

КАРБАМИДНЫЙ СИНТЕЗ НИТРИДА БОРА

Рагуля А.В., Томила Т.В., Крушинская Л.А., Котко А.В., Франкфурт В.М.,
Лобунец Т.Ф., Широков А.В.

Институт проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины, Киев, Украина,
email: tomila@ipms.kiev.ua

Одним из перспективных методов получения порошков нитрида бора является карбамидный синтез. Он включает две последовательные стадии: термообработку шихты на основе борной кислоты и карбамида при температурах 200–350 °С и азотирования шихты, подвергнутой термообработке, в потоке азота или аммиака при температуре 800–1200 °С. Проведенные ранее исследования на образцах, полученных в лабораторных условиях, показали, что данный способ синтеза позволяет получать BN высокой чистоты, а также варьировать степень его трехмерной упорядоченности с сохранением наноразмерных элементов структуры.

В данной работе приведены результаты исследования нитрида бора, синтезированного карбамидным методом в опытно-промышленных условиях. Для исследования использовали исходные шихты, подвергнутые термообработке при температурах 200–340 °С на воздухе. Азотирование шихты проводили в потоке аммиака в интервале температур 800–900 °С с изотермической выдержкой 2 и 3 ч во вращающейся печи. Было установлено, что наиболее реакционно-активной шихтой для получения нитрида бора является шихта, подвергнутая термообработке при 290 °С.

Аттестацию термообработанных шихт и синтезированных порошков нитрида бора проводили методами химического, рентгенофазового, электронно-микроскопического анализов и ИК-спектроскопии. На рис. 1 приведены ИК-спектры шихт, подвергнутых термообработке, а также порошков нитрида бора, синтезированных при 800, 850 и 900 °С. Анализ ИК-спектров показал, что полученный порошок представляет нитрид бора с турбостратной структурой. Это подтверждается результатами РФА и ПЭМ. По данным химического анализа содержание азота в BN составляет 48%. Полученный нитрид бора представлен хлопье-видными монокристаллическими и разрыхленными агрегатами частиц (рис. 2).

В таблице приведены характеристики субструктуры частиц нитрида бора.

Удельная поверхность синтезированных порошков составляет 110–120 м²/г.

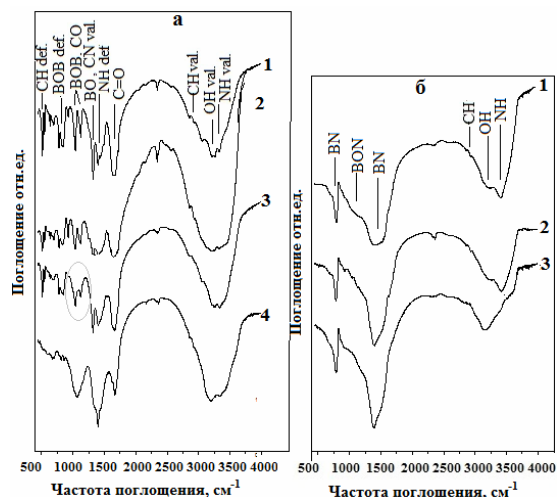


Рис. 1 ИК-спектры поглощения термообработанных шихт и синтезированных порошков BN: (а): 1 – $T_{обр.} = 200$ °С, 2 – 250 °С, 3 – 290 °С, 4 – 340 °С; (б): 1 – $T_{азот.} = 800$ °С, 2 – 850 °С, 3 – 900 °С

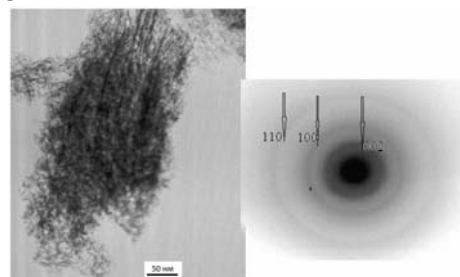


Рис. 2 Типичная субструктура частиц порошка BN, синтезированного при 850 °С

Таблица

Характеристики субструктуры BN

Условия синтеза		Элементы субструктуры, нм	
Температура, °С	Время, ч	Диаметр онокристаллических элементов, нм	Толщина пластинок слоистой субструктуры, нм
800	2	10–40	1–3
850	3	30–60	3–5
870	3	50–70	3–10, 15–30

Выводы

Порошки, полученные в процессе карбамидного синтеза, представляют собой BN турбостратной структуры. Размер частиц порошков находится в диапазоне 10–70 нм, а удельная поверхность – 110–120 м²/г.