



УДК 661.66

<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-1-30-39>

Научная статья
Research article



Кристаллическая структура углеродных волокон на основе полиакрилонитрила и вискозы после высокотемпературной обработки в интервале температур 1500–2800 °С

Б. С. Клеусов¹✉, В. М. Самойлов¹, В. А. Ельчанинова¹,
Д. А. Будушин¹, Е. М. Литовченко², А. С. Поплавская¹, В. А. Воронцов¹

¹ АО «Научно-исследовательский институт конструкционных материалов
на основе графита» им. С.Е. Вяткина

Россия, 111524, г. Москва, ул. Электродная, 2, стр. 1

² Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева

Россия, 125480, г. Москва, ул. Героев Панфиловцев, 20, корп. 1, стр. 2

✉ BSKleusov@rosatom.ru

Аннотация. Методами рентгеновского дифракционного анализа и спектроскопии комбинационного рассеяния проведено исследование кристаллической структуры углеродных волокон (УВ) на основе полиакрилонитрила (ПАН) и вискозы, обработанных в диапазоне температур от 1500 до 2800 °С. Целью исследования было получение данных о структуре низкомолекулярных волокон на основе вискозы, имеющих широкое применение в качестве наполнителей композиционных материалов, а также сравнение характеристик УВ на основе разных прекурсоров. Получена эмпирическая зависимость отношения интенсивностей линий D и G (I_D/I_G) спектров комбинационного рассеяния от температуры обработки для углеродных волокон на основе вискозы и ПАН. Проведена оценка размеров кристаллитов (L_a и L_c) обоих типов УВ, полученных при различных температурах обработки. Выявлено, что с ростом температуры обработки волокон происходит увеличение размеров кристаллитов L_a и L_c , а межслоевое расстояние (d_{002}) уменьшается, что указывает на повышение степени графитации. Установлено, что углеродные волокна на основе вискозы имеют менее совершенную кристаллическую структуру по сравнению с ПАН-волокнами, обработанными в тех же условиях. Также были исследованы истинная плотность и модуль упругости УВ на основе вискозы, у которых оказались более низкие значения, чем у ПАН-волокон с той же температурой обработки. Данные различия в свойствах и структуре УВ обусловлены микротекстурированностью вискозного волокна. Однако в процессе обработки при температуре 2800 °С УВ претерпевают частичную графитацию, что в значительной степени нивелирует структурные различия между волокнами обоих видов. Тем не менее, несмотря на сходство кристаллической структуры, УВ на основе вискозы даже после высокотемпературной обработки не становятся аналогом ПАН-волокна.

Ключевые слова: углеродные волокна, рентгенофазовый анализ, рамановская спектроскопия

Для цитирования: Клеусов Б.С., Самойлов В.М., Ельчанинова В.А., Будушин Д.А., Литовченко Е.М., Поплавская А.С., Воронцов В.А. Кристаллическая структура углеродных волокон на основе полиакрилонитрила и вискозы после высокотемпературной обработки в интервале температур 1500–2800 °С. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2025;19(1):30–39. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-1-30-39>

Crystalline structure of polyacrylonitrile- and viscose-based carbon fibers following high-temperature treatment in the range of 1500–2800 °C

B. S. Kleusov¹ , V. M. Samoilov¹, V. A. Elchaninova¹, D. A. Budushin¹,
E. M. Litovchenko², A. S. Poplavskaya¹, V. A. Vorontsov¹

¹ JSC “Scientific Research Institute of Structural Materials based on graphite named after S.E. Vyatkin”

1 Bld, 2 Electrodnaya Str., Moscow 111524, Russia

² D.I. Mendeleev Russian University of Chemical Technology

1 Bld, 20 Geroev Panfilovtsev Str., Moscow 125480, Russia

 BSKleusov@rosatom.ru

Abstract. The crystalline structure of carbon fibers (CF) based on polyacrylonitrile (PAN) and viscose precursors, treated in the temperature range of 1500 to 2800 °C, was studied using X-ray diffraction analysis and Raman spectroscopy. The objective of the study was to obtain data on the structure of low-modulus viscose-based fibers, which are widely used as fillers in composite materials, and to compare the characteristics of CF derived from different precursors. An empirical dependence of the intensity ratio of the *D* and *G* lines (I_D/I_G) of the Raman spectra on the treatment temperature was established for carbon fibers based on viscose and PAN. The crystallite sizes L_a and L_c of both types of CF obtained at different treatment temperatures were evaluated. It was revealed that as the treatment temperature increases, the crystallite sizes L_a and L_c grow, while the interlayer spacing d_{002} decreases, indicating an increase in the degree of graphitization. It was found that viscose-based carbon fibers exhibit a less ordered crystalline structure compared to PAN fibers processed under the same conditions. Additionally, the true density and elastic modulus of viscose-based CF were investigated, showing lower values than those of PAN fibers treated at the same temperature. These differences in the properties and structure of CF are attributed to the microtextured nature of viscose fibers. However, during treatment at 2800 °C, CF undergo partial graphitization, which significantly reduces structural differences between fibers of both types. Nevertheless, despite the similarity in crystalline structure, viscose-based CF, even after high-temperature treatment, does not become analogous to PAN-based fibers.

Keywords: carbon fibers, X-ray phase analysis, Raman spectroscopy

For citation: Kleusov B.S., Samoilov V.M., Elchaninova V.A., Budushin D.A., Litovchenko E.M., Poplavskaya A.S., Vorontsov V.A. Crystalline structure of polyacrylonitrile- and viscose-based carbon fibers following high-temperature treatment in the range of 1500–2800 °C. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2025;19(1):30–39. <https://doi.org/10.17073/1997-308X-2025-1-30-39>

Введение

Развитие производства углепластиков привело к получению широкой номенклатуры углеродных волокон (УВ) [1–6]. Существующая классификация предусматривает условное разделение всех УВ на несколько типов: низко модульные (30–100 ГПа), средне модульные высокопрочные (200–350 ГПа), высоко модульные (350–500 ГПа) и сверхвысоко модульные (500–1000 ГПа) [6–11]. Не менее важным фактором классификации волокон является тип прекурсора, который предопределяет кристаллическую структуру УВ, а следовательно, и их конечные свойства [6–11]. В настоящее время практически все серийно выпускаемые УВ производятся из трех прекурсоров: полиакрилонитрила (ПАН), изотропных и мезофазных пеков, а также вискозы [6–11].

Кристаллическая структура УВ на основе ПАН и мезофазных пеков в достаточной степени исследована методами рентгеноструктурного анализа, обычно в сочетании с рамановской спектроскопией и электронной микроскопией [12–17], а структура волокон на основе вискозы остается малоизученной. Имеющиеся в ранней литературе [18; 19] данные относятся к периоду существования разработанной более 50 лет назад в США технологии получения средне- и высоко модульных УВ на основе вискозы. Можно отметить лишь крайне ограниченное количество исследований кристаллической структуры низко модульных (30–100 ГПа) вискозных УВ [20–22], несмотря на достаточно широкое их применение в качестве наполнителей композиционных материалов различного назначения.

Целью данной работы было исследование кристаллической структуры углеродных волокон на

основе вискозы и ее изменений в ходе высокотемпературной обработки в сравнении с аналогичными данными для УВ на основе ПАН.

Материалы и методы исследования

Для исследования использовали полуфабрикаты серийно производимых в РФ углеродной ткани (УТ) марки ТГН на основе вискозы и УВ типа УКН на основе ПАН. Образцы получали путем дополнительной термообработки (ТО) жгутов УВ в лабораторной печи Таммана в атмосфере аргона в свободном состоянии (без натяжения). Скорость нагрева составляла 300 °С/ч, время выдержки при конечной температуре – 20 мин. Температуру обработки контролировали пирометром.

На полученных образцах УВ проводили измерения истинной плотности методом градиентной трубы в соответствии с ГОСТ Р ИСО 10119–2012, а также среднего диаметра филаментов, прочности при разрыве и динамического модуля упругости единичного филамента в соответствии с ASTM D4018-11. Физико-механические свойства УВ определяли как средние по 25 измерениям прочности и модуля упругости в соответствии с ГОСТ 6943.5–79 и ГОСТ 280008–88.

Рамановские спектры УВ при различных температурах ТО ($t_{ТО}$) снимали с боковой поверхности филаментов в широком спектральном диапазоне ($\nu = 700 \div 3000 \text{ см}^{-1}$) с помощью конфокального рамановского микроспектрометра «Via Reflex» (Renishaw, Великобритания), снабженного оптическим микроскопом и охлаждаемым CCD-детектором. Размеры пятна лазера при увеличении 100 крат составили 0,5 мкм. Возбуждающее излучение твердотельного Nd:YAG-лазера с диодной накачкой имело длину волны 532 нм и мощность 1 мВт.

В спектре 1-го порядка ($1000\text{--}2000 \text{ см}^{-1}$) углеродные материалы, в том числе УВ, как правило, показывают две характерные полосы [30; 31; 34]. Одна из них – это разрешенная комбинационным рассеянием полоса при $\nu = 1580 \text{ см}^{-1}$, соответствующая идеальной графитовой колебательной моде с симметрией E_{2g} , часто называемая G -модой [23–27]. Она определяется колебаниями атомов углерода в плоскости графеновых слоев и ассоциируется с атомами углерода в состоянии sp^2 -гибридизации. Другая активная полоса комбинационного рассеяния при $\nu = 1360 \text{ см}^{-1}$ индуцируется неупорядоченными атомами углерода, соответствует колебаниям решетки с симметрией A_{1g} и называется D -модой [23–27]. Она ассоциируется с атомами углерода в состояниях sp^2 - и sp^3 -гибридизации, локализующихся в области дефектов и периферии графеновых слоев [23–27].

Полоса D отсутствует в монокристаллическом графите, и повышение ее интенсивности принято считать результатом увеличения количества неупорядоченного или периферийного углерода [23–27]. Согласно результатам многочисленных работ, при размерах кристаллитов до 2 нм соотношение интегральных интенсивностей этих полос (I_D/I_G) зависит от концентрации дефектов и подчиняется уравнению Феррари [28; 30–32], а при размерах кристаллитов более 2 нм параметр I_D/I_G определяется средними расстояниями между дефектами и для углеродных материалов на стадии графитации позволяет характеризовать средние размеры кристаллита (L_a) из соотношения Туинстры–Кенига [29–31]. Для исследуемых УВ они рассчитывались из следующего соотношения:

$$\frac{I_D}{I_G} = \frac{C(\lambda)}{L_a}, \quad (1)$$

где $C(\lambda)$ – постоянная, зависящая от длины волны (λ) лазерного излучения. Так, $C(\lambda = 532 \text{ нм})$ примерно равна 4,4 нм [23; 24; 27].

Более сложной является интерпретация вторичной полосы $2D$ ($\nu = 2700 \text{ см}^{-1}$), появляющейся при достаточно высокой степени совершенства кристаллической структуры и состоящей, как правило, из нескольких компонентов [24; 27]. Однако для целей данного исследования фиксировалась только величина $t_{ТО}$ появления полосы $2D$.

Рентгенофазовый анализ проводили на дифрактометре «D8 Advance» (Bruker, Германия). В качестве источника рентгеновского излучения использовали медную рентгеновскую трубку с максимальной мощностью 2200 Вт и CuK_α -излучением ($\lambda = 0,15418 \text{ нм}$) в геометрии Брегга–Брентано (на отражение). Рентгеновскую съемку выполняли в диапазоне углов $2\theta = 10\text{--}90^\circ$. Скорость сканирования составляла $2^\circ/\text{мин}$ с шагом $0,02^\circ$. Волокна помещали на кремниевую кювету с низким фоном при равномерном распределении по ее площади. Перед каждым измерением проводили инициализацию трубки и детектора. Для расшифровки дифрактограмм использовали специализированную программу TOPAS. Абсолютная погрешность при измерении угловых положений дифракционных максимумов не превышала $\pm 0,026^\circ$ [33]. Межплоскостное расстояние (d_{002}) рассчитывали по положению центра тяжести линии (002) по уравнению Вульфа–Брэгга:

$$d_{002} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta_{002}}, \quad (2)$$

где λ – длина волны рентгеновского излучения; θ_{002} – угол дифракции, определяемый по центру тяжести рефлекса (002).

Размеры кристаллитов рассчитывали по формуле Селякова–Шеррера:

$$L_c = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta_{002}}, \quad (3)$$

где β – полуширина рефлекса (002); $k = 0,89$ [32; 33].

Результаты и их обсуждение

На рис. 1 представлены фотографии филаментов УВ на основе ПАН и вискозы при температурах обработки $t_{\text{ТО}} = 1200$ и 2800 °С. Очевидно, что по микроструктуре поверхности разрушения и боко-

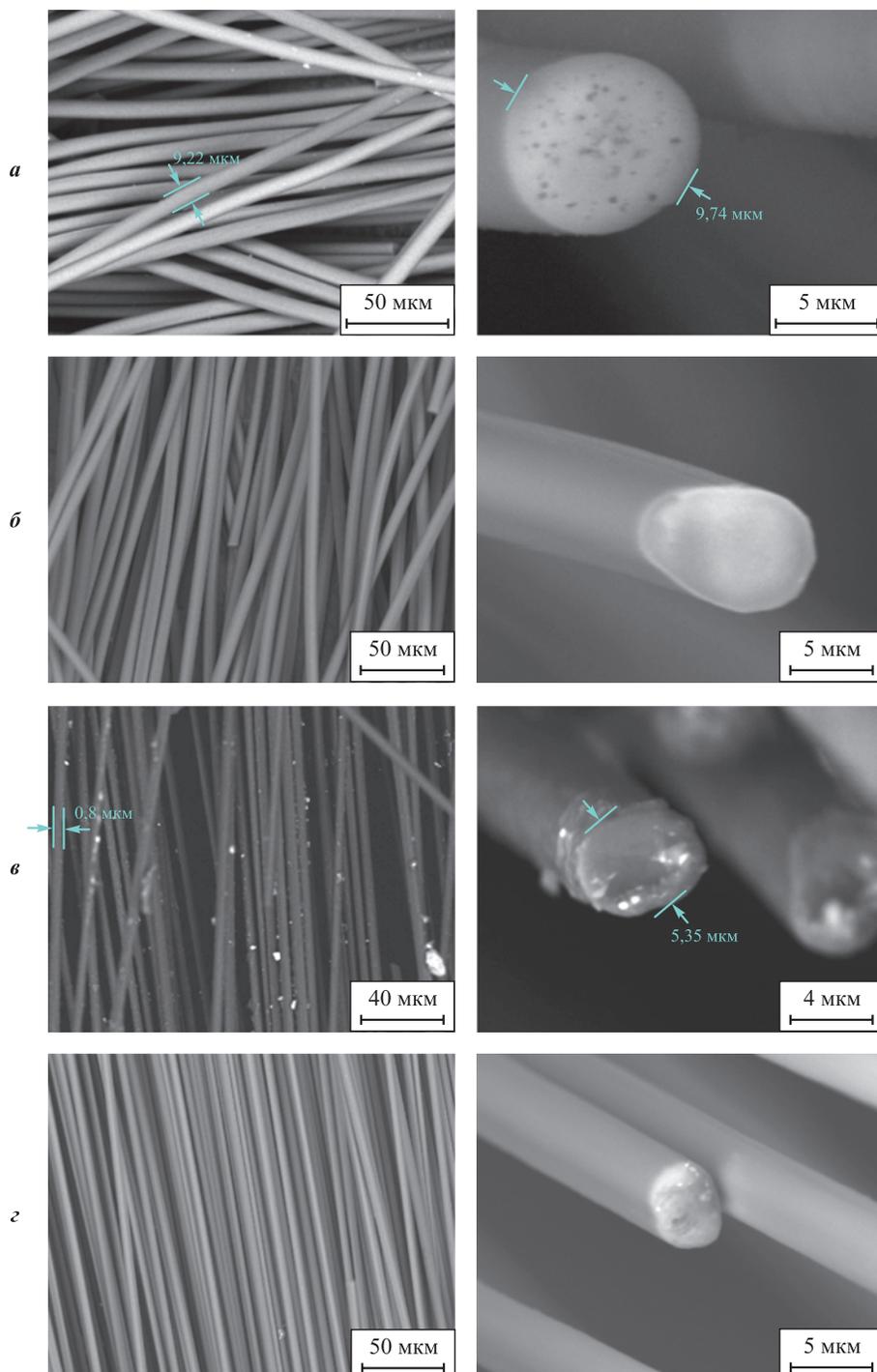


Рис. 1. Фотографии филаментов УВ на основе вискозы (а, б) и ПАН (в, з)

$t_{\text{ТО}} = 1200$ °С (а, в) и 2800 °С (б, з)

Fig. 1. Photographs of viscose-based CF (а, б) and PAN-based CF filaments (в, з) at

$t_{\text{HT}} = 1200$ °С (а, в) and 2800 °С (б, з)

вой поверхности филаментов исследуемые УВ при $t_{\text{ТО}} = 1200 \text{ }^\circ\text{C}$ мало отличаются друг от друга. Однако фотографии поверхности разрушения исследуемых УВ после термообработки при $2800 \text{ }^\circ\text{C}$ имеют выраженные различия.

Зависимости истинной плотности филаментов УВ (γ , г/см^3) и динамического модуля упругости (E , ГПа) от температуры обработки исследуемых волокон приведены на рис. 2. Видно, что вязкие волокна имеют меньшие значения γ и E по сравнению с УВ на основе ПАН во всем диапазоне $t_{\text{ТО}}$. При этом модуль упругости у них во всем температурном интервале в 4–5 раз ниже, чем у волокон на основе ПАН.

На рис. 3 приведены рентгенограммы и рамановские спектры исследуемых УВ с различной температурой обработки, а на рис. 4 – зависимость параметров их кристаллической структуры от $t_{\text{ТО}}$.

Очевидно, что рост интенсивности и сужение дифракционной линии (002) указывают на рост степени совершенства кристаллической структуры с ростом $t_{\text{ТО}}$ для УВ на основе как вискозы, так и ПАН (рис. 3, а, б). Асимметрия рефлекса может с успехом описываться несколькими структурными компонентами [34; 35], но в настоящей работе приводятся усредненные данные по одному из них.

На рамановских спектрах исследуемых УВ (рис. 3, в, г) с ростом $t_{\text{ТО}}$ сужаются линии D и G , при этом относительная интенсивность пика D снижается. После ТО при $t \sim 1800 \text{ }^\circ\text{C}$ появляется пик $2D$, интенсивность которого относительно пика G повышается с ростом температуры обработки.

Однако после ТО при $2800 \text{ }^\circ\text{C}$ различия параметров кристаллической структуры УВ на основе вискозы и ПАН становятся незначительными или исчезают (см. рис. 3), за исключением размера кристаллитов L_a (см. рис. 4).

На рис. 5 приведены зависимости параметров рамановской спектроскопии для УВ на основе вискозы и ПАН от температуры ТО.

Очевидно, что положение линий и ширины полос D и G закономерно меняются с ростом $t_{\text{ТО}}$. В соответствии с результатами предшествующих исследований зависимость параметра I_D/I_G использовалась нами ранее для оценки эффективной температуры обработки УВ на основе ПАН [36].

Используя аналогичный подход, по полученным зависимостям параметра I_D/I_G от $t_{\text{ТО}}$ (см. рис. 5, а), были получены эмпирические выражения для определения эффективной температуры ($t_{\text{эфф}}$, $^\circ\text{C}$) обработки УВ на основе ПАН (4) и вискозы (5):

$$t_{\text{эфф}} = 2089 - \left(901 \ln \frac{I_D}{I_G} \right), \quad (4)$$

$$t_{\text{эфф}} = 1815 - \left(641 \ln \frac{I_D}{I_G} \right). \quad (5)$$

Заключение

На основании полученных результатов может быть сделан вывод о том, что углеродные волокна на основе вискозы практически во всем интервале температур термической обработки имеют существенно меньшую степень совершенства кристаллической структуры по сравнению с УВ на основе ПАН. Однако высокотемпературная обработка при $2800 \text{ }^\circ\text{C}$ в значительной степени нивелирует указанные различия, что указывает на частичную графитацию вязких УВ. Тем не менее, как следует из всего комплекса полученных данных, несмотря на сходство большинства параметров кристаллической

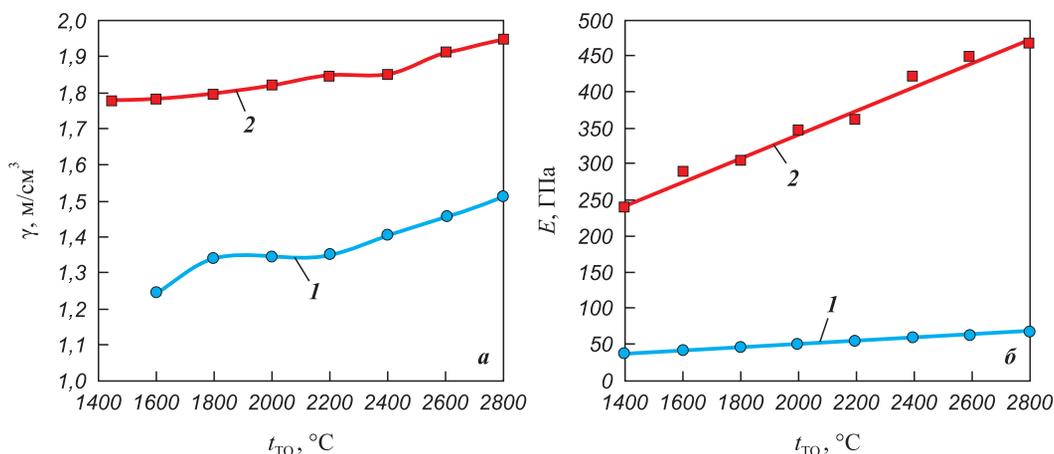


Рис. 2. Зависимость истинной плотности (а) и динамического модуля упругости (б) от температуры обработки УВ на основе вискозы (1) и ПАН (2)

Fig. 2. Dependence of true density (a) and dynamic elastic modulus (b) on the processing temperature for viscose-based (1) and PAN-based (2) carbon fibers

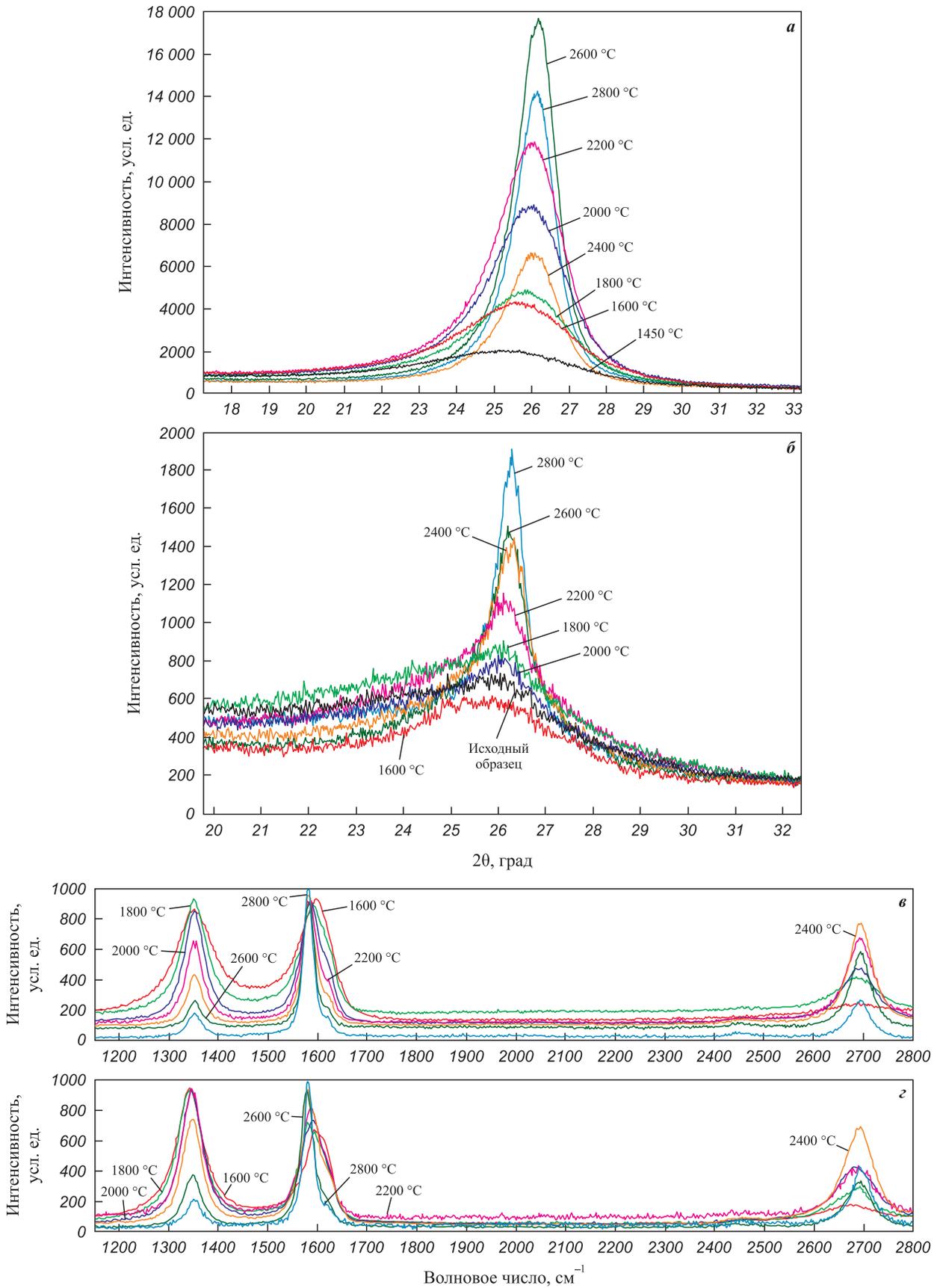


Рис. 3. Рентгенограммы (а, б) и спектры комбинационного рассеяния (в, з) УВ на основе ПАН (а, в) и вискозы (б, з)

Fig. 3. X-ray diffraction patterns of CFs (a, б) based on PAN (a), and viscose (б), and Raman spectra of CFs (в, з) based on PAN (в), and viscose (з)

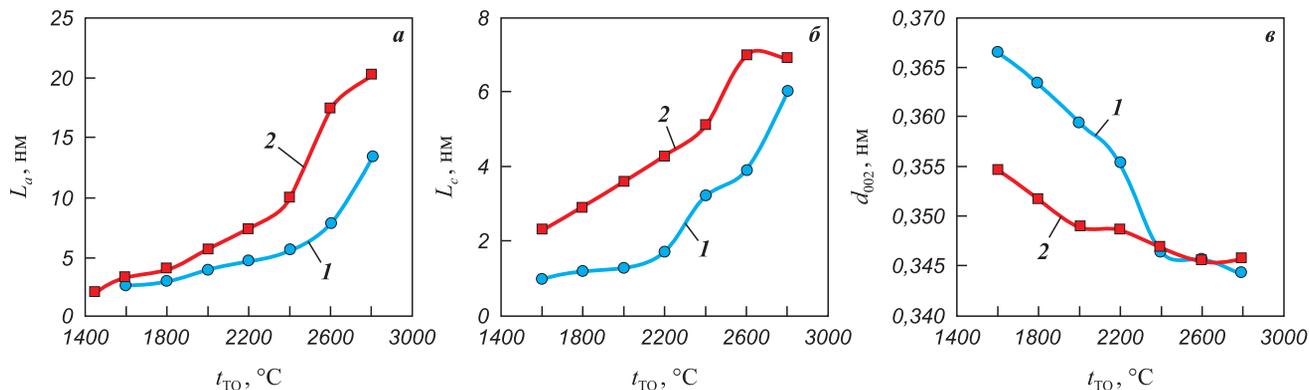


Рис. 4. Температурные зависимости параметров кристаллической структуры волокон на основе вискозы (1) и ПАН (2)
а – размеры кристаллитов L_a ; б – размеры кристаллитов L_c ; в – межслоевое расстояние d_{002}

Fig. 4. Dependence of crystalline structure parameters on the processing temperature of fibers based on viscose (1) and PAN (2)
а – crystallite size L_a ; б – crystallite sizes L_c ; в – interlayer spacing d_{002}

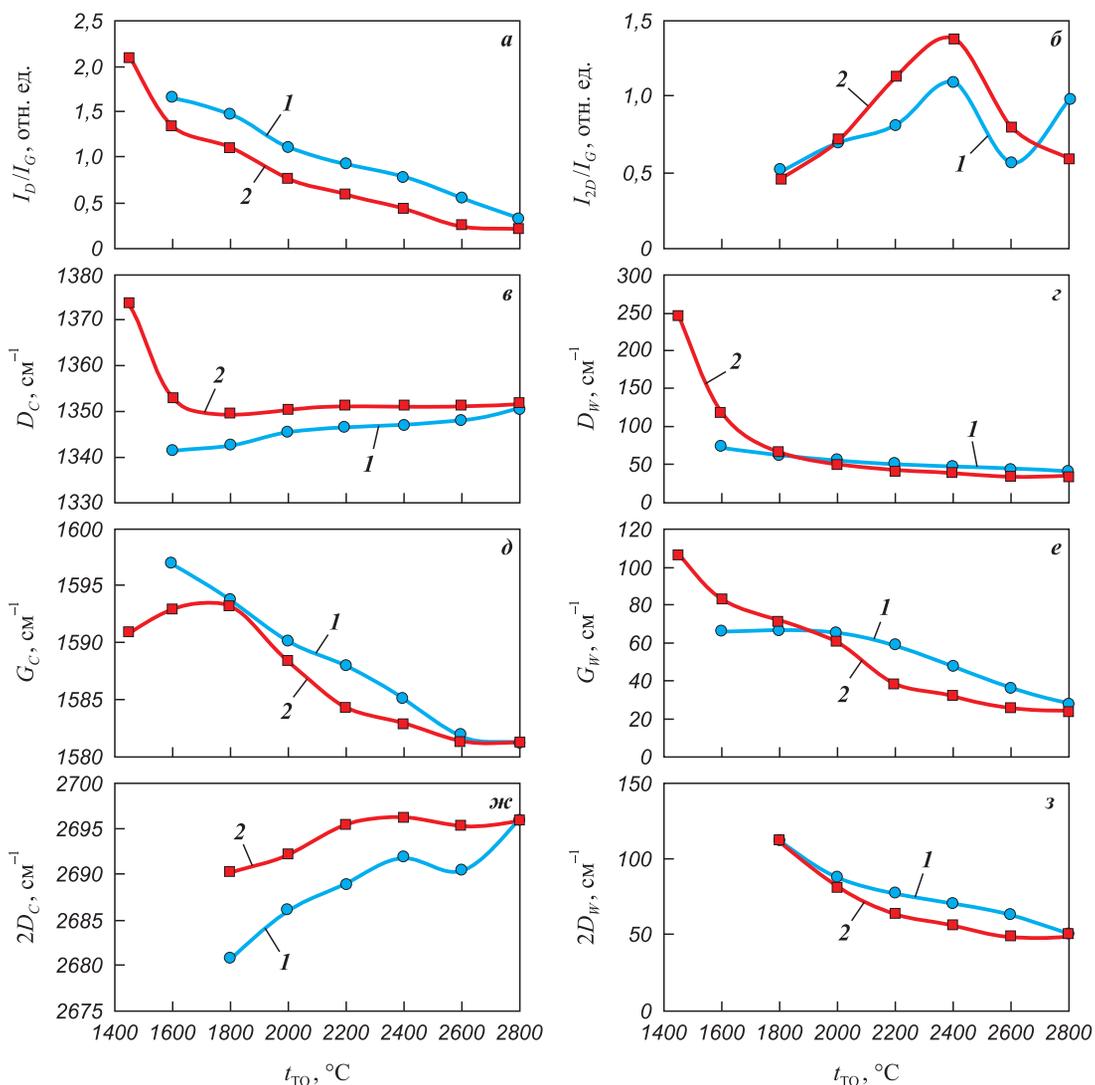


Рис. 5. Зависимости параметров рамановской спектроскопии для УВ на основе вискозы (1) и ПАН (2) от температуры термообработки

Fig. 5. Dependence of Raman spectroscopy parameters for viscose-based CFs (1) and PAN-based CFs (2) on the heat treatment temperature

структуры, УВ на основе вискозы даже после высокотемпературной обработки не становятся аналогом УВ на основе ПАН. Модуль упругости таких волокон не превышает 100 ГПа, что более чем в 4 раза меньше, чем для УВ на основе ПАН после ТО в тех же условиях. Истинная плотность вискозных УВ остается существенно более низкой по сравнению с УВ на основе ПАН (см. рис. 2, а), что указывает на специфический характер их пористости.

Подобные различия объясняются, на наш взгляд, низкой степенью микротекстурированности, присущей вискозным УВ, по сравнению с УВ на основе ПАН и, тем более, мезофазных пеков [19; 37]. Ближайшим аналогом низко модульных вискозных УВ являются волокна на основе изотропных пеков [10], также имеющих пониженные истинную плотность и степень микротекстурированности.

Принимая во внимание данные работ [7; 22] об отсутствии существенных различий в свойствах исходного вискозного волокна для производства УВ, следует констатировать, что низкие значения модуля упругости исследованных УВ на основе вискозы связаны только с отсутствием интенсивной ориентационной вытяжки в процессе графитации.

Список литературы / References

- Gupta M.K., Singhal V., Rajput N.S. Applications and challenges of carbon-fibres reinforced composites: A review. *Evengreen Joint Journal of Novel Carbon Resource Sciences & Green Asia Strategv.* 2022;9(3):682–693. <https://doi.org/10.5109/4843099>
- Ince J.C., Peerzada M., Mathews L.D., Pai A.R., Alqatatsheh A., Abbasi S., Yin Y., Hameed N., Duffy A.R., Lau A.K., Salim N.V. Overview of emerging hybrid and composite materials for space applications. *Advanced Composites and Hybrid Materials.* 2023;6(4):130. <https://doi.org/10.1007/s42114-023-00678-5>
- Zhao J. Carbon fiber applications in modern rockets. *Preprint.* June 2023. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.12957.49126>
- Olofin I., Liu R. The application of carbon fibre reinforced polymer (CFRP) cables in civil engineering structures. *International Journal of Civil Engineering.* 2015;2(7):1–5. <https://doi.org/10.14445/23488352/IJCE-V2I7P101>
- Ozkan D., Gok M.S., Karaoglanli A.C. Carbon fiber reinforced polymer (CFRP) composite materials, their characteristic properties, industrial application areas and their machinability. In: *Öchsner A., Altenbach H. (eds). Engineering Design Applications III. Advanced Structured Materials, vol. 124.* Springer, Cham. 2020. P. 235–253. https://doi.org/10.1007/978-3-030-39062-4_20
- Morgan P. Carbon fibers and their composites. London: Taylor & Francis Group, 2005. 1166 p. <https://doi.org/10.1201/9781420028744>
- Park S.-J., Heo G.-Y. Precursors and manufacturing of carbon fibers. In: *Carbon Fibers. Springer Series in Materials Science, vol. 210.* Springer, Dordrecht. 2014. P. 31–66. https://doi.org/10.1007/978-94-017-9478-7_2
- Emmerich F.G. Young's modulus, thermal conductivity, electrical resistivity and coefficient of thermal expansion of mesophase pitch-based carbon fibers. *Carbon.* 2014;79:274–293. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2014.07.068>
- Frank E., Steudle L.M., Ingildeev D., Spörl J.M., Buchmeiser M.R. Carbon fibers: Precursor systems, processing, structure, and properties. *Angewandte Chemie International Edition.* 2014;53(21):5262–5298. <https://doi.org/10.1002/anie.201306129>
- Newcomb B.A. Processing, structure, and properties of carbon. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing.* 2016;91:262–282. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2016.10.018>
- Mirdehghan S.A. Fibrous polymeric composites. In: *Engineered polymeric fibrous materials. The Textile Institute. Book Series.* Woodhead Publishing, 2021. P. 1–58. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-824381-7.00012-3>
- Qiu L., Zheng X.H., Zhu J., Su G.P., Tang D.W. The effect of grain size on the lattice thermal conductivity of an individual polyacrylonitrile-based carbon fiber. *Carbon.* 2013;51:265–273. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2012.08.052>
- Sun Z., Lu Y., Wang R., Yang C. Analysis of carbon fiber structure based on dynamic laser Raman spectroscopy. *Journal of Applied Polymer Science.* 2020;138(16):50247. <https://doi.org/10.1002/app.50247>
- Li D., Wang H., Wang X. Effect of microstructure on the modulus of PAN-based carbon fibers during high temperature treatment and hot stretching graphitization. *Journal of Materials Science.* 2007;42(12):4642–4649. <https://doi.org/10.1007/s10853-006-0519-4>
- Zhou G., Liu Y., He L., Guo Q., Ye H. Microstructure difference between core and skin of T700 carbon fibers in heat-treated carbon/carbon composites. *Carbon.* 2011;49(9):2883–2892. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2011.02.025>
- Wu G.-P., Li D.-H., Yang Y., Lu C.-X., Zhang S.-C., Li X.-T., Feng Z.-H., Li Z.-H. Carbon layer structures and thermal conductivity of graphitized carbon fibers. *Journal of Materials Science.* 2011;47(6):2882–2890. <https://doi.org/10.1007/s10853-011-6118-z>
- Qin X., Lu Y., Xiao H., Wen Y., Yu T. A comparison of the effect of graphitization on microstructures and properties of polyacrylonitrile and mesophase pitch-based carbon fibers. *Carbon.* 2012;50(12):4459–4469. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2012.05.024>
- Sarian S., Strong S.L. Mechanical properties of stress-graphitized carbon fibers: Thermally induced relaxation and recovery. *Fibre Science and Technology.* 1971;4(1):67–79. [https://doi.org/10.1016/0015-0568\(71\)90012-1](https://doi.org/10.1016/0015-0568(71)90012-1)
- Diefendorf R.J., Tokarsky E. High-performance carbon fibers. *Polymer Engineering and Science.* 1975;15(3):150–159. <https://doi.org/10.1002/pen.760150306>
- Spörl J. M., Ota A., Son S., Massonne K., Hermanutz F., Buchmeiser M.R. Carbon fibers prepared from ionic liquid-derived cellulose precursors. *Materials Today Com-*

- communications. 2016;7:1–10.
<https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2016.02.002>
21. Bengtsson A., Bengtsson J., Sedin M., Sjöholm E. Carbon fibres from lignin-cellulose precursors: Effect of stabilisation conditions. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*. 2019;7(9):8440–8448.
<https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.9b00108>
 22. Dumanli A.G., Windle A.H. Carbon fibres from cellulosic precursors: A review. *Journal of Materials Science*. 2012;47(10):4236–4250.
<https://doi.org/10.1007/s10853-011-6081-8>
 23. Tuinstra F., Koenig J.L. Raman spectrum of graphite. *The Journal of Chemical Physics*. 1970;53(3):1126–1130.
<https://doi.org/10.1063/1.1674108>
 24. Cançado L.G., Takai K., Enoki T., Endo M., Kim Y.A., Mizusaki H., Jorio A., Coelho L.N., Magalhães Paniago R., Pimenta M.A. General equation for the determination of the crystallite size L_a of nanographite by Raman spectroscopy. *Applied Physics Letters*. 2006;88(16):3106–3109.
<https://doi.org/10.1063/1.2196057>
 25. Reich S., Thomsen C. Raman spectroscopy of graphite. *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*. 2004;362(1824):2271–2288.
<https://doi.org/10.1098/rsta.2004.1454>
 26. Ferrari A.C., Robertson J. Interpretation of Raman spectra of disordered and amorphous carbon. *Physical Review B*. 2000;61(20):14095–14107.
<https://doi.org/10.1103/physrevb.61.14095>
 27. Cancado L.G., Jorio A., Martins Ferreira E.H., Stavale F., Achete C.A., Capaz R.B., Moutinho M.V.O., Lombardo A., Kulmala T.S., Ferrari A.C. Quantifying defects in graphene via Raman spectroscopy at different excitation energies. *Nano Letters*. 2011;11(8):3190–3196.
<https://doi.org/10.1021/nl201432g>
 28. Ferrari A.C., Basko D.M. Raman spectroscopy as a versatile tool for studying the properties of graphene. *Nature Nanotechnology*. 2013;8(4):235–246.
<https://doi.org/10.1038/nnano.2013.46>
 29. Zickler Gerald A., Smarsly B., Gierlinger N., Peterlik H., Paris O.A reconsideration of the relationship between the crystallite size L_a of carbons determined by X-ray diffraction and Raman spectroscopy. *Carbon*. 2006;44(15):3239–3246.
<https://doi.org/10.1016/j.carbon.2006.06.029>
 30. Okuda H., Young R. J., Wolverson D., Tanaka F., Yamamoto G., Okabe T. Investigating nanostructures in carbon fibres using Raman spectroscopy. *Carbon*. 2018;130:178–184.
<https://doi.org/10.1016/j.carbon.2017.12.108>
 31. Samoilov V.M., Samsonova V.B., Nakhodnova A.V., Verbets D.B., Gareev A.R., Bubnenkov I.A., Stepanyova N.N., Shvetsov A.A., Bardin N.G. Raman spectroscopy and crystalline structure of polyacrylonitrile-based carbon fibres. *Advanced Materials & Technologies*. 2019;3(15):8–15.
<https://doi.org/10.17277/amt.2019.03.pp.008-015>
 32. Pascault A. Chemistry and physics of carbon. Ed. L. Walker. Vol. 7. N.Y.: Marcel Dekker, 1971. 403 p.
 33. Чеблакова Е.Г., Клеусов Б.С., Сапожников В.И., Горина В.А., Малинина Ю.А., Гареев А.Р. Исследования свойств высокопрочных волокон методами физико-химического анализа. *Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2023;17(4):34–40.
<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2023-4-34-40>
 Cheblakova E.G., Kleusov B.S., Sapozhnikov V.I., Gorina V.A., Malinina Yu.A., Gareev A.R. Investigation of the properties of high-strength fibers by methods of physico-chemical analysis. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*. 2023;17(4):34–40.
<https://doi.org/10.17073/1997-308X-2023-4-34-40>
 34. Тюменцев В.А., Фазлитдинова А.Г., Подкопаев С.А., Чуриков В.В. Тонкая структура полиакрилонитрильных и углеродных волокон. *Известия вузов. Химия и химическая технология*. 2013;56(7):83–87.
 Tyumentsev V.A., Fazlitdinova A.G., Podkopaev S.A., Churikov V.V. Fine structure of polyacrylonitrile and carbon fibers. *Izvestiya vuzov. Khimiya i khimicheskaya tekhnologiya*. 2013;56(7):83–87. (In Russ.).
 35. Тюменцев В.А., Фазлитдинова А.Г. Исследование структуры волокнистых углеродных материалов методом рентгеновской дифрактометрии. *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2019;85(11):31–36.
<https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-11-31-36>
 Tyumentsev V.A., Fazlitdinova A.G. Study of the structure of fibrous carbon materials by X-ray diffractometry. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*. 2019;85(11):31–36. (In Russ.).
<https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-11-31-36>
 36. Самойлов В.М., Находнова А.В., Осмова М.А., Вербец Д.Б., Бубненков А.Н., Степарева Н.Н., Гареев А.Р., Фатеева М.А., Шило Д.В., Овсянников Н.Е. Определение эффективной температуры обработки углеродных материалов в высокотемпературных печах по параметрам спектроскопии комбинационного рассеяния образцов-свидетелей. *Перспективные материалы*. 2021;1:67–84.
<https://doi.org/10.30791/1028-978X-2021-1-67-84>
 Samoilov V.M., Nakhodnova A.V., Osmova M.A., Verbets D.B., Bubnenkov A.N., Stepanyova N.N., Gareev A.R., Fateeva M.A., Shilo D.V., Ovsyannikov N.E. Effective heat treatment temperature of carbon materials in high temperature furnaces: determination by the parameters of raman spectroscopy of witness samples. *Inorganic Materials: Applied Research*. 2021;12(5):1416–1427.
<https://doi.org/10.1134/S2075113321050348>
 37. Northolt M.G., Veldhuizen L.H., Jansen H. Tensile deformation of carbon fibers and the relationship with the modulus for shear between the basal planes. *Carbon*. 1991;29(8):1267–1279.
[https://doi.org/10.1016/0008-6223\(91\)90046-1](https://doi.org/10.1016/0008-6223(91)90046-1)

Сведения об авторах



Борис Сергеевич Клеусов – ст. науч. сотрудник Испытательно-го центра АО «Научно-исследовательский институт конструкционных материалов на основе графита им. С.Е. Вяткина» (АО «НИИграфит»)

ORCID: 0000-0003-3924-2616

E-mail: BSKleusov@rosatom.ru

Владимир Маркович Самойлов – гл. науч. сотрудник АО «НИИ-графит»

ORCID: 0000-0002-9861-905X

E-mail: vmsamoylov@rosatom.ru

Виктория Андреевна Ельчанинова – науч. сотрудник АО «НИИ-графит»

ORCID: 0009-0006-3167-8924

E-mail: ViaeIchaninova@rosatom.ru

Дмитрий Алексеевич Будушин – стажер-исследователь АО «НИИграфит»

ORCID: 0009-0002-4239-1145

E-mail: DABudushin@rosatom.ru

Егор Максимович Литовченко – студент Российского хими-ко-технологического университета им. Д.И. Менделеева

ORCID: 0009-0001-3381-855X

E-mail: litovtch.egor@yandex.ru

Анна Сергеевна Поплавская – инженер АО «НИИграфит»

ORCID: 0009-0004-0028-9411

E-mail: ASPoplavskaya@rosatom.ru

Владимир Алексеевич Воронцов – руководитель направления АО «НИИграфит»

ORCID: 0009-0004-2684-1665

E-mail: VIAVorontsov@rosatom.ru

Information about the Authors

Boris S. Kleusov – Senior Researcher, Testing Center, Joint Stock Company “Scientific Research Institute of Structural Materials Based on Graphite named after S.E. Vyatkin” (JSC “NIIGrafit”)

ORCID: 0000-0003-3924-2616

E-mail: BSKleusov@rosatom.ru

Vladimir M. SamoiloV – Chief Researcher, JSC “NIIGrafit”

ORCID: 0000-0002-9861-905X

E-mail: vmsamoylov@rosatom.ru

Victoria A. Elchavinova – Researcher, JSC “NIIGrafit”

ORCID: 0009-0006-3167-8924

E-mail: ViaeIchaninova@rosatom.ru

Dmitry A. Budushin – Intern Researcher, JSC “NIIGrafit”

ORCID: 0009-0002-4239-1145

E-mail: DABudushin@rosatom.ru

Egor M. Litovchenko – Student, D.I. Mendeleev Russian University of Chemical Technology

ORCID: 0009-0001-3381-855X

E-mail: litovtch.egor@yandex.ru

Anna S. Poplavskaya – Engineer, JSC “NIIGrafit”

ORCID: 0009-0004-0028-9411

E-mail: ASPoplavskaya@rosatom.ru

Vladimir A. Vorontsov – Department Head, JSC “NIIGrafit”

ORCID: 0009-0004-2684-1665

E-mail: VIAVorontsov@rosatom.ru

Вклад авторов



Contribution of the Authors

Б. С. Клеусов – проведение рентгенофазового анализа, участие в обсуждении результатов.

В. М. Самойлов – анализ данных, участие в обсуждении результатов.

В. А. Ельчанинова – проведение рамановской спектроскопии.

Д. А. Будушин – проведение анализа и подготовка данных для статьи.

Е. М. Литовченко – создание иллюстраций, участие в обсужде-нии данных.

А. С. Поплавская – проведение сканирующей электронной микроскопии.

В. А. Воронцов – измерение динамического модуля упругости.

B. S. Kleusov – performed X-ray phase analysis and participated in the discussion of results.

V. M. SamoiloV – conducted data analysis and participated in the discussion of results.

V. A. Elchaninova – conducted Raman spectroscopy.

D. A. Budushin – performed data analysis and prepared for the ar- ticle.

E. M. Litovchenko – prepared figures for the article and participated in the discussion of data.

A. S. Poplavskaya – conducted scanning electron microscopy.

V. A. Vorontsov – measured the dynamic elastic modulus.

Статья поступила 16.08.2024 г.
Доработана 25.10.2024 г.
Принята к публикации 28.10.2024 г.

Received 16.08.2024
Revised 25.10.2024
Accepted 28.10.2024