

УДК 621.762.2:233.083

**Н. В. Новиков**, акад. НАН Украины; **Г. П. Богатырева**, докт. тех. наук;  
**Ю. И. Никитин**, канд. техн. наук, **В. Г. Полторацкий**,  
**А. Г. Гонтар**, **В.Н. Ткач**; кандидаты физ.-мат. наук,  
**А. М. Куцай**, канд. техн. наук

*Институт сверхтвердых материалов им. В. Н. Бакуля НАН Украины, г. Киев*

### **СТРУКТУРНО-МОРФОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ СТРОЕНИЯ И ЭЛЕМЕНТНЫЙ СОСТАВ КОМПОЗИЦИОННЫХ КОМПАКТОВ КУБОНИТА И ПОРОШКОВ ИЗ НИХ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКОГО СИНТЕЗА**

*The features of sintering composite process from the compacted carbon nitride micropowders of various grain sizes by formation carbon connecting have been presented. The prospects of creation on the basis of pyrolytic film and threadlike carbon condensates of materials with high absorption properties are discussed.*

В ИСМ НАН Украины проведен комплекс исследований по разработке новых видов композиционных материалов на основе использования мелкозернистых микропорошков КМ 3/2, КМ 3/1, КМ 2/1, КМ 1/0 и КМ 0,5/0, которые в настоящее время не пользуются повышенным спросом.

Кубонитовые микропорошки компактировали прогрессивным методом их спекания в реакторе установки физико-химического синтеза (рис. 1) при температуре 1100-1200 °С и давлении ниже атмосферного в среде углеродсодержащего газа – метана (СН<sub>4</sub>) [1-2].



*Рис. 1. Установка для получения пористых компактов*

Установлены закономерности процесса спекания композиционных компактов (рис. 2-4) из сбрикетированных микропорошков кубонита различной зернистости с образованием углеродного связующего, армированного нитями и коконами, а именно для получения ком-

пактов и шлифпорошков с максимальной плотностью и прочностью зерен при снижении (уменьшении) зернистости исходных микропорошков  $3/2 \rightarrow 3/1 \rightarrow 2/1 \rightarrow 1/0$ , повышается расход  $\text{CH}_4$ :  $3,1 \cdot 10^{-5} \text{ м}^3/\text{с} \rightarrow 3,5 \cdot 10^{-5} \text{ м}^3/\text{с}$ , снижаются давление  $2,5 \cdot 10^4 \text{ Па} \rightarrow 2,2 \cdot 10^4 \text{ Па}$  и температура  $1250 \text{ }^\circ\text{C} \rightarrow 1100 \text{ }^\circ\text{C}$ .

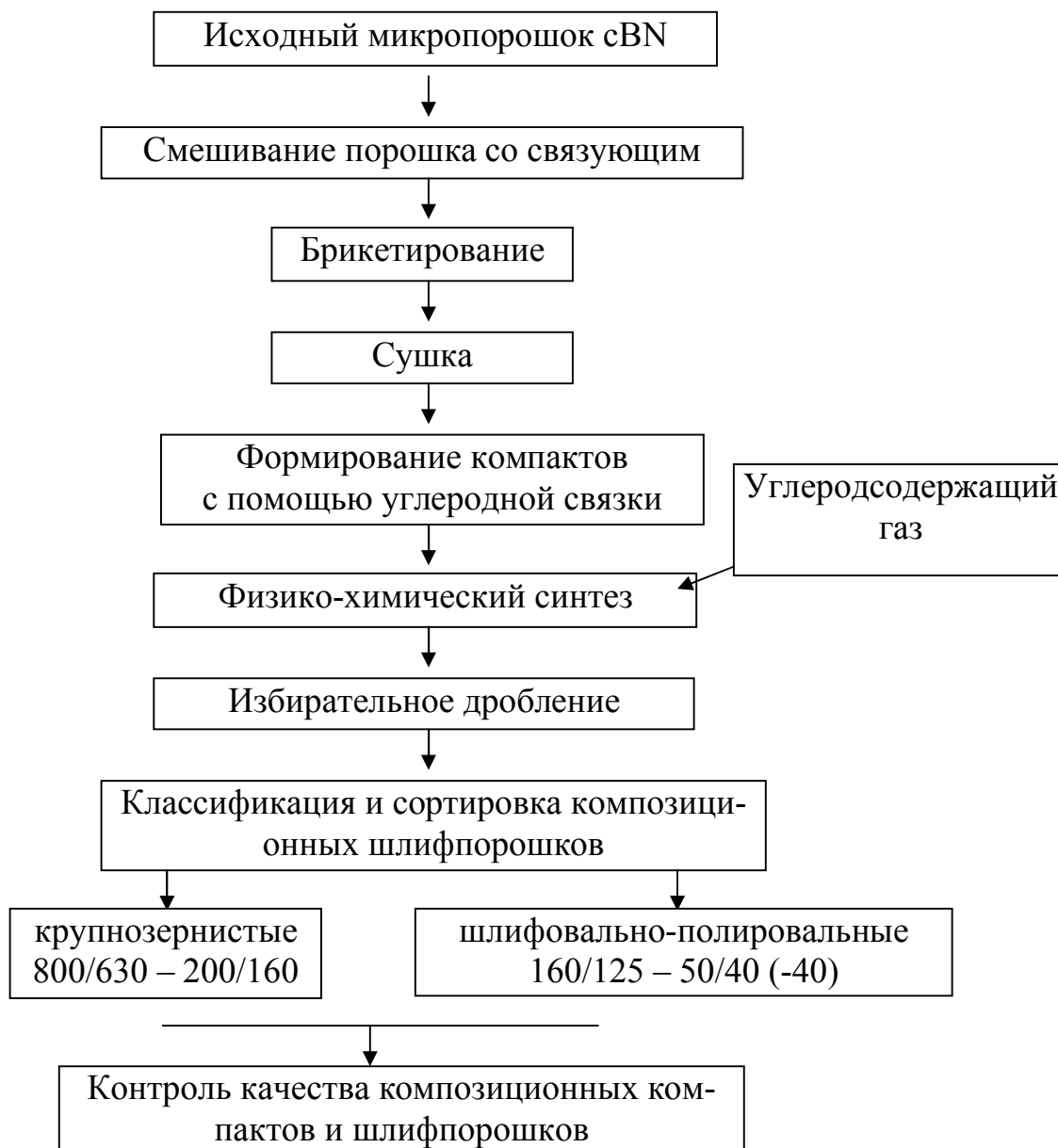


Рис. 2. Технологическая схема получения композиционных компактов сBN-C и порошков из них

Структурно-морфологические характеристики внешнего строения и количественного элементного состава разнотипных углеродных конденсатов, микропорошков и компактов из сBN определяли с применением растрового электронного микроскопа (РЭМ) ZEISS EVO 50XVP (Германия), укомплектованного энергодисперсионным (ЭДС) анализатором рентгеновских спектров INCA ENERGY 450 (Великая Британия).

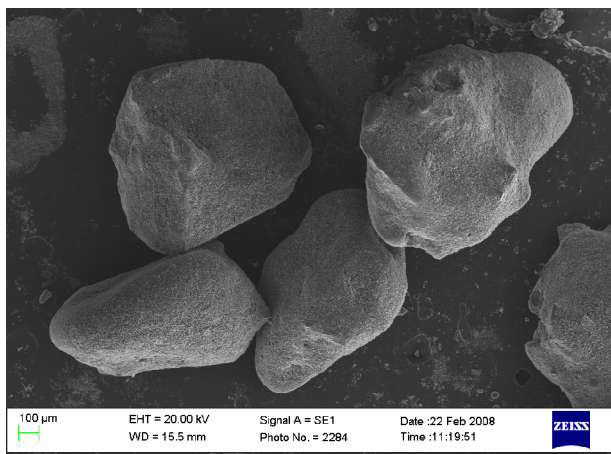


Рис. 3. Растровомикроскопический снимок при 100 кратном увеличении компактированного шлифпорошка 800/630 состоящего из исходного шлифпорошка марки KB 125/100 и микропорошка KM 3/1

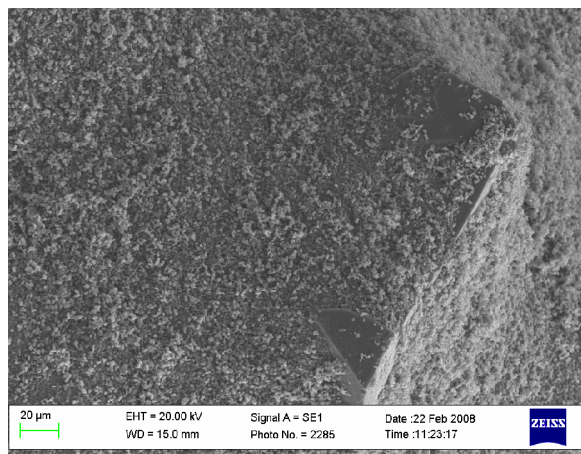


Рис. 4. Поверхность компактированного шлифпорошка 800/630, полученного из исходного шлифпорошка марки KB 125/100 и микропорошка KM 3/1, снятая в РЭМ при увеличении  $\times 1000$  и с использованием детектора вторичных электронов

Для ЭДС спектров 1-3 (рис. 5) анализы выполнены для областей обозначенных квадратами, для спектров 4-6 количественный элементный состав определен для сферической области в 1 мкм. Результаты анализа в точках 1, 2, 4-6 показывают наличие нитрида бора около стехиометрического состава. ИК спектроскопические исследования подтверждают, что это кубическая фаза нитрида бора. Результаты количественного ЭДС анализа в точке 3 демонстрируют наличие в исследуемом образце наряду с бором и азотом практически равной количественной доли углерода. Суммируя результаты визуализации в сканирующем электронном микроскопе при различных увеличениях и данные количественного ЭДС анализа в различных локальных точках, можно утверждать, что в результате технологического процесса полученный порошок зернистости 800/630 представляет собой композиционный материал, состоящий из кубического нитрида бора марки KB 125/100, который с помощью углеродного конденсата компактируется с зернами порошка кубического нитрида бора марки KM 3/1.

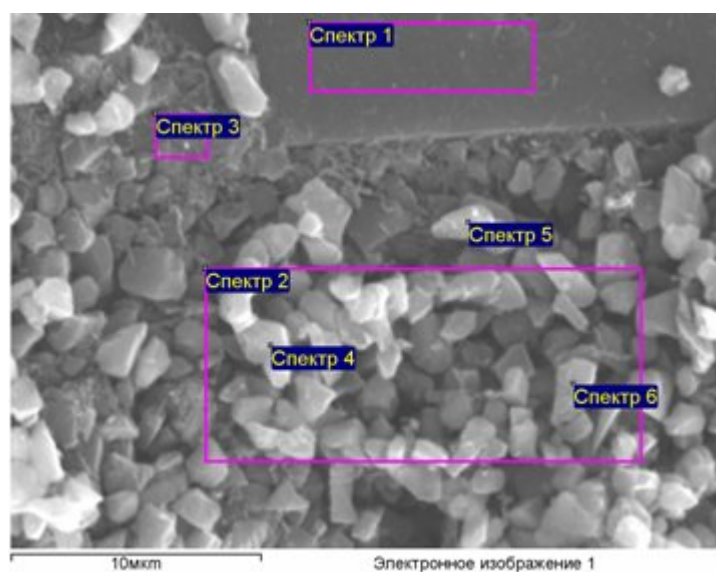


Рис. 5. Аналитические области, в которых выполнялся элементный анализ компактированного шлифпорошка 800/630, полученного из исходного шлифпорошка марки KB 125/100, и микропорошка KM 3/1

Крупномасштабный локальный и интегральный по заданной площади ЭДС элементный анализ исходной смеси алмаза и кубонита после осаждения на него углеродного конденсата приведенный в табл. 1, указывает на то, что данный материал состоит преимущественно из углерода с незначительными примесями кислорода и магния.

Таблица 1. Результаты количественного анализа компактированного шлифпорошка 800/630, состоящего из исходного шлифпорошка марки KB 125/100, и микропорошка КМ 3/1 (приведены в весовых %)

Спектр	В	С	N	О	Mg
1	43,17		56,83		
2	43,98		55,90		0,12
3	31,41	30,47	37,19	0,93	
4	43,31		56,69		
5	42,15		57,57		0,28
6	42,50		57,50		

Результаты элементного ЭДС анализа поверхности углеродной нити (рис. 6) при 20 кВ, ускоряющем напряжении пучка РЭМ в точках 1-3 и 7 показывают, что рассматриваемые нитеобразные пиролитические конденсаты состоят преимущественно из углерода. Анализ в аналитических точках 4 и 6 показывает наличие значительного количества кислорода - около 25 %. Для более детального исследования данного образования анализ выполнили при пониженном ускоряющем напряжении 5 кВ для уменьшения размеров аналитической области.

Результаты элементного анализа при пониженном ускоряющем напряжении РЭМ в точках 1-3 (рис. 7) убедительно показывают углеродную природу рассматриваемых нитеподобных и глобулярных пиролитически конденсированных структур. Результаты анализа в точках 4 и 6, показывающие наличие значительного количества кислорода на фоне углерода, и позволяют дать этому факту следующую интерпретацию. ЭДС анализатором рентгеновских спектров не детектируется водород. Поэтому единственным возможным трактованием полученного результата может быть то, что светлые образования на поверхности углеродных нитей являются сильнопористыми углеродными структурами, адсорбировавшими значительное количество воды (гидроксильных групп), предположительно из воздуха.

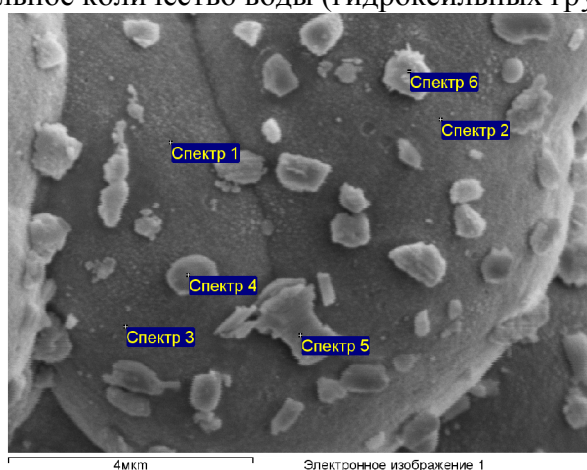


Рис. 6. Аналитические локальные области, в которых выполнялся элементный анализ поверхности углеродной нити при ускоряющем напряжении электронного пучка 20 кВ

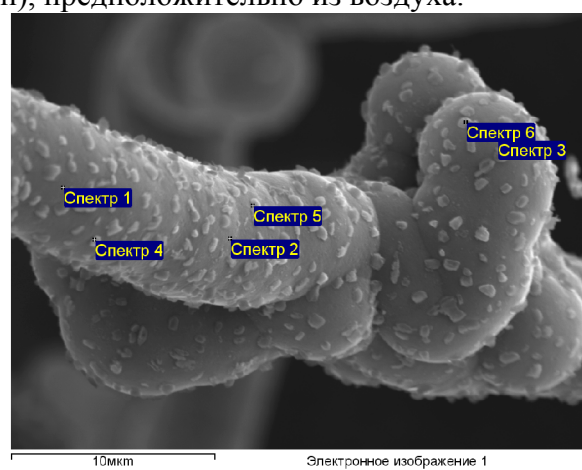


Рис. 7. Аналитические локальные области, в которых выполнялся элементный анализ поверхности углеродной нити при ускоряющем напряжении электронного пучка 5 кВ

Анализ морфологических особенностей поверхности пиролитического компакта из микропорошков кубонита серии КМ по РЭМ снимкам (рис. 8 и 9) при различных увеличениях полученных с использованием детектора вторичных электронов продемонстрировал наличие на поверхности типичных для углеродных конденсатов глобулярных структур с характерными размерами 100-200 нм.

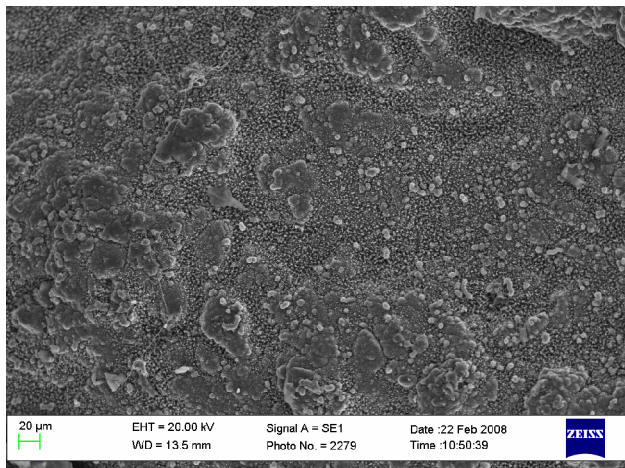


Рис. 8. Поверхность пиролитического компакта из микропорошка КМ 3/1 при увеличении  $\times 5000$

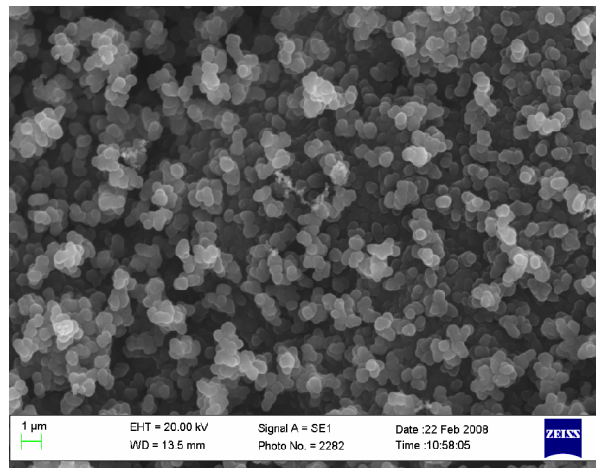


Рис. 9. Глобулярные углеродные структуры при пиролитическом компактировании  $\times 100000$

ЭДС элементный анализ углеродного пиролитического пленочного конденсата, применяемого для компактирования (спектр 1 в пределах квадрата на рис. 10), позволяет предположить (табл. 2), что поверхность пленки имеет развитую пористую структуру и адсорбирует воду, в то время как середина пленки (спектр 2 в пределах квадрата на рис. 10) такие свойства демонстрирует слабо.

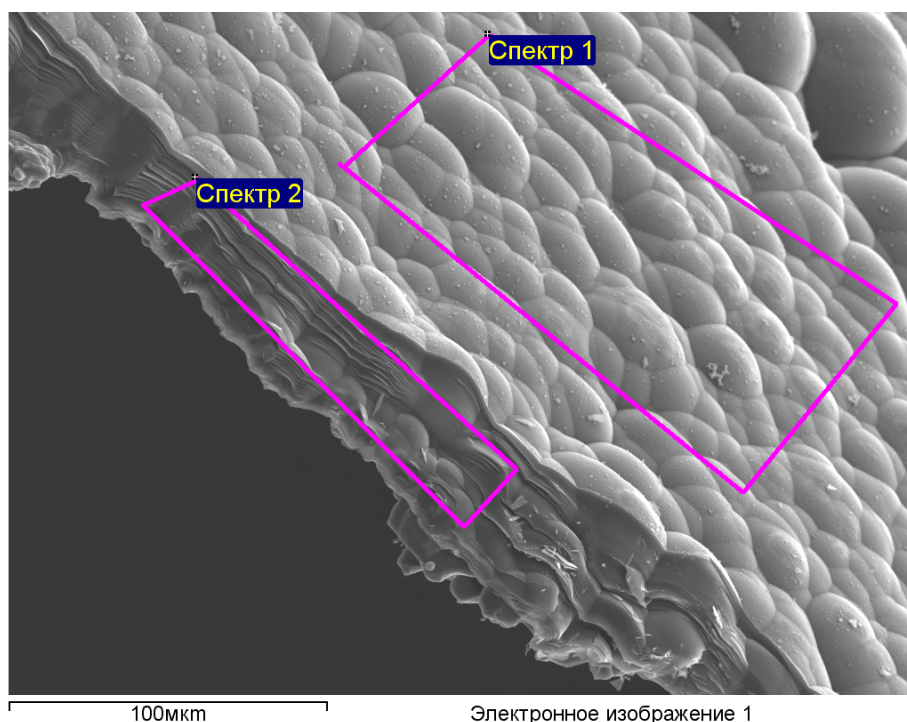


Рис. 10. Аналитические области, в которых выполнялся элементный анализ углеродного пиролитического пленочного конденсата

Таблица 2. Результаты количественного элементного анализа углеродного пиролитического пленочного конденсата при ускоряющем напряжении электронного пучка 20 кВ (приведены в весовых %)

Спектр	C	N	O	Fe
1	70,17	5,95	21,55	2,34
2	95,82	1,58	2,56	0,04

ИК спектроскопическими исследованиями подтверждено наличие и показаны количественный состав и доля кубической модификации нитрида бора после пиролитических обработок в подавляющем количестве образцов компактированного шлифпорошка, полученного из исходного микропорошка кубонита.

РЭМ морфологический и ЭДС элементный анализ визуально и количественно показали механизм и закономерности компактирования микропорошков кубонита с помощью углеродного пиролитического конденсата. При этом возможно создание на основе пиролитических пленочных и нитевидных углеродных конденсатов материалов с высокими абсорбционными свойствами.

Комплексное рассмотрение результатов исследований структурных особенностей и элементного состава композиционных компактов из углеродного пиролитического связующего зерен кубонита (нового материала «Карбонитридабора–П») методами ИК спектроскопии, РЭМ морфологического и ЭДС элементного анализа подтверждает эффективность и перспективность использования пиролитических технологий для создания абразивных шлифпорошков на основе исходных микропорошков нижнего размерного диапазона.

#### Литература

1. Лысенко А.В., Пугач Э.А., Шульман Л.А., Никитин Ю.И. и др. Модель ненасыщенного алмазоподобного углерода // Докл. АН УССР. – 1989. – Сер. А, № 12. – С. 60 – 64.
2. Полторацкий В.Г., Лысенко А.В., Пугач Э.А., Никитин Ю.И. и др. Структура углеродной связки алмазосодержащих композиционных СТМ, полученной при низком давлении // Сверхтв. материалы. – 1990. – № 5. – С. 40 – 45.

*Поступила 03.06.08*