

Fortschritt-Berichte VDI

Reihe 5

Grund- und Werkstoffe

Dipl.-Chem. Sylke Klein,
Roßdorf

Nr. 546

**Chemische
Gasphasensynthese
und Charakterisierung
von nanokristallinem
Siliziumkarbid-Pulver**

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung und Motivation	1
2. Grundlagen und Methodik	
2.1. Siliziumkarbid	
1. Struktur von Siliziumkarbid	3
2. Eigenschaften und Anwendung von Siliziumkarbid	5
2.2. Syntheseverfahren zur Herstellung von nanostrukturierten Siliziumkarbid-Pulvern	
1. Übersicht	9
2. Chemische Gasphasensynthese (CVS)	16
3. Modellvorstellungen zur Siliziumkarbid-Teilchenbildung	18
2.3. Methoden zur Pulvercharakterisierung	
1. Chemische Analyse	22
2. Stickstoffadsorption (BET)	23
3. Röntgenbeugung (XRD)	25
4. Spektroskopische Verfahren (NMR, XAFS, Raman)	27
5. Bildgebende Verfahren (HRTEM, REM)	30
3. Synthese von nanostrukturierten Siliziumkarbid-Pulvern	
3.1. Pulverherstellung durch Chemische Gasphasensynthese (CVS)	32
3.2. Experimenteller Aufbau des CVS-Reaktors	32
1. Edukt-Zufuhr	34
2. Pyrolyseeinheit	34
3. Pulversammlung	36
4. Experimentelle Pulvercharakterisierung	
4.1. Chemische Analyse	38
4.2. Stickstoffadsorption (BET)	39
4.3. Röntgenbeugung (XRD)	39
4.4. Spektroskopische Verfahren (NMR, XAFS)	40
4.5. Bildgebende Verfahren (HRTEM, REM)	40

5. Ergebnisse

5.1. Chemische Analyse	41
5.2. Bestimmung der Korn-, Teilchengröße, des Agglomerations- und Kristallinitätsgrades (XRD, BET)	46
1. Syntheseparameter: Edukt	47
2. Syntheseparameter: Reaktionstemperatur	48
3. Syntheseparameter: Reaktionsdruck und TMS-Partialdruck	49
4. Syntheseparameter: Pyrolyserohrgeometrie	51
5.3. Phasen- und Mikrostrukturanalyse	
1. Röntgenbeugung (XRD)	53
2. Hochauflösende Transmissionselektronenmikroskopie (HRTEM)	57
3. Kernmagnetische Festkörper-Resonanzspektroskopie (NMR)	62
4. Röntgenabsorptionsspektroskopie (XAFS)	65

6. Diskussion

6.1. Einfluß von Reaktions- und Lagerungsparametern auf die chemische Zusammensetzung	72
1. Einfluß der Syntheseparameter auf die chemische Zusammensetzung	75
2. Reduzierung des freien Kohlenstoff-Gehaltes	77
3. Einfluß der Lagerungsbedingungen auf die chemische Zusammensetzung	81
6.2. Einfluß der Syntheseparameter auf die Siliziumkarbid-Synthese	
1. Syntheseparameter: Edukt	82
2. Syntheseparameter: Reaktionstemperatur	88
3. Syntheseparameter: Reaktionsdruck	92
4. Syntheseparameter: TMS-Partialdruck	94
5. Syntheseparameter: Pyrolyserohrgeometrie (Länge, Durchmesser)	96
6.3. Phasen- und Mikrostrukturanalyse	102

7. Zusammenfassung und Ausblick	109
--	-----

8. Anhang

8.1. Probenübersicht	112
8.2. JCPDS-Karteien	114
8.3. Abkürzungen	116

9. Literaturverzeichnis	117
--------------------------------	-----