

# NGHIÊN CỨU CHẾ TẠO VẬT LIỆU CACBORUN TỪ NANO $\text{SiO}_2$

Trần Sĩ Trọng Khanh, Trần Thị Thao, Nguyễn Năng Định\*

Trường Đại học Công nghệ, ĐHQGHN, 144 Xuân Thủy, Cầu Giấy, Hà Nội

\*Email: [dinghn@vnu.edu.vn](mailto:dinghn@vnu.edu.vn)

Đến Tòa soạn: 5/5/2014; Chấp nhận đăng: 12/9/2014

## TÓM TẮT

Bằng công nghệ nghiên cứu năng lượng cao sử dụng vật liệu  $\text{SiO}_2$  từ tro của trấu của thóc lúa,  $\text{SiO}_2$  với kích thước hạt khoảng 50 nm (nano- $\text{SiO}_2$ ) đã được chế tạo. Khi thiêu kết hỗn hợp nano- $\text{SiO}_2$  và graphite (C) phản ứng hoàn toàn tạo ra cacborun ( $\text{SiC}$ ) dạng bột mịn xảy ra tại nhiệt độ  $1550^\circ\text{C}$ , thời gian 1 giờ. Sản phẩm  $\text{SiC}$  nhận được có độ sạch cao có thể ứng dụng làm tấm kê, gói đỡ trong công nghệ gốm sứ hay các thanh đốt trong lò nhiệt độ cao. Việc phát hiện  $\text{SiC}$  kết tinh hình que khi sử dụng hỗn hợp nano- $\text{SiO}_2$  chứa tạp chất để thiêu kết gợi mở những nghiên cứu mới nhằm chế tạo vật liệu que nano  $\text{SiC}$  ứng dụng làm chip LED từ ngoại hay vật liệu tổ hợp nano polymer dẫn điện với những tính chất điện và quang điện từ nổi trội.

*Từ khóa:* nghiên cứu năng lượng cao, thiêu kết, nano  $\text{SiO}_2$ , cacborun ( $\text{SiC}$ )

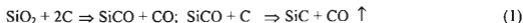
## 1. MỞ ĐẦU

$\text{SiC}$  là loại vật liệu dẫn điện siêu cứng, chịu được nhiệt độ cao, bền hoá học được ứng dụng trong nhiều lĩnh vực công nghiệp, như đá hay bột mài và trong chế tạo máy, thanh đốt (điện cực) trong lò nhiệt độ cao đến  $1300^\circ\text{C}$  làm việc trong môi trường khí quyển, tấm kê gói đỡ trong các lò nung gốm, v.v... [1 - 3].

Từ trước đến nay  $\text{SiC}$  thường được tổng hợp từ nguồn nguyên liệu đầu vào là cát thạch anh và muội than [4-6]. Cát thạch anh có nhiệt độ nóng chảy cao trên  $1760^\circ\text{C}$ . Để có phản ứng giữa cát thạch anh ( $\text{SiO}_2$ ) và muội than sạch (C) cần có bù đắp phản ứng nhiệt độ cao trên  $1900^\circ\text{C}$ , gây tổn hao điện năng lớn. Hơn nữa, muội than thương phẩm (độ sạch trên 99,5 %) có giá cao ~ 5 USD/kg. Do đó giá thành sản xuất  $\text{SiC}$  ở nước ta hiện nay vẫn còn rất cao, mà nhu cầu sử dụng  $\text{SiC}$  thì ngày càng lớn (trên 20.000 tấn/năm). Việc tìm kiếm công nghệ mới nhằm giảm giá thành sản phẩm  $\text{SiC}$  vì thế có ý nghĩa thời sự và trở nên cấp bách.

Với việc sử dụng vật liệu bột nano  $\text{SiO}_2$  và graphite tự nhiên, nhiệt độ tạo ra  $\text{SiC}$  vào khoảng  $1550^\circ\text{C}$  [7], điện năng cung cấp cho phản ứng chỉ bằng 60 % so với trường hợp phản ứng từ cát thạch anh và muội than. Giá thành của graphite hiện nay vào khoảng 1 USD/kg. Vật liệu nano  $\text{SiO}_2$  có thể chế tạo từ tro của trấu thóc lúa (gọi tắt là "tro trấu") hoặc tro bay (trong công nghiệp xi măng, một lượng tro bay giàu nano  $\text{SiO}_2$  được sinh ra trong quá trình đốt than đá để nung klanhke là rất lớn).

Trong trường hợp dùng SiO<sub>2</sub> và graphite để sản xuất SiC, phương trình phản ứng tạo ra SiC được mô tả như sau [8]:



Mục tiêu của công trình nghiên cứu này là chế tạo nano SiO<sub>2</sub> từ tro trấu và thiết lập quy trình công nghệ chế tạo SiC từ nguồn nguyên liệu đầu vào là bột graphite tự nhiên. Cấu trúc tinh thể, hình thái học và của vật liệu nano SiO<sub>2</sub> và SiC phụ thuộc vào điều kiện công nghệ cũng được trình bày.

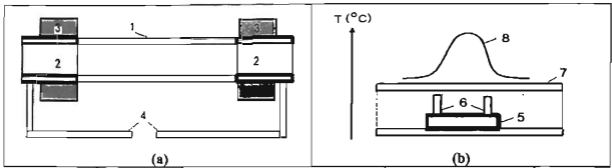
### 3. THỰC NGHIỆM

Nano SiO<sub>2</sub> dùng để chế tạo SiC được tổng hợp bằng công nghệ nghiền năng lượng cao, vật liệu để nghiền là SiO<sub>2</sub> tuyển từ tro trấu lúa. Trấu lúa vùng đồng bằng Bắc Bộ có thành phần hóa học là: SiO<sub>2</sub> chiếm 45 - 47 %, Carbon - 50 - 52 %, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 0,10 - 0,20 %, CaO - 1,00 - 1,25 % và Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 0,3 - 0,5% [9]. Việc xử lý các thành phần tạp chất trong trấu được tiến hành như sau. Đun sôi tro trấu thóc và khuấy đều trong khi đun nhằm làm tan các tạp chất ôxit kim loại kềm và kềm thổ; Tách nước ra khỏi hỗn hợp chứa SiO<sub>2</sub>, hòa tan hỗn hợp SiO<sub>2</sub> bằng axit clohydric (HCl) nồng độ 10% trong thời gian 24h. Các tạp chất tan hết trong HCl, riêng SiO<sub>2</sub> không bị tan. Cuối cùng là tách dung dịch axit ra khỏi SiO<sub>2</sub> bằng cách rửa trôi bằng nước khử ion và đưa vào lò sấy khô. Bằng cách đó độ sạch của SiO<sub>2</sub> có thể đạt được đến trên 99,5 %.

SiO<sub>2</sub> sạch được đưa vào bình nghiền để tạo ra nano SiO<sub>2</sub>, sử dụng công nghệ nghiền ướt. Thiết bị nghiền ly tâm hành tinh gồm 4 bình có đường kính 150 mm, cao 200 mm. Bình nghiền bằng gốm có độ cứng cao (thành phần Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + ZrO<sub>2</sub>). Thể tích của bột SiO<sub>2</sub> với bình nghiền chiếm khoảng 2/3 thể tích bình nghiền, thời gian nghiền mỗi lần là 15 phút, mẫu được lấy ra để phân tích rồi nghiền tiếp. Tổng số lần nghiền để nhận được nano SiO<sub>2</sub> là 5 lần. Graphite tự nhiên (thô) được tuyển chọn sơ bộ có nguồn gốc từ Yên Bái. Các tạp chất trong graphite được xử lý bằng cách ngâm lần lượt trong các axit khác nhau. Thiêu kết hỗn hợp nano SiO<sub>2</sub> và C được tiến hành trong lò ống điện trở graphite kiểu lò Tamman, sơ đồ của lò được trình bày trên Hình 1a và phân bố nhiệt độ trong lò mô tả trên Hình 1b.

Bằng phương pháp thiêu kết trong lò Tamman SiC nhận được có độ sạch cao. Trong quá trình tổng hợp SiC chúng tôi đã cho khí Ar đi qua để bảo đảm không khí không lọt được vào trong lò gây cháy graphite. Khi nâng nhiệt độ lò lên đến giá trị 1550 °C (nhiệt độ thiêu kết SiC), thuyền graphite chứa phối liệu phản ứng được đẩy vào vùng nhiệt tương ứng. Nhiệt độ được đo tại hai tấm graphite để hai đầu thuyền, nhiệt độ của thí nghiệm được lấy giá trị trung bình của nhiệt độ hai đầu thuyền. Đo nhiệt độ bằng hóa quang kế với sai số ± 50 °C. Chúng tôi dùng bao nung chứa phối liệu phản ứng thay cho thuyền. Nắp đáy bao nung đều bằng graphite, tiện ra từ chính điện cực graphite. Cho phối liệu vào bao nung và lên chặt bằng chày thép. Khi đưa bao nung vào vùng nhiệt cần thiết trong lò, sau khoảng 30 phút xảy ra phản ứng mạnh, khiến một lượng lớn CO cháy và bay ra. Sau khoảng 15 phút ngọn lửa CO giảm dần và duy trì thêm khoảng 30 phút nữa thì hết cháy. Sau thời gian thiêu kết 60 phút bao nung được lấy ra, phần phối liệu nằm sát thành bao nung khoảng 2 cm là sản phẩm tạo ra từ phản ứng hoàn toàn (1), đó là khối lượng SiC thu được sau phản ứng. Phần vật liệu trong lõi lò là hỗn hợp SiO<sub>2</sub> và graphite, đòi hỏi nhiệt độ thiêu kết cao hơn được lấy ra để làm phối liệu cho đợt thiêu kết sau.

Hình thái học bề mặt của mẫu được khảo sát trên hiển vi điện tử phát xạ trường (FE-SEM) Hitachi S - 4800. Phân tích cấu trúc tinh thể được tiến hành trên máy nhiễu xạ tia X "D-5000". Nhiệt độ phản ứng giữa SiO<sub>2</sub> và graphite tạo ra SiC được xác định nhờ phân tích nhiệt vi sai (DTA).



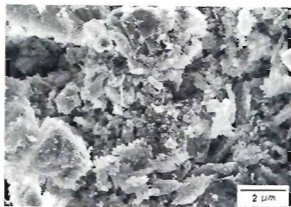
Hình 1. Sơ đồ nguyên lý lò ống điện trở graphite (a) và phân bố nhiệt độ của lò (b): 1 - Ống điện cực graphite; 2 - Hai ộp cực bằng đồng; 3 - Hai buồng làm nguội bằng nước; 4 - Hai thanh điện cực bằng đồng; 5 - Thuyền graphit; 6 - Tâm graphit; 7 - Ống graphit; 8 - Đồ thị phân bố nhiệt.

### 3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

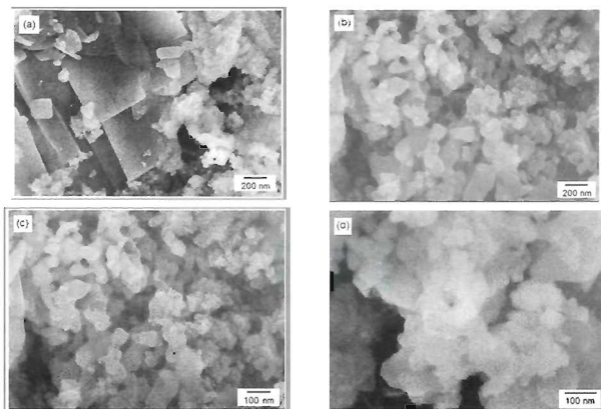
#### 3.1. Chế tạo $\text{SiO}_2$

Từ thực nghiệm chúng tôi nhận thấy kích thước các hạt  $\text{SiO}_2$  giảm dần theo chiều tăng của thời gian qua mỗi đợt nghiền năng lượng cao. Hình 2 là ảnh FE-SEM chụp mẫu  $\text{SiO}_2$  tổng hợp từ tro trấu lúa sau khi làm sạch. Hình 3 là ảnh FE-SEM của mẫu bột  $\text{SiO}_2$  sau khi nghiền năng lượng cao với thời gian khác nhau. Các ảnh này cho thấy, lúc đầu bột  $\text{SiO}_2$  có kích thước từ 3 - 10  $\mu\text{m}$  (Hình 2). Sau khi nghiền từ 15 phút đến 30, 45 và 60 phút, kích thước hạt  $\text{SiO}_2$  giảm xuống từ 5  $\mu\text{m}$  còn khoảng 45 nm (Hình 3 a, b, c và d).

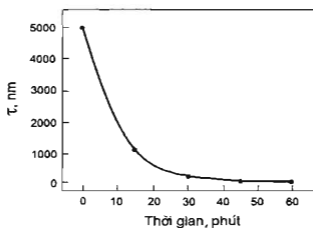
Kết quả khảo sát kích thước hạt  $\text{SiO}_2$  ( $\tau$ ) phụ thuộc vào thời gian nghiền cho thấy, đối với cùng một tỉ lệ lượng bi và bột  $\text{SiO}_2$ , sau 30 phút nghiền, kích thước hạt của bột  $\text{SiO}_2$  gần như không giảm (kích thước giới hạn của phương pháp) và đạt giá trị khoảng 50 nm. Đồ thị phụ thuộc thời gian nghiền của kích thước hạt được trình bày trên Hình 4. Kết quả này cho thấy quá trình nghiền năng lượng cao đối với  $\text{SiO}_2$  có kích thước khởi đầu  $\sim 5 \mu\text{m}$  để tạo ra  $\text{SiO}_2$  nano với kích thước hạt  $\sim 50\text{nm}$  có thể dừng sau khoảng thời gian 40 phút.



Hình 2. Ảnh FE-SEM của bột  $\text{SiO}_2$  sau khi làm sạch,  $d \sim 5 \mu\text{m}$ .

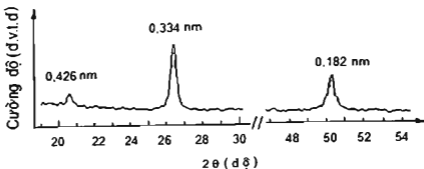


Hình 3. Ảnh FE-SEM của các mẫu bột SiO<sub>2</sub> sau khi nghiền năng lượng cao với thời gian  $t = 15$  phút cho  $d = 1 \mu\text{m}$  (a),  $t = 30$  phút cho  $d = 100 \text{ nm}$  (b),  $t = 45$  phút cho  $d = 55 \text{ nm}$  (c) và  $t = 60$  phút cho  $d = 40 \text{ nm}$  (d).



Hình 4. Kích thước hạt SiO<sub>2</sub> phụ thuộc vào thời gian nghiền

Trên Hình 5 là giản đồ nhiễu xạ tia X (XRD) của mẫu SiO<sub>2</sub> sau khi nghiền năng lượng cao với thời gian 60 phút. Có ba đỉnh nhiễu xạ ứng với phản xạ của các họ mặt tinh thể có khoảng cách bằng 0,426 nm; 0,334 nm và 0,182 nm. Các đỉnh này đều trùng hợp với các đỉnh đặc trưng của cấu trúc tinh thể SiO<sub>2</sub> [10] và trên giản đồ XRD không quan sát thấy đỉnh nhiễu xạ của pha tinh thể khác. Hơn nữa độ bán rộng của các đỉnh ( $\beta$ ) đều khá lớn, chứng tỏ vật liệu bột SiO<sub>2</sub> có cấu trúc nano.



Hình 5. Giản đồ nhiễu xạ tia x (XRD) của mẫu SiO<sub>2</sub> sau khi nghiền 60 phút.

Kích thước hạt được tính bằng công thức Sherrer [11]:

$$\tau = \frac{0,9\lambda}{\beta \times \cos\theta}, \quad (2)$$

Trong đó  $\lambda$  là bước sóng tia X sử dụng (đối với ống phát tia X bằng đồng,  $\lambda = 0.14506$  nm),  $\theta$  - góc nhiễu xạ.  $\beta$  tính theo đơn vị radian là độ rộng của đỉnh XRD tại một nửa chiều cao của đỉnh (độ bán rộng). Kết quả xác định  $\beta$  từ giản đồ XRD và thay vào công thức trên cho tất cả các đỉnh nhiễu xạ cho thấy giá trị trung bình của kích thước hạt SiO<sub>2</sub> vào khoảng 40 – 50 nm. Giá trị này hoàn toàn phù hợp với kết quả đo kích thước hạt trên ảnh FE-SEM (Hình 3d).

### 3.2. Tổng hợp SiC từ nano SiO<sub>2</sub> và graphite tự nhiên

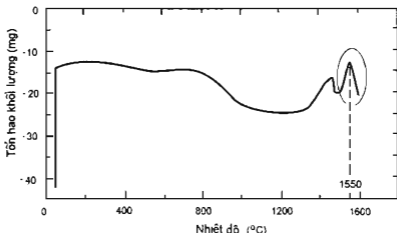
Để làm sạch Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO và các tạp chất khác, graphite thô được ngâm trong axit clohydric (HCl 10%) trong khoảng thời gian 24 giờ, rồi rửa sạch bằng nước khử ion. Dung axit flohydric (HF 10%) hòa tan SiO<sub>2</sub> (trong 24 giờ). Thành phần tạp chất của graphite sau khi xử lý được phân tích bằng phương pháp hóa học tại Viện Công nghệ, Bộ Quốc Phòng [12]. Kết quả phân tích được trình bày trên Bảng 1, bảng này so sánh thành phần tạp chất trong graphite thô và sau khi xử lý sạch.

Bảng 1. Thành phần hóa học của graphite Yên Bái trước và sau khi xử lý tạp.

Số TT	Thành phần	Phần trăm khối lượng (%kl)	
		Graphite thô [12]	Graphite sau xử lý
1	Graphite	72 - 78	95,5
2	SiO <sub>2</sub>	4 - 6	2,5
3	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8-10	0
4	CaO	1-3	0
5	MgO	1-2	0
6	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	< 1	<0,5
7	K <sub>2</sub> O	< 1	0
8	Tạp chất khác	~ 2%	<0,5

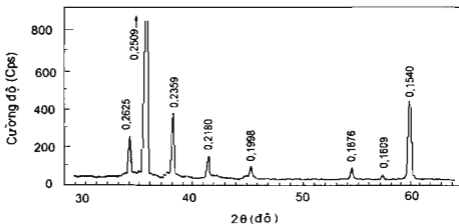
Từ Bảng 1 nhận thấy, độ sạch của graphite đã đạt được đến 95,5% kl, các tạp chất khác đã hết hoặc chỉ còn dưới 0,5%kl. Riêng SiO<sub>2</sub> còn 2,5%kl, tuy nhiên vì trong công nghệ tổng hợp SiC có sử dụng nano SiO<sub>2</sub> nên tạp này không ảnh hưởng đến chất lượng của vật liệu tổng hợp. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> và tạp chất khác cũng sẽ hóa hơi hết trong quá trình thiêu kết nhiệt độ cao.

Hỗn hợp graphite tự nhiên và tro trấu được nghiền trộn trên máy nghiền lệch tâm vào do phân tích trên máy phân tích DTA để xác định nhiệt độ phản ứng xảy ra giữa graphite và tro trấu để tạo ra SiC. Kết quả ghi DTA trình bày trên Hình 6.



Hình 6. Giản đồ xác định nhiệt độ phản ứng tạo thành SiC từ graphite tự nhiên với nano SiO<sub>2</sub>

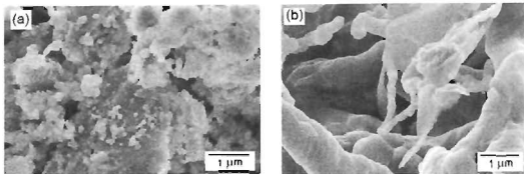
Từ khoảng 800 °C đến 1300 °C quá trình hoàn nguyên SiO<sub>2</sub> diễn ra (mất ôxy), tạo thành SiCO như trên phương trình (1) nên khối lượng giảm, khi hoàn nguyên kết thúc quá trình phản ứng Si với C đã diễn ra. Giản đồ DTA cho thấy phản ứng SiO<sub>2</sub> với C xảy ra tại nhiệt độ khoảng 1550°C (Hình 7). Khi hỗn hợp nano SiO<sub>2</sub> + C được thiêu kết ở 1550°C phản ứng tạo SiC - phản ứng (1) đã xảy ra hoàn toàn. Kết quả phân tích cho thấy không còn cacbon dư và "lõi SiO<sub>2</sub>" nằm giữa hai lớp SiO<sub>2</sub> và graphite. Thật vậy, Hình 7 là kết quả ghi giản đồ nhiễu xạ tia X (XRD) từ mẫu thiêu kết đó. Giản đồ XRD gồm các đỉnh thuộc cấu trúc tinh thể SiC, phù hợp với kết quả đã công bố trước đây [13], không có đỉnh nào thuộc SiO<sub>2</sub>, C và các tạp chất khác. Một số đỉnh ứng với giá trị khoảng cách mặt mạng (d) 0,2509; 0,2180 và 0,1540 nm, tương ứng họ mặt phản xạ (111), (200) và (220) có đường độ lớn. Đa số các đỉnh có độ bán rộng (β) nhỏ hơn so với trường hợp cấu trúc nano SiO<sub>2</sub>, chứng tỏ SiC có cấu trúc hạt lớn hơn.



Hình 7. Giản đồ nhiễu xạ tia X của mẫu thiêu kết hỗn hợp nano SiO<sub>2</sub> + C tại 1550°C.

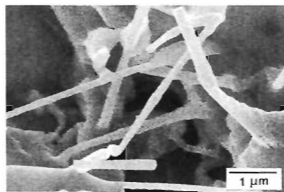
Tuy vậy trên giản đồ XRD vẫn có một số đỉnh có  $\beta$  tương đương với các đỉnh trên giản đồ XRD của  $\text{SiO}_2$ , thể hiện trong mẫu SiC tồn tại một số hạt kích thước nano. Điều này cũng được thể hiện khi hình thái học của các mẫu SiC được khảo sát bằng hiển vi điện tử quét FE-SEM.

Hình 8a là ảnh SEM chụp hỗn hợp nano  $\text{SiO}_2$  và C trước khi thiêu kết. Ảnh này cho thấy bột nano  $\text{SiO}_2$  đã bám khá đều trên bề mặt các phiến graphite. Sau khi thiêu kết khoảng 1 giờ, phản ứng xảy ra bột nano  $\text{SiO}_2$  và graphite đã kết hợp thành SiC với cấu trúc bột khá mịn (Hình 8b). Phối liệu mịn này có thể dễ dàng gia công, ép khuôn tạo ra phiến hoặc thanh cacborun ( $\text{SiC}$ ) có độ sạch cao làm các tấm kê, gối hay các thanh đốt trong lò nhiệt độ cao, v.v...



Hình 8. Ảnh FE-SEM chụp mẫu hỗn hợp nano- $\text{SiO}_2$  + C trước khi thiêu kết (a) và mẫu thiêu kết tại  $1550^\circ\text{C}$ , thời gian 60 phút (b).

Trong quá trình thực nghiệm, khi sử dụng một số hỗn hợp tro trấu chưa xử lý tạp chất, chúng tôi phát hiện SiC mọc thành hình que (Hình 9), khác với SiC thiêu kết từ hỗn hợp tinh khiết nano  $\text{SiO}_2$  và graphite sạch. Hơn nữa, nhiệt độ thiêu kết hỗn hợp chứa tạp chất giảm đáng kể, chỉ còn khoảng  $1250^\circ\text{C}$ .



Hình 9. Ảnh FE-SEM của mẫu SiC thiêu kết từ hỗn hợp  $\text{SiO}_2$ +C chứa tạp chất.

Các kết quả trên cho thấy hình thái học của SiC thiêu kết từ C với  $\text{SiO}_2$  sạch và chứa tạp chất là hoàn toàn khác nhau: đối với nano  $\text{SiO}_2$  sạch, SiC nhận được dưới dạng bột mịn, trong khi đó đối với  $\text{SiO}_2$  chứa tạp chất phần lớn SiC kết tinh thành hình que. Việc SiC mọc thành hình que chứng tỏ quá trình kết tinh xảy ra theo một số hướng ưu tiên nhất định nhờ chất xúc tác là tạp chất  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , CaO hay  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Những tạp chất này đóng vai trò các chất xúc tác với những tấm graphite, dẫn đến nhiệt độ "eutectic" hạ thấp và hình thành mầm SiC theo một số hướng ưu tiên, từ đó SiC với thiết diện đáy kích thước vài chục nanomet tiếp tục phát triển dài ra đến vài micromet (Hình 8). Từ phát hiện mới về kết tinh hình que của SiC, có thể đề xuất những nghiên cứu tiếp theo về cơ chế mọc que nano SiC, tạo ra vật liệu nano SiC hình que. Vật liệu này có thể

đưa vào ứng dụng thực tiễn trong công nghệ chế tạo chip diốt phát quang (LED) phát bước sóng tử ngoại hay làm vật liệu tổ hợp với polymer dẫn điện với những tính chất điện, quang điện tử và quang tử nổi trội khác.

#### 4. KẾT LUẬN

Bằng công nghệ nghiền năng lượng cao, vật liệu nano SiO<sub>2</sub> với kích thước hạt ~ 50 nm đã được chế tạo từ tro trấu sau khi xử lý sạch các tạp chất. Hỗn hợp nano-SiO<sub>2</sub> và graphite được thiêu kết tại nhiệt độ 1550°C trong thời gian 1 giờ, phản ứng hoàn toàn tạo ra cacborun (SiC) đã xảy ra. Sản phẩm bột mịn SiC nhận được có độ sạch cao, giá thành hạ có thể ứng dụng làm tấm kê, gói đỡ trong công nghệ gốm sứ hay các thanh đốt trong lò nhiệt độ cao.

Việc phát hiện SiC kết tinh hình que khi sử dụng hỗn hợp nano-SiO<sub>2</sub> chứa tạp chất để thiêu kết mở ra hướng nghiên cứu tiếp theo nhằm chế tạo vật liệu nano SiC que. Vật liệu que nano SiC có thể sử dụng để chế tạo chip LED tử ngoại hay chế tạo vật liệu tổ hợp nano chức năng, trong đó có tổ hợp polymer dẫn điện với những tính chất điện và quang điện tử nổi trội.

*Lời cảm ơn.* Nghiên cứu này được tài trợ bởi Quỹ phát triển khoa học và công nghệ quốc gia (NAFOSTED) trong đề tài mã số “103.02-2013.39”.

#### TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. Albano M. P. - Mechanical strength of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> – Bonded SiC refractories, Interceram No 3, (1994) 135-141.
2. Pierson O. H. - Handbook of refractories carbides and nitrides, Noyes Publication, New Jersey, USA 1996, pp. 635
3. Refractories Handbook - The Technical Association of Refractories, Japan, 1998, pp. 776
4. Bobkova N. M., Phizicheskaja khimija silicatov, Vishajya shkola, Minsk (tiếng Nga), 1977, tr. 347
5. Nguyễn Đăng Hùng, Đào Xuân Phái, Trần Thị Doan - Kỹ thuật hóa học vật liệu chịu lửa, Đại học Bách Khoa Hà Nội, 1978, tr. 267.
6. Kainarsi I.S., Degtiyareva E. V. - Karborudovie ognepori, Mtallurgizdat, Kharkov, 1963, tr.558.
7. Nguyễn Đăng Hùng - Kỹ thuật sản xuất vật liệu chịu lửa, NXB Giáo dục, 1996, tr. 288.
8. Nguyễn Đăng Hùng, Công nghệ sản xuất vật liệu chịu lửa, NXB Bách khoa – Hà Nội, 2006, tr. 264.
9. Đào Văn Đông - Ảnh hưởng của phụ gia tro trấu đến các tính chất của bê tông cường độ cao. Tạp chí Cầu Đường Việt nam, số 9/10 (2008) 26 – 32.
10. Alper A. M. - High temperature oxides, Part IV, Academic Press, New York and London, 1971, pp. 557.
11. Cullity B. D. - Elements of X-Ray diffraction, 2nd ed., Addison-Wesley Publishing Company, Inc., Reading, MA, 1978, pp. 486.
12. Trần Sỹ Kháng - Báo cáo tổng kết đề tài “Nghiên cứu tổng hợp Silicon carbide (SiC) từ nano SiO<sub>2</sub> và chế tạo composit của chúng làm vật liệu chịu lửa trong lò nung gốm”, Đề tài cấp Thành phố Hà Nội, Mã số 01C - 03/04-2012-2 (2012).

13. Wang Y., Voronin G., T. Zerda W., Winiarski A. - SiC-CNT nanocomposites: high pressure reaction synthesis and characterization, *J. Phys.: Condens. Matter* **18** (2006) 275-282.

### ABSTRACT

#### INVESTIGATION OF TECHNOLOGY FOR PREPARATION OF SiC FROM NANO SiO<sub>2</sub>

Tran Si Trong Khanh, Tran Thi Thao, Nguyen Nang Dinh\*

*University of Engineering & Technology, Hanoi Vietnam National University,  
144 Xuan Thuy, Cau Giay, Hanoi, Vietnam*

\*Email: [dinhnn@vnu.edu.vn](mailto:dinhnn@vnu.edu.vn)

By using a high-energy milling method, nano SiO<sub>2</sub> powder with a particle size of ~ 50 nm (nano SiO<sub>2</sub>) was prepared from rice husk ashes. Heating at 1550 °C for 1 hour, the complete reaction of the mixture of nano-SiO<sub>2</sub> and graphite (C) occurred and carborundum (SiC) was crystallized in a form of the smooth powder. The pure SiC powder can be used for chocked plates and pillows in the ceramic ovens and resistance tubes in high-temperature furnaces. From the investigation it was observed that SiC was grown in the form of nano-rods when using nano-SiO<sub>2</sub> containing impurities of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, CaO or Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. This suggests useful applications for ultra-violet LED chips and polymeric nanocomposites with specific optoelectronic properties.

*Keywords:* high-energy milling method, heating, nano SiO<sub>2</sub>, carborundum (SiC).