

СИНТЕЗ КАРБИДА КРЕМНИЯ РЕЗИСТИВНЫМ МЕТОДОМ НА МОДЕРНИЗИРОВАННОЙ ЛАБОРАТОРНОЙ УСТАНОВКЕ

А.В. Власов¹, А.А. Лавренчук²

Томский политехнический университет,

¹ИШЭ, ОЭЭ, А2-48,

²ИШЭ, ОЭЭ, З-А9-27

Научный руководитель: А.Я. Пак, д.т.н., профессор ОЭЭ ИШЭ ТПУ

Актуальность темы синтеза карбида кремния и исследования его свойств не снижается по причине высокого спроса на мировом рынке, а кризисы последних лет только его увеличивают [1, 2]. Востребованность и высокий спрос на карбид кремния прежде всего связан с высокими эксплуатационными свойствами материала и различным применением в области авиастроения, ядерной энергетики, наноматериаловедения, обширным количеством политипных модификаций [3, 4].

Основным и масштабируемым методом получения карбида кремния считается технология Ачесона, практически не претерпевшая изменения еще с конца 19, однако высокие затраты электроэнергии на получение карбида кремния и неоднородность получаемой продукции приводят к необходимости модернизации данной технологии [6]. Наличие примесей и неоднородности в конечном продукте связано с неравномерным распределением теплового поля при отдалении от источника выделения энергии, в результате чего невозможно достичь протекания реакции между исходными компонентами в полной мере. Также следует отметить высокую трудоемкость процесса разделения готового продукта от возвратной шихты и практически полное отсутствие возможности регулирования процесса.

Для проведения текущих исследований использовалась технологическая конструкция лабораторной установки собственной разработки (рис. 1), в основе которой лежит общепромышленный и ранее известная методика синтеза карбида кремния. Предложена конструктивная модернизация реакторной зоны, обеспечивающей контролируемое протекание реакции синтеза карбида кремния [7]. Основным преимуществом данного исполнения является более равномерное распределение теплового поля внутри реакционной зоны и снижение энергетических затрат для получения карбида кремния. Важным компонентом сборки является реализация теплоизолирующего слоя, состоящего из графитового войлока, муллитокремниземистой ваты, которые помещены в газобетонный блок.

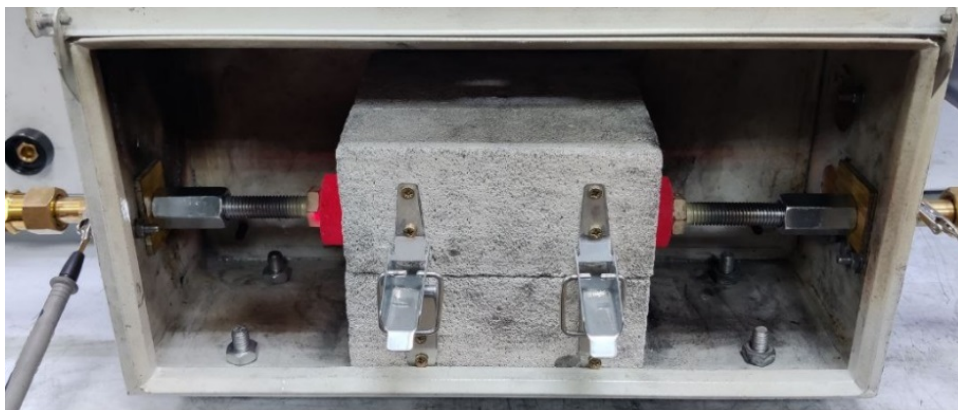


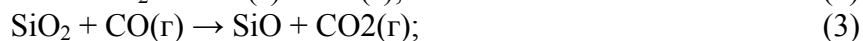
Рис. 1. Внешний вид лабораторной установки после синтеза

Установка предполагает использование горизонтально расположенных графитовых элементов сборки, через внутреннюю часть которой протекает электрический ток от источника постоянного тока. В ходе исследования был проведен ряд экспериментальных серий с целью определения режимов работы экспериментальной установки, обеспечивающей полную реакцию между исходными компонентами и снижение энергетических затрат. Используемое исходное сырье представляло смесь оксида кремния SiO_2 и технический углерод C без иных добавок, а также другую смесь чистого коммерческого кремния Si и углерода C . В результате серии экспериментов определено, что при силе тока 450 А, установленной на источнике постоянного тока (ИПТ), и времени теплового воздействия 180 с, обеспечивается полное протекание реакции между исходными компонентами с получением фазы карбида кремния SiC , потребление электроэнергии в таком случае составляло 0,31 кВт·ч (регистрация показаний осуществлялась электрическим счетчиком «Меркурий 234»). Дальнейшее увеличение длительности процесса или силы тока на ИПТ приводит к повышенному износу элементов конструкции.

Протекание реакции синтеза карбида кремния при использовании данной технологии происходит согласно уравнению реакции (1):



Однако протекание реакции при больших размерах частиц, используемых в промышленном производстве SiC , сопровождается обширной диффузией. Таким образом, образование SiC происходит в результате четырех субреакций, каждая из которых обеспечивает массоперенос в паровой фазе [8]:



Кроме этого, имеется возможность получения карбида кремния прямым нагревом чистых порошков кремния и графита согласно уравнению реакции (6):



Проведенная серия экспериментов выявила технологическую возможность получения карбида кремния при использовании лабораторной установки, основанной на общепромышленном методе синтеза, с измененной конфигурацией реакционной зоны, что позволило снизить энергопотребление и повысить качество продукта. Получены образцы порошкового карбида кремния (рис. 2), а в результате проведения рентгеноструктурного анализа получены картины рентгеновской дифракции (рис. 3), на которых отмечены основные максимумы кубического карбида кремния $\alpha\text{-SiC}$, малоинтенсивные максимумы углерода и фазы $\alpha\text{-SiC}$. Отсутствие оксидных соединений в составе конечного продукта свидетельствуют об отсутствии кислорода в реакционной зоне при протекании реакции.



Рис. 2. Порошок полученного карбида кремния SiC

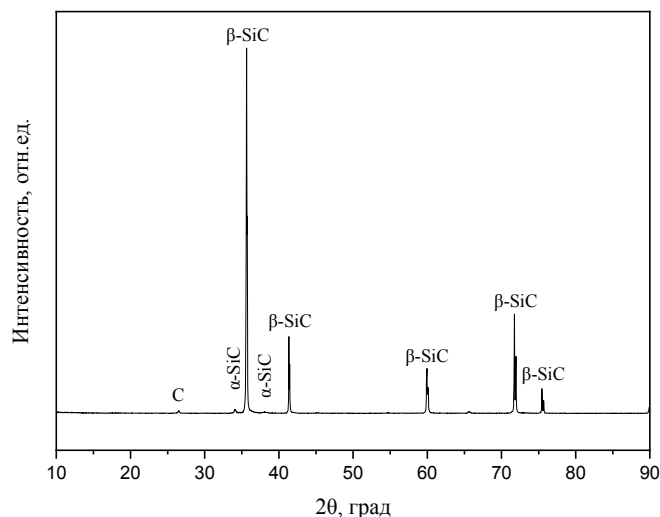


Рис. 3. Рентгеноструктурный анализ полученного порошка

Результаты и развитие данного исследования, а также анализ энергетических, структурных, качественных характеристических зависимостей по синтезу карбида кремния имеют большую практическую ценность для промышленности. Полученные результаты могут быть использованы для повышения технологической эффективности производства карбида кремния, в том числе снижения энергетических затрат за цикл изготовления и повышения качества готового продукта, путем оптимизации состава исходной шихты. Такая последовательность действий позволит снизить брак при синтезе материалов, что исключит необходимость в повторной переработке шихты, снижая длительность и трудоемкость технологического цикла, в свою очередь удастся достичь соответствие конечного продукта установленным требованиям.

Исследование выполнено за счет средств проекта Государственное задание высшим учебным заведениям РФ FSWW-2022-0018.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Sweney M. Global shortage in computer chips «reaches crisis point» // *Guard*. March. – 2021. – Vol. 21. [Электронный ресурс]. URL: <https://www.theguardian.com/business/2021/mar/21/global-shortage-in-computer-chips-reaches-crisis-point> (дата обращения 01.11.2023).
2. Patrizio A. The chip shortage is real, but driven by more than COVID // *Network World*. July. – 2021. [Электронный ресурс]. URL: <https://www.networkworld.com/article/3623753/the-chip-shortage-is-real-but-driven-by-more-than-covid.html> (дата обращения 02.11.2023).
3. Patnaik P. *Handbook of Inorganic Chemicals*. – McGraw-Hill, 2003.
4. Агалямова Э.Н., Беленков Е.А., Грешняков В.А. Структура полиморфных разновидностей карбида кремния // *Вестник Челябинского государственного университета*. – 2011. – № 15. – С. 15–24.
5. Закожурников С.С., Закожурникова Г.С. Оптимизация технологического процесса производства карбида кремния // *Молодой ученый*. – 2016. – № 9. – С. 147–150.
6. Production of artificial crystalline carbonaceous materials: US Pat. / Acheson E.G. // 1893. – Vol. 492. – P. 767.
7. Устройство для получения порошка карбида кремния: пат. Рос. Федерация / А.Я. Пак, П.С. Гринчук, А.В. Власов, П.В. Поваляев, А.А. Гумовская // Заявка. Входящий № W23040951. Регистрационный № 2023119027. Дата поступления (дата регистрации) 19.07.2023.
8. Weimer A.W. *Carbide, Nitride and Boride Materials Synthesis and Processing*. – Chapman & Hall, 1997.