

661.665.12

КАРБИД КРЕМНИЯ, СИНТЕЗИРОВАННЫЙ НА СОЛНЕЧНОЙ ПЕЧИ ИЗ ПРИРОДНОГО СЫРЬЯ

М.С. Пайзуллаханов, О. Ражаматов Л. Сувонова, Б. Камапов

Ушбу мақолада Қуёш энергияси асосида электр иситгичларни синтез қилиш учун табиий энергия манбаи сифатидаги роли кўрсатилган. Қуёш энергиясини иссиқликка айлантириш асосидаги энергия қурилмаларидан иссиқлик таъминоти тизимларида фойдаланиш соҳасини ривожланишига таниқли олимларнинг ишлари келтирилган. Қуёш энергиясини иссиқликка айлантириш натижасида қуёш энергетик қурилмалардан иборат мажмуасидан фойдаланиб, юқори ҳароратли электр иситгичлар тайёрлашда энергия истеъмолига мос равишда автоматик бошқариш ҳисобига иш унумдорлигини ошириш, мазкур конструкцияларнинг қўлланиши юқори ҳароратли электр иситгичлар тайёрлашда ва фойдаланишдаги сарф бўладиган капитал харажатларни камайтириш имконияти. Электр иситгичларнинг ўзига хос ҳусусияти уларнинг электр қаршилиги, хона ҳароратида максимал ва минимал ҳолатга чиқиши, иситгичларни танлаш ва уларни гуруҳларга бўлиш. Юқори ҳароратли электр иситгичнинг қаршилиги 1000-1500 °С ишчи қисмининг барқарор ҳолатидаги доимий ҳароратида очиқ майдонда ўлчаш натижалари. Электр иситгичларни бошқа муҳитларда ҳам фойдаланиш мумкинлиги. Хромит лантанга нисбатан энг кам тажасуеуеор моддалар, атмосферада иситгичлар 1200°С гача бўлгандага газлар. Қисқартирилган кислороднинг босими 100 Ра дан кам бўлганда, ушбу газсимон муҳитда 1400°С бўлган ҳароратда ишлаш мумкинлиги. Қўлайликлари, осон ва тез алмаштирилиши, узлуксиз ва циклик режимда ишлаши, оксидловчи атмосферада 1800°С гача қиздирилиши, иш вақтида электр ҳусусиятларининг барқарорлиги (қарши йўқлиги) – эски ва янги иситиш элементлари биргаликда ишлатиш мумкинлиги, бутун ҳарорат оралигида ишлаш имконияти (хонадан максималгача) келтирилган. Бундан ташқари юқори ҳароратли хромит лантан асосидаги электронагревателларнинг түрлари, хромит лантан асосидаги юқори ҳароратли электр иситиш элементлари керамика материалидан ясалганлиги, электр ўтказувчан ва тўғридан – тўғри хона ҳароратидан резистив иситиш имкониятлари, хромит лантан асосидаги иситгичлар ҳаво билан ишлайдиган электр қаршилиқ печларида ишлатилади ва 1700°С гача, баъзи ҳолларда 1800°С гача бўлган ҳароратда иссиқлик

жараёнларини таъминлашни. Иситгичлар доимий ва даврий ишларда, циклар оралигида тўлиқ совитиши билан ишлатилишлари келтирилган.

В данной статье обсуждается роль солнечной энергии как природного источника энергии для синтеза электронагревателей. Представлены работы известных ученых по развитию области использования энергетических устройств на основе солнечной энергии в системах теплоснабжения. В результате преобразования солнечной энергии в тепло можно повысить производительность за счет автоматического регулирования расхода энергии при изготовлении высокотемпературных электронагревателей с использованием набора солнечных энергетических устройств, использование этих конструкций для снижения капитальных затрат при изготовлении и эксплуатации высокотемпературных электронагревателей. Отличительной особенностью электронагревателей является их электрическое сопротивление, максимальное и минимальное состояние при комнатной температуре, выбор нагревателей и их разделение на группы. Сопротивление высокотемпературного электронагревателя является результатом измерений в открытом поле при постоянной температуре 1000-1500°C в установившемся состоянии рабочей части. Электрические обогреватели можно использовать и в других помещениях. Хромит - наименее агрессивное вещество по сравнению с лантаном, газами в атмосфере при температуре нагревателей до 1200°C. Когда пониженное давление кислорода составляет менее 100 Па, можно работать при температуре 1400°C в этой газовой среде. Удобство, простая и быстрая замена, непрерывная и циклическая работа, нагрев в окислительной атмосфере до 1800°C, стабильность электрических свойств во время работы (отсутствие старения) - возможность использования старых и новых тепло электронагревателей вместе, возможность работы в целом температурном диапазоне (от комнатного до максимального). Кроме того, типы высокотемпературных электрических мешалок на основе хромита лантана, высокотемпературные электрические нагревательные элементы на основе хромита лантана изготовлены из керамического материала, возможности проводящего и резистивного нагрева непосредственно от комнатной температуры, нагреватели на основе хромита лантана используются в электрические печи сопротивления с воздушным приводом и до 1700 °C, некоторые обеспечивают термические процессы при температурах до 1800 °C в ящиках. Заявлено, что нагреватели могут использоваться в непрерывном и прерывистом режиме с полным охлаждением между циклами.

This article discusses the role of solar energy as a natural energy source for the synthesis of electric heaters. The work of famous scientists on the development of the field of using energy devices based on solar energy in heat supply systems is presented. As a result of converting solar energy into heat,

productivity can be increased by automatically adjusting energy consumption in the manufacture of high-temperature electric heaters using a set of solar energy devices, using these structures to reduce capital costs in the manufacture and operation of high-temperature electric heaters. A distinctive feature of electric heaters is their electrical resistance, maximum and minimum conditions at room temperature, the choice of heaters and their division into groups. The resistance of a high-temperature electric heater is the result of measurements in an open field at a constant temperature of 1000-1500°C in a steady state of the working section. Electric heaters can be used in other rooms as well. Chromite is the least aggressive substance in comparison with lanthanum, gases in the atmosphere at heater temperatures up to 1200°C. When the oxygen reduced pressure is less than 100 Pa, it is possible to operate at 1400°C in this gaseous environment. Convenience, simple and quick replacement, continuous and cyclic operation, heating in an oxidizing atmosphere up to 1800°C, stability of electrical properties during operation (no aging) - the possibility of using old and new electric heaters together, the ability to work in the whole temperature range (from room temperature to the maximum). In addition, lanthanum chromite high temperature electric stirrer types, lanthanum chromite high temperature electric heating elements are made of ceramic material, conductive and resistive heating capabilities directly from room temperature, lanthanum chromite heaters are used in air driven resistance electric furnaces and up to 1700 °C, some provide thermal processes at temperatures up to 1800 °C C in boxes. It is stated that the heaters can be used continuously and intermittently with full cooling between cycles.

Введение. Соединение кремния с углеродом - муассанит встречается в природе очень редко. Карбид кремния получают спеканием наиболее высокой чистоты оксида кремния с углеродом в графитовой электрической печи Ачесона при высокой температуре 1600—2500 °С. При этом протекает химическая реакция



Примесями в карбиде кремния, полученного таким образом являются азот и алюминий, они влияют на электропроводность полученного материала [1].

Известны также другие методы получения карбида кремния. Например, кристаллы карбида кремния высокого качества получают посредством процесса Лелли, в котором порошкообразный SiC возгоняется в атмосфере аргона при 2500 °С и осаждается на более холодной подложке в виде чешуйчатых монокристаллов размерами до 2×2 см.[2]. Также кубический SiC может быть получен химическим осаждением паров [3]. Чистый карбид кремния также может быть получен путём термического разложения полимера поли-метилсилана (SiCH₃)_n, в атмосфере

НАУЧНЫЕ СООБЩЕНИЯ

инертного газа при низких температурах [4]. Были получены тонкодисперсные порошки карбида кремния посредством обработки рисовой шелухи в печах электрического [5,6] и солнечного нагрева [7]. Карбид кремния получали из кремнезема [8], плавленого на солнечной печи кварцита в среде углерода [9].

Карбид кремния получают также дуговыми методами [10,11]. Изучена возможность получения карбида кремния в потоке высокоэнергичных пучков ионов в [12, 13] и влияние морфологии углеродного сырья на свойства получаемого карбида кремния [14,15].

Однако, как показывает анализ такие методы энергоемки и обуславливают высокие цены карбида кремния. Нам кажется интересным использование диатомита, содержащего в своем составе диоксид кремния как сырье для получения карбида кремния. Предполагается, что в силу тонкой дисперсности диатомита как минерала океанического происхождения получаемый продукт карботермического восстановления будет также иметь тонкую дисперсность. А тонкая дисперсность обуславливает особые свойства карбида кремния как полупроводникового и огнеупорного, так и абразивного материала [16].

В данной работе будет изучена возможность получения карбида кремния из диатомита в смеси с коксом при нагреве потоком концентрированного солнечного излучения высокой плотности. Минеральные породы диатомита из месторождения Паркент, что находится в 50 км расстояния к востоку от города Ташкента представлены химическим составом, представленным в таблице 1.

Таблица 1.

Химический состав Паркентского диатомитового материала.

Оксиды	MgO	Al ₂ O ₃	SiO ₂	K ₂ O	CaO	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	ZrO ₂	п.п.п
Вес. %	1.87	7,72	78.36	2.28	1.66	0.42	4,26	0.21	3.18

Как следует из таблицы 1, в диатомитовой породе преобладающими компонентами являются оксиды кремния, алюминия и железа. По видимому, диатомитовые породы в смеси с глинистым и кремнистым материалом представляют из себя рыхлые или цементированные кремнистые отложения, белого, светло-серого или желтоватого цвета, обладают большой пористостью, малым объёмным весом, хорошими адсорбционными и теплоизоляционными свойствами. Диатомит обладает увеличенной сорбционной ёмкостью по железу, марганцу и тяжёлым металлам. Априори предполагается, что присутствие оксидов алюминия и железа будут играть роль связующего буферного слоя в межзеренных границах и благоприятно способствовать снижению температуры спекания карбид кремниевый материал.

**«ПРОБЛЕМЫ ЭНЕРГО- И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЯ»
СПЕЦИАЛЬНЫЙ ВЫПУСК - 2022 г.**

Методология экспериментов. Для получения карбида кремния использовали смесь диатомита с коксом или углем в соответствующем стехиометрии $\text{SiO}_2:\text{C}=1:1.67$. Шихту перемешивали сухим способом в шаровой мельнице в течение 10 часов. Шихту помещали в графитовый тигель цилиндрической формы диаметром 250 мм, высотой 300 мм. Тигель нагревалась в фокальной зоне солнечной печи в потоке концентрированного солнечного излучения 200 Вт/см^2 .

За процессом нагрева материала в тигле по ходу облучения потоком концентрированного солнечного излучения наблюдали с помощью монитора тепловизора FLIR, установленного на пирометрическом помещении, что расположен на противоположной высоте фокальной зоны солнечной печи.

Рентгенофазовый анализ исходного сырья и конечных продуктов осуществляли на дифрактометре ДРОН-УМ-1 с $\text{CuK}\alpha$ -излучением (2θ -10-60 град.). При расшифровке рентгенограмм применялись справочные таблицы Я.Л. Гиллера.

Определение микроструктурных характеристик исследуемых объектов производилось на прозрачных (в проходящем свете) и полированных шлифах (в отраженном свете) на микроскопах МИН-8 и «NEOFOT-21».

После выдержки тигля под воздействием потока концентрированного солнечного излучения в течение 20-40 минут подача потока на тигель была снята закрытием затворов. Тигель остывал произвольным образом на поверхности водоохлаждаемой подложки.

Порошковый материал, высыпанный из охлажденного тигля, молотли в шаровой мельнице сухим способом. На порошках материала проводили рентгенофазовый анализ.

Результаты и обсуждение

На рис.1 приведена рентгенограмма образца, полученного на солнечной печи. На нем присутствуют несколько дифракционных максимумов с различной интенсивностью. Анализ показал, что такая дифракционная картина обусловлена наличием трех фаз - карбида кремния β - SiC с кубической сингонии с параметрами решетки $a=4,36 \text{ \AA}$ и α -SiC с гексагональной решеткой с параметрами, $a=3,07 \text{ \AA}$ $c=15,11$, а также графита С гексагональной сингонии. Точно такая же картина обнаруживает образец, полученный после обработки смеси в солнечной печи в графитовом и корундовом тиглях.

Следовательно, при определенных условиях термообработки из диатомита можно синтезировать карбид кремния - материал, необходимый для получения огнеупорных и абразивных изделий.

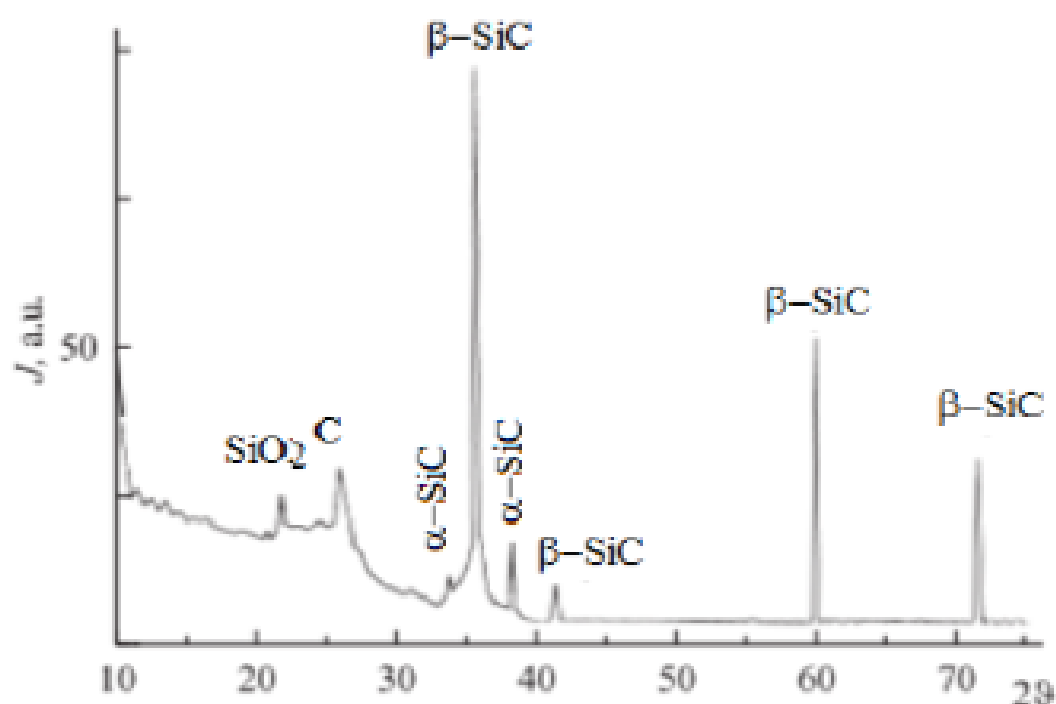


Рис.1. Рентгенограмма золы рисовой шелухи после термообработки на графитовом тигле при 1650 °С

На втором этапе экспериментов на базе полученного материала были изготавливали пироскопы в форме усеченной трехгранной пирамиды с высотой 30 mm, сторона нижнего основания 8 mm, верхнего 2mm для испытания материала на огнеупорность согласно ГОСТ 4069-69 в силитовой печи до 2000·С. В табл.2 приведены результаты испытаний образцов на огнеупорность. При этом большие значения температуры огнеупорности обнаруживает образец в безобжиговом состоянии.

Таблица 2.

Показатели огнеупорности образцов, полученных с использованием рисовой шелухи.

№	Тип образца	Температура огнеупорности, °С
1	Свежеиспечённый	1650
2	Обожженный	1580

Анализ рентгенограммы образца после обжига при 1550·С показал, что такой материал содержит в своем составе карбид кремния SiC, диоксид кремния в кристаболитной форме SiO₂, а также муллит (3Al₂O₃·2SiO₂). Кристаболитная фаза может быть образована вследствие окисления некоторой части карбида кремния SiC+O₂ — SiO₂+CO₂. При-

существование муллитовой фазы обусловлено образованием его из добавленного как связующий элемент каолинита $3(\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \rightarrow 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 + 6\text{H}_2\text{O}$. При этом соотношение интенсивностей максимумов, принадлежащих различным фазам в ряду SiC: $(3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2) : \text{SiO}_2$ составило 1: 1: 3.

Наблюдаемое ухудшение огнеупорных характеристик образцов после обжига, по-видимому, обусловлено присутствием в них кристаболита и муллита. Межфазная граница сложной формы и характера при этом играет своеобразную роль в формировании огнеупорных и абразивных характеристик массивного материала - изделия. Поэтому выбор каолина в качестве связующего не вполне оправдан.

Таким образом, из смеси диатомита с углеродными материалами (кокс, уголь, графит) в определенных условиях термообработки может быть получен карбид кремния - материал, необходимый для огнеупорного и абразивного производства. При использовании каолина в качестве связующего в карбидкремниевых изделиях их огнеупорные характеристики ухудшаются.

Литература

1. Harris, Gary Lynn. Свойства карбида кремния = Properties of silicon carbide. — United Kingdom: IEE, 1995. — 282 с. — P. 19; 170–180. — ISBN 0852968701 $\{\displaystyle \{\mathsf {SiO } \{2\}+3C\} \{\xrightarrow {1600-2500^{\circ }C}\} \ SiC+2CO!\uparrow \uparrow \uparrow \}$
2. Lely, Jan Anthony. Darstellung von Einkristallen von Silicium Carbide und Beherrschung von Art und Menge der eingebauten Verunreinigungen (нем.) // Журнал Berichte der Deutschen Keramischen Gesellschaft. — 1955. — Н. 32. — S. 229—236.
- 3 N.Ohtani, T.Fujimoto, T.Aigo, M.Katsuno, H.Tsuge, H.Yashiro. Large high-quality silicon carbide substrates (англ.) // Nippon Steel Technical Report no. 84. — 2001. Архивировано 4 марта 2012 года.
4. Вугарра, К.; Охачи, Т. Crystal growth technology. — Springer, 2003. — С. 180—200. — ISBN 3540003673.
5. J.G. Lee, I.B. Cutler. Formation of silicon carbide from rice hulls. Am. Ceram.Soc.Bull, 54 (1975), pp. 195-198.

*Представлено НИУ "Ташкентским институтом инженеров
иригации и механизации сельского хозяйства"*