

Investigation of the heating characteristics of microwave silicon carbide heaters under mechanochemical iodine curing process conditions

Changhun Hwang, JongHa Baek*, Sang-In Kim*, Sangyul Park** and Se-Yun Kim†

Department of Advanced Materials Science and Engineering, Kyungnam University, Changwon 51767, Korea

*Department of Mechatronics Engineering, Kyungnam University, Changwon 51767, Korea

**DAEHO I&T, Changwon 51338, Korea

(Received September 11, 2024)

(Revised October 2, 2024)

(Accepted October 11, 2024)

Abstract Silicon carbide (SiC), known for its excellent mechanical and chemical properties, is widely used in key industries such as aerospace, defense, and nuclear power generation. Due to its rapid heating characteristics when exposed to microwaves, SiC is being researched as a highly efficient heating element. In this study, Polycarbosilane (PCS) was treated by a mechanochemical reaction with iodine, followed by pyrolysis to create a microwave heating material. The effects of pyrolysis temperature and iodine additive content on microwave heating performance were investigated. The results showed that the fabricated specimen rapidly heated to a maximum of 800°C within approximately 60 sec and maintained a stable temperature of 700~750°C for up to 120 min.

Key words Silicon carbide, Mechanochemical Curing, Iodine Curing, Microwave heater, Polycarbosilane (PCS)

기계화학적 아이오딘 불용화 공정 조건에 따른 마이크로파 탄화규소 발열체의 발열 특성 연구

황창훈, 백종하*, 김상인*, 박상율**, 김세윤†

경남대학교 신소재공학과, 창원, 51767

*경남대학교 메카트로닉스공학과, 창원, 51767

**대호아이엔티, 창원, 51338

(2024년 9월 11일 접수)

(2024년 10월 2일 심사완료)

(2024년 10월 11일 게재확정)

요약 탄화규소(SiC)는 기계적/화학적 특성이 우수한 소재로 항공우주, 방산, 원자력 발전과 같은 핵심 산업에서 널리 응용되고 있는 소재이다. 이러한 탄화규소는 마이크로파를 조사하면 급속발열 하는 특성이 알려져 고효율 발열체로 연구되고 있다. 본 연구에서는 폴리카보실란(Polycarbosilane)을 기계 화학적 반응법으로 아이오딘 불용화(curing)처리 하였고, 이를 열분해(Pyrolysis)하여 마이크로파 발열 소재를 제조하였다. 열분해 온도 및 아이오딘 첨가량이 마이크로파 발열에 미치는 영향을 조사하였다. 그 결과 제조된 시편은 약 60초내에 최대 800°C까지 급속 발열하는 것으로 나타났으며, 평균 700~750°C의 온도 구간에서 120분의 장시간 동안 일정하게 온도를 유지하였다.

1. 서론

탄화규소(Silicon carbide: SiC)는 기계적 물성이 높고, 열/화학적 안정성이 우수한 세라믹 소재로써 우주항공, 방산, 수송 등의 경량이면서 우수한 물성이 요구되는 분

야에서 활용도가 높은 소재이다[1-3]. 특히, 폴리카보실란(Polycarbosilane)을 기반으로 제조한 탄화규소 섬유(Silicon carbide fibers)는 세라믹 복합 소재를 제조하기 위해 요구되는 대표적인 보강 소재로 사용된다[4,5]. 이 외에 원자력 발전소의 핵연료 피복 소재 및 5세대 스텔스 전투기용 전자파 흡수 소재 등 그 활용도가 매우 높다고 볼 수 있다[6,7].

폴리카보실란 고분자를 기반으로 탄화규소 소재를 제

†Corresponding author

E-mail: kimseyun@kyungnam.ac.kr

조하기 위해서는 열분해(Pyrolysis)공정으로 고분자를 세라믹화 하여 제조할 수 있다[8-10]. 이때 열분해 공정 고온에서 시편 형상 유지를 위해 사전에 불용화(Curing) 처리 하여야 하며[11], 산화 불용화(Oxidation Curing), 전자빔 불용화(Electronic beam curing), 아이오딘 증기 불용화(iodine vapor curing)이 대표적이다[12]. 산화 불용화 공정은 대기 분위기 중, 약 150~200°C의 온도에서 수행되며 고분자에 산소가 유입되어 가교결합(Cross-linking)을 형성하여 구조적 안정성을 확보하는 방법으로 공정이 단순하고 대용량 및 저비용인 장점이 있다[13]. 하지만, 산화 불용화 공정은 열분해 공정 후 최종 소재 내부에 많은 산소(>1 wt%)가 잔류하여 최종적으로 제조되는 소재에 비정질 비율이 높아져 소재의 물성이 감소하는 경향이 있다. 전자빔 경화 공정은 진공 또는 불활성 분위기 하에서 전자빔을 조사하여 가교결합을 형성하는 방법이며[14,15], 산화물을 형성할 수 있는 Si-O의 가교결합 형성을 최소화하여 고품질의 탄화규소 제조에 적합한 공정이지만 높은 설비 비용 및 높은 공정비용이 단점이다.

아이오딘(Iodine: I) 증기 불용화 공정(iodine vapor curing)은 비교적 저온에서 기화하는 아이오딘의 특성을 이용하여 폴리카보실란을 경화하는 공정이다. 증기로 유입되는 아이오딘은 Si-H, Si-Si 및 C-H 결합을 절단하고 -Si-C-, -C=C-, -Si-O-Si-의 재결합을 유도하여 가교결합을 형성한다[12,16,17]. 하지만, 아이오딘 증기를 호흡기를 통해 인체에 유입될 경우 기관지에 치명적이며, 아이오딘 증기 공정에 사용되는 장비의 화학적 오염 이슈가 존재한다[18,19].

본 연구에서는 폴리카보실란을 이용한 탄화규소의 대량 생산을 위해 분말공정을 기반으로 기존 증기 불용화 공정의 위험성을 최소화하기 위해 기계 화학적 불용화 공정을 제안하고자 하였다. 유발에 폴리카보실란 및 아이오딘을 첨가하여 분쇄 공정과 동시에 물리적인 힘으로 화학적 결합을 유도하여 입자크기 감소 및 아이오딘 불용화 처리하고자 하였다[20]. 아이오딘 불용화된 분말을 성형하고 열분해 하여 탄화규소 시편을 제조하였다. 제조된 탄화규소 시편은 마이크로파 발열 특성을 조사하기 위해 2.45 GHz의 마이크로파를 조사하여 급속발열 현상을 관찰하였고, 아이오딘 첨가량 및 열분해 온도가 탄화규소의 마이크로파 발열 특성에 미치는 영향을 평가하였다.

2. 실험 방법

폴리카보실란(Polycarbosilane, 대호아이엔티, 한국)과 아이오딘(formamidinium iodide, Greatcell Solar Materials, 호주)을 알루미늄 소재의 유발에 투입한 후, 15분간 분쇄 및 기계 화학적 불용화 처리를 하였다. 폴리카보실란

5 g 대비 10 wt%, 20 wt%, 30 wt%, 40 wt%(0.5~2.0 g)의 아이오딘을 첨가하였다. 아이오딘이 불용화 처리된 폴리카보실란 분말은 일축 가압 성형기(Model C, Carvel, 미국)를 이용하여 디스크 형태로 성형하였고, 아르곤 분위기에서 1,300°C에서 3시간 열분해 처리하였다. 아이오딘을 30 wt% 첨가하여 기계화학적 불용화 처리한 후, 아르곤 분위기에서 1,200°C, 1,300°C, 1,400°C, 1,500°C에서 각각 3시간 열분해 처리하여 탄화규소 시편을 제조하였다.

열분해 처리된 시편에 대하여 미세구조, 결정구조를 분석하였다. 미세구조를 분석하기 위해 디스크 시편의 중간지점을 기준으로 파단하여 주사전자현미경(Apreo S, Field-Emission Scanning Electron Microscope with Heating Stage, Thermo fisher scientific, 미국)을 이용하여 미세구조 및 조성분석을 하였다. XRD(SmartLab SE, Rigaku Corporation, 일본)를 이용하여 시편의 결정도를 분석하고 결정 크기를 측정하였다.

기계 화학적 아이오딘 경화를 이용하여 제조된 탄화규소의 마이크로파 발열 특성을 조사하기 위해 마이크로파 발생장치((주)대호아이엔티, 한국)를 이용하여 2.45 GHz (전력 2.28 kW)의 마이크로파를 시편에 조사하였고, 열화상카메라(PIIM, OPTRIS, 독일)를 이용하여 발열 현상을 관찰하였다. 특히, 아이오딘 첨가량 및 열분해 온도가 탄화규소의 마이크로파 발열 특성에 미치는 영향을 분석하였다.

3. 결과 및 고찰

아이오딘 첨가량을 달리하여 기계 화학적 불용화 처리된 폴리카보실란을 아르곤 분위기에서 1,300°C로 3시간 열분해하여 제조한 시편의 파단면 미세구조 분석결과를 Fig. 1에 나타내었다. 불용화 처리를 하지 않은 시편은 열분해 공정 후 용융 되어 형상을 유지하지 못하였다. 반면, 아이오딘 불용화 처리된 폴리카보실란은 열분해 공정 후에도 디스크 형상을 유지하였다.

아이오딘 증기 불용화 공정은 100~120°C의 온도에서 아이오딘 증기가 폴리카보실란에 침투하여 Si-H, C-H, Si-Si와 같은 주요 결합을 절단하고, -Si-C-, -C=C-, -Si-O-Si-와 같은 가교결합을 형성한다[20]. 유발을 이용하여 물리적인 에너지를 인가하면 폴리카보실란의 고분자 결합이 변형을 발생시키고 첨가된 아이오딘으로 인해 기계 화학적 반응이 발생하여 불용화 처리된 것으로 판단된다.

폴리카보실란에 30 wt%의 아이오딘을 첨가하여 기계 화학적 불용화 처리하고, 디스크 형상으로 성형 후, 아르곤 분위기 중 1,200°C, 1,300°C, 1,400°C, 1,500°C의 온도 조건에서 3시간 열분해하였다. 열분해 온도 따라 제

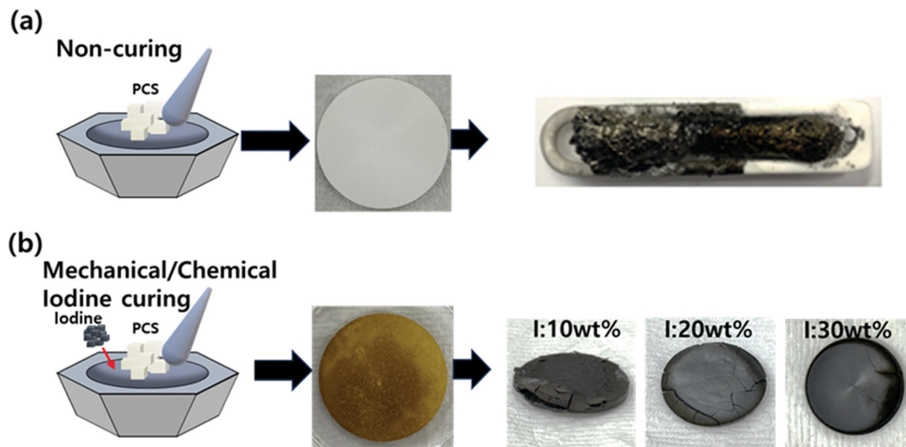


Fig. 1. Sample morphology after pyrolysis process depending on the presence or absence of mechanochemical iodine curing using medicine bowl (I = Iodine).

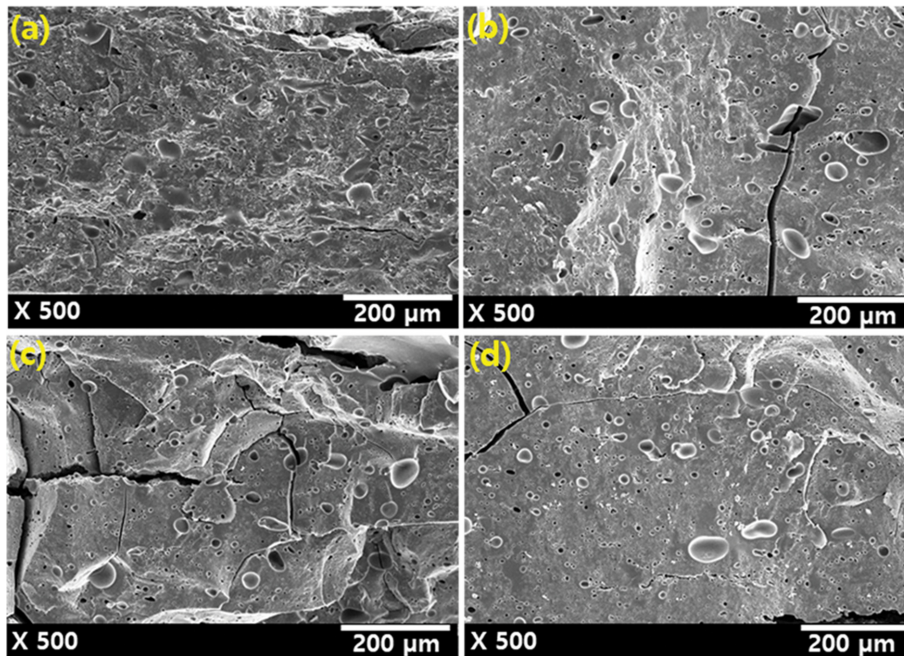


Fig. 2. Microstructure analysis image according to pyrolysis temperature of mechanical chemical iodine-Curing polycarbosilane. ($\times 500$), (a) 1,200°C, (b) 1,300°C, (c) 1,400°C, (d) 1,500°C.

Table 1
Composition analysis of mechanical chemical iodine-Curing polycarbosilane according to pyrolysis temperature

Pyrolysis temperature (°C)	Element (wt%)					Total	C/Si (at%)
	Si	C	O	I			
1,200	35.79	47.59	8.07	8.19		100	3.13
1,300	42.69	42.74	7.30	7.27		100	2.34
1,400	37.43	53.50	5.98	3.09		100	3.34
1,500	48.00	48.14	3.62	0.03		100	2.35
Ref. [11]	39.96	43.86	15.54	1.54		100	
Ref. [25]	47.96	34.89	15.55	1.61		100	

조된 시편의 미세구조 분석결과 Fig. 2와 같다. 1,200°C 에서 열분해한 시편에 수 마이크로 크기의 기공이 존재

하고 있었다. 하지만, 열분해 온도가 1,300°C, 1,400°C, 1,500°C로 증가하면 기공의 크기는 10~100 μm의 분포

를 가지며 분포도는 유사하였다. 각 시편의 조성분석 결과는 Table 1과 같으며 본 연구에서 제조된 시편의 산소함량이 다른 공정을 이용하여 아이오딘 불용화 처리한 시편에 비해 비교적 낮은 것을 확인하였다.

과단면을 이용한 미세구조 분석 결과로 정확한 기공의 크기를 확정할 수 없으나, 10~100 μm 크기의 기공이 존재하는 것을 확인하였다. 구형 기공이 형성되는 원인은 열분해 공정 중 시편에서 발생하는 기체에 의한 것과 치밀화과정 중 분위기 기체(아르곤)가 빠져나가지 못해 형

성되는 것으로 유추된다. 시편에서 발생하는 기체의 경우, 비교적 저온에서 기화되는 아이오딘과 승온 중 폴리 카보실란에서 분해되어 발생하는 기체가 주요 원인으로 고찰된다[17,26]. 온도가 증가함에 따라 기공에 갇혀 있던 기체의 확산에 의해 기공성장이 이루어져 기공크기 분포가 비교적 크게 나타나는 것으로 예상된다.

Figure 3에 열분해 온도에 따른 시편의 XRD 분석결과를 나타내었다. 열분해 온도가 증가함에 따라 $\beta\text{-SiC}$ 의 XRD의 피크 강도가 커지는 것을 확인하였다. XRD 분

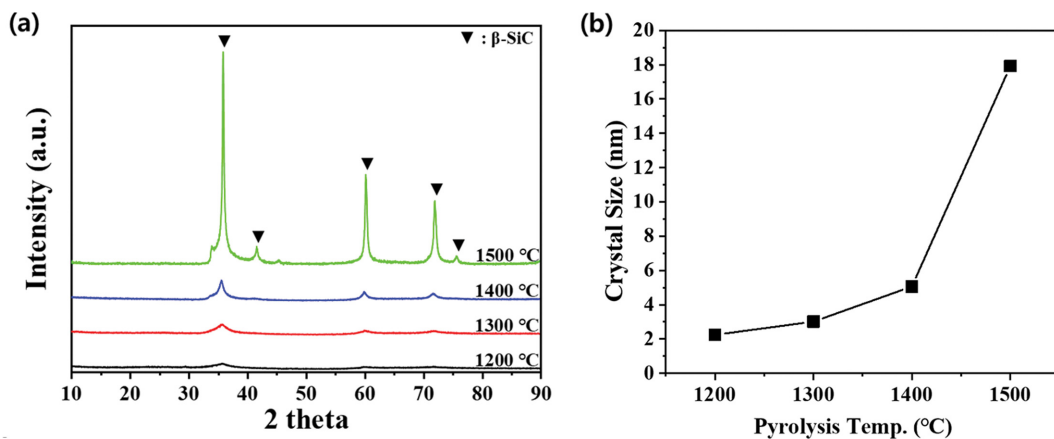


Fig. 3. Polycarbosilane with 30 wt% addition of iodine of (a) crystal growth behavior analysis as a function of pyrolysis temperature conditions (JCPDS No.: 29-1129] and (b) Silicon carbide crystal size as a function of pyrolysis temperature.

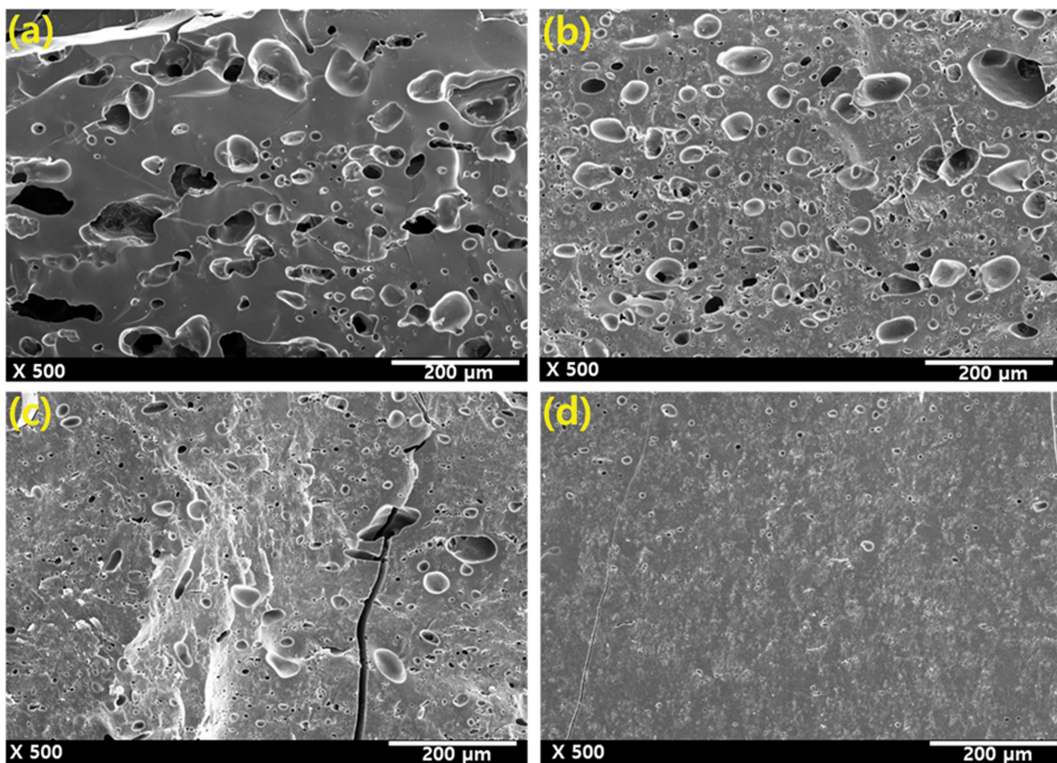


Fig. 4. Microstructural analysis images of samples pyrolyzed at 1,300 $^{\circ}\text{C}$ under argon atmosphere according to the amount of iodine added. (a) 10 wt%, (b) 20 wt%, (c) 30 wt%, (d) 40 wt%.

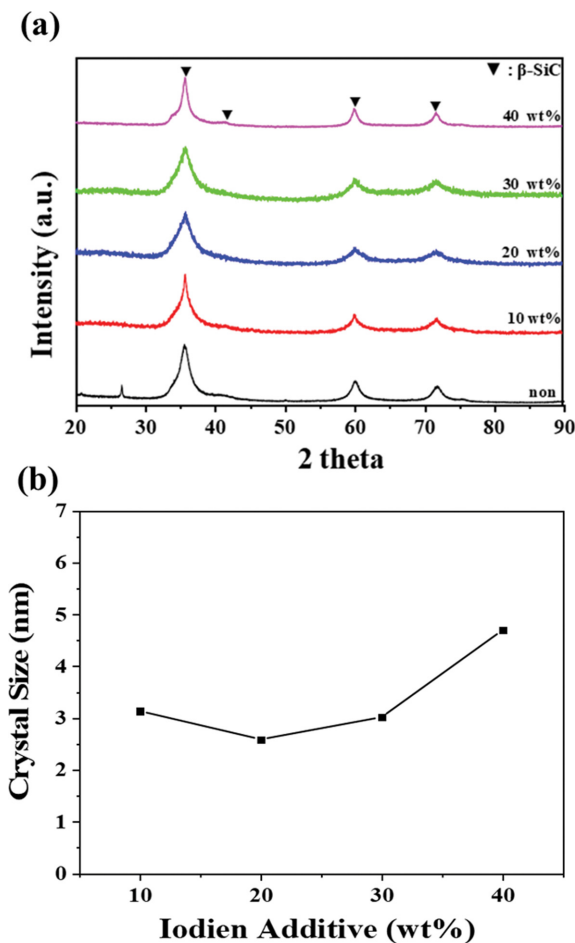


Fig. 5. XRD analysis of the crystal growth behavior as a function of iodine addition (JCPDS No.: 29-1129) and (b) silicon carbide crystal size after heat treatment at 1,300°C in an argon atmosphere.

석결과 기반 쉐러 방정식(Scherrer's equation)을 이용하여 결정 크기를 도출한 결과 열분해 온도에 따라 성장하는 것을 확인하였다.

아이오딘을 10 wt%, 20 wt%, 30 wt%, 40 wt% 첨가하여 기계 화학적 아이오딘 불용화 처리하고 아르곤 분위기에서 1,300°C에서 3시간 열분해하여 시편을 제조하였다. 시편의 파단면을 미세구조를 분석한 결과 Fig. 4와 같다. 아이오딘 첨가량이 증가함에 따라 기공의 크기 및 분포가 감소하는 경향을 나타내었다. XRD분석 결과를 Fig. 5(a)에 나타내었으며 아이오딘 첨가량이 β -SiC 및 결정 크기 성장에 미치는 영향은 미미한 것으로 확인되었다.

아이오딘이 30 wt% 첨가된 시편의 열분해 온도 조건이 탄화규소의 마이크로파 발열에 미치는 영향을 조사하였고 그 결과를 Fig. 6(a)에 나타내었다. 1,300°C 열분해 조건에서 제조된 시편은 60초 이내에 약 740°C까지 급속 발열하였으며, 이후 약 50°C 감소 후 120분을 유지하였다. 1,200°C, 1,400°C에서 열분해한 두 시편 모두

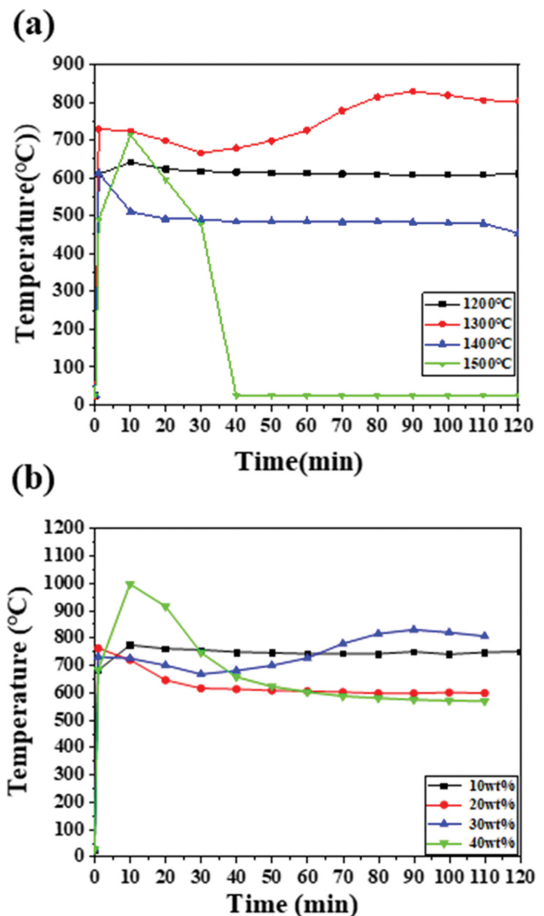


Fig. 6. Microwave exothermic properties of silicon carbide based on iodine addition and pyrolysis conditions, (a) Heating properties as a function of pyrolysis conditions for samples with 30 wt% iodine addition, (b) Heating properties as a function of iodine addition amount.

약 610°C까지 급속 발열하였고, 1,200°C 열분해한 시편은 약 20°C 온도 증가, 1,400°C 열분해한 시편은 100°C의 온도가 감소된 후 120분을 일정하게 유지하였다. 1,500°C 열분해한 시편은 약 500°C까지 급속 발열하고 최대 720°C까지 승온 하였으나 온도가 점차 감소하면서 약 40분 후에는 마이크로파 조사 중에도 시편의 발열 현상은 종료되었다.

아이오딘 첨가량에 따른 마이크로파 발열 특성을 추가 조사하고 그 결과를 Fig. 6(b)에 나타내었다. 모든 시편은 60초 이내에 690~760°C까지 급속 발열하였다. 10 wt% 첨가된 시편은 120분 동안 일정하게 온도를 유지하는 반면, 20 wt%, 30 wt%, 40 wt% 첨가된 시편은 약 100°C의 온도 변화를 보였다. 결과적으로 아이오딘 30 wt%를 첨가하고 1,200°C와 1,300°C에서 열분해한 제조 조건이 가장 우수한 발열 특성을 나타내는 탄화규소 제조 공정으로 평가되었다.

마이크로파 조사에 의한 탄화규소 급속 발열 현상은 재료 내의 다이폴의 회전 및 충돌에 의한 쌍극자 손실

(Dipolar loss) 및 외부 자기장에 의한 전자 이동 및 충돌에 의한 전도 손실(Conduction loss)에 의한 것으로 그 메커니즘이 제안되고 있으며, 2.45 GHz의 특정 주파수에서만 발열이 되는 것으로 보고되고 있다[21-24]. 그러나 여전히 발열체의 미세구조, 결정구조, 조성과 발열 특성의 상관관계는 명확히 규명되지 않았다. 특히, 아이오딘 불용화 공정 및 펠렛형(벌크)시편에 대한 마이크로파 발열 특성 연구는 발표된 바 없다. 다만 반도체 성질을 가지는 탄화규소, 전도체 성질을 가지는 잔여탄소, 절연체 성질을 가지는 산탄화규소(SiOC)비정질의 비율에 따른 상관관계가 있을 것으로 예상되며 향후 이에 대한 분석연구를 수행하고자 한다.

4. 결 론

본 연구는 유발을 이용한 기계 화학적 아이오딘 불용화 공정을 제안하고, 제조된 SiC 시편의 마이크로파에 대한 발열 특성을 조사하였다. 유발을 이용하여 기계 화학적 아이오딘 불용화 처리된 시편은 불용화 공정 후에도 시편 형상을 잘 유지하였으며 이는 아이오딘에 의한 가교결합을 하였기 때문이다. 열분해 온도는 기공의 크기 및 분포와 결정성 및 결정크기에 영향을 미쳤고, 아이오딘 첨가량은 기공크기 및 분포에는 일정부분 영향을 미쳤으나, 결정성 및 결정크기에는 영향이 미미하였다. 제조된 탄화규소에 마이크로파를 조사하면 약 60초 이내에 수 백도까지의 급속발열 하였으며, 기계 화학적 아이오딘 불용화 공정이 탄화규소 마이크로파 발열체 제조에 적합한 공정한 것을 확인할 수 있었다. 마이크로파에 대한 탄화규소 발열은 120분의 장시간 유지할 수 있었으며, 발열 온도 구배의 경우 1,200°C 및 1,300°C에서 제조한 시편이 가장 우수하였다. 이러한 마이크로파 발열 특성은 제조된 시편의 비표면적, 구성하는 상의 비율에 의한 것으로 고찰되며 향후, 각각 요소에 대한 역학 관계에 대하여 추가적인 연구를 수행함으로써 탄화규소 소재기반 급속 발열 특성을 향상시킬 수 있을 것으로 기대된다.

감사의 글

본 연구는 산업통산자원부의 재원으로 한국에너지기술평가원의 지원을 받아 수행된 에너지 인력 양성사업(2021400000480) 및 중소벤처기업부의 재원으로 중소기업기술정보진흥원의 지원을 받아 수행된 중소기업기술혁신개발(R&D)사업(RS-2024-00421303)의 지원을 받아 수행된 연구입니다.

References

- [1] J.H. Eom, Y.W. Kim and S. Raju, "Processing and properties of macroporous silicon carbide ceramics: A review", *J. Asian. Ceram. Soc.* 1 (2013) 220.
- [2] Y. Wang, S. Dong, X. Li, C. Hong and X. Zhang, "Synthesis, properties, and multifarious applications of SiC nanoparticles: A review", *Ceram. Int.* 48 (2022) 8882.
- [3] R. He, N. Zhou, K. Zhang, X. Zhang, L. Zhang, W. Wang and D. Fang, "Progress and challenges towards additive manufacturing of SiC ceramic", *J. Adv. Ceram.* 10 (2012) 637.
- [4] A.N. Qinglong, C.H.E.N. Jie, M.I.N.G. Weiwei and C.H.E.N. Ming, "Machining of SiC ceramic matrix composites: A review", *Chinese J. Aeronaut.* 34 (2021) 540.
- [5] W. Krenkel, "Carbon fibre reinforced silicon carbide composites (C/SiC, C/C-SiC)" In *Handbook of ceramic composites* (Springer, Boston, 2005) 117.
- [6] N. Eswara Prasad and R.J.H. Wanhill, "Aerospace materials and material technologies: Vol. 1: Aerospace materials", (Springer, Boston, 2017) 371.
- [7] C. Sauder, "Ceramic matrix composites: Nuclear applications", *Ceramic matrix composites: materials, modeling and technology*, (Wiley, New York, 2014) 609.
- [8] H. Li, L. Zhang, L. Cheng, Y. Wang, Z. Yu, M. Huang, H. Tu and H. Xia, "Effect of the polycarbosilane structure on its final ceramic yield", *J. Eur. Ceram. Soc.* 28 (2008) 887.
- [9] T. Taki, K. Ohamura and M. Sato, "A study of the oxidation curing mechanism of polycarbosilane fibre by solid-state high-resolution nuclear magnetic resonance", *J. Mater. Sci.* 24 (1989) 1263.
- [10] M. Narisawa, M. Shimoda, K. Okamura, M. Sugimoto and T. Seguchi, "Reaction mechanism of the pyrolysis of polycarbosilane and polycarbosilazane as ceramic precursors", *Bull. Chem. Soc. Jpn.* 68 (1995) 1098.
- [11] Y.J. Yoo, S.H. Joo and K.Y. Cho, "Effect of pyrolysis temperature and pressing load on the densification of amorphous silicon carbide block", *J. Korean Cryst. Growth Cryst. Technol.* 30 (2020) 271.
- [12] J.S. Hong, K.Y. Cho, D.G. Shin, J.I. Kim and D.H. Riu, "Iodine diffusion during iodine-vapor curing and its effects on the morphology of polycarbosilane/silicon carbide fibers", *J. Appl. Polym. Sci.* 132 (2015) 42687.
- [13] H.Q. Ly, R. Taylor, R.J. Day and F. Heatley, "Conversion of polycarbosilane (PCS) to SiC-based ceramic Part 1. Characterisation of PCS and curing products", *J. Mater. Sci.* 36 (2001) 4037.
- [14] A. Idesaki, M. Narisawa, K. Okamura, M. Sugimoto, Y. Morita, T. Seguchi and M. Itoh, "Application of electron beam curing for silicon carbide fiber synthesis from blend polymer of polycarbosilane and polyvinylsilane", *Radiat. Phys. Chem.* 60 (2001) 483.
- [15] K. Okamura and T. Seguchi, "Application of radiation curing in the preparation of polycarbosilane-derived SiC fibers", *J. Inorg. Organomet. Polym.* 2 (1992) 171.
- [16] Y. Hasegawa, "New curing method for polycarbosilane with unsaturated hydrocarbons and application to thermally stable SiC fibre", *Compos. Sci. Technol.* 51 (1994) 161.

- [17] J.S. Hong, K.Y. Cho, D.G. Shin, J.I. Kim, S.T. Oh and D.H. Riu, "Low-temperature chemical vapour curing using iodine for fabrication of continuous silicon carbide fibres from low-molecular-weight polycarbosilane", *J. Mater. Chem. A*. 2 (2014) 2781.
- [18] V. Verdingovas, L. Müller, M.S. Jellesen, F.B. Grumsen and R. Ambat, "Effect of iodine on the corrosion of Au-Al wire bonds", *Corros Sci.* 97 (2015) 161.
- [19] N.R. Rose, R. Bonita and C.L. Burek, "Iodine: an environmental trigger of thyroiditis", *Autoimmun. Rev.* 1 (2002) 97.
- [20] E. Boldyreva, "Mechanochemistry of inorganic and organic systems: what is similar, what is different?", *Chem. Soc. Rev.* 42 (2013) 7719.
- [21] Y.J. Yoo and K.Y. Cho, "Microwave-assisted heating behavior of amorphous SiC fibers derived from polycarbosilane", *Mater. Res. Express.* 8 (2021) 035603.
- [22] C. Ke, T. Liu, Y. Zhang and Q. Xiong, "Energy absorption performances of silicon carbide particles during microwave heating process", *Chem. Eng. Process.* 172 (2022) 108796.
- [23] Z. Shen, J. Chen, B. Li, G. Li, Z. Zhang and X. Hou, "Recent progress in SiC nanowires as electromagnetic microwaves absorbing materials", *J. Alloy. Compd.* 815 (2020) 15238.
- [24] H. Sugawara, K. Kashimura, M. Hayashi, S. Ishihara, T. Mitani and N. Shinohara, "Behavior of microwave-heated silicon carbide particles at frequencies of 2.0~13.5 GHz", *Appl. Phys. Lett.* 105 (2014) 034103.
- [25] Y.J. Joo, K.Y. Cho and C.J. Kim, "Effect of pyrolysis temperature on heat-generating behavior and morphology of SiC fiber mats", *J. Ceram. Process. Res.* 20 (2019) 563.
- [26] Y. Hasegawa and K. Okamura, "Synthesis of continuous silicon carbide fiber: Part3 Pyrolysis process of polycarbosilane and structure of the products", *J. Mater. Sci.* 18 (1983) 3633.