



DOI 10.22363/2312-8143-2018-19-2-165-176

УДК 54.057

## ВЛИЯНИЕ ЭНЕРГИИ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ПРОДУКТА БЕЗВАКУУМНОГО ЭЛЕКТРОДУГОВОГО СИНТЕЗА КУБИЧЕСКОГО КАРБИДА КРЕМНИЯ

А.Я. Пак, Г.Я. Мамонтов, О.А. Болотникова

Томский политехнический университет  
Российская Федерация, 634050, Томск, пр-т Ленина, 30

Изложены научно-технические основы безвакуумного плазменного метода получения карбида кремния, реализуемого при помощи дугового разряда постоянного тока между графитовыми электродами. В ходе серии экспериментов изменялась подведенная к системе энергия путем увеличения длительности горения дугового разряда при неизменном значении силы тока (165 А). В работе использовались два типа прекурсоров: 1) смесь порошкового кремния с рентгеноаморфным углеродом в виде микроразмерных волокон; 2) с порошковым углеродом; соотношение масс в исходной смеси составляло Si:C = 2:1. В результате оценки количественного состава продукта синтеза определены параметры эксперимента, которые позволяют добиться максимального содержания искомой фазы карбида кремния (до 45%). Определены параметры, при которых единственной примесной фазой в продукте является графит; в результате удалось отжигом в атмосферной печи при температуре 900 °С обеспечить очистку продукта от несвязанного углерода и тем самым получить карбид кремния с содержанием около 99%. Этот результат обеспечивают два фактора: наличие в составе смеси исходных реагентов углеродных волокон и достаточный уровень подведенной энергии порядка 216 кДж/г.

**Ключевые слова:** карбид кремния, безвакуумный метод, электродуговой синтез, влияние прекурсоров, рентгеновская дифрактометрия, электронная микроскопия

### Введение

Материалы на основе карбида кремния благодаря ряду важных свойств применяются в различных отраслях науки и техники [1; 2]. Наибольший интерес в современном мире проявляется к таким характеристикам материалов и изделий на основе карбида кремния, как сверхтвердость, стойкость к высоким температурам в воздушной среде, коррозионная стойкость, стойкость к химически активным средам, стабильные в широком диапазоне температур полупроводниковые свойства [1; 2]. Одним из возможных путей получения материалов на основе карбида кремния является электродуговой метод [3], считающийся относительно простым в реализации, но дорогостоящим для промышленного производства, в связи с этим в настоящее время ведутся работы по оптимизации режимов и поиску недорогих катализаторов, исходных реагентов и иных расходных материалов [4]. В частности, ведутся работы по использованию природного угля для изготов-

ления электродов электродуговой системы, а также в качестве исходного источника углерода для проведения синтеза различных материалов [5]. Кроме того, известны работы, в которых излагается подход к модернизации электродугового метода: получение углеродных ультрадисперсных материалов в воздушной среде при нормальном или пониженном давлении, что дает потенциально значительный экономический эффект за счет снижения стоимости оборудования, потребления электрической энергии и расходных материалов путем исключения из системы вакуумно-газового оборудования и непосредственно корпуса реактора в его традиционном исполнении [6]. Подобные системы функционируют за счет генерации СО и активного потребления кислорода в пространстве, окружающем электродуговую плазму, инициированную на графитовых электродах в воздушной среде [7]. Анализ специальной литературы показывает, что в настоящее время такой подход применяется исключительно в целях синтеза углеродных ультрадисперсных материалов, авторами не найдены документальные свидетельства применения подобного метода для получения карбидных материалов. Таким образом, разработка научно-технических основ безвакуумного метода получения карбида кремния, в частности, вопрос влияния исходных параметров электродуговой системы и используемых прекурсоров на фазовый состав продукта электродугового синтеза является актуальной задачей.

### **Методика проведения исследований**

Экспериментальные исследования проводились на разрабатываемой в Томском политехническом университете лабораторной электродуговой установке постоянного тока. Основой разрабатываемой системы является источник тока (до 200 А), к клеммам которого подключаются графитовые электроды. Дуговой разряд поджигается в результате соприкосновения электродов и отведения анода от катода на расстояние 2–3 мм для формирования разрядного промежутка. Исходный материал для синтеза нарабатывается электроэрозионным путем с поверхности графитового анода, а также подается в зону формирования плазменного разряда. Напряжение на разряде регистрировалось посредством омического делителя напряжения (10:1), параллельно которому для подавления высокочастотных помех устанавливался емкостной фильтр; полученный таким образом сигнал подавался на цифровой осциллограф Rigol DS1052 E (полоса пропускания 50 МГц). Контроль уровня силы тока обеспечивался встроенным в источник питания стабилизатором, определялся предустановленным значением 165 А. Умножением силы тока (как неизменной величины во времени) на величину напряжения на разряде получена функция мощности, интегрированием которой по времени определена величина подведенной в процессе рабочего цикла энергии. Время горения разряда определялось заранее и задавалось оператором установки, в каждом эксперименте определена длительность горения дугового разряда по зарегистрированной кривой на экране осциллографа с погрешностью не более 0,2 с.

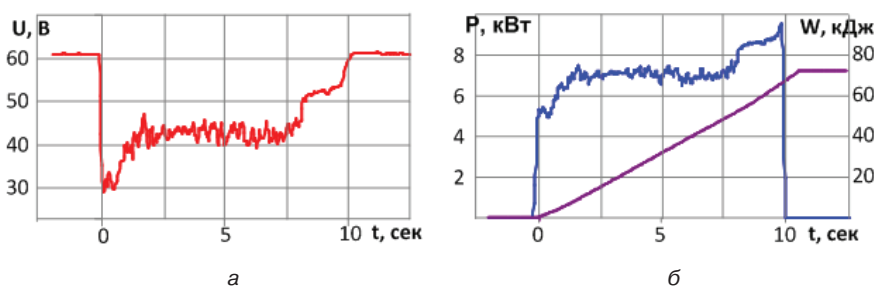
По описанной выше методике всего проведено 17 экспериментов; в настоящей работе обсуждаются две серии экспериментов: в первой серии в качестве исходного источника углерода использовалась сажа (рентгеноаморфный углерод, сред-

ний размер частиц порядка 100 нм), во второй серии использовались углеродные волокна со средней длиной около 100–150 мкм и поперечным размером порядка 10–20 мкм. Массовое соотношение в смеси исходных реагентов составило Si:C = 2:1, в зону формирования плазменной структуры вносилось по 0,4 г приготовленной смеси кремния и углерода в каждом эксперименте. Исходная смесь перед проведением эксперимента помещалась в цилиндрическое отверстие в катоде. Масса исходных реагентов, продукта синтеза и электродов определялась при помощи цифровых весов с погрешностью изменений около 0,05 г.

Полученные материалы собирались с поверхности электродов и затем анализировались методами рентгеновской дифрактометрии (XRD, ShimadzuXRD7000s, Cu-катод), растровой электронной микроскопии (JeolJSM 7500F).

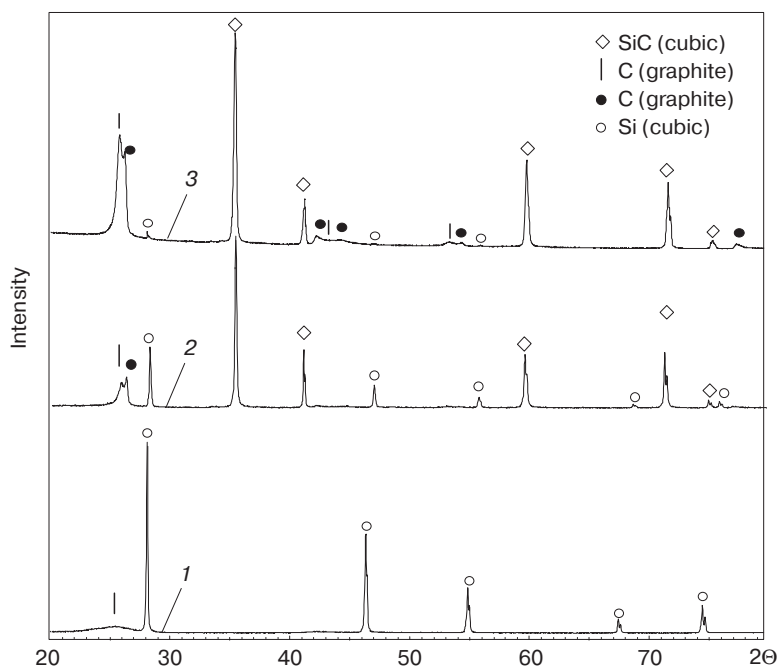
### Результаты и их обсуждение

На рисунке 1, а представлена типичная осциллограмма напряжения, соответствующая длительности поддержания дугового разряда постоянного тока 10 с. Форма зависимости  $u(t)$  представляется естественной для рассматриваемых условий проведения эксперимента: в момент подачи напряжения на электроды разность потенциалов между ними составила  $\sim 62$  В, что с погрешностью не более  $\pm 2$  В соответствует заявленному производителем напряжению холостого хода источника питания; далее при соприкосновении электродов напряжение снижается до  $\sim 30...31$  В и при образовании разрядного промежутка поднимается и стабилизируется в пределах  $\sim 40...46$  В; далее при увеличении расстояния между электродами напряжение на дуговом разряде поднимается до  $\sim 54...55$  В, и разряд гаснет, при этом напряжение на электродах поднимается снова до уровня холостого хода источника. Ход кривой напряжения при умножении массива на постоянную величину тока (165 А) определил форму кривой мощности, характер которой в данном случае очевиден. Отметим, что максимальное значение мощности достигло приблизительно 9,0–9,5 кВт. Данная электрическая мощность обеспечила выделение электрической энергии около 72 кДж в течение 10 с. Характер осциллограмм практически идентичен во всех проведенных экспериментах и качественно не отличается в зависимости от типа исходных реагентов и длительности поддержания дугового разряда.



**Рис. 1.** Типичная зарегистрированная осциллограмма напряжения (а) и рассчитанные по экспериментальным данным кривые мощности и выделения энергии (б)  
[Fig. 1. Typical voltage oscillogram (a), experimental energy production and power curves (b)]

Исходный порошок до обработки электродуговой плазмой, судя по данным рентгеновской дифрактометрии (рис. 2, дифрактограмма 1), состоит из кубического кремния Si(cubic) и рентгеноаморфного углерода, о наличии которого можно судить по широкому гало в диапазоне  $2\theta = 23\text{--}27$  град. По данным качественного рентгенофазового анализа, во всех образцах — продуктах синтеза идентифицируются три основных кристаллических компонента (рис. 2, дифрактограммы 2 и 3): графитоподобный углерод C (graphite), исходный кремний Si (cubic) и карбид кремния SiC (cubic). Сопоставление сведений из международной базы данных PDF4+ с экспериментальными дифрактограммами позволило идентифицировать четыре кристаллические фазы: кубический SiC [ICDD 00-029-1129], кубический кремний [ICDD 01-071-4631] и две графитоподобные углеродные фазы, отличающиеся параметрами элементарной ячейки [ICDD 01-075-1621; ICDD 00-058-1638]. Средний параметр решетки для фазы кубического SiC составил  $4,3571\text{\AA}$  при среднекватическом отклонении равном  $0,0015\text{\AA}$  (величины определены по данным 13 экспериментов, отличающихся подведенной к системе энергии). Полученная величина соответствует эталонной в пределах точности измерений и возможных погрешностей.



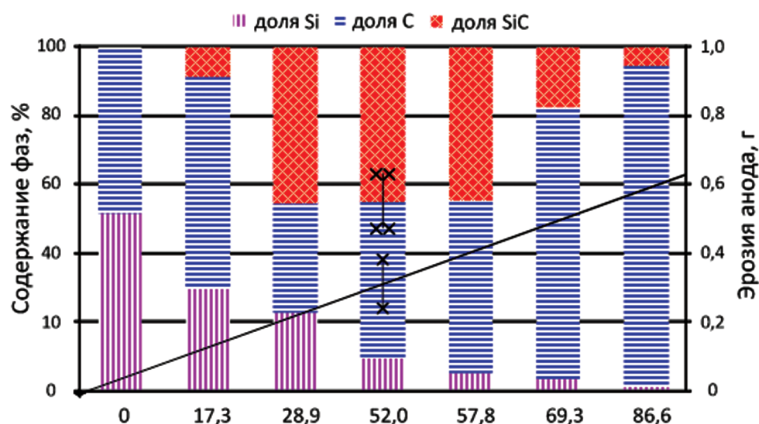
**Рис. 2.** Рентгеновские дифрактограммы: 1 — исходной смеси; 2 — типичная дифрактограмма продукта синтеза, полученного из смеси порошковых углерода и кремния; 3 — типичная дифрактограмма продукта синтеза, полученного из смеси углеродных волокон и порошкового кремния

[Fig. 2. X-ray diffraction patterns: 1 — initial raw powder; 2 — typical pattern of end-product made of carbon and silicon powders; 3 — typical pattern of end-product made of carbon microfibers and silicon powder]

Синтез не оксидного, а именно карбидного материала в рассматриваемой системе с учетом последних тенденций развития электродугового метода представляется возможным. Графитовые электроды в процессе горения дугового разряда

генерируют защитную атмосферу состава СО [6; 7], существование которой в пространстве и времени достаточно для перехода системы согласно диаграмме состояний системы Si-C от высоких температур плазменного факела до более низких температур формирования карбида кремния [8]. Нахождение системы Si-C в зоне избытка углерода определяет формирование фаз кубического карбида кремния и графита. Поэтому обнаруженную в составе продукта фазу кубического кремния, очевидно, можно считать остатками непрореагировавшего кремния исходной смеси, загружаемой в зону горения дуги. В связи с этим напрашивается гипотеза о возможности получения двухфазного продукта, состоящего из кубического карбида кремния и графита при достаточном уровне подведенной энергии для переработки исходного кремния.

По данным количественного рентгенофазового анализа, содержание искомой фазы карбида кремния может составлять в продукте до ~45% (масс), при этом явной и однозначной зависимости на данном этапе исследований между содержанием карбида кремния и одного из предустановленных параметров экспериментальной установки с однозначным высоким уровнем повторяемости экспериментов не удалось установить. Препятствует установлению однозначной зависимости процесс электрической эрозии электродов, влияющий на массу продукта синтеза и, соответственно, на доли компонентов в его составе наряду с плановым изменением в ходе серии экспериментов какого-либо параметра. Рассматриваемое явление считается общепризнанным недостатком группы методов, основанных на электродуговых явлениях постоянного тока [9], особенно с точки зрения внесения примесей в продукт синтеза. Тем не менее попытка управления фазовым составом продукта и в целях оценки влияния энергии дугового разряда на фазовый состав продукта построена зависимость фазового состава и массы эрозии анода от подведенной энергии (рис. 3).



**Рис. 3.** Зависимость фазового состава продукта синтеза от энергии дугового разряда с наложенной расчетной линией массы эрозии графитового анода

[Fig. 3. Relationship of end-product phase composition to arc discharge energy with a superimposed analytical line of graphite anode mass erosion]

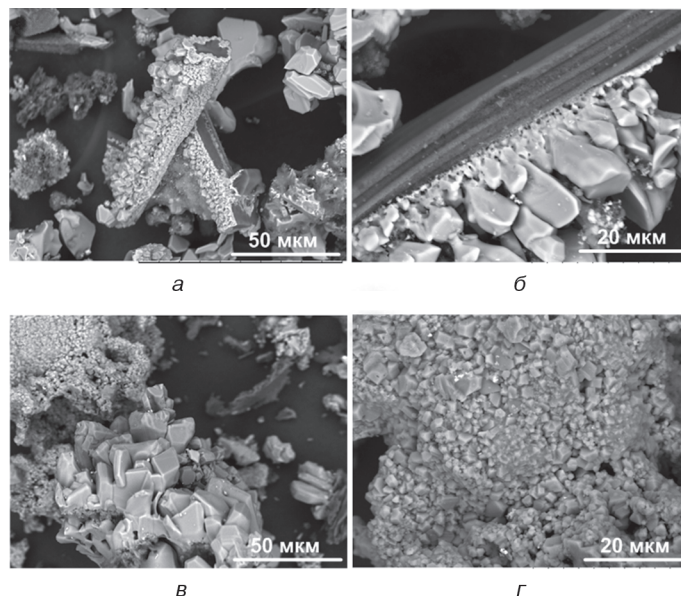
Следует отметить, что образцы, полученные при разной энергии, характеризуются различной массой от 0,3 до 0,8 г, что представляется естественным, так как потери материала на различных этапах производимых манипуляций, особен-

но в процессе горения разряда, неизбежны, и это определяет снижение массы полученного образца относительно массы исходной загрузки при наименьшем уровне энергии дугового разряда; в то же время эрозия анода является причиной существенного увеличения массы образца при наибольшей энергии. Оценка массы эрозии анода произведена по 10 экспериментам, проведенным при различных уровнях энергии дугового разряда. Кроме того, в пределах возможностей используемого оборудования проведено три одинаковых по исходным параметрам эксперимента для оценки возможных отклонений. Согласно полученным экспериментальным данным, масса эрозии анода зависит линейно от энергии дугового разряда с коэффициентом 0,0072 (энергия выражается в кДж, масса — в граммах). На рисунке 3 построена линейная зависимость, на которой отмечено отклонение  $\pm\Delta = 0,069$  г (вычисленное по трем экспериментам при среднеквадратичном отклонении  $\sigma = 0,04$ ).

Содержание идентифицированных кристаллических фаз в зависимости от энергии дугового разряда изменяется в отличие от массы эрозии анода нелинейно. Содержание углерода (графита) уменьшается ввиду расхода исходного углерода в процессе синтеза карбида кремния при увеличении энергии от нуля до приблизительно 30 кДж, затем при большем уровне энергии содержание углерода (графита) возрастает вплоть до 90%, что обусловлено эрозией анода. Содержание кремния снижается с ростом энергии на всем исследуемом интервале, что связано одновременно с двумя факторами: 1) расходом исходного кремния в процессе синтеза карбида кремния; 2) добавлением массы эродированного графита в продукт. Соответственно, доля карбида кремния возрастает до ~45% при увеличении энергии от нуля до ~50–60 кДж, затем при дальнейшем увеличении объема подведенной энергии снижается до ~8% одновременно с ростом содержания эродированного графита. Для величины содержания фазы карбида кремния в продукте определены возможные отклонения по серии из шести экспериментов с одинаковыми (в пределах возможных погрешностей используемого оборудования) экспериментами. Так, среднеквадратичное отклонение составило  $\sigma = 6,41$ , а возможное отклонение  $\Delta = 7,85\%$ . На рисунке 3 обозначена величина возможного отклонения  $\pm\Delta$ . Несмотря на существенный разброс результатов и, соответственно, невысокую повторяемость экспериментов, можно судить о наличии обозначенной зависимости фазового состава продукта от подведенной к системе энергии.

Также отметим, что в продуктах, полученных при уровне энергии до ~60 кДж, различий в фазовом составе полученных материалов в зависимости от использования одного из двух типов исходных реагентов не обнаружено. При этом установлено, что при использовании исходной смеси порошкового углерода и кремния, невозможно достичь близкого к нулю содержания исходного кремния (см. рис. 2, дифрактограмма 2) в пределах исследуемого интервала энергий. Однако при использовании исходного углерода в виде волокон установлена возможность получения продукта, состоящего практически на 100% из графитовых фаз и искомого карбида кремния, при стремлении содержания кремния к 0%. Такой результат характерен для эксперимента с достижением уровня энергии ~85 кДж (при токе 165 А) и при использовании в качестве исходных реагентов углеродных волокон и порошкового кремния (см. рис. 2, дифрактограмма 3; рис. 3).

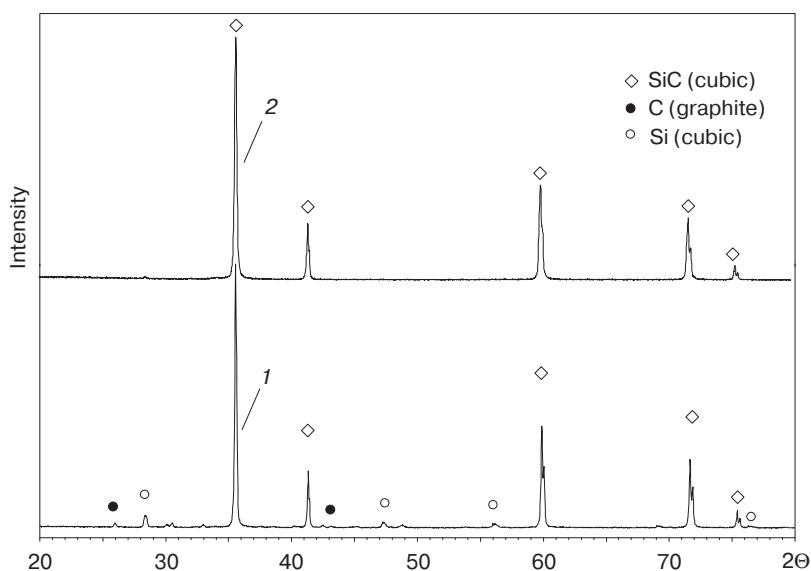
В данной работе не удалось получить однозначный ответ на вопрос, что же позволяет получить более чистый продукт, т.е. практически ликвидировать в его составе исходный кремний именно при использовании исходного реагента в виде смеси углеродных волокон и порошкового кремния. При этом единственным замеченным различием в ходе подготовки и проведения экспериментов является объем, занимаемый смесью исходных реагентов: смесь углеродных волокон и порошкового кремния занимает в полости катода как минимум вдвое больший объем, чем смесь порошковых углерода и кремния. Вероятно, волокнистая структура позволяет на большей поверхности распределить исходные реагенты и одновременно позволяет плазменным перемычкам проводить ток по множеству локальных каналов, контактируя практически по всему объему с атомами углерода и кремния [10; 11]. Катодный депозит, образующийся в процессе работы электродуговой установки постоянного тока, в результате переноса массы с графитового анода на катод может существенно влиять на величину достигаемой в плазменном канале температуры и ее распределения, а также на проводимость канала. В ходе проведения экспериментов визуально было установлено, что в случае использования углеродных волокон и порошкового кремния в качестве исходных реагентов катодный депозит в явном виде не образуется, распределяясь равномерно по объему продукта. Возможно, такой режим работы установки и позволяет стабильно подводить к системе энергию на более длительный срок, достаточный для полной переработки исходного кремния.



**Рис. 4.** SEM-снимки продуктов, полученных с использованием углеродных волокон и порошкового кремния (а, б); обоих порошковых реагентов (в, г)  
[**Fig. 4.** SEM-pictures of products made of carbon microfibers and silicon powder (a, б) and both carbon and silicon powder reagents (в, г)]

По данным растровой электронной микроскопии (рис. 4), во всех случаях кристаллы карбида кремния имеют типичную для данной фазы форму [12] при размерах от единиц до порядка 10 мкм. Рост карбида кремния идет на поверхности

углеродных волокон, в случае их присутствия в составе исходных реагентов (см. рис. 4, а, б). Этот факт может быть ключевым в отношении вопроса получения продукта, в котором полностью перерабатывается исходный кремний: при достаточной площади (протяженности) углеродного волокна весь исходный кремний распределяется по его поверхности и обрабатывается плазмой более или менее равномерно в занимаемом исходными реагентами объеме; в то же время в случае использования порошковых реагентов (см. рис. 4, в, г) продукт состоит из агломератов кристаллических частиц, в которых, вероятно, могут сохраняться под поверхностью скопления синтезированных частиц SiC остатки непрореагировавшей исходной смеси, в частности кремния.



**Рис. 5.** Рентгеновские дифрактограммы порошкового продукта, прогретого в атмосферной печи до 900 °С: 1 — типичная дифрактограмма продукта синтеза, полученного из смеси порошковых углерода и кремния; 2 — типичная дифрактограмма продукта синтеза, полученного из смеси углеродных волокон и порошкового кремния

[**Fig. 5.** X-ray diffraction patterns of powder product heated in atmospheric furnace up to 900 °С: 1 — end-product made of carbon and silicon powders; 2 — end-product made of carbon microfibers and silicon powder]

В целях поиска метода выделения искомой фазы карбида кремния порошковые продукты с наименьшим содержанием кремния помещались в атмосферную печь (марки ЭКСП — 10), где нагревались в воздушной среде до 900 °С со скоростью нагрева 25 °С/мин. В качестве подложек использовалась корундовая посуда площадью около 6 см<sup>2</sup> (отдельная для каждого образца), по поверхности которой равномерно распределялся продукт тонким слоем около 1 мм. Указанная температура выдерживалась 30 мин., затем печь отключалась от сети электроснабжения, и продукт остывал естественным образом. Как видно на типичных картинах рентгеновской дифракции (см. рис. 5), в случае использования в качестве исходных реагентов углеродных волокон и порошкового кремния (см. рис. 5, дифрактограмма 2) после нагрева в продукте присутствует практически только одна фаза —



карбид кремния с содержанием не менее 99% согласно количественному анализу. В то же время на картине дифракции продукта синтеза, полученного из порошковых углерода и кремния (см. рис. 5, дифрактограмма 1), идентифицируются в том числе дифракционные максимумы, не соответствующие фазе карбида кремния. Данные дифракционные максимумы с малой интенсивностью могут принадлежать графиту, кремнию и его оксиду, образовавшемуся в процессе нагрева продукта в атмосферной печи. Исходные реагенты в виде кремния и углерода, по всей видимости, могут сохраняться в теле агломератов под их поверхностью, состоящей из кристаллов карбида кремния.

Таким образом, по совокупности представленных данных можно заключить, что в настоящей работе определена зависимость фазового состава продукта, полученного в плазме дугового разряда постоянного тока, инициированного в воздушной среде в присутствии углерода и кремния. Несмотря на значительные отклонения в составе продукта и, соответственно, низкую повторяемость экспериментов, удалось определить оптимальные параметры процесса синтеза с точки зрения получения продукта с наименьшим числом примесных фаз: при рабочем токе 165 А, подведенной энергии свыше 85 кДж удалось практически полностью переработать исходный кремний и получить продукт, состоящий из искомого карбида кремния и графита. При этом последующие эксперименты по нагреву полученных порошковых материалов в воздушной среде позволили выделить из состава продуктов практически чистый (свыше 99%) карбид кремния. По всей видимости, выделенный из состава продукта карбид кремния и разрабатываемый метод следует применять в области получения абразивных материалов ввиду сложности получения материалов более высокой степени чистоты, т.е. в электронной промышленности.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Андриевский П.А. Наноразмерный карбид кремния: синтез, структура и свойства // Успехи химии. 2009. № 78. С. 889–900.
- [2] Wu R., Zhou K., Yue C.Y., Wei J., Pan Y. Recent progress in synthesis, properties and potential applications of SiC nanomaterials // Progr. Mater.Sci. 2015. Vol. 72. P. 1–110.
- [3] Zhang Y. et al. Chemical Physics Letters. 2017. Vol. 678. P. 17–22.
- [4] Yanjie Su, Yafei Zhang. Carbon nanomaterials synthesized by arc discharge hot plasma // Carbon. 2015. Vol. 83. P. 90–99.
- [5] Jieshan Qiu, Yongfeng Li, Yunpeng Wang, Zongbin Zhao, Ying Zhou, Yanguo Wang. Synthesis of carbon-encapsulated nickel nanocrystals by arc-discharge of coal-based carbons in water // Fuel. 2004. Vol. 83. P. 615–617.
- [6] Jiang Zhao, Yanjie Su, Zhi Yang, Liangming Wei, Ying Wang, Yafei Zhang. Arc synthesis of double-walled carbon nanotubes in low pressure air and their superior field emission properties // Carbon. 2013. Vol. 58. P. 92–98.
- [7] Yanjie Su, Hao Wei, Tongtong Li, Huijuan Geng, Yafei Zhang. Low-cost synthesis of single-walled carbon nanotubes by low-pressure air arc discharge // Materials Research Bulletin. 2014. P. 23–24.
- [8] Kimoto T. Bulk and epitaxial growth of silicon carbide // Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials. 2016. Vol. 62. Iss. 2. P. 329–351.
- [9] Arora N., Sharma N.N. Arc discharge synthesis of carbon nanotubes: Comprehensive review // Diamond & Related Mater. 2014. Vol. 50. P. 135–50.

- [10] Yao-Wen Yeh, Yevgeny Raitses, Nan Yao. Structural variations of the cathode deposit in the carbon arc // Carbon. 2016. Vol. 105. P. 490—495.
- [11] Ng J., Raitses Y. Role of the cathode deposit in the carbon arc for the synthesis of nanomaterials // Carbon. 2014. Vol. 77. P. 80—88.
- [12] Eom J.-H. et al. Effects of the initial  $\alpha$ -SiC content on the microstructure, mechanical properties, and permeability of macroporous silicon carbide ceramics // Journal of the European Ceramic Society. 2012. Vol. 32. Iss. 6. P. 1283—1290.

© Пак А.Я., Мамонтов Г.Я., Болотникова О.А., 2018

### **История статьи:**

Дата поступления в редакцию: 05 марта 2018

Дата принятия к печати: 30 апреля 2018

\*\*\*

Работа выполнена в рамках проекта повышения конкурентоспособности ведущих российских университетов среди ведущих мировых научно-образовательных центров.

\*\*\*

### **Для цитирования:**

Пак А.Я., Мамонтов Г.Я., Болотникова О.А. Влияние энергии на фазовый состав продукта безвакуумного электродугового синтеза кубического карбида кремния // Вестник Российского университета дружбы народов. Серия: Инженерные исследования. 2018. Т. 19. № 2. С. 165—176. DOI 10.22363/2312-8143-2018-19-2-165-176

### **Сведения об авторах:**

*Пак Александр Яковлевич* — кандидат технических наук, доцент отделения автоматизации и робототехники инженерной школы информационных технологий и робототехники, Томский политехнический университет. *Область научных интересов:* порошковые материалы, карбиды, углеродные материалы, электроразрядные методы синтеза, фазовые превращения. *Контактная информация:* e-mail: ayapak@tpu.ru

*Мамонтов Геннадий Яковлевич* — доктор физико-математических наук, профессор отделения автоматизации и робототехники инженерной школы информационных технологий и робототехники, Томский политехнический университет. *Область научных интересов:* термодинамика, математическая статистика, высокотемпературные процессы, быстропротекающие процессы. *Контактная информация:* e-mail: gmamontov@tpu.ru

*Болотникова Ольга Александровна* — студентка отделения электроэнергетики и электротехники, Томский политехнический университет. *Область научных интересов:* карбид кремния, электроразрядные методы синтеза. *Контактная информация:* e-mail: bolotnikovaoa@gmail.com

## INFLUENCE OF ENERGY ON PHASE COMPOSITION OF END-PRODUCT OBTAINED BY VACUUM-FREE ELECTRIC ARC SYNTHESIS OF CUBIC SILICON CARBIDE

A.Ya. Pak , G.Ya. Mamontov, O.A. Bolotnikova

Tomsk Polytechnic University  
30, Lenin Avenue, Tomsk, 634050, Russian Federation

**Abstract.** The paper describes the scientific and technical basis of the vacuum-free plasma method for obtaining silicon carbide realized by DC arc discharge between graphite electrodes. In a series of experiments the energy supplied to the system was changed by increasing the duration of arc discharge with the constant value of current intensity (165 A); two precursor types were used: a mixture of silicon powder with X-ray amorphous carbon in the microfiber form in the first case and with carbon powder in the second case; the mass ratio in the initial mixture was Si:C = 2:1. As a result of the evaluation of the synthesis product quantitative composition, the experimental parameters that allow to achieve the maximum content of the target silicon carbide phase (up to 45%) are determined. Moreover, it was possible to determine the parameters when the only impurity phase in the product was graphite; as a result, the purification of the product from unbound carbon and thereby obtaining silicon carbide with ~99% content was successfully performed by atmospheric furnace heating at a temperature of 900 °C. This result is ensured by two factors: the presence of carbon fibers in the initial reagents mixture and a sufficient level of the supplied energy of about 216 kJ/g.

**Key words:** silicon carbide, vacuum-free method, electric arc synthesis, precursor influence, X-ray diffractometry, electron microscopy

### REFERENCES

- [1] Andrievskii R.A. Nanorazmernyi karbid kremniya: sintez, struktura i svoystva [Nanosize silicon carbide: synthesis, structure and properties]. *Uspekhi Khimii* [Russian Chemical Reviews]. 2009. No. 78. P. 889–900. (in Russ.)
- [2] Wu R., Zhou K., Yue C.Y., Wei J., Pan Y. Recent progress in synthesis, properties and potential applications of SiC nanomaterials. *Progr. Mater.Sci.* 2015. Vol. 72. P. 1–110.
- [3] Zhang Y. et al. *Chemical Physics Letters*. 2017. Vol. 678. P. 17–22.
- [4] Yanjie Su, Yafei Zhang. Carbon nanomaterials synthesized by arc discharge hot plasma. *Carbon*. 2015. Vol. 83. P. 90–99.
- [5] Jieshan Qiu, Yongfeng Li, Yunpeng Wang, Zongbin Zhao, Ying Zhou, Yanguo Wang. Synthesis of carbon-encapsulated nickel nanocrystals by arc-discharge of coal-based carbons in water. *Fuel*. 2004. Vol. 83. P. 615–617.
- [6] Jiang Zhao, Yanjie Su, Zhi Yang, Liangming Wei, Ying Wang, Yafei Zhang. Arc synthesis of double-walled carbon nanotubes in low pressure air and their superior field emission properties. *Carbon*. 2013. Vol. 58. P. 92–98.
- [7] Yanjie Su, Hao Wei, Tongtong Li, Huijuan Geng, Yafei Zhang. Low-cost synthesis of single-walled carbon nanotubes by low-pressure air arc discharge. *Materials Research Bulletin*. 2014. P. 23–24.
- [8] Kimoto T. Bulk and epitaxial growth of silicon carbide. *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*. 2016. Vol. 62. P. 329–351.
- [9] Arora N., Sharma N.N. Arc discharge synthesis of carbon nanotubes: Comprehensive review // *Diamond & Related Mater.* 2014. Vol. 50. P. 135–50.
- [10] Yao-Wen Yeh, Yevgeny Raitses, Nan Yao. Structural variations of the cathode deposit in the carbon arc. *Carbon*. 2016. Vol. 105. P. 490–495.

- [11] Ng J., Raitses Y. Role of the cathode deposit in the carbon arc for the synthesis of nanomaterials. *Carbon*. 2014. Vol. 77. P. 80—88.
- [12] Eom J.-H. et al. Effects of the initial  $\alpha$ -SiC content on the microstructure, mechanical properties, and permeability of macroporous silicon carbide ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*. 2012. Vol. 32. P. 1283—1290.

**Article history:**

Received: March 05, 2018

Accepted: April 30, 2018

\*\*\*

The research was conducted in terms of the programme of improving academic status of Russian universities among the leading educational centres in the world.

\*\*\*

**For citation:**

Pak A. Ya., Mamontov G. Ya., Bolotnikova O. A. (2018). Influence of energy on phase composition of end-product obtained by vacuum-free electric arc synthesis of cubic silicon carbide. *RUDN Journal of Engineering Researches*, 19(2), 165—176. DOI 10.22363/2312-8143-2018-19-2-165-176

**Bio Note:**

*Aleksandr Y. Pak* — Candidate of Technical Sciences, Associate Professor of the automation and robotics department of the information technology and robotics engineering school, Tomsk Polytechnic University. *Research interests:* powder materials, carbides, carbon materials, electric-discharge methods of synthesis, phase transformations. *Contact information:* e-mail: ayapak@tpu.ru

*Gennadii Ya. Mamontov* — Doctor of Physics and Mathematics, Professor of automation and robotics department of the information technology and engineering school, Tomsk Polytechnic University. *Research interests:* thermodynamics, mathematical statistics, high-temperature processes, fast processes. *Contact information:* e-mail: gmamontov@tpu.ru

*Ol'ga A. Bolotnikova* — student of electric power and electrical engineering department, Tomsk Polytechnic University. *Research interests:* silicon carbide, electric discharge methods of synthesis. *Contact information:* e-mail: bolotnikovaoa@gmail.com