

Получение, структура, свойства

УДК 546.281'261:54.057:621.785.3

А. Я. Пак*, **М. А. Рудмин**, **Г. Я. Мамонтов**,
О. А. Болотникова

Томский политехнический университет, г. Томск, Россия

**ayapak03@gmail.com*

Электродуговой синтез и очистка от углеродных примесей кубического карбида кремния в воздушной атмосфере

Представлен метод получения кубической фазы карбида кремния β -SiC путем отжига в воздушной среде порошкового продукта электродугового синтеза, состоящего из β -SiC, графита и небольшого количества кремния. Благодаря высокой стойкости β -SiC к окислению в воздушной среде удалось произвести его очистку в процессе горения фазы графита в температурном интервале ~ 700 – 900 °С. По данным рентгеновской дифрактометрии получен порошковый материал с содержанием β -SiC близким к 99 % (по объему), при этом, согласно результатам растровой электронной микроскопии, β -SiC характеризуется широким (от $\sim 0,1$ до ~ 10 мкм) распределением частиц по размерам и типичной для данной фазы формой кристаллов. Метод электродугового синтеза β -SiC и его последующей очистки до коммерческой чистоты впервые реализован в воздушной среде без применения защитных инертных газов.

Ключевые слова: карбид кремния, электродуговой синтез, термический анализ, воздушная среда.

ВВЕДЕНИЕ

Карбид кремния имеет ряд важных для науки и техники свойств: высокую твердость, стойкость к окислению в воздушной среде, коррозионную и радиационную стойкость, высокую теплопроводность и др. [1, 2]. Такие свойства материала делают его перспективным для применения во множестве отраслей [3, 4], в том числе в аэрокосмической – в качестве основы для получения высокотемпературной сверхтвердой керамики [5]. В настоящее время материалы на основе карбида кремния получают в научно-исследовательских целях с использованием различных экспериментальных установок, таких как CVD-установки [6], электродуговые системы [7], плазмотроны [8], различные печи [9, 10].

Ввиду потенциально высокой производительности и простоты реализации [11] набирает популярность электродуговой метод синтеза карбида кремния

© А. Я. ПАК*, М. А. РУДМИН., Г. Я. МАМОНТОВ, О. А. БОЛОТНИКОВА, 2018

[12, 13]. Основными недостатками метода считают широкое распределение частиц по размерам, загрязнение продукта синтеза, в частности материалом электродов [14], высокая для промышленных объемов стоимость производства из-за потребления защитных инертных газов, дорогостоящих прекурсоров и катализаторов, использования вакуумного оборудования [15]. Таким образом, в рамках развития электродугового метода синтеза карбида кремния должны быть решены следующие научно-технические задачи: реализация процесса синтеза без применения катализаторов, с минимальным или нулевым потреблением защитных инертных газов, получение продукта с минимальным содержанием примесей.

В рамках развиваемого в Томском политехническом университете электродугового метода синтеза карбида кремния в воздушной среде, без применения каких-либо инертных газов, получен порошок, состоящий преимущественно из β -SiC, графита и незначительной примеси кубической фазы кремния. При этом загрязнение продукта углеродными примесями вследствие электрической эрозии электродов является значительным недостатком разрабатываемого метода. Установлено, что указанный недостаток можно ликвидировать за счет термической обработки полученного материала в воздушной атмосфере.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве исходных материалов (прекурсоров) использовали углеродные волокна с поперечными размерами ~ 10 – 15 мкм и длиной 100 – 200 мкм, а также порошок кремний (кубической модификации) со средними размерами частиц 5 – 10 мкм. Исходные компоненты смешивали в массовом соотношении Si:C равном $2:1$ в пластиковой посуде путем относительно недолгого (~ 10 мин) воздействия на нее возвратно-поступательных движений с частотой 2 – 3 Гц и амплитудой колебаний 10 см. Приготовленную таким образом исходную смесь помещали между графитовыми электродами, находящимися в герметичном реакторе, заполненном воздухом, при давлении $0,5$ атм. Катод подключали посредством силового медного кабеля к отрицательному полюсу источника электропитания, положительную клемму соединяли с графитовым анодом, являющимся графитовым стержнем квадратного сечения. В качестве источника электропитания использовали выпрямительно-инверторный сварочный трансформатор со встроенным преобразователем частоты и регулятором выходного постоянного тока. В исходном состоянии электроды подводили друг к другу до установления электрического контакта, после чего разводили на расстояние 4 мм, образуя разрядный промежуток. В результате воздействия плазмы электрической дуги на исходную смесь кремния и углерода осуществлялся синтез карбида кремния. В процессе работы электродуговой установки в течение 5 – 20 с при токе 165 А графитовый анод подвергается значительной электрической эрозии, массу эродированного углерода определяли путем взвешивания электрода до и после проведения эксперимента.

Для аналитических исследований получаемого продукта было проведено три эксперимента по воздействию плазмы электрической дуги на исходную смесь кремния и углерода при токе 165 А и времени воздействия 10 с. Порошковый продукт собирали со стенок реактора и поверхности электродов после отключения электропитания установки, полученный материал взвешивали и складировали в пластиковой таре. Таким способом было получено ~ 1 г порошкового продукта. Для измерения массы синтезированных порош-

ковых продуктов и электродов использовали весы, обеспечивающие точность взвешивания $\pm 0,05$ г.

Термический анализ небольшого (несколько миллиграммов) количества продукта проводили в воздушной среде в диапазоне температур от комнатной до 900 °С при помощи системы синхронного анализа: дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), дифференциально-термического анализа (ДТА), термогравиметрического анализа (ТГ) на приборе Netzsch STA 449 F3 Jupiter. Разрешающая способность используемого прибора при измерении температуры составляет 10^{-3} °С, при измерении массы – 10^{-6} г. Весь синтезированный материал помещали на корундовую подложку в атмосферной печи резистивного типа марки ЭКПС-10 мощностью 2,8 кВт. Печь была предварительно запрограммирована на проведение трехступенчатого процесса:

- нагрев до 900 °С со скоростью 30 °С/мин;
- поддержание температуры 900 °С в течение $0,5$ ч;
- естественное охлаждение при отключении электропитания нагревателей.

Погрешность поддержания температуры согласно паспортным данным печи составляет ± 4 °С.

Фазовый состав полученного в результате электродугового процесса, а также последующего отжига продукта, как и смесь исходных компонентов, анализировали на рентгеновском дифрактометре Shimadzu XRD7000s (CuK α -излучение) в диапазоне $2\theta = 20$ – 80 град. Непосредственно перед проведением анализа рентгеновский дифрактометр калибровали стандартными программными и аппаратными средствами, а также с помощью кремниевого эталона, в результате погрешность определения положения дифракционных максимумов составила не более $\pm 0,03$ град. Качественный анализ проводили сравнивая положения дифракционных максимумов экспериментально снятых картин с эталонными из базы структурных данных PDF4+. Оценку количественного фазового состава проводили при помощи программного пакета полнопрофильного анализа Powder Cell 2.4.

Морфологию частиц в составе продукта анализировали при помощи растрового электронного микроскопа Hitachi TM3000 (разрешение – 30 нм), растрового электронного микроскопа JEOL JSM 7500FA (разрешение – $\sim 1,0$ нм); химический состав материала определяли энергодисперсионным анализатором (EDS) Oxford X-Max-50 с Si/Li кристаллическим детектором на базе растрового электронного микроскопа Tescan Vega 3 SBU (ускоряющее напряжение было 20 кВ, интенсивность тока зонда – в пределах 12 – 13 нА, фокусное расстояние – 15 мм, разрешение – 10 – 15 нм).

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

На рис. 1 представлены картины рентгеновской дифракции исходной смеси углеродных волокон и кремния, а также продуктов, полученных в процессе проведения серии экспериментов. На дифрактограмме исходной смеси (см. рис. 1, а) идентифицированы высокоинтенсивные максимумы, соответствующие кристаллической фазе кремния кубической модификации. Углеродная составляющая исходной смеси представлена на рентгеновской дифрактограмме аморфным гало в диапазоне $2\theta = 23$ – 28 град. Как видно на рис. 1, а, другие дифракционные максимумы, кроме тех, что соответствуют кубической фазе кремния и рентгеноаморфному углероду, не обнаружены. Картина рентгеновской дифракции продукта, синтезированного в плазме электриче-

ской дуги постоянного тока (см. рис. 1, б), кардинально отличается от полученной для исходной смеси кремния и углерода (см. рис. 1, а):

- основные дифракционные максимумы принадлежат фазе β -SiC, синтезированной в процессе работы электродуговой системы;
- практически на уровне следов и фона регистрируются максимумы фазы исходного кремния;
- отсутствует аморфное гало, соответствующее исходному углероду;
- идентифицируется серия дифракционных максимумов, соответствующих двум графитовым структурам, отличающимся параметрами кристаллической решетки.

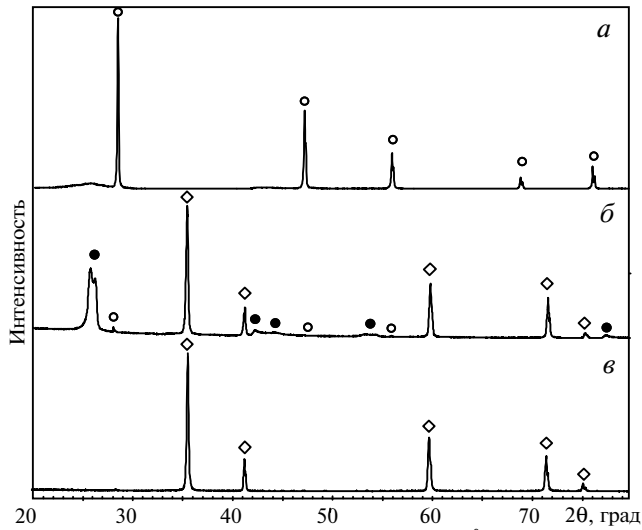


Рис. 1. Спектры рентгеновской дифракции ($\lambda = 1,54060 \text{ \AA}$) исходной смеси кремния и углеродных волокон (а), продукта, полученного в плазме электрической дуги постоянного тока (б), и карбида кремния, очищенного в воздушной среде от углеродных примесей при температуре $900 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 0,5 ч (в): Si (o), C (●), SiC (◇).

Картина рентгеновской дифракции продукта электродугового синтеза (см. рис. 1, б) позволяет сделать несколько очевидных выводов:

- в процессе горения дугового разряда формируется фаза β -SiC;
- практически в полном объеме расходуется исходный кремний, вступая в связь с углеродом;
- рассматриваемая система Si–C характеризуется избытком углерода относительно стехиометрии карбида кремния SiC.

Согласно известной диаграмме состояний системы Si–C [16], представляется естественным при атомном соотношении $\text{C/Si} > 1,0$ получение в составе продукта синтеза карбида кремния и углеродных фаз. В свою очередь, соотношение $\text{C/Si} > 1,0$ возникает в процессе работы экспериментальной установки из-за электрической эрозии анода под действием постоянного тока и переноса эродированной массы в зону, где находится исходная смесь кремния и углерода с атомным соотношением C/Si относительно близким к 1,0 [17]. Загрязнение продукта синтеза материалом электроэрозии электродов считается одним из основных недостатков электродугового метода [14]. Возможность очистки полученного в настоящей работе карбида кремния от графитовых примесей демонстрируют картины рентгеновской дифракции исходных продуктов и после их прогрева (см. рис. 1, в). Видно, что после прогрева об-

разца при температуре 900 °С в течение 0,5 ч на дифрактограмме однозначно идентифицируются пять максимумов, соответствующих β -SiC, и лишь на уровне фона едва заметен один пик при $\sim 28,5$ град, который может соответствовать кубической фазе кремния.

По базе структурных данных PDF4+ подобраны наиболее близкие из известных эталонные фазы к обсуждаемым в настоящей работе кристаллическим структурам. Идентифицированная фаза β -SiC соответствует карточке базы данных [ICDD № 00-029-1129] в пределах возможной погрешности определения параметров решетки в процессе анализа результатов рентгеновской дифрактометрии; кубическая фаза кремния соответствует [ICDD № 01-071-4631]; графита – [ICDD № 01-075-1621 и ICDD № 00-058-1638]. Следует отметить, что точная идентификация графитоподобных углеродных кристаллических структур крайне маловероятна из-за огромного количества близких по структуре эталонных фаз в базе данных, однако в данной работе такая неточность несущественна ввиду отсутствия цели получения и изучения графита.

Результаты количественного рентгенофазового анализа состава полученных продуктов синтеза приведены в таблице. Согласно оценке, проведенной при помощи программы Powder Cell 2.4, продукт электродугового синтеза содержит 71,3 %* графита, 0,3 % кремния, 28,4 % карбида кремния, очищенный термическим воздействием продукт состоит из 99,7 % карбида кремния и 0,3 % кремния. Следует отметить, что результаты количественного анализа исходной смеси кремния и углерода не приведены ввиду некорректности оценки соотношения кристаллической и рентгеноаморфной фаз рассматриваемым методом.

Результаты оценки количественного состава продукта синтеза на различных этапах эксперимента

Фаза	ICDD card	Содержание фазы, % (по объему)	
		рис. 1, б	рис. 1, в
C (graphite)	01-075-1621	71,3	0
	00-058-1638		
Si	01-071-4631	0,3	0,3
SiC	00-029-1129	28,4	99,7

Результаты термического анализа продукта электродугового синтеза согласуются с данными рентгеновской дифрактометрии. Судя по ТГ-кривой (рис. 2), в течение первых 50 мин нагрева масса образца остается неизменной, это время соответствует достижению температуры ~ 550 °С. В процессе нагрева масса образца снижается на 52 % в ходе экзотермического процесса. Согласно ДСК-кривой, выделение энергии совпадает со снижением массы образца, максимум теплового потока достигается при температуре 806 °С, за начало процесса можно принять температуру 680 °С, за окончание – 900 °С. По этим данным можно судить о горении графитовой фазы на воздухе с образованием газообразных оксидов углерода.

Полученные с помощью термического анализа данные позволили определить условия выделения фазы карбида кремния из синтезированного порошкового продукта при его нагреве в атмосферной печи. Синтезированный порошок в количестве 0,6 г равномерно распределяли по корундовой подложке

* Здесь и далее содержание элементов приведено в % (по объему).

площадью 10 см^2 и помещали в атмосферную печь резистивного типа. Длительность процесса нагрева и выдержки при температуре $900 \text{ }^\circ\text{C}$ составила $\sim 1 \text{ ч}$. После термической обработки образец сменил окраску с черно-серой на темно-зеленую, что можно считать визуальным подтверждением изменения состава образца.

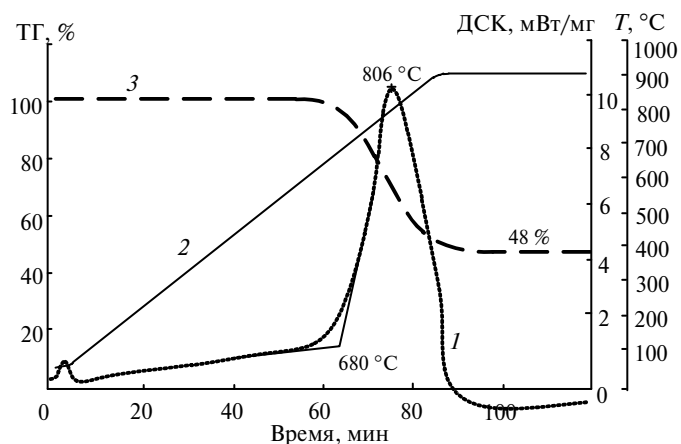


Рис. 2. Результаты синхронного ДСК/ДТА/ТГ-анализа: ДСК (1), ДТА (2), ТГ (3).

По данным растровой электронной микроскопии продукта электродугового синтеза (рис. 3) можно выделить в его составе четыре основных морфологических типа частиц. Частицы первого типа (см. рис. 3, *a*) – это достаточно крупные кристаллы со средними размерами до $10\text{--}15 \text{ мкм}$ и типичной для $\beta\text{-SiC}$ формой [18]. Частицы второго типа – это углеродные волокна, используемые в качестве исходного реагента для синтеза продукта, на снимке (см. рис. 3, *a*) видно, что волокна частично покрываются кристаллами карбида кремния, вероятно, в процессе их роста на поверхности углеродных волокон. Частицы третьего типа – это объекты с неразличимой морфологией, возможно соответствующие фазе электроэрозионного графита. Частицы четвертого типа (см. рис. 3, *a, б*) – это кристаллические объекты со средними размерами $\sim 100 \text{ нм}$, которые могут соответствовать фазе $\beta\text{-SiC}$.

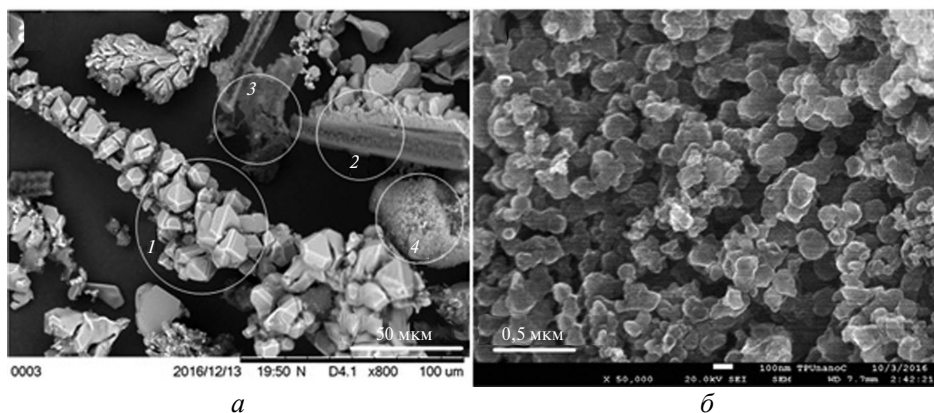


Рис. 3. Снимки продукта электродугового синтеза, полученные при помощи растрового электронного микроскопа с разным увеличением (*a, б*): 1 – крупные кристаллы со средними размерами до $10\text{--}15 \text{ мкм}$ и типичной для $\beta\text{-SiC}$ формой; 2 – углеродные волокна; 3 – фаза электроэрозионного графита; 4 – объекты со средними размерами $\sim 100 \text{ нм}$.

Широкое распределение частиц синтезируемой фазы по размерам может быть объяснено неравномерными параметрами синтеза как в рабочем объеме электродугового реактора, так и непосредственно в объеме плазменного факела электрического разряда. Такое распределение считается одним из характерных недостатков методов синтеза материалов, основанных на генерации плазмы [14].

По данным растровой электронной микроскопии продукта, очищенного высокотемпературным (до 900 °С) воздействием от углеродных примесей, происходит выделение фазы β -SiC в виде кристаллических объектов как микронного диапазона, так и наноразмерного (рис. 4). Не обнаружены объекты, идентифицированные как углеродные (графитовые) волокна и электроэрозийный графит. Эти данные согласуются с результатами рентгеновской дифрактометрии (см. рис. 1, б, в). Таким образом, можно сделать вывод о сохранении наноразмерной компоненты фазы β -SiC в составе продукта после его очистки от графитовых загрязнений в процессе горения в воздушной среде. Такой результат является ожидаемым ввиду известной стойкости карбида кремния к высоким температурам, в том числе в присутствии газообразного кислорода [1–4].

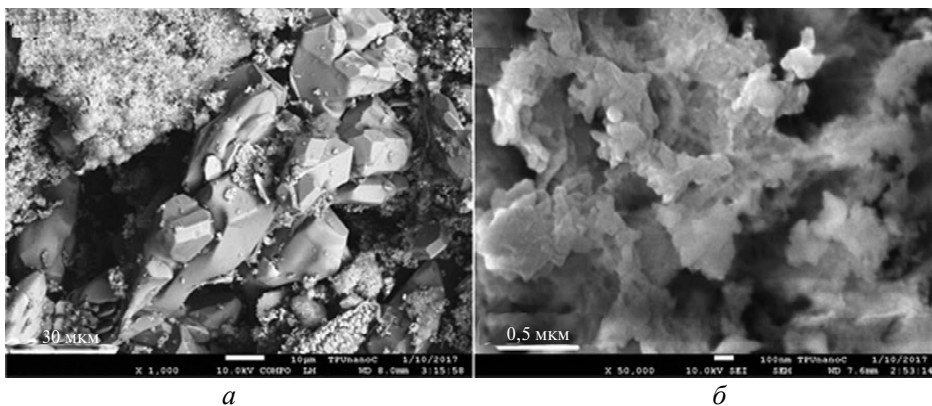


Рис. 4. Снимки, полученные при помощи растрового электронного микроскопа с разным увеличением (а, б), продукта электродугового синтеза после нагрева до 900 °С в воздушной среде.

На рис. 5, в приведен типичный энергодисперсионный спектр продукта электродугового синтеза после нагрева до 900 °С в воздушной среде, а на рис. 5, а, б – соответствующие ему снимки, полученные при помощи растрового электронного микроскопа. По результатам серии измерений установлено, что материал состоит из кремния, углерода и кислорода, при этом энергодисперсионные спектры, полученные как со скоплений кристаллов правильной формы с размерами 10–15 мкм, так и агломератов наноразмерной фракции, практически неразличимы между собой. Присутствие кислорода можно объяснить наличием адсорбированного кислорода воздуха, а также поверхностным окислением кристаллов карбида кремния с образованием аморфного слоя SiO_x [19–21].

Для сравнения разрабатываемого метода с известными аналогами проведен литературный обзор и выбраны две наиболее близкие по технической реализации экспериментальные электродуговые методы получения карбида кремния. В [12] в плазме дуги постоянного тока синтезировали наноразмерную фракцию в виде волокон фазы β -SiC. Процесс синтеза проводили в среде

гелия при давлении 25 кПа, рабочем токе 25–30 А в течение 15 мин, для формирования электродной системы электроразрядной установки использовали стержень из карбида кремния и графитовые цилиндры. Аналогичным методом, но при других режимных параметрах (при давлении 20 кПа, токе 50–60 А, длительности синтеза 5 мин) получен порошок на основе β -SiC в [13]. Представленный метод в сравнении с известными аналогами характеризуется несколькими явными преимуществами. Отсутствие системы формирования инертной защитной газовой среды в составе лабораторной установки позволяет ожидать получения положительного экономического эффекта [22], несмотря на отсутствие детализированных технико-экономических обоснований. Согласно литературным данным, воздушная среда активно используется в последние годы в качестве газовой среды электродуговых реакторов постоянного тока в процессе синтеза углеродных ультрадисперсных материалов [23–24]. Длительность рабочего цикла системы, согласно разрабатываемому методу, составляет ~ 10 с, что обеспечивает производительность до 1 г/мин (не считая времени на техническое обслуживание установки и подготовку эксперимента). При близких режимных параметрах производительность известных аналогов составляет 0,1–0,3 г/мин (до 18 г/ч) [25]. Более высокая, в сравнении с аналогами, производительность связана с отсутствием необходимости электроэрозионной наработки материала вследствие введения исходных компонентов синтеза в разрядный промежуток.

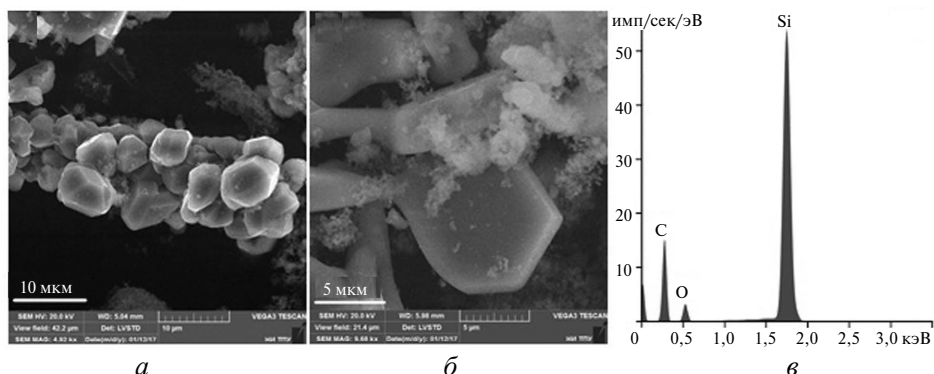


Рис. 5. Снимки, полученные при помощи растрового электронного микроскопа с разным увеличением (а, б), и энергодисперсионный спектр (в) продукта электродугового синтеза после нагрева до 900 °С в воздушной среде.

Полученный продукт после очистки в атмосферной печи, согласно данным рентгеновской дифрактометрии и энергодисперсионного анализа, соответствует мировым научным результатам в рамках рассматриваемого метода [12–13]: β -SiC идентифицируется однозначно как основная кристаллическая фаза с незначительными на уровне фона примесями других кристаллических фаз [13], содержит помимо кремния и углерода небольшое количество кислорода [12]; при этом очищенный продукт не содержит несвязанного кремния и углерода, что является характерным недостатком лабораторных плазменных электродуговых установок [26, 27]. Меньшая длительность процесса синтеза, согласно разрабатываемой методике, обеспечивает более высокую энергоэффективность процесса в сравнении с аналогами, несмотря на большее значение рабочей силы тока. Использование графитовых цельных электродов, в отличие от составных, обеспечивает одновременно простоту их изготовления и возможность очистки продукта синтеза от электроэрозионных загрязнений за счет сжигания графита.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Главной особенностью успешно реализованного синтеза кубического карбида кремния в плазме электрической дуги постоянного тока является использования в реакторе воздушной среды с пониженным (0,5 атм) давлением. Такой подход потенциально может обеспечить положительный экономический эффект, а также относительно высокую производительность метода.

Недостатками разработанного метода, как и ряда других, основанных на генерации плазмы, являются широкое (от 0,1 до 10–15 мкм) распределение частиц по размерам, загрязнение продукта графитом вследствие электрической эрозии анода, а также неполная переработка углеродных волокон, являющихся источником исходного углерода. Последнее ликвидируется очисткой продукта до чистоты свыше 99 % в процессе сжигания графитовых загрязнений в атмосферной печи.

Отсутствие технико-экономических обоснований и расчетов не позволяет рассматривать разработанный метод на данном этапе как основу для промышленного производства карбида кремния.

Авторы благодарят сотрудников Наносцентра ТПУ за возможность проведения исследований с помощью электронного микроскопа Jeol JSM 7500FЮ, с помощью рентгеновского дифрактометра Shimadzu XRD 7000s – М. С. Сыртанова, синхронных ДСК/ДТА/ТГ-измерений на приборе Netzsch STA 449 F3 Jupiter – А. А. Дитца.

Представлено метод отримання кубічної фази карбиду кремнію β -SiC відпалом в повітряному середовищі порошкового продукту електродугового синтезу, що складається з β -SiC, графіту і невеликої кількості кремнію. Завдяки високій стійкості β -SiC до окислення в повітряному середовищі його вдалося очистити в процесі горіння фази графіту в температурному інтервалі ~ 700 – 900 °C. За даними рентгенівської дифрактометрії отримано порошковий матеріал з вмістом β -SiC близьким до 99 % (за об'ємом), при цьому за результатами растрової електронної мікроскопії β -SiC характеризується широким (від $\sim 0,1$ до ~ 10 мкм) розподілом частинок за розмірами і типовою для даної фази формою кристалів. Метод електродугового синтезу β -SiC і його подальшого очищення до комерційної чистоти вперше реалізовано в повітряному середовищі без застосування захисних інертних газів.

Ключові слова: карбід кремнію, електродуговий синтез, термічний аналіз, повітряне середовище.

The method is presented of producing a cubic phase of the silicon carbide β -SiC by annealing in the air a powder product of the electroarc synthesis, which consists of β -SiC, graphite and a small amount of silicon. Thanks to a high stability of β -SiC to the oxidation in the air we succeeded in the purification of it during the process of combustion of the graphite phase burning in the temperature interval of ~ 700 – 900 °C. According to the X-ray diffractometry, the obtained powder material contains β -SiC with the content close to 99 % (by volume). In this case according to the results of the scanning electron microscopy, β -SiC is characterized by a wide (from ~ 0.1 to ~ 10 mm) distribution of particles by size and typical shape for this phase crystals. The method of the electroarc synthesis of β -SiC and its subsequent purification to the commercial purity for the first time is realized in the air without the use of protective inert gases.

Keywords: silicon carbide, electroarc synthesis, thermal analysis, air.

1. 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. – 72. – P. 1–60.
2. Андриевский П. А. Наноразмерный карбид кремния: синтез, структура, свойства // Успехи химии. – 2009. – № 78. – С. 889–900.
3. Pichon T., Barreteau R., Soyris P., Foucault A., Parenteau J. M., Prel Y. CMC thermal protection system for future reusable launch vehicles: Generic shingle technological maturation and tests // Acta Astronaut. – 2009. – 65. – P. 165–176.

4. *Leleu F., Ph. Watillon, Moulin J., Lacombe A., Ph. Soyris.* The thermos-mechanical architecture and TPS configuration of the pre-X vehicle // *Ibid.* – 2005. – **56**. – P. 453–464.
5. *Agarwal S., Sarkar S., Das M., Dixit A.* Tribo-mechanical characterization of spark plasma sintered chopped carbon fibre reinforced silicon carbide composites // *Ceram. Int.* – 2016. – **42**. – P. 18283–18288.
6. *Qiang X., Li H., Zhang Y., Tian S., Wei J.* Synthesis of SiC/SiO₂ nanocables by chemical vapor deposition // *J. Alloys Comp.* – 2013. – **572**. – P. 107–109.
7. *Liu X. M., Yao K. F.* Large-scale synthesis and photoluminescence properties of SiC/SiO_x nanocables // *Nanotechnology.* – 2005. – **16**. – P. 2932–2935.
8. *Tong L., Reddy R. G.* Thermal plasma synthesis of SiC nano-powders/nano-fibers // *Mater. Res. Bull.* – 2006. – **41**. – P. 2303–2310.
9. *Luo X., Ma W., Zhou Y., Liu D., Yang B., Dai Y.* Synthesis and photoluminescence property of silicon carbide nanowires via carbothermic reduction of silica // *Nanoscale Res. Lett.* – 2010. – **5**. – P. 252–256.
10. *Chen J., Wu R., Yang G., Pana Y., Lin J., Wu L., Zhai R.* Synthesis and photoluminescence of needle-shaped 3C–SiC nanowires on the substrate of PAN carbon fiber // *J. Alloys Comp.* – 2008. – **456**. – P. 320–323.
11. *Мухайлов Б. И.* Электродуговые плазмохимические реакторы раздельного, совмещенного и раздельно-совмещенного типов // *Теплофизика и аэромеханика.* – 2010. – № 3. – С. 1–16.
12. *Li Y. B., Xie S. S., Zou X. P., Tang D. S., Liu Z. Q., Zhou W. Y., Wang G.* Large-scale synthesis of β -SiC nanorods in the arc-discharge // *J. Crystal Growth.* – 2001. – **223**. – P. 125–128.
13. *Li Y., Xie S., Wei B., Lian G., Zhou W., Tang D., Zou X., Liu Z., Wang G.* Aligned small α -SiC nanorods on β -SiC particles grown in an arc-discharge // *Solid State Comm.* – 2001. – **119**, N 1. – P. 151–153.
14. *Ремпель А. А.* Нанотехнологии, свойства и применение наноструктурированных материалов // *Успехи химии.* – 2007. – **474**, № 76. – С. 474–500.
15. *Yanjie Su, Yafei Zhang.* Carbon nanomaterials synthesized by arc discharge hot plasma // *Carbon.* – 2015. – **83**. – P. 90–99.
16. *Kimoto T.* Bulk and epitaxial growth of silicon carbide // *Prog. Cryst. Growth Charact. Mater.* – 2016. – **62**. – P. 329–351.
17. *Arora N., Sharma N. N.* Arc discharge synthesis of carbon nanotubes: Comprehensive review // *Diamond Relat. Mater.* – 2014. – **50**. – P. 135–150.
18. *Eom J. H., Kim Y. W., Song I. H.* Effects of the initial α -SiC content on the microstructure, mechanical properties, and permeability of macroporous silicon carbide ceramics // *J. Eur. Ceram. Soc.* – 2012. – **32**. – P. 1283–1290.
19. *Li X., Chen X., Song H.* Synthesis of β -SiC nanostructures via the carbothermal reduction of resorcinol–formaldehyde/SiO₂ hybrid aerogels // *J. Mater. Sci.* – 2009. – **44**. – P. 4661–4667.
20. *Liang C. H., Meng G. W., Zhang L. D., Wu Y. C., Cui Z.* Large-scale synthesis of β -SiC nanowires by using mesoporous silica embedded with Fe nanoparticles // *Chem. Phys. Lett.* – 2000. – **329**. – P. 323–328.
21. *Hao Y. J., Jin G. Q., Han X. D., Guo X. Y.* Synthesis and characterization of bamboo-like SiC nanofibers // *Mater. Lett.* – 2006. – **60**. – P. 1334–1337.
22. *Zhao J., Su Y., Yang Zh., Wei L., Wang Y., Zhang Y.* Arc synthesis of double-walled carbon nanotubes in low pressure air and their superior field emission properties // *Carbon.* – 2013. – **58**. – P. 92–98.
23. *Kim H. H., Kim H. J.* Preparation of carbon nanotubes by DC arc discharge process under reduced pressure in an air atmosphere // *Mater. Sci. Eng.* – 2006. – **133**. – P. 241–244.
24. *Su Y., Wei H., Li T., Geng H., Zhang Y.* Low-cost synthesis of single-walled carbon nanotubes by low-pressure air arc discharge // *Mater. Res. Bull.* – 2014. – **50**. – P. 23–24.
25. *Berkmans J. A., Jagannatham M., Reddy R. D., Haridoss P.* Synthesis of thin bundled single walled carbon nanotubes and nanohorn hybrids by arc discharge technique in open air atmosphere // *Diamond Relat. Mater.* – 2015. – **55**. – P. 12–15.
26. *Yu I. K., Rhee J. H., Cho S., Yoon H. K.* Design and installation of DC plasma reactor for SiC nanoparticle production // *J. Nuclear Mater.* – 2009. – **386–388**. – P. 631–633.
27. *Sivkov A., Nikitin D., Pak A., Rakhmatullin I.* Production of ultradispersed crystalline silicon carbide by plasmodynamic synthesis // *J. Superhard Mater.* – 2013. – **35**, N 3. – P. 137–142.

Поступила 22.03.17