

Energieoptimierung des Acheson-Verfahrens zur Herstellung hoch reinen Siliciumcarbids

Zusammenfassung

Der Acheson-Prozess zur großtechnischen SiC-Synthese wird mittels thermodynamischer Simulationen und Messungen bzw. Probenahme an industriellen Anlagen unter den Gesichtspunkten erhöhter Produktreinheit und Ausbeute grundlegend untersucht. Die Erniedrigung der erforderlichen elektrischen Energie pro Kilogramm SiC ist eine weitere Zielsetzung, die die Wettbewerbsfähigkeit gegenüber anderen Erzeugerländern erhöht. Begleitet werden die Untersuchungen von Laborexperimenten, die einzelne Bildungsphasen des SiC nachstellen, sowie von Experimenten in kleineren, speziell für dieses Vorhaben aufgebauten Pilot-Anlagen.

Im ersten Teil werden die umfangreichen Literaturdaten übersichtlich resümiert, wobei vor allem der neuere Stand der Technik zur Synthese nanokristalliner SiC-Materialien einfließt, soweit er Anhaltspunkte zum Acheson-Prozess liefert. Ferner wird der Vorgang der primären SiC-Bildung untersucht, der beim Aufheizen und im Anfangsstadium der komplexen Festkörper- und Gasphasenreaktionen eine wichtige Rolle spielt.

Vier Stadien der SiC-Synthese sind anhand der jeweils dominierenden chemischen Reaktionen zu unterscheiden, nämlich die Erzeugung von primärem SiC bei geringen Temperaturen, Bildung, Rekristallisation und Kornwachstum des sekundären SiC in einem mittleren Temperaturbereich, die Zersetzung des SiC bei sehr hohen Temperaturen sowie die Gasphasenkondensation von SiO(g) und CO wieder bei geringeren Temperaturen. Für die Gewinnung des technischen SiC besonders wichtig ist die Bildung und das Wachstum des Sekundären SiC sowie die thermodynamisch getriebene Zersetzung des SiC bei extremen Temperaturen bzw. unter Anwesenheit von SiO und CO. Anhand von Publikationen zur Einkristallzüchtung werden die vielfältigen Erscheinungsformen der Sekundärkristallite im Vergleich mit den thermodynamischen Berechnungen zu den Gasphasenreaktionen diskutiert. Vier Stadien der SiC-Synthese sind anhand der jeweils dominierenden chemischen Reaktionen zu unterscheiden, nämlich die Erzeugung von primärem SiC bei geringen Temperaturen, Bildung, Rekristallisation und Kornwachstum des sekundären SiC in einem mittleren Temperaturbereich, die Zersetzung des SiC bei sehr hohen Temperaturen sowie die Gasphasenkondensation von SiO(g) und CO wieder bei geringeren Temperaturen.

Auf Basis einer umfassenden Recherche nach reinen SiO₂- und Kohlenstoff-Rohstoffen, deren Analyse und Charakterisierung in Richtung einer Prozessentwicklung und der Inbetriebnahme sowie Parameterstudien von Pilotanlagen ist es in diesem Vorhaben gelungen, hoch reines SiC Pulver herzustellen. Thermodynamische Berechnungen, die Rohstoffauswahl und die daraus resultierenden Fahrweisen des Ofens liefern für die industrielle Praxis einen direkten Beitrag zur Umsetzung einer energieeffizienten Betriebsweise. Die hergeleiteten Bildungsmechanismen und die Korrelationen zur Struktur und Reinheit des produzierten SiC haben einen direkten Bezug zur Qualitätssicherung der industriellen Herstellung und Optimierung der Verfahrenstechnik. Für die überwiegend mittelständisch aufgestellte Hersteller- sowie Anwenderindustrie von SiC-Roh- und Werkstoffen stellen diese Ergebnisse einen hohen Nutzen dar. Das wissenschaftliche Ziel, die temperaturabhängige Ermittlung und Erfassung der auftretenden Phasenreaktionen und ihre Wechselwirkung mit den Ausgangsstoffen, Additiven und dem Erzeugnis unter Berücksichtigung der Produktreinheit, ist als **erreicht** zu bewerten. Das technische Forschungsziel, die Nutzung geeigneter Niedertemperatur-

Phasenreaktionen bei energetisch sinnvoller Prozessführung zur Herstellung hoch reinen SiCs, ist angewendet und im Rahmen der Pilotanlagen erfolgreich umgesetzt worden. Weiter führende Experimente hinsichtlich der Analyse und Evaluierung von zeit- und vor allem temperaturabhängigen Gasphasen-Zusammensetzungen im Herstellungsprozess würden die vorliegenden Ergebnisse noch gut ergänzen und konkretisieren. Insgesamt ist das Ziel des Vorhabens als **erreicht** zu bewerten.

Bezug zu den Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

Ausgaben für Gerätebeschaffung

Verausgabt wurden in Anlehnung an den Antrag auf kostenneutrale Mittelumwidmung vom 15.11.2011:

1. DANI Master Mikroprozessgesteuerter Gaschromatograph inkl. Säuleninjektor und Gasprobenaufgabesystem

Personaleinsatz

Der Einsatz des wissenschaftlichen und technischen Personals sowie der Einsatz der studentischen Hilfskräfte sind gerechtfertigt durch den zeitlichen Aufwand der theoretischen Prozess Simulationen, der Planung, des Aufbaus, der Inbetriebnahme und der Überwachung des Pilotofens, den zeitlichen Aufwand der Versuchsdurchführung, der Versuchsauswertung und des Berichtswesens.

Bisherige Veröffentlichungen im Zusammenhang mit dem Vorhaben

Zhou L.-Y.; Telle R.: Purifying Mechanism in the Acheson Process – A thermodynamic Study, *Mat. Sci. Forum*, 645-648 (2010) 41-44

Zhou L.-Y.; Telle R.: Synthesemechanismen von Siliciumcarbid im Acheson-Prozess Teil 1: Primäre SiC-Bildung, *cfi Ber. DKG* 89 (2012) No. 8-9, S. D11-D19, ISSN 01739913

Zhou L.-Y.; Telle R.: Synthesemechanismen von Siliciumcarbid im Acheson-Prozess Teil 2: Sekundäre SiC-Bildung, *eingereicht cfi Ber. DKG*, 6. Feb. 2013