

引文格式:冯东,刘悦,丁国强,等.碳化硅原料粉体制备的研究进展[J].航空制造技术,2025,68(3):92-101.

FENG Dong, LIU Yue, DING Guoqiang, et al. Research progress in preparation of silicon carbide raw material powder[J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2025, 68(3): 92-101.

## 碳化硅原料粉体制备的研究进展\*

冯东<sup>1</sup>,刘悦<sup>1</sup>,丁国强<sup>1</sup>,茹红强<sup>2</sup>,罗旭东<sup>1,3</sup>,游杰刚<sup>1</sup>

(1. 辽宁科技大学,鞍山 114051;

2. 东北大学,沈阳 110819;

3. 辽宁科技学院,本溪 117004)

**[摘要]** 碳化硅(SiC)材料因具有优异的物理化学性能,已被广泛应用于航空航天、工程陶瓷和半导体等领域。目前, SiC 粉体的合成方法众多,其中碳热还原法是工业生产 SiC 粉体的主要方法,但在生产过程中, SiC 粉体的颗粒度和杂质含量均会影响最终产物的各项性能。因此,如何对 SiC 粉体进行细化和纯化处理成为制备高性能 SiC 材料需要探索的问题。本文首先介绍了 SiC 粉体合成技术的种类、原理和特点;然后,详细阐述了近年来 SiC 粉体细化技术的研究进展,并对 SiC 粉体中无定形碳和金属及金属氧化物的纯化技术进行重点介绍;最后分析了目前制备 SiC 粉体需要解决的问题,并对其发展前景进行展望。

**关键词:** 碳化硅(SiC)粉体; SiC 合成; 碳热还原法; 粉体细化; 粉体纯化

**DOI:** 10.16080/j.issn1671-833x.2025.03.092



冯东

讲师,博士,主要研究方向为冶金新技术用耐火材料,氧化物和非氧化物陶瓷材料的组织演变与力学性能。

近年来,随着碳化硅(SiC)材料在航空航天、冶金、石油化工和军工等领域的应用发展,材料用量越来越大,因此其粉体制备过程备受广大研究学者的高度关注<sup>[1-3]</sup>。目前, SiC 粉体的合成技术众多,相比之下,碳热还原法具有原料便宜且易于实现工业化生产等优势,该方法在 SiC 粉体的制备中长期占据着主导地位。传统的碳热还原法(Acheson 工艺)一般是将石英砂(Si 源)和石油焦或焦炭(C 源)在 >2000 °C 的温度下进行长时间的碳热还原反应,从而冶炼得到 SiC<sup>[4-6]</sup>。这种方法制备的 SiC 颗粒较大,需要继续采用雷蒙磨和高温蒸汽气流磨等设备对材料进行破碎和细化,将颗粒尺寸降至  $\mu\text{m}$  或亚  $\mu\text{m}$  水平,使得粉体具有足够的烧

结活性。然而在冶炼过程中,由于原材料纯度和冶炼反应过程不均匀,导致冶炼的 SiC 块体中含有氧化物、合金相、游离 Si 和游离 C 等杂质;经过破碎、磁选和初步除杂后, SiC 粉体中仍然含有游离 Si、C、O 和 Fe 等杂质<sup>[7-9]</sup>。作为航空航天、半导体等领域所用原料,粉体的纯度和粒度对烧结后 SiC 陶瓷材料的各项性能具有显著影响。为了获得性能优异的 SiC 陶瓷材料,陶瓷生产商对 SiC 粉体的纯度、颗粒大小和粒型等提出了严格要求。因此,如何对 SiC 粉体进行有效细化和提纯处理显得尤为重要。鉴于此,本文详细介绍当前 SiC 合成技术、细化方法及粉体纯化技术的研究进展,以期对工业生产高质量 SiC 粉体提供理论依据。

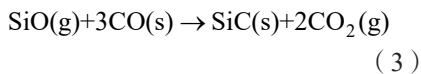
\* 基金项目:国家自然科学基金(U20A20239)。

## 1 SiC 粉体合成技术的研究进展

迄今为止,已经开发出多种 SiC 粉体的合成方法,按照初始原料的物理化学状态主要可分为 3 种方法:(1)固相法,如碳热还原法和自蔓延高温合成法;(2)液相法,如溶胶-凝胶法和热分解法;(3)气相法,如化学气相沉积法<sup>[10-12]</sup>。常见 SiC 粉体合成方法的优缺点如表 1 所示。

### 1.1 碳热还原法

碳热还原法是以 SiC 粉体合成原理命名的一种方法,习惯上也被称作 Acheson 冶炼法。该方法合成 SiC 的传统工艺为:将石英砂、石油焦、木屑和少量的 NaCl 按照合适比例(质量比)混合均匀,并装入 Acheson 炉中加热至 2700 °C,使石英砂中的 SiO<sub>2</sub> 被 C 还原生成 SiC,主要反应式为<sup>[13-14]</sup>



Youm 等<sup>[15]</sup>以正硅酸乙酯和酚醛树脂分别作为 Si 源和 C 源,首先采用改进的溶胶-凝胶工艺原位沉淀酚醛树脂来制备湿凝胶,然后通过调整 C/Si 摩尔比制得比表面积为 20~175 m<sup>2</sup>/g 的 SiO<sub>2</sub>-C 先驱体,最后采用真空碳热还原法在 1200~1600 °C 的温度范围内合成 β-SiC 粉体,对 1600 °C 真空条件下保温 3 h 合成的 β-SiC 粉体进行扫描电镜(SEM)分析,如图 1 所示。Wang 等<sup>[16]</sup>以石英砂、炭黑和酚醛树脂为原料,采用低温火花等离子体辅助碳热还原法快速合成了 SiC 粉体,并研究了合成温度对产物粉体相变和微观结构的影响,结果表明,在 1800 °C 的合成温度下,石英砂在 5 min 内完全转化为 SiC 粉体,所得 SiC 粉体粒径分布均匀,形貌呈近球形,采用 Rietveld 方

法对粉体进行结构分析表明,合成的 SiC 颗粒具有立方闪锌矿结构。宋爱林等<sup>[17]</sup>以有机硅浆渣废料和石油焦为原料,利用碳热还原法制备 SiC 粉体,研究了不同温度对 SiC 粉体制备效果的影响,结果表明,最佳的工艺条件为温度 1750 °C、时间 45 min,此时所得产物中 SiC 的纯度为 88.4%,此外随着冶炼时间的延长, SiC 的晶型发生改变。

### 1.2 自蔓延高温合成法

自蔓延高温合成法又称为燃烧合成法,利用外部能量诱导反应物之间发生燃烧反应并放出热量,使反应得以自发地持续进行,进而获得所需要的产物。一般情况下,该方法需要加入活化剂使反应得以快速进行,但添加活化剂势必会影响粉体的纯度,因此科研人员选择提高反应温度来推进反应的进行,此种方法被称为改进的自蔓延高温合成法。

Mukasyan 等<sup>[18]</sup>以 Si 粉和石墨为

原料,采用自蔓延高温合成法在氩气保护的气氛条件下,成功制得粒径 50~200 nm、比表面积 20 m<sup>2</sup>/g 的纳米 SiC 粉体,燃烧合成的 SiC 粉体与球磨混合制得的 SiC 粉体形貌基本相同。Agathopoulos<sup>[19]</sup>采用聚四氟乙烯(PTFE)作为活化剂,在氩气保护气氛条件下(1~10 MPa)燃烧 Si 和 C 的混合粉末,并成功制得粒径为 100~300 nm 的高纯超细 SiC 纳米粉体,结果表明,质量分数为 1.5% 的 PTFE 可以有效促进 Si 与 C 的反应,制备超细 SiC 纳米粉体的最佳工艺条件为 PTFE 质量分数 1.5%、氮气压力 1 MPa,所得 SiC 纳米粉体的形貌如图 2 所示。张华<sup>[20]</sup>采用燃烧合成技术,在 SiO<sub>2</sub>-C-Mg 体系中添加稀释剂 NaCl,解决因燃烧温度过高导致颗粒长大的问题,研究发现,当添加占总反应物质量 80% 的 NaCl 时,可获得平均粒径 28 nm、比表面积 53.2 m<sup>2</sup>/g 的纳米 SiC 粉体。

表 1 常见 SiC 粉体合成方法的优缺点

Table 1 Advantages and disadvantages of common synthesis methods of SiC powder

SiC 粉体合成方法	优点	缺点
碳热还原法	工艺简单、易于实现工业化生产	粉体质量不高、工序复杂、污染严重等
自蔓延高温合成法	生产周期短、产物纯度高、节能	自发反应难以控制
溶胶-凝胶法	均匀性好、产物纯度高	原料成本高、难以实现工业化生产
热分解法	产物纯度高、颗粒小	原料成本高、污染严重
气相法	设备简单、操作方便、易于控制	原料成本高、产率低、不易规模化生产

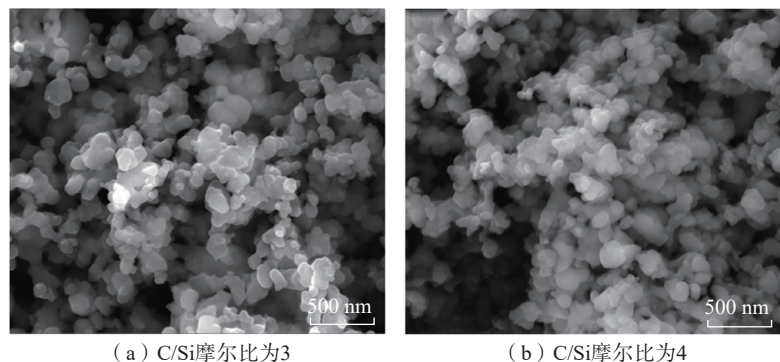


图 1 1600 °C 真空条件下保温 3 h 合成 β-SiC 粉体的 SEM 图<sup>[15]</sup>

Fig.1 SEM images of β-SiC powders synthesized at 1600 °C for 3 h under vacuum condition<sup>[15]</sup>

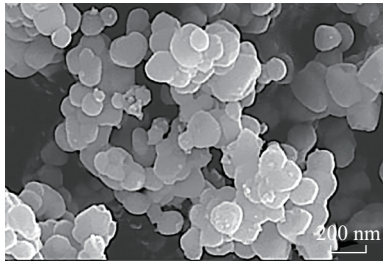


图2 PTFE质量分数1.5%、氮气压力1 MPa条件下合成的SiC纳米粉体的形貌<sup>[19]</sup>  
Fig.2 Morphology of SiC nano-powders synthesized in 1 MPa N<sub>2</sub> with PTFE mass fraction of 1.5%<sup>[19]</sup>

### 1.3 溶胶-凝胶法

溶胶-凝胶法将有机Si或有机C作为前驱体,在低温下溶于溶剂(水或醇)形成均匀溶液,然后加入凝固剂使醇盐发生水解并形成稳定的溶胶体系,再经过酸碱、干燥或脱水等处理得到凝胶,经过1460~1600℃左右的高温热处理使之发生碳热还原反应并最终得到SiC粉体。该方法通常使用正硅酸乙酯(TEOS)作为Si源,活性炭、炭黑、蔗糖、酚醛树脂和淀粉等作为C源。

Najafi等<sup>[21]</sup>采用溶胶-凝胶法,通过控制pH值和溶胶中加入APC分散剂,成功制得具有均匀球形截面,平均粒径20~40 nm、比表面积171.4 m<sup>2</sup>/g的SiC-B<sub>4</sub>C粉体。Omid等<sup>[22]</sup>提出了一种改进的溶胶-凝胶法制备超细SiC粉体,研究人员使用TEOS和蔗糖制备SiC干凝胶,并使用硝酸铁作为催化剂,试验研究了反应温度、C/Si质量比等工艺参数对SiC粉体合成过程的影响,结果表明,当C/Si质量比为1时,在1450℃的合成温度下可制得超细SiC粉体。Najafi等<sup>[23]</sup>利用溶胶-凝胶法,采用醇-醇盐-分散剂-树脂四组分体系在酸性条件下合成了粒径<50 nm的纳米SiC粉体,在1500℃保温3 h的条件下合成β-SiC粉体,其TEM照片如图3所示。

### 1.4 热分解法

有机聚合物分解法制备SiC粉

体一般可分为两种:一种是加热凝胶聚硅氧烷先驱体,使之分解释放小单体并形成SiO<sub>2</sub>和C,最后通过碳热还原反应合成SiC粉体;另一种是加热聚硅烷/聚碳硅烷释放小单体后先形成Si-C骨架,最终形成SiC粉体。

Reáu等<sup>[24]</sup>采用中试装置,通过激光热解法大批量地合成了粒径尺寸为18~100 nm的纳米SiC粉体,其产率高于1.1 kg/h,所得SiC粉体的TEM照片如图4所示。Rahman等<sup>[25]</sup>以烯丙基氢聚碳硅烷(AHPCS)为前体聚合物,通过调控加工温度制得晶粒尺寸在5~20 nm范围内的纳米SiC材料。

### 1.5 气相反应法

化学气相沉积法(CVD)在大于理论反应温度下,使反应物蒸气形成较高的过饱和蒸气压,促使产物蒸气自动凝聚成晶核,最后聚集成颗粒。一般制备SiC粉体选用SiCl<sub>4</sub>、SiH<sub>4</sub>等含Si的卤化物作为Si源,CH<sub>4</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>、C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>、C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>和CCl<sub>4</sub>等作为C源,而Si(CH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>、(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiCl<sub>2</sub>等物质则可同时作为Si源和C源。除了常用的CVD法,气相反应法还包括等离子气相合成法(PICVD)和激光诱导化学气相沉积法(LICVD)等<sup>[26-27]</sup>。

Cetinkaya等<sup>[28]</sup>以CH<sub>4</sub>和纳米SiO<sub>2</sub>为原料,采用CVD法成功制得纳米SiC粉体,研究发现,当含有40%(质量分数)C的初始粉体沉积在SiO<sub>2</sub>粉体上时,在温度为1750 K的条件下反应45 min,可以得到粒径约为100 nm的SiC颗粒和晶须混合物,且晶须直径随初始粉体中C含量的增加而增长,图5<sup>[28]</sup>为1800 K下碳热反应后试样的FEG-SEM图像。

总体来说, SiC粉体的合成方法中,碳热还原法具有原料便宜且易于实现工业化生产等优势,在低品质SiC粉体的制备方面长期占据着主导地位;传统的碳热还原法制备的SiC颗粒尺寸较大且杂质含量难于

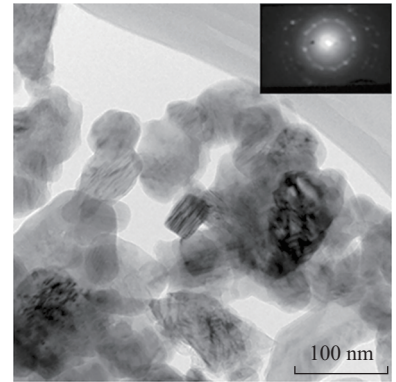


图3 1500℃保温3 h合成β-SiC粉体的TEM照片<sup>[23]</sup>  
Fig.3 TEM image of β-SiC powder synthesized at 1500 °C for 3 h<sup>[23]</sup>

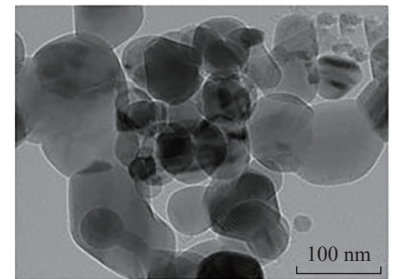
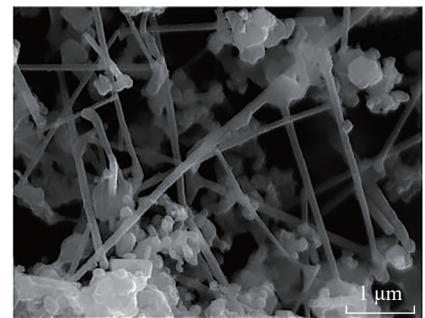
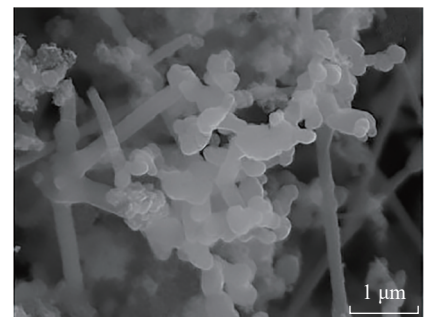


图4 SiC粉体TEM照片<sup>[24]</sup>  
Fig.4 TEM image of SiC powder<sup>[24]</sup>



(a) 40% C



(b) 42.6% C

图5 1800 K下碳热反应后试样的FEG-SEM图<sup>[28]</sup>  
Fig.5 FEG-SEM images of samples after carbothermal reactions at 1800 K<sup>[28]</sup>

控制,因此还需要进一步优化 SiC 粉体的细化方法和提纯工艺,才能制得满足于多个领域所需的  $\mu\text{m}$ 、亚  $\mu\text{m}$  和  $\text{nm}$  级 SiC 粉体。

## 2 SiC 粉体细化技术的研究进展

SiC 材料的性能与原料粉体的粒径密切相关,一般来说, SiC 粉体越细,其材料机械性能越好。因此,为了提高 SiC 材料的性能,必须对 SiC 粉体进行细化。SiC 是脆性陶瓷材料,针对此材料已开发出多种细化方法,如球磨机细化、气流磨细化、砂磨细化和振动磨细化等<sup>[29]</sup>。

### 2.1 球磨机细化

王洪涛等<sup>[30]</sup>以粒径  $150\ \mu\text{m}$  的 SiC 粉体为原料,采用球磨工艺制备超细 SiC 粉体,并研究了球磨机转速、球料质量比和球磨时间等参数对 SiC 粉体性能的影响,研究结果表明,转速、球料质量比和球磨时间的增加均可以减小 SiC 粉体的粒度并降低其振实密度,最佳球磨工艺参数为球磨时间  $40\ \text{h}$ 、球料质量比  $10:1$  和转速  $200\ \text{r/min}$ 。Li 等<sup>[31]</sup>提出了一种既经济又高效的 SiC 颗粒细化方法,使用直径为  $5\sim 15\ \text{mm}$  的磨球对 SiC 颗粒进行细化  $5\ \text{h}$  后,发现 SiC 颗粒的  $d_{50}$  和  $d_{90}$  从  $39.7\ \mu\text{m}$  和  $111\ \mu\text{m}$  分别降至  $7.51\ \mu\text{m}$  和  $19\ \mu\text{m}$ ,分别降低了  $81.1\%$  和  $82.9\%$ ,细化后 SiC 的粒径尺寸呈单峰分布;该工艺虽然会引入微量的 Fe 杂质,但很容易被去除,不会影响粉体的后续使用,磨球对颗粒的影响如图 6 所示。申玉芳等<sup>[32]</sup>以蒸馏水为研磨介质,采用行星式球磨机对平均粒径约为  $10\ \mu\text{m}$  的 SiC 粉体进行球磨,控制球料质量比  $10:1$ 、球磨机转速  $480\ \text{r/min}$ 、球磨时间  $48\ \text{h}$  进行球磨试验,对球磨所得粉体进行酸洗(除去 Fe 杂质)和水洗后,成功制得平均粒径为  $0.35\ \mu\text{m}$  的超细 SiC 粉体。程秀等<sup>[33]</sup>以工业 SiC 粉体为原料,采用高能

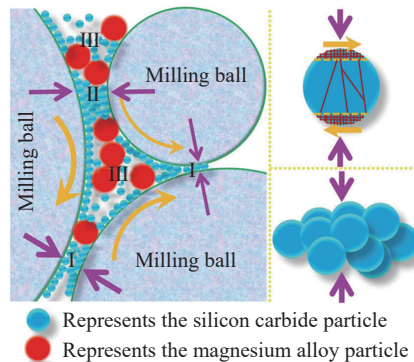


图 6 磨球对颗粒的影响示意图<sup>[31]</sup>

Fig.6 Schematic diagram of milling balls' effect on particles<sup>[31]</sup>

球磨机对 SiC 粉体进行细化,研究结果表明,随着球磨时间的增加,粉体逐渐细化至  $\text{nm}$  级,但球磨时间超过  $25\ \text{h}$  后,粉体继续细化的速度明显减缓,在最佳工艺条件下, SiC 粉体可以细化到  $30\ \text{nm}$ 。张馥显等<sup>[34]</sup>研究了磨球材质、球料比和球磨转速对 SiC 粉体研磨质量的影响,研究发现,选用高质量的不锈钢球、增大球料比及提高球磨转速,均可减小粉体粒径并增大比表面积,使粉体表面形貌更加粗糙,提升了球磨效果。

### 2.2 气流磨细化

李天翻等<sup>[35]</sup>评估了过热蒸汽、高温空气和常温空气 3 种细化方式在气流磨细化过程中的细化能力,结果表明,采用过热蒸汽对原料进行细化,当调节分级机转速为  $2700\ \text{r/min}$ ,蒸汽温度为  $300\ ^\circ\text{C}$  时, SiC 粉体的  $d_{50}$  和产量分别可达到  $2.387\ \mu\text{m}$  和  $7.2\ \text{kg/h}$ ,这种方法可以使 SiC 微粉的制备过程更加高效。佟俊华<sup>[36]</sup>将生产线切割用的 SiC 尾料装入气流磨中,利用喷射速度为  $1200\ \text{m/s}$  的气流使 SiC 颗粒发生碰撞并得到超细粉碎;粉碎后的颗粒被上升的气流输送至涡轮式分级区内,在分级轮离心力和风机抽力的作用下使粗细粉体得到分离,达到粒度要求的细粉随着气流进入旋风分级器被进一步分离和收集,剩余粉体继续进入收尘系统进行除尘,极细粉体可在收尘系统出口处被“捕获”,此方法所得粉体的

$d_{50} \leq 1\ \mu\text{m}$ 。

### 2.3 砂磨细化

黄政仁等<sup>[37]</sup>采用砂磨细化工艺制备超细 SiC 粉体,研究了砂磨细化过程中的浆料固含量、球料质量比和砂磨时间等工艺条件对粉体粒径尺寸和粒径分布的影响,通过合理控制工艺条件,对  $d_{50}$  为  $7.3\ \mu\text{m}$  的高纯 SiC 粗粉进行砂磨细化  $18\ \text{h}$  后,成功制得  $d_{50}$  为  $0.47\ \mu\text{m}$  且粒径分布范围窄的超细 SiC 粉体。王斌等<sup>[38]</sup>以 NaOH、KOH 或醇钠为 pH 调节剂,以碳化硅为研磨介质,利用砂磨细化工艺对亚  $\mu\text{m}$  级 SiC 粉体进行细化,结果表明,当 pH 值达到 9 时,研磨时间大大缩短,效率相比于传统研磨方法提高了  $39\%$ 。邓丽荣等<sup>[39]</sup>采用砂磨工艺制备了不同粒径的  $\beta$ -SiC 纳米粉体,并分析了不同粒径粉体的粒度分布、球形度、微观结构等特征,结果表明,随着砂磨时间的延长,  $\beta$ -SiC 粉体的粒径逐渐减小,粒度分布范围变窄,晶粒球形度越好且分布更加均匀。此外,随着粉体粒径的减小,  $\beta$ -SiC 粉体的 X 射线衍射峰强度降低,峰形变宽,晶格结构从单晶向多晶转变。图 7<sup>[39]</sup>为不同砂磨时间 ( $t$ ) 下  $\beta$ -SiC 粉体的 TEM 图像。

### 2.4 其他细化法

赵平等<sup>[40]</sup>采用湿式高速搅拌磨机对  $d_{50}$  为  $5.5\ \mu\text{m}$  的 SiC 粉体进行超细磨,磨后粉体的  $d_{50}$  为  $0.96\ \mu\text{m}$ ,该粉体经过高速卧螺离心分级机分级后,  $d_{50}$  降至  $0.68\ \mu\text{m}$ 。祁利民等<sup>[41]</sup>采用搅拌磨对已经粉碎加工过的 SiC 微粉进行再细化、加工,使得  $85\%\sim 95\%$  以上的粉体粒径保持在  $1\ \mu\text{m}$  以下。铁建等<sup>[42]</sup>采用高能纳米冲击磨对  $d_{50}$  为  $5.9\ \mu\text{m}$  的 SiC 粉体进行细磨,磨后粉体粒径降为  $0.26\ \mu\text{m}$ ,比表面积增至  $8.28\ \text{m}^2/\text{g}$ 。

常见 SiC 粉体细化方法的优缺点如表 2 所示。可以看出,上述几种细化方法各有利弊,采用球磨机细化时,被加工粉体的粒度一般随着研磨

时间的增加而不断变细,直至达到细化极限,但是这种方法能耗太高;气流磨细化利用高压、高速的气流作用使颗粒发生对撞并得到细化,其优点是效率高,缺点是对平均粒径小于3~5 μm的粉体进行分级比较困难,很难得到粒度分布范围窄的亚μm级粉体;振动磨细化与气流磨细化效果颇有相似,该方法难以获得粒度分布均匀的亚μm级粉体;砂磨细化法能耗相对较低,但生产效率相对较低。近年来, SiC 粉体的细化方法得

到了改进,但是由于细化过程容易造成粉体的二次污染,因此还需要对细化后的粉体进行提纯处理。

### 3 SiC 粉体纯化技术的研究进展

亚 μm 级 SiC 粉体已广泛应用于冶金、石油化工、航空航天、电子、机械和密封等行业,市场上高纯度的 SiC 微粉已经供不应求。目前,工业上仍然采用 Acheson 法大批量制备 SiC 粉体,但 SiC 粉体在制备过程中

会受到原料的不完全反应、加工设备及其外界环境等因素的影响,导致制得的 SiC 粉体中往往含有较多的游离 C、游离 Si、SiO<sub>2</sub> 及 Fe、Al、Mg、Ca 等金属或金属氧化物杂质,对 SiC 材料的烧结性能、化学稳定性、导热性和导电性等产生不利影响。因此,如何快速并有效地对 SiC 微粉进行提纯处理显得尤为重要。

#### 3.1 无定形碳的去除

目前,科研人员对 SiC 粉体中无定形碳的去除已经有了较多研究,其中最主要的工艺有两种:(1)化学除碳工艺,如加热氧化法、化学氧化法和酸洗法;(2)物理除碳工艺,如浮选法、重液分离法、水力旋流法和气流分选法等。SiC 粉体中无定形碳去除方法的优缺点如表 3 所示。

田欣伟等<sup>[43]</sup>研究了 C 杂质和 SiC 微粉在 1000 °C 范围内的氧化行为,由于 C 杂质与 SiC 的氧化温度区间有差别,通过合理选择温度区间既可以保证 SiC 微粉不被氧化,又可以很好地去 C 杂质,去除 C 杂质的最佳工艺条件为: 煅烧温度 800~900 °C, 煅烧时间 1 h。付仲超等<sup>[44]</sup>利用静态煅烧法,通过控制煅烧温度为 900 °C, 煅烧时间为 3 h, 成功实现了 SiC 微粉中 C 杂质的完全去除。Mao 等<sup>[45]</sup>以油酸为浮选剂,聚丙烯酰胺(PEI)为分散剂,浮选 SiC 微粉中的 C 杂质,试验结果表明,通过向 SiC 悬浮液(质量分数为 20%)中添加质量分数为 1% 的 PEI 和 0.3% 的油酸,可使 C 杂质(即游离 C)的去除率达到 82% 以上,图 8 展示了游离 C 的去除过程(其中, AC 为游离 C)。徐元清等<sup>[46]</sup>以密度介于 SiC 和 C 之间的 C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>Br<sub>4</sub>、CCl<sub>4</sub>、CHCl<sub>3</sub> 和 C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH 等为分散介质,将含有 C 杂质的 SiC 微粉加入到分散介质中,经充分分散均匀后静置分层,然后利用重液分离法去除液体上层漂浮的 C,再过滤回收分散介质,分离后得到的 SiC 微粉纯度可达 99.9%。孙毅等<sup>[47]</sup>将含有

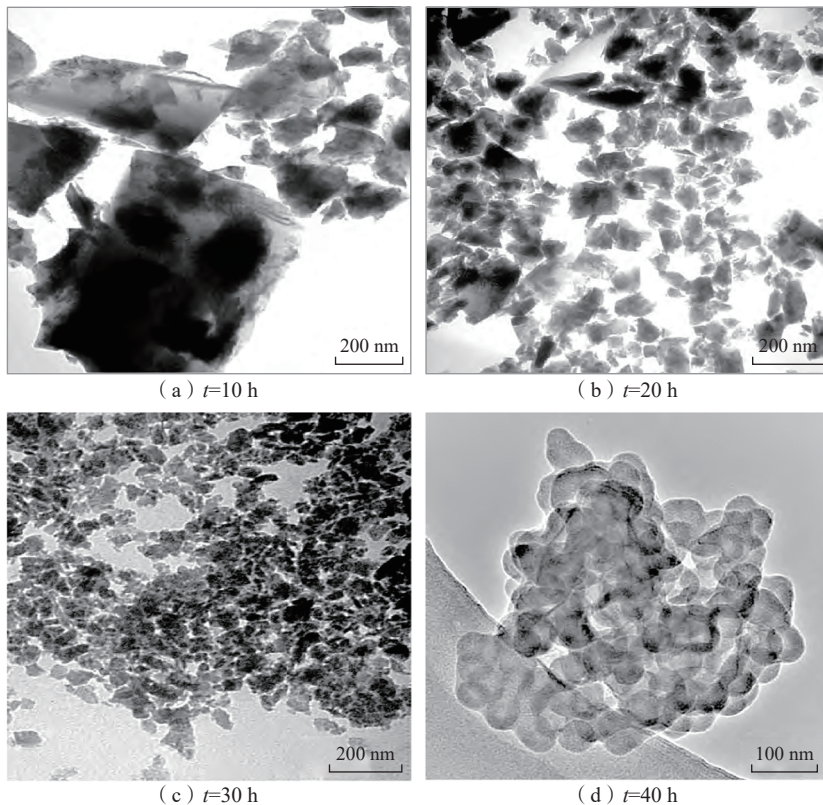


图 7 不同砂磨时间下 β-SiC 粉体的 TEM 图<sup>[39]</sup>

Fig.7 TEM images of β-SiC powders with different grinding time<sup>[39]</sup>

表 2 常见 SiC 粉体细化方法的优缺点

Table 2 Advantages and disadvantages of common refining methods for SiC powder

SiC 粉体细化方法	优点	缺点
球磨机细化	细化程度高	能耗高
气流磨细化	效率高	分级比较困难
振动磨细化	效率高	难获得粒度分布均匀的亚 μm 级粉体
砂磨细化	能耗低、成本低	效率低

杂质的 SiC 微粉与水按 1:1~10 的质量比进行均匀混合,制成浆料,首先对浆料进行高频振动筛分、加热并加入调节剂使其 pH 值达到 9~11,然后将得到的浆料引入悬液分离器中进行三级旋流分离,最后将分离出的浆料进行脱水干燥,制得高纯 SiC 微粉,经该方法提纯后 SiC 微粉的纯度可达 98.5% 以上。辛玲等<sup>[48]</sup>设计了一种 SiC 微粉提纯分级装置,利用空气压缩机将空气输送到微孔管中并产生气泡,游离 C 吸附在气泡上并随气泡上浮到浆料最上面,可以由分级池中的清渣机构自动排出,从而实现 SiC 微粉与游离 C 的分离。

### 3.2 金属及金属氧化物的去除

目前,金属及金属氧化物的去除方法主要有 3 种:酸碱处理法、电解法和磁选法,其优缺点如表 4 所示。

酸处理法利用  $\text{HNO}_3$  和  $\text{H}_2\text{SO}_4$  等强氧化性酸与金属或金属氧化物反应生成可溶性盐,再经过水洗除去杂质。另外,  $\text{HCl}$  等常见的弱酸对 Fe、Al、Mg 等杂质的去除也有显著效果。而碱处理则主要是利用  $\text{NaOH}$  等碱性溶液对 SiC 粉体中的游离 Si 和  $\text{SiO}_2$  进行去除。研究表明,影响酸碱处理效果的主要因素是酸碱浓度、反应温度、搅拌速度、酸洗时间和粉体粒度等。电解法是国际上较为常用的去除金属杂质的方法,其工艺较为成熟、污染少且经济效益高,但也存在电耗高和可溶性阳极材料消耗大、副反应多等不足。磁选法主要去除 Fe 杂质及具有磁性的杂质,有干式和湿式磁选两种方式。通常,影响磁选效果的因素主要有磁场强度、磁选次数和粉体粒度大小,增大磁场强度、增加磁选次数和减小粉体粒径均可以适当提高磁选效果。

李亮等<sup>[49]</sup>采用酸处理法去除 SiC 微粉中的  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,控制浸出温度为  $60\text{ }^\circ\text{C}$ ,  $\text{HCl}$  与 SiC 微粉质量比为 4:1,  $\text{HCl}$  浓度为 35% 和浸出时间为

4 h,在此工艺条件下,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  的去除率可达 80% 以上。王春利等<sup>[50]</sup>对 SiC 微粉的除 Fe 工艺进行了改进,采用 20%  $\text{HCl}$ +10%  $\text{HF}$  (均为质量分数)的混合酸作为酸洗溶液,在  $70\text{ }^\circ\text{C}$  的温度下反应 3 h,结果表明, Fe 的去除率可达 88% 以上,并且 SiC 微粉中 Fe 的质量分数可以降低到 0.02%。王雪枫等<sup>[51]</sup>提出一种利用络合剂从 SiC 微粉中去除 Fe 杂质的方法,首先将 SiC 微粉与去离子水在容器内混合均匀,然后向其中加入络合剂并进行充分搅拌和超声振荡,最

后经过抽滤、水洗、干燥和粉碎等步骤得到 Fe 含量达到要求的 SiC 微粉。赵平等<sup>[52]</sup>采用脉动高梯度强磁选机对 SiC 微粉进行除 Fe 处理,研究表明,增大磁场强度可以提高磁性和非磁性 Fe 的去除率,当磁场强度达到  $1035\text{ kA/m}$  时,除 Fe 效果最佳。

王波等<sup>[53]</sup>采用亚临界水热法去除  $\beta$ -SiC 粉体中的游离 Si 和  $\text{SiO}_2$  杂质,试验结果表明,提高反应温度、增大  $\text{NaOH}$  溶液浓度和延长反应时间均可以提高 Si 杂质的去除率,最佳水热法处理工艺为  $\text{NaOH}$  浓度  $4\text{ mol/L}$ 、

表 3 SiC 粉体中无定形碳去除方法的优缺点

Table 3 Advantages and disadvantages of methods for removing amorphous carbon from SiC powder

无定形碳去除方法	优点	缺点
加热氧化法	操作简单、无污染	能耗较高、产物纯度不高
化学氧化法	效率高	不利于规模化生产
酸洗法	除杂效率高、成本低	不适合大规模工业生产
浮选法	操作简单、成本低廉	生产周期长、原料损失严重
重液分离法	效率高、成本低	污染环境
水力旋流法	除杂效率高、生产成本低	能耗较高、产物纯度不高
气流分选法	设备操作简单、成本低	产物纯度不高

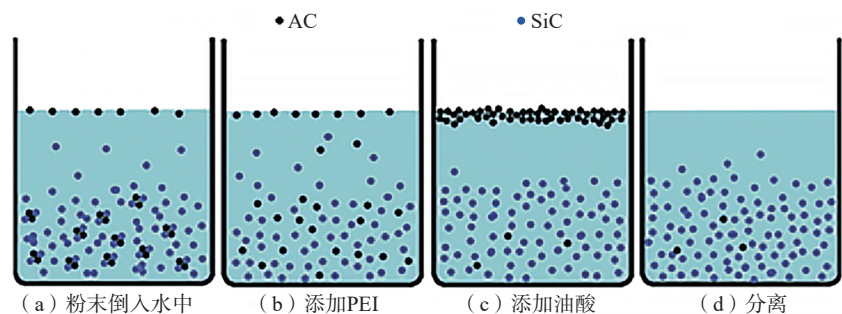


图 8 游离 C 的去除过程示意图<sup>[45]</sup>

Fig.8 Schematic diagram of free C removal process<sup>[45]</sup>

表 4 SiC 粉体中金属及金属氧化物去除方法的优缺点

Table 4 Advantages and disadvantages of methods for removing metal and metal oxide from SiC powder

金属及金属氧化物的去除方法	优点	缺点
酸碱处理法	效率高	污染环境
电解法	工艺较为成熟、低污染	电耗高、副反应多
磁选法	效率高、自动化程度高	粉体纯度不高

液固比 5:2、反应温度 180 °C 和反应时间 4 h,在此工艺下游离 Si 的去除率达到 96.4%, SiO<sub>2</sub> 的去除率达到 100%。Wang 等<sup>[54]</sup>采用相转移分离的方法,研究了十二烷基硫酸钠(SDS)作为表面活性剂对切割损失浆料中 SiC 和 Si 的分离作用,试验结果表明,通过控制浆料的 pH 值和 SDS 的加入量,可以选择性地改善 SiC 粉体从水向甲基异丁基甲醇中的转移,从而改善 SiC 和 Si 的分离。此外,通过一步相转移分离操作,可以实现 SiC 和 Si 粉体的有效分离。图 9<sup>[54]</sup>为添加表面活性剂(捕收剂)的相转移分离过程。李亮<sup>[55]</sup>利用碱洗法研究了从 SiC 微粉中去除 SiO<sub>2</sub> 和游离 Si 的工艺,结果表明, SiC 微粉在 NaOH 溶液中的质量浓度为 150 g/L,液固比为 4:1,温度为 70 °C 时,碱洗 4 h 后 SiO<sub>2</sub> 和游离 Si 的去除率均可达到 90% 以上。

李显坪等<sup>[56]</sup>设计了一种可深度去除高纯 SiC 微粉中 B、Al、Ti、Fe 和 V 等杂质元素的方法,将 HCl 气体通入温度为 900~1200 °C 的含杂质 SiC 微粉中,促使杂质元素与 HCl 反应形成低沸点的氯化物并将之排出,最终收集到的 SiC 微粉纯度可达

99.9995% 以上。周彬<sup>[57]</sup>首先将 SiC 微粉、水和煤油倒入带有滤网的反应釜中,通过预先搅拌去除粉体中的游离 C,然后将质量分数为 98% 的浓 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 倒入反应釜中,升温至 60 °C 并保温 4 h,待温度降至常温后加入 HF 继续搅拌 2 h,最后经过离心、漂洗和干燥得到纯度大于 99% 的 SiC 微粉。王波等<sup>[58]</sup>采用亚临界水热法去除 β-SiC 粉体中常见的金属杂质,试验结果表明, HCl 体系对 Cr 和 Zr 具有较好的去除效果, HCl+HF+HNO<sub>3</sub> 体系对于 Ca、Fe、Mg 和 Ti 具有较好的去除效果, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+ (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 体系对 Al 和 K 具有较好的去除效果,综合考虑, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+ (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 体系可将 SiC 粉体中的常见金属杂质含量降至最低。

综上所述,科研人员常采用酸洗方式去除 SiC 粉体中的各类杂质,通过调控酸洗工艺参数即可获得高纯度的 SiC 粉体。然而,目前常用的碳热还原法制备 SiC 粉体所涉及的冶炼反应和破碎细化等过程复杂,制得的 SiC 粉体杂质来源复杂且杂质赋存形态和存在位置多样,而杂质赋存形态会直接影响 SiC 粉体的纯化效果,因此还需要进一步的研究。

## 4 结论

碳化硅(SiC)材料因其诸多的性能优势得以在陶瓷工业、化工、航空航天、电子等领域得到越来越广泛的应用。随着工业快速发展, SiC 材料生产企业对原料粉体的品质要求愈发严苛,科研人员需要在现有的 SiC 合成、细化和纯化技术基础上不断进行相关理论挖掘和技术革新,以此完善目前 SiC 粉体的制备技术。

(1) 优化自蔓延高温合成法、溶胶-凝胶法、热分解法和气相反应法等合成技术,降低有害物质的生成、提高产量、降低成本;对传统的 Acheson 冶炼技术进行改进,降低能耗、提高产量、提高 SiC 冶炼块体品质。

(2) SiC 粉体细化存在的主要问题为细化速度逐渐放缓、二次污染和颗粒团聚。为解决上述问题,未来应重点研究添加何种稀土元素作为催化剂,提高细化的效率和均匀性;优化砂磨粉碎工艺,避免传统球磨和酸洗工艺对环境的污染;对 SiC 粉体进行表面改性处理,利用小分子有机物对 SiC 粉体进行表面改性,改善粉体的流动性和稳定性,减少团聚现象。

(3) 探索 SiC 粉体中杂质的来源、种类、赋存形态和存在位置,为 SiC 粉体纯化手段提供参考。另外,针对 SiC 粉体在生产和加工过程中引入的杂质,目前工业上主要采用常规酸洗的方法进行纯化,该方法提纯效率低,且废酸排量大,严重污染环境。因此,寻找有效的方法进一步提高杂质的去除效率、降低酸用量并缩短酸洗时间至关重要。

目前,高纯 SiC 粉体制备技术依然需要更多的研究,若要满足生产要求,不仅需要在细化和纯化工艺上不断进行技术改进与革新,还要在其前端工序(如 SiC 冶炼等)过程中避免引入杂质,尤其是在 SiC 粉体的合成工艺环节。SiC 的合成、细化和纯化

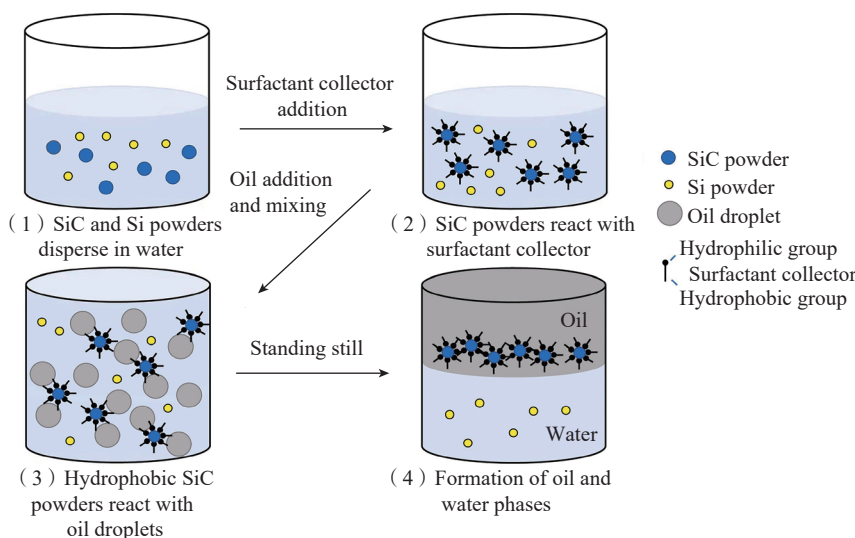


图 9 添加表面活性剂的相转移分离过程示意图<sup>[54]</sup>

Fig.9 Schematic diagram for procedure of phase transfer & separation with addition of surfactant<sup>[54]</sup>

工艺对 SiC 材料的研发和应用同等重要,三者不断发展将推动 SiC 材料更广泛的应用。

### 参考文献

- [1] SHI Z G, WU J M, MAO C, et al. Effect of ZrO<sub>2</sub> content on mechanical properties of SiC ceramics prepared based on digital light processing[J]. *Ceramics International*, 2024, 50(21): 44457–44466.
- [2] QIU H J, WEI H K, REN S F, et al. Enhanced mechanical/electrical properties of in situ synthesized SiC–TiB<sub>2</sub> ceramic composites by reactive hot-pressing sintering[J]. *Ceramics International*, 2024, 50: 38808–38814.
- [3] REN L K, REN Q X, YIN Z Q, et al. Li<sub>2</sub>O addition as a means of achieving low-temperature densification of SiC ceramic[J]. *Ceramics International*, 2024, 50(20): 39440–39447.
- [4] LI F C, GUO Z Y, SU G, et al. Preparation of SiC from acid-leached coal gangue by carbothermal reduction[J]. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 2018, 15(3): 625–632.
- [5] NARCISO-ROMERO F J, RODRÍGUEZ-REINOSO F, DÍEZ M A. Influence of the carbon material on the synthesis of silicon carbide[J]. *Carbon*, 1999, 37(11): 1771–1778.
- [6] 王晓峰, 刘坤, 聂丹, 等. 不同碳源对硅微粉制备碳化硅的影响[J]. *铁合金*, 2020, 51(2): 10–14.
- WANG Xiaofeng, LIU Kun, NIE Dan, et al. Effects of different carbon sources on the preparation of silicon carbide from silicon micro powder[J]. *Ferro-Alloys*, 2020, 51(2): 10–14.
- [7] FENG D, RU H Q, LUO X D, et al. Impurity formation mechanism of silicon carbide crystals smelted by Acheson process[J]. *Journal of Iron and Steel Research International*, 2024, 31(6): 1367–1375.
- [8] FENG D, REN Q X, RU H Q, et al. Iron removal from ultra-fine silicon carbide powders with ultrasound-assisted and its kinetics[J]. *Materials Chemistry and Physics*, 2020, 247: 122860.
- [9] 冯东, 任全兴, 姜岩, 等. SiC 粉体中 Fe 元素的赋存形态及其提纯工艺[J]. *稀有金属材料与工程*, 2020, 49(2): 644–649.
- FENG Dong, REN Quanxing, JIANG Yan, et al. Morphology of Fe element and purification technology of silicon carbide powders[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2020, 49(2): 644–649.
- [10] FENG D, QIN Z B, REN Q X, et al. Occurrence forms of major impurity elements in silicon carbide[J]. *Ceramics International*, 2022, 48(1): 205–211.
- [11] 邓丽荣, 王晓刚, 陆树河, 等. 多热源真空合成高纯度、高密度、大粒径 3C–SiC 微粉[J]. *中国粉体技术*, 2020, 26(2): 29–34.
- DENG Lirong, WANG Xiaogang, LU Shuhe, et al. Preparation of high purity, high density and large particle size 3C–SiC powder by vacuum synthesis with multiple heat sources[J]. *China Powder Science and Technology*, 2020, 26(2): 29–34.
- [12] MA R Q, SHI J H, LIN W X, et al. Synthesis and sintering of nanocrystalline SiC ceramic powders[J]. *Materials Chemistry and Physics*, 2020, 253: 123445.
- [13] WANG Y Y, DONG S, LI X T, et al. Synthesis, properties, and multifarious applications of SiC nanoparticles: A review[J]. *Ceramics International*, 2022, 48(7): 8882–8913.
- [14] 张宁, 茹红强, 才庆魁. SiC 粉体制备及陶瓷材料液相烧结[M]. 沈阳: 东北大学出版社, 2008.
- ZHANG Ning, RU Hongqiang, CAI Qingkui. Preparation of SiC powder and liquid phase sintering of ceramic materials[M]. Shenyang: Northeastern University Press, 2008.
- [15] YOUM M R, YUN S I, CHOI S C, et al. Synthesis of β–SiC powders by the carbothermal reduction of porous SiO<sub>2</sub>–C hybrid precursors with controlled surface area[J]. *Ceramics International*, 2020, 46(4): 4870–4877.
- [16] WANG F F, XIANG D P, WANG Y W, et al. Rapid synthesis of SiC powders by spark plasma-assisted carbothermal reduction reaction[J]. *Ceramics International*, 2017, 43(6): 4970–4975.
- [17] 宋爱林, 郭晓琳, 吴博文, 等. 有机硅浆渣废料冶金法制备碳化硅[J]. *材料与冶金学报*, 2023, 22(2): 147–151.
- SONG Ailin, GUO Xiaolin, WU Bowen, et al. Preparation of silicon carbide by a metallurgical method of silicone slurry residue waste[J]. *Journal of Materials and Metallurgy*, 2023, 22(2): 147–151.
- [18] MUKASYAN A S, LIN Y C, ROGACHEV A S, et al. Direct combustion synthesis of silicon carbide nanopowder from the elements[J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2013, 96(1): 111–117.
- [19] AGATHOPOULOS S. Combustion synthesis of ultra-fine SiC powders in low pressure N<sub>2</sub>-atmosphere[J]. *Ceramics International*, 2012, 38(5): 4165–4171.
- [20] 张华. 燃烧合成规模化制备纳米碳化物及金属钒研究[D]. 兰州: 兰州理工大学, 2022.
- ZHANG Hua. Study on large-scale preparation of nanocarbitides and vanadium by combustion synthesis[D]. Lanzhou: Lanzhou University of Technology, 2022.
- [21] NAJAFI A, GOLESTANI-FARD F, REZAIE H R, et al. Sol–gel synthesis and characterization of SiC–B<sub>4</sub>C nano powder[J]. *Ceramics International*, 2021, 47(5): 6376–6387.
- [22] OMIDI Z, GHASEMI A, BAKHSHI S R. Synthesis and characterization of SiC ultrafine particles by means of sol–gel and carbothermal reduction methods[J]. *Ceramics International*, 2015, 41(4): 5779–5784.
- [23] NAJAFI A, GOLESTANI-FARD F, REZAIE H R. Improvement of SiC nanopowder synthesis by sol–gel method via TEOS/resin phenolic precursors[J]. *Journal of Sol–Gel Science and Technology*, 2015, 75(2): 255–263.
- [24] RÉAU A, GUIZARD B, CANEL J, et al. Silicon carbide nanopowders: The parametric study of synthesis by laser pyrolysis[J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2012, 95(1): 153–158.
- [25] RAHMAN A, ZUNJARRAO S C, SINGH R P. Effect of degree of crystallinity on elastic properties of silicon carbide fabricated using polymer pyrolysis[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2016, 36(14): 3285–3292.
- [26] PLAISANTIN H, DANET J, BERDOYES I, et al. Structure, microstructure and disorder in low temperature chemical vapor deposited SiC coatings[J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2023, 43(9): 3917–3930.
- [27] ZHANG Y T, CHEN G H, SUN J, et al. Atomic simulation and experimental: Oxidation protective SiC coating produced by chemical vapor deposition and pack cementation for carbon/carbon composites[J]. *Surfaces and Interfaces*, 2024, 46: 104170.
- [28] CETINKAYA S, EROGLU S. Chemical vapor deposition of C on SiO<sub>2</sub> and subsequent carbothermal reduction for the

- synthesis of nanocrystalline SiC particles/whiskers[J]. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2011, 29(5): 566–572.
- [29] 张馥显. SiC 粉体制备及其对球墨铸铁组织性能影响的研究[D]. 大连: 大连交通大学, 2023.
- ZHANG Fuxian. Study on preparation of SiC powder and its effect on microstructure and properties of ductile iron[D]. Dalian: Dalian Jiaotong University, 2023.
- [30] 王洪涛, 陈泉, 白小波, 等. 球磨法制备超细碳化硅粉体[J]. 中国粉体技术, 2015, 21(5): 9–13, 20.
- WANG Hongtao, CHEN Xiao, BAI Xiaobo, et al. Preparation of superfine SiC powders by ball milling method[J]. China Powder Science and Technology, 2015, 21(5): 9–13, 20.
- [31] LI J K, REN X P, ZHANG Y L, et al. Rapid refinement of SiC particles by a novel milling process with balls of multiple sizes[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2020, 9(4): 8667–8674.
- [32] 申玉芳, 邹正光. SiC 超细粉制备机理研究[J]. 材料科学与工艺, 2008, 16(2): 278–280.
- SHEN Yufang, ZOU Zhengguang. Mechanisms of SiC fine powders preparation[J]. Materials Science and Technology, 2008, 16(2): 278–280.
- [33] 程秀, 揭晓华, 蔡莲淑, 等. SiC 纳米粉体的高能球磨制备方法[J]. 新技术新工艺, 2003(11): 41–42.
- CHENG Xiu, JIE Xiaohua, CAI Lianshu, et al. Trituration of nanometer powder silicon carbide by high energy ball milling[J]. New Technology & New Process, 2003(11): 41–42.
- [34] 张馥显, 艾秀兰, 童小英, 等. 球磨工艺对 SiC 粉体研磨质量影响的研究[J]. 铸造设备与工艺, 2023(5): 18–21.
- ZHANG Fuxian, AI Xiulan, TONG Xiaoying, et al. Study on the influence of ball milling process on the grinding quality of SiC powder[J]. Foundry Equipment and Technology, 2023(5): 18–21.
- [35] 李天翻, 付海峰, 林龙沅, 等. 过热蒸汽动能磨制备超细碳化硅[J]. 中国粉体技术, 2020, 26(1): 17–21.
- LI Tianhe, FU Haifeng, LIN Longyuan, et al. Preparation of ultrafine silicon carbide by steam jet mill[J]. China Powder Science and Technology, 2020, 26(1): 17–21.
- [36] 佟俊华. 一种高纯亚微米碳化硅微粉的生产方法: CN103265033B[P]. 2015–03–25.
- TONG Junhua. A method for producing high-purity submicron silicon carbide powder: CN103265033B[P]. 2015–03–25.
- [37] 黄政仁, 江东亮, 谭寿洪. 砂磨粉碎制备 SiC 超细粉体[J]. 材料科学与工程, 2000, 18(3): 48–51, 38.
- HUANG Zhengren, JIANG Dongliang, TAN Shouhong. Preparation of superfine SiC powder by attrition milling[J]. Materials Science and Engineering, 2000, 18(3): 48–51, 38.
- [38] 王斌, 李慧, 黄凯, 等. 亚微米级碳化硅微粉的研磨方法: CN118142646A[P]. 2024–06–07.
- WANG Bing, LI Hui, HUANG Kai, et al. Grinding method for submicron silicon carbide powder: CN118142646A[P]. 2024–06–07.
- [39] 邓丽荣, 王晓刚, 华小虎, 等. 机械粉碎法制备  $\beta$ -SiC 纳米粉体及其特性分析[J]. 中国粉体技术, 2022, 28(1): 62–67.
- DENG Lirong, WANG Xiaogang, HUA Xiaohu, et al. Preparation and characterization of  $\beta$ -SiC nano-powders by mechanical crushing method[J]. China Powder Science and Technology, 2022, 28(1): 62–67.
- [40] 赵平, 张艳娇, 刘广学, 等. 湿法制备超细粒碳化硅微粉试验研究[J]. 中国陶瓷, 2009, 45(5): 10–12.
- ZHAO Ping, ZHANG Yanjiao, LIU Guangxue, et al. Research on a wet method to preparation of superfine talc powder[J]. China Ceramics, 2009, 45(5): 10–12.
- [41] 祁利民, 刘雅琴, 吴澜尔. 亚微米碳化硅超细加工方法研究[J]. 化工矿物与加工, 2002, 31(12): 12–13, 17.
- QI Limin, LIU Yaqin, WU Laner. Study on sub-micro silicon carbide comminution processing[J]. Industrial Minerals and Processing, 2002, 31(12): 12–13, 17.
- [42] 铁健, 铁生年. 半导体制造业用微米碳化硅粉体制备工艺研究[J]. 材料导报, 2016, 30(14): 88–91.
- TIE Jian, TIE Shengnian. Preparation of ultrafine silicon carbide powder for semiconductor manufacturing[J]. Materials Review, 2016, 30(14): 88–91.
- [43] 田欣伟, 邓丽荣, 陆树河, 等.  $\beta$ -SiC 微粉中杂质碳的去除工艺研究[J]. 硅酸盐通报, 2010, 29(5): 1221–1225.
- TIAN Xinwei, DENG Lirong, LU Shuhe, et al. Research on the carbon impurity removing technique for  $\beta$ -SiC micropowder[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2010, 29(5): 1221–1225.
- [44] 付仲超, 马勤, 姜涛. 静态煅烧法除 SiC 微粉中碳杂质的工艺研究[J]. 电子测试, 2013(6): 219–220.
- FU Zhongchao, MA Qin, JIANG Tao. Investigation of static calcine on removing carbide impurity from silicon carbide powder[J]. Electronic Test, 2013(6): 219–220.
- [45] MAO F W, WU D C, ZHOU Z F, et al. Removal of amorphous carbon from SiC powder using flotation[J]. Separation Science and Technology, 2014, 49(5): 792–796.
- [46] 徐元清, 张晟卯, 赵俊伟, 等. 碳-碳化硅微粉的分离方法: CN104437822A[P]. 2015–03–25.
- XU Yuanqing, ZHANG Shengmao, ZHAO Junwei, et al. Separation method for carbon-silicon carbide powder: CN104437822A[P]. 2015–03–25.
- [47] 孙毅, 宋中学, 薛果, 等. 碳化硅微粉旋流提纯方法: CN103922342B[P]. 2016–08–17.
- SUN Yi, SONG Zhongxue, XUE Guo, et al. Refining method of silicon carbide powder by swirl flow: CN103922342B[P]. 2016–08–17.
- [48] 辛玲, 陈亚丽, 申君来, 等. 碳化硅微粉提纯分级装置: CN204138352U[P]. 2015–02–04.
- XIN Ling, CHEN Yali, SHEN Junlai, et al. Silicon carbide powder purification and classification device: CN204138352U[P]. 2015–02–04.
- [49] 李亮, 王军. 浸酸去除 SiC 微粉中  $Fe_2O_3$  的工艺技术研究[J]. 耐火材料, 2012, 46(6): 443–445.
- LI Liang, WANG Jun. Research on acid pickling to remove  $Fe_2O_3$  from SiC micropowder[J]. Refractories, 2012, 46(6): 443–445.
- [50] 王春利, 孙建梅. 碳化硅微粉中除铁工艺的改进[J]. 辽宁化工, 2012, 41(7): 661–662.
- WANG Chunli, SUN Jianmei. Improvement of the iron removal process for the silicon carbide micropowder[J]. Liaoning Chemical Industry, 2012, 41(7): 661–662.
- [51] 王雪枫, 黄雪莉, 赵建茹, 等. 碳化硅微粉中铁离子的去除方法: CN107601509A[P]. 2018–01–19.
- WANG Xuefeng, HUANG Xueli, ZHAO Jianru, et al. Removal method of iron ion in

silicon carbide powder: CN107601509A[P]. 2018-01-19.

[52] 赵平, 张艳娇, 刘广学, 等. 陶瓷级碳化硅微粉提纯试验研究[J]. 非金属矿, 2009, 32(4): 48-50.

ZHAO Ping, ZHANG Yanjiao, LIU Guangxue, et al. Experimental study on purification of ceramic grade SiC powder[J]. Non-Metallic Mines, 2009, 32(4): 48-50.

[53] 王波, 段晓波, 邓丽荣, 等.  $\beta$ -SiC 粉体 Si 杂质的亚临界水热去除工艺[J]. 硅酸盐通报, 2021, 40(2): 591-596.

WANG Bo, DUAN Xiaobo, DENG Lirong, et al. Subcritical hydrothermal removal of Si impurity in  $\beta$ -SiC powder[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2021, 40(2): 591-596.

[54] WANG L P, LI M Y, JIAN T Y, et al. Separation of silicon carbide and silicon powders in kerf loss slurry through phase transfer separation method with sodium dodecyl sulfate addition[J]. Separation and Purification Technology, 2020, 235: 116208.

[55] 李亮. 从碳化硅微粉中去除 Si 和 SiO<sub>2</sub> 的试验研究[J]. 湿法冶金, 2012, 31(5): 309-311.

LI Liang. Research on removing of Si and SiO<sub>2</sub> in silicon carbide micro powder[J]. Hydrometallurgy of China, 2012, 31(5): 309-311.

[56] 李显坪, 陈琦, 唐宝发. 深度去除高纯碳化硅粉体中杂质元素的方法: CN109721056A[P]. 2019-05-07.

LI Xianping, CHEN Qi, TANG Baofa. A

method for deep removal of impurity elements from high-purity silicon carbide powder: CN109721056A[P]. 2019-05-07.

[57] 周彬. 一种碳化硅微粉提纯工艺: CN102328929A[P]. 2012-01-25.

ZHOU Bin. A purification process for silicon carbide powder: CN102328929A[P]. 2012-01-25.

[58] 王波, 段晓波, 邓丽荣, 等.  $\beta$ -SiC 粉体中常见金属杂质的亚临界水热去除工艺[J]. 硅酸盐通报, 2021, 40(8): 2713-2718.

WANG Bo, DUAN Xiaobo, DENG Lirong, et al. Subcritical hydrothermal removal of common metal impurity in  $\beta$ -SiC powder[J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2021, 40(8): 2713-2718.

## Research Progress in Preparation of Silicon Carbide Raw Material Powder

FENG Dong<sup>1</sup>, LIU Yue<sup>1</sup>, DING Guoqiang<sup>1</sup>, RU Hongqiang<sup>2</sup>, LUO Xudong<sup>1,3</sup>, YOU Jiegang<sup>1</sup>

(1. University of Science and Technology Liaoning, Anshan 114051, China;

2. Northeastern University, Shenyang 110819, China;

3. Liaoning Institute of Science and Technology, Benxi 117004, China)

**[ABSTRACT]** Silicon carbide (SiC) material is widely used in aerospace, engineering ceramics and semiconductor fields for its excellent physical and chemical properties. At present, there are many methods for the synthesis of SiC powder, among which the carbothermal reduction is the main method for industrial production of SiC powder but during the production process, the particle size and impurity content of SiC powder would affect properties of the final product. Therefore, how to refine and purify SiC powder is becoming the issue that often needs to be explored for preparing the high-performance SiC materials. Firstly, the category, principle and characteristics of SiC powder synthesis technology are introduced; then the research progress of SiC powder refinement technology in recent years is elaborated, and the purification technology for amorphous carbon and metals & metal oxides in the SiC powder are specifically emphasized; finally, the problems that need to be solved for preparing SiC powder at present is analyzed along with an outlook for its development prospect.

**Keywords:** Silicon carbide (SiC) powder; SiC synthesis; Carbothermal reduction method; Powder refining; Powder purification

(责编 向阳)