG-YONG, *et al.* Microwave absorbing properties of short hollow carbon fiber composites. *Journal of Inorganic Materials*, 2008, **23**(3): 481–485.
- [9] LIU Y, ZHANG Z, XIAO S, *et al.* Preparation and properties of cobalt oxides coated carbon fibers as microwave-absorbing materials. *Appl. Surf. Sci.*, 2011, **257**(17): 7678–7683.
- [10] QIANG C, XU J, ZHANG Z, *et al.* Magnetic properties and microwave absorption properties of carbon fibers coated by Fe₃O₄ nanoparticles. *J. Alloys Compd.*, 2010, **506**(1): 93–97.
- [11] ZENG J, FAN H, WANG Y, *et al.* Oxidized electroplating zinc-covered carbon fibers as microwave absorption materials. *J. Alloys Compd.*, 2012, **524**: 59–62.
- [12] LIU YUAN, LIU XIANG-XUAN, CHEN XIN, *et al.* Preparation by MOCVD and microwave absorbing properties of CF@Fe. *Journal of Inorganic Materials*, 2013, **28**(12): 1328–1332.
- [13] LI Z, ZHOU W, LUO F, *et al.* Improving the dielectric properties of SiC powder through nitrogen doping. *Materials Science and Engineering: B*, 2011, **176**(12): 942–944.
- [14] LIU X, ZHANG Z, WU Y. Absorption properties of carbon black/silicon carbide microwave absorbers. *Composites Part B: Engineering*, 2011, **42**(2): 326–329.
- [15] ZHAO D L, LUO F, ZHOU W C. Microwave absorbing property and complex permittivity of nano SiC particles doped with nitrogen. *J. Alloys Compd.*, 2010, **490**(1/2): 190–194.
- [16] WEN G, WU G L, LEI T Q, *et al.* Co-enhanced SiO₂-BN ceramics for high-temperature dielectric applications. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2000, **20**(12): 1923–1928.
- [17] COFER C G, ECONOMY J. Oxidative and hydrolytic stability of boron nitride — A new approach to improving the oxidation resistance of carbonaceous structures. *Carbon*, 1995, **33**(4): 389–395.
- [18] ZHANG X, DENG J, WANG L, *et al.* Phase transformation in BN films by nitrogen-protected annealing at atmospheric pressure. *Appl. Surf. Sci.*, 2008, **254**(21): 7109–7113.
- [19] HUANG Q, GU M, SUN K, *et al.* Effect of pretreatment on rheological properties of silicon carbide aqueous suspension. *Ceram. Int.*, 2002, **28**(7): 747–754.
- [20] DAS M, BASU A K, GHATAK S, *et al.* Carbothermal synthesis of boron nitride coating on PAN carbon fiber. *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2009, **29**(10): 2129–2134.
- [21] VINOY K J, JHA R M. Radar Absorbing Materials: From Theory to Design and Characterization. Dordrecht, The Netherlands: Kluwer Academic Publishers, 1996.
- [22] SUMFLETH J, PREHN K, WICHMANN M H G, *et al.* A comparative study of the electrical and mechanical properties of epoxy nanocomposites reinforced by CVD- and arc-grown multi-wall carbon nanotubes. *Compos. Sci. Technol.*, 2010, **70**(1): 173–180.
- [23] CHEN Y J, CAO M S, WANG T H, *et al.* Microwave absorption properties of the ZnO nanowire-polyester composites. *Appl. Phys. Lett.*, 2004, **84**(17): 3367–3369.