

УДК 666.775-798.2

**САМОРАСПРОСТРАНЯЮЩИЙСЯ
ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ СИНТЕЗ
КОМПОЗИЦИОННОГО НАНОПОРОШКА AlN-BN**

И.А. Керсон, магистрант гр 5М, II курс

Научный руководитель: Л.А. Шиганова, к.т.н., доцент
Самарский государственный технический университет,
г.Самара

Для получения нитридных композиций нано- и микропорошков перспективно использовать азидную технологию СВС (СВС-Аз). Эта технология основана на использовании азида натрия NaN_3 в качестве твердого азотирующего реагента и галоидных солей различного состава [1].

Нитевидные кристаллы нитрида алюминия являются одним из наиболее перспективных армирующих наполнителей для композиционных материалов. На основе нитрида алюминия марки СВС была создана новая высокотемпературная диэлектрическая керамика. Нитрид бора применяется для получения высокоогнеупорных материалов, армирующих волокон, как полупроводниковый материал, сухая смазка для подшипников, поглотитель нейтронов в ядерных реакторах.

Известно, что свойства керамики на основе индивидуальных нитридов алюминия и бора заметно отличаются. Поэтому свойства керамики на основе композиционных материалов с применением этих нитридов будут значительно отличаться. Например, при использовании одноименных композиций, но с различным содержанием нитридных фаз, например, $\text{AlN}/\text{BN} = 90/10$ и $\text{AlN}/\text{BN} = 10/90$, свойства материала будут различными. В первом случае материал будет обладать больше теплопроводными свойствами, а во втором случае – повышенной твердостью. Вследствие этого и применение этих композиций будет различным [2].

Проведение синтеза нитридной композиции AlN-BN в режиме СВС-Аз, измерение линейных скоростей и максимальных температур горения проводились в лабораторном реакторе СВС-Аз постоянного давления. Рентгенофазовый анализ конечного продукта проводили с помощью дифрактометра *ARL X'tra-138*.

Установлено, что в системах « $x\text{AlF}_3-\text{NaN}_3-\text{KBF}_4$ », « $\text{AlF}_3-\text{NaN}_3-y\text{KBF}_4$ », образуется композиция $\text{AlN-BN-K}_2\text{NaAlF}_6$, причем нитрид бора присутствует в конечном продукте в небольшом количестве. Конечный продукт синтеза, полученный из систем « $x\text{Na}_3\text{AlF}_6-\text{NaN}_3-\text{KBF}_4$ » и « $\text{Na}_3\text{AlF}_6-\text{NaN}_3-y\text{KBF}_4$ » практически полностью состоит из K_2NaAlF_6 , но с увеличением Na_3AlF_6 в исходной смеси « $\text{Na}_3\text{AlF}_6+\text{NaN}_3+\text{KBF}_4$ » конечный продукт представляет собой смесь нитрида алюминия AlN и фторида калия

KF. Конечный продукт синтеза, полученный из систем « $x\text{AlF}_3\text{-NaN}_3\text{-NH}_4\text{BF}_4$ » и « $\text{AlF}_3\text{-NaN}_3\text{-}y\text{NH}_4\text{BF}_4$ », состоит из нитрида алюминия и гексафторалюмината натрия Na_3AlF_6 . Нитрид бора в этих системах присутствует в небольшом количестве.

Исследование размера, морфологии частиц и определение химического анализа образца проводилось с помощью растрового электронного микроскопа *JSM-6390A* фирмы «*Jeol*». На рисунке 1 показан химический состав конечного продукта, синтезированного в системе « $x\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-NaN}_3\text{-}y\text{NH}_4\text{BF}_4$ » при различном соотношении компонентов (x и y) в шихте.

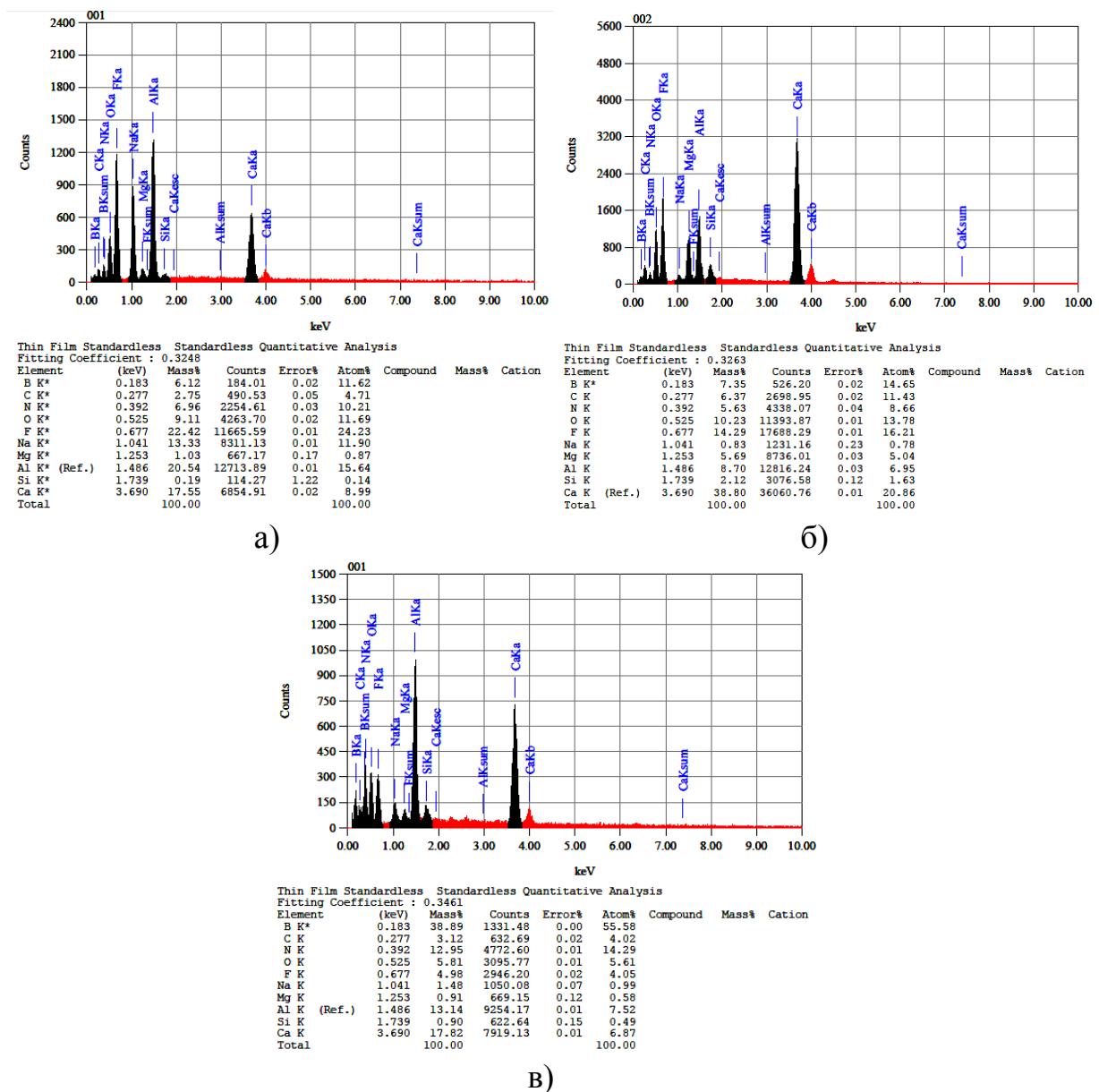


Рис. 1. Химический состав конечного продукта, синтезированного в системе « $\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-NaN}_3\text{-NH}_4\text{BF}_4$ » при различном соотношении компонентов в шихте:

- а) « $x\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-NaN}_3\text{-}y\text{NH}_4\text{BF}_4$ » при $x = 1$ моль и $y = 1$ моль;
- б) « $x\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-NaN}_3\text{-}y\text{NH}_4\text{BF}_4$ » при $x = 3$ моль и $y = 1$ моль;
- в) « $x\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-NaN}_3\text{-}y\text{NH}_4\text{BF}_4$ » при $x = 1$ моль и $y = 3$ моль

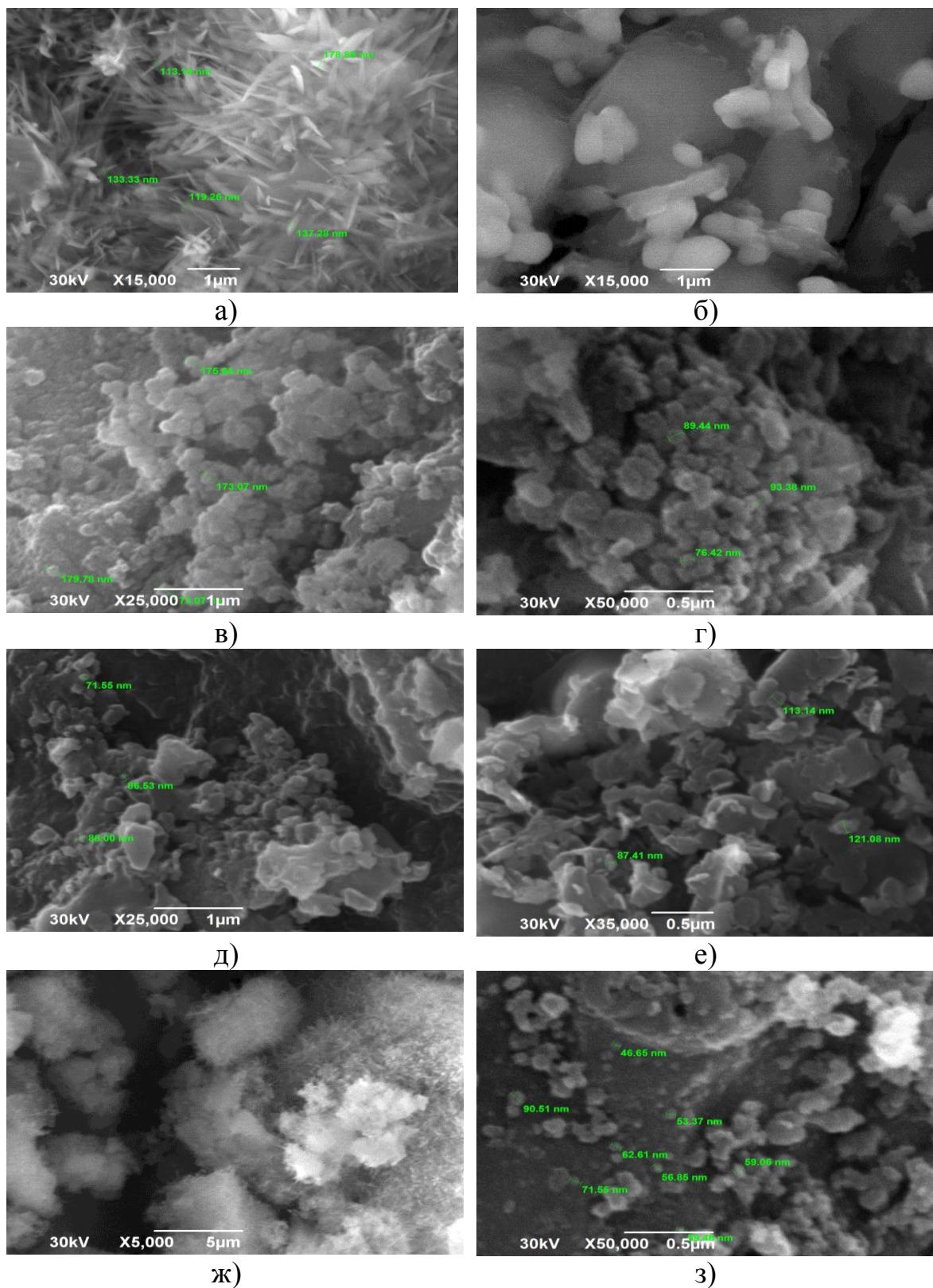


Рис. 2. Морфология частиц конечного продукта, синтезированного в системах: а) « $x\text{AlF}_3\text{-NaN}_3\text{-KBF}_4$ »; б) « $\text{AlF}_3\text{-NaN}_3\text{-}y\text{KBF}_4$ »; в) « $x\text{AlF}_3\text{-NaN}_3\text{-NH}_4\text{BF}_4$ »; г) « $\text{AlF}_3\text{-NaN}_3\text{-}y\text{NH}_4\text{BF}_4$ »; д) « $x\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-NaN}_3\text{-KBF}_4$ »; е) « $\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-NaN}_3\text{-}y\text{KBF}_4$ »; ж) « $x\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-NaN}_3\text{-NH}_4\text{BF}_4$ »; з) « $\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-NaN}_3\text{-}y\text{NH}_4\text{BF}_4$ »

На рис. 2 представлена морфология частиц конечного продукта, синтезированного в системе «азид натрия – галоидные соли алюминия и бора» для получения нитридной композиции AlN-BN.

Как видно из рисунка 1 при увеличении галоидной соли Na_3AlF_6 в исходной шихте происходит незначительное увеличение в конечном продукте алюминия. А при увеличении галоидной соли NH_4BF_4 в исходной шихте происходит увеличение в конечном продукте бора. Но судить о качестве конечного продукта, то есть о том получается ли нитридная композиция AlN-BN по представленному химическому анализу затруднительно. Так как анализ проводится не всего объема конечного продукта, а только на определенной ограниченной площади или точке образца. А так же этот анализ не показывает из каких компонентов (химических соединений) состоит конечный продукт, а только какие химические элементы содержатся в исследуемом образце.

Исследована морфология конечного продукта, синтезированного из систем « $x\text{AlF}_3\text{-NaN}_3\text{-KBF}_4$ » и « $x\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-NaN}_3\text{-NH}_4\text{BF}_4$ », которая представляет собой нано- и микропорошок волокнистой структуры со средним размером частиц 90-110 нм. Морфология конечного продукта, синтезированного из системы « $x\text{AlF}_3\text{-NaN}_3\text{-NH}_4\text{BF}_4$ » имеет неправильную форму и средний размер частиц составляет 150-170 нм. Морфология конечного продукта, синтезированного из систем « $\text{AlF}_3\text{-NaN}_3\text{-yNH}_4\text{BF}_4$ », « $x\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-NaN}_3\text{-KBF}_4$ » имеет неправильную форму и средний размер частиц составляет 70-90 нм. Морфология конечного продукта, синтезированного из системы « $\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-NaN}_3\text{-yKBF}_4$ » представляет собой нанопорошок неправильной формы со средним размером частиц 90-110 нм. Морфология конечного продукта, синтезированного из системы « $\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-NaN}_3\text{-yNH}_4\text{BF}_4$ » представляет собой нанопорошок неправильной формы со средним размером частиц 50-70 нм.

Список литературы:

1. Бичуров, Г.В. Азидная технология самораспространяющегося высокотемпературного синтеза микро- и нанопорошков нитридных композиций / Г.В Бичуров, Л.А. Шиганова, Ю.В. Титова.- М.: Машиностроение, 2012. – 519 с.
2. Амосов, А.П. Порошковая технология самораспространяющегося высокотемпературного синтеза материалов: учебное пособие / А.П. Амосов, И.П. Боровинская, А.Г. Мержанов.- М.: Машиностроение-1, 2007. - 568 с.