

ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКОДИСПЕРСНОГО ПОРОШКА B_4Si

Макаренко Г.Н., Крушинская Л.А., Мацера В.Е., Федорус В.Б.

Институт проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины,
ул. Кржижановского, 3, Киев, 03680, Украина, E-mail: nano@iprms.kiev.ua

В настоящей работе исследована возможность получения нанопорошков силицида бора состава B_4Si в процессе механообработки, а также с последующим низкотемпературным синтезом.

Механообработку смеси, рассчитанной на прохождение реакции $4B + Si = B_4Si$, проводили в планетарной мельнице типа АИР с центробежной нагрузкой 25g в стальных барабанах со стальными шарами при отношении массы загрузки к массе шаров 1:20 в среде аргона. Суммарное время механообработки составляло 15, 30, 40, 60 и 90 мин. Полученные результаты представлены в таблице.

Таблица. Характеристика продуктов механосинтеза B_4Si

Время обработки, мин	Удельная поверхность, m^2/g	Результаты рентгено-фазового анализа (РФА)
15	11,5	Si
30	15,2	—
40	10,9	Si
60	15,9	Si (линии уширены)
90	11,4	Si(линии уширены), B_4Si (следы)

Согласно данным РФА, практически при всех временных режимах обработки реакционной смеси B_4Si не образуется. На дифрактограммах присутствуют только линии Si. Однако при обработке в течение 90 мин на дифрактограмме в области $2\theta = 48,10^\circ$ наблюдается гало, что можно отнести к началу образования силицидной фазы бора в аморфном состоянии.

Для проведения термообработки (ТО) использовали активированные смеси, исходными компонентами которой были порошок Si, предварительно активированный в течение 1 ч, и порошок аморфного В. Целесообразность такого исследования продиктована тем, что при одинаковых условиях механоактивации (МА) измельчение чистого Si протекало интенсивнее, чем смеси $B+Si$, а удельная поверхность Si после МА ($20,9 m^2/g$) была выше, чем его смеси с В ($15,9 m^2/g$). Это можно объяснить амортизирующим действием бора. Приготовленную шихту подвергали ТО в вакууме в интервале температур $700-1100^\circ C$ с выдержкой в течение 1, 2 и 3 ч. На дифрактограммах продуктов синтеза, полученных при $700^\circ C$ и выдержке 1 ч, кроме линий Si

присутствовали очень размытые три линии в области углов, соответствующих B_4Si , что позволяет предположить образование аморфной фазы B_4Si уже при температуре $700^\circ C$. При температуре ТО $1000^\circ C$ и выдержке 1 ч был получен продукт, состоящий из аморфного B_4Si и Si и содержащий по данным химического анализа 57,0% (мас.) $B_{общ.}$, 40,5% (мас.) $Si_{общ.}$ и 6,3 % (мас.) $Si_{своб.}$. Увеличение выдержки до 3 ч при $1000^\circ C$ снизило содержание $Si_{своб.}$ до 1,6 % (мас.). Только порошок, полученный при температуре $1100^\circ C$ (выдержка 2 ч), не содержал свободный Si (57,3% (мас.) $B_{общ.}$, 40,6% (мас.) $Si_{общ.}$) и состоял из кристаллической и аморфной форм B_4Si .

Согласно данным ТЭМ, этот порошок состоит из мелких частиц округлой формы размером ≤ 1 мкм и их агломератов размером $\sim 5-15$ мкм (см. рисунок).

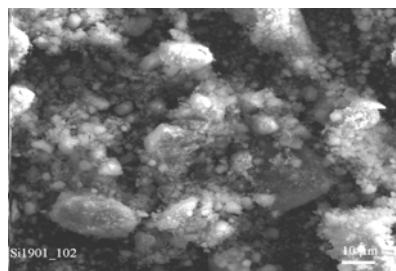


Рисунок Морфология частиц порошка B_4Si

Таким образом, в процессе механосинтеза получить силицид бора не представилось возможным, очевидно, вследствие высокой энергии активации диффузии атомов бора в кремний при твердофазной реакции. Однако ТО шихты, содержащей предварительно активированный Si, позволила получить безразмольный высокодисперсный порошок B_4Si уже при температурах $1000-1100^\circ C$, что на $200^\circ C$ ниже температуры традиционного синтеза силицида бора. Это подтверждает наше предположение о том, что образование силицидной фазы в процессе нагрева происходит на частичках бора путем сублимации кремния и доставки его атомов к бору, т.е. по механизму газ-твердое тело. Поэтому, варьируя дисперсность и дефектность исходного кремния, можно оптимизировать технологию получения порошка B_4Si .