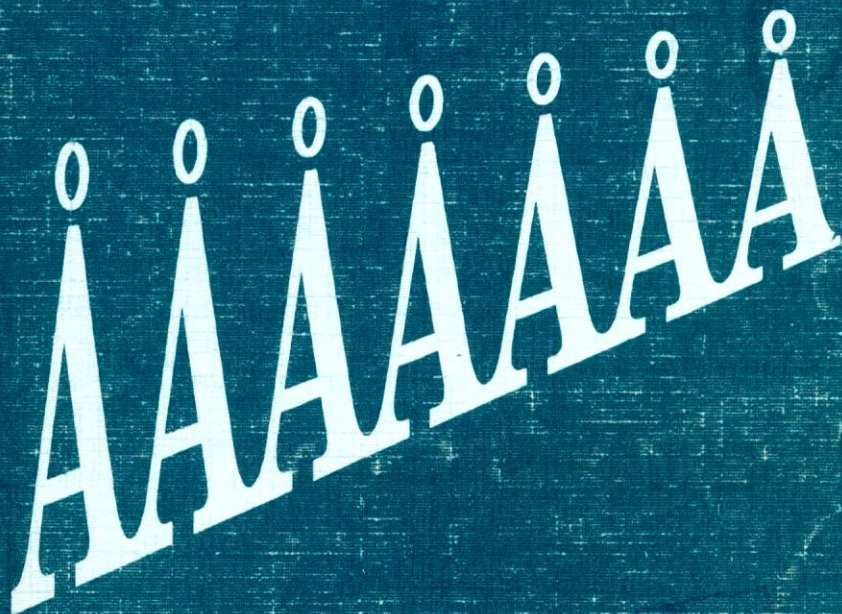


2001

1937

ФИЗИКОХИМИЯ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ



Материалы
V Всероссийской конференции

МОСКВА 2000

Министерство РФ по атомной энергии

Российский Фонд Фундаментальных исследований

Министерство науки и технологий РФ

Российская академия наук

Министерство образования РФ

✓ Московский государственный инженерно-физический институт,

(технический университет)

Институт электрофизики УрО РАН

ФИЗИКОХИМИЯ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ СИСТЕМ

**Материалы
V Всероссийской конференции**

9 — 13 октября 2000 г.

Екатеринбург, Россия

Москва 2000

С.П. БАРДАХАНОВ, А.И. КОРЧАГИН*, Н.К. КУКСАНОВ*,
А.В. ЛАВРУХИН*, С.Н. ФАДЕЕВ*

*Институт теоретической и прикладной механики СО РАН,
Новосибирск*

**Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН,
Новосибирск*

ПОЛУЧЕНИЕ НАНОДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ ПУЧКОМ УСКОРЕННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ В АТМОСФЕРЕ ВОЗДУХА

Разработан и реализован новый высокопроизводительный способ получения ультрадисперсного диоксида кремния и оксидов других элементов путем испарения твердых веществ с последующей конденсацией. Необходимая для испарения плотность мощности (до 5000 кВт/см^2) обеспечивается использованием в качестве теплового источника стандартного ускорителя серии ЭЛВ мощностью до 100 кВт с выпуском в атмосферу концентрированного пучка электронов.

Процесс осуществляется в непрерывном режиме с производительностью десятки килограммов в час и заключается в следующем: испарение твердого материала пучком электронов, быстрое охлаждение паро-воздушной смеси с конденсацией вещества в виде наночастиц и улавливание полученного порошка.

Исходным сырьем служит оксид крупных фракций (порошок, песок, щебень), полученный обычными способами, или дешевое природное сырье, как правило, с кристаллической структурой.

Разработанный способ имеет ряд преимуществ, главные из которых:

- химическая чистота, в процессе участвуют только электронный пучок и исходный материал, не требуется никаких других химических реагентов;
- объемный ввод энергии непосредственно в объект облучения обеспечивает высокий КПД трансформации электрической энергии в тепловую энергию;
- возможность изменения размеров образующихся частиц посредством регулирования степени начального разбавления пара

воздухом, управления мощностью пучка электронов и скоростью охлаждения паров;

- в процессе быстрого охлаждения частицы приобретают аморфную структуру;
- производство УДП по этой технологии является экологически чистым и безопасным.

По разработанному способу уже получены ультрадисперсные порошки оксидов кремния, алюминия, магния и циркония, состоящие из частиц размером 50-200 нм с удельной поверхностью более 100 м²/г. Проведены разнообразные физико-химические исследования порошков в различных научных организациях.

Они показали, что действительно, частицы в полученных порошках входят в состав вторичных конгломератов, обладают определенной пористостью и имеют полностью аморфизованную структуру. Обнаружены отличия электронных состояний атомов кремния и кислорода в частицах полученных порошков от соответствующих состояний в природном кварце.

Исследования в организациях, представляющих возможные применения, показали, что полученные порошки могут быть использованы в ряде производств, например в качестве наполнителей композиционных материалов, белых и цветных резин, основного компонента уникальных керамик, наполнителей зубных паст, диспергаторов при производстве слеживающихся продуктов, тиксотропирования жидкостей и т.д. Например, полученные порошки проявляют более высокую активность при спекании, а температуры начала их спекания на 150 градусов ниже, по сравнению с обычными порошками, зерна керамики имеют субмикронный размер.

Проведенные маркетинговые исследования показали, что производство нанопорошков по описанной технологии может быть высоко rentабельным с быстрой окупаемостью капитальных вложений.

В перспективе имеется возможность проведения процесса в контролируемой атмосфере (использование вакуума, инертных и других газов), что позволит получать ультрадисперсные порошки различных химических элементов и их соединений (карбидов, нитридов и др.), а также активированные порошки с помощью подачи в испарительную зону водородсодержащих соединений.

О.Л. ХАСАНОВ, Ю.Ф. ИВАНОВ,
В.Я. ШЕВЧЕНКО*, Г.С. ЮРЬЕВ**

Томский политехнический университет

**Институт химии силикатов РАН, Томск*

***Институт ядерной физики СО РАН, Новосибирск*

ПОЛИДОМЕННАЯ СТРУКТУРА НАНОЧАСТИЦ YSZ, АКТИВИРОВАННЫХ МОЩНЫМ УЛЬТРАЗВУКОМ

Целью работы являлось исследование сосуществования нескольких фаз в структуре отдельной наночастицы стабилизированного диоксида циркония ($ZrO_2-5\%Y_2O_3$)-YSZ.

Исследовался плазмохимический УДП ZrO_2 и ($ZrO_2-5\%Y_2O_3$) в естественном состоянии и активированный ультразвуковым воздействием мощностью 1, 2 и 3 кВт.

Анализировались данные просвечивающей дифракционной электронной микроскопии отдельных наночастиц (микроскопы ЭМ-125, JSM-820 JEOL), рентгенофазового анализа с высоким угловым разрешением рентгенограмм ($0,1^\circ 2\theta$, дифрактометр D/Max-B Rigaku), фазового анализа коллимированным и монохроматизированным синхротронным излучением с регистрацией дифракционных картин с точностью 0.02 \AA параметра решетки (СЦСИ ИЯФ СО РАН).

На микрофотографиях ПЭМ выделялись частицы, в которых средний размер кристаллитов, определяемый из выборки в 600-800 измерений, равнялся 6; 9; 14; 21; 25; 35; 38; 45 и 53 нм. Для каждого из указанных средних размеров кристаллитов изучали 5-8 частиц. На присутствие в исследуемых частицах нескольких метастабильных фаз указывало наблюдаемое на микроэлектроннограммах радиальное расщепление рефлексов дифракционного кольца $\{220\}$ кубической модификации YSZ.

Количественное определение степени такого расщепления показало, что для частиц ZrO_2 и исходного ($ZrO_2-5\%Y_2O_3$) оно соответствует микроискажениям кубической структуры, тогда как для УЗ-активированных УДП расщепление увеличивается и указывает на присутствие в нанокристаллите нескольких фаз (полиморфных модификаций) с близкими параметрами решеток, относящихся к одной сингонии. Максимальное расщепление рефлекса наблюдалось в УДП, активированном ультразвуком мощностью 2 кВт.

Г.С. ЮРЬЕВ, В.П. НАЗЬМОВ, М.А. КОРЧАГИН
*Сибирский центр синхротронного излучения
при ИЯФ СО РАН. Новосибирск*

ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ МИКРОКРИСТАЛЛОВ c -BN, α -Si₃N₄, c -SiC НА ПОДЛОЖКАХ (100)Si

Изучалась структура тонких слоев (тысячи ангстрем) нитридов бора, кремния и карбида кремния на подложках кремния — кристаллографической плоскости (100)Si. Конденсированные слои получались из газовой фазы при плазмохимическом разложении соответствующих легколетучих соединений [Интеграционные программы фундаментальных исследований. Изд. СО РАН, Новосибирск (1999), с.174]. Результаты в перспективе могут быть использованы для получения композитов на основе УДМ — α -Si₃N₄, c -SiC в матрице SiNC.

При изучении тонких слоев использовалась дифракция синхротронного излучения (СИ), электронная микроскопия, а также облучение слоев СИ в диапазоне 2-12 А с экспозиционной дозой 120-140 мА/мин. Излучение ($\lambda = 1.5405$ А) как падающее на образец, так и после дифракции было монохроматизировано ($\Delta\lambda/\lambda = 4 \cdot 10^{-4}$). На основе дифракционных отражений параметр кристаллической решетки определялся с точностью $0.02a$, где a — параметр решетки. Дифракционные эксперименты осуществлялись на станции Аномального рассеяния, облучение слоев на станции Литографии с использованием СИ ускорителя ВЭПП-3 (ИЯФ СО РАН).

В случае тонких слоев c -BN/(100)Si регистрировались дифракционные картины с дискретными отражениями двух типов. Положения одного типа отражений (111), (220), (311), (400) соответствовали структуре c -BN с параметром $a = 4.53$ А, а другого — (121), (300), (302), (401) этой же структуре, но со смещением (на $0.1a$) атомов из положений, находящихся в тетраэдрических пустотах. Картины электронной микроскопии показывали наличие в слое микрокристаллов (5 мкм) различной морфологии: в виде кубиков и звездочек. Микрокристаллы располагались на поверхности на расстояниях, сравнимых с их размерами. После воздействия СИ на

поверхность слоя электронной микроскопией наблюдались микрокристаллы (1.5-2 мкм) одной морфологии - розетки.

В случае тонких слоев α - $\text{Si}_3\text{N}_4/(100)\text{Si}$ регистрировались дифракционные картины с дискретными отражениями на фоне размытых отражений, характерных для некристаллического вещества. Положения дискретных отражений соответствовали структуре α - Si_3N_4 с параметрами $a = 8.3 \text{ \AA}$, $c = 6.2 \text{ \AA}$, $\gamma = 120^\circ$. Очевидно, испарение микрокристаллов после облучения СИ связано с непрочностью химических связей между тетраэдрическими фрагментами $[\text{SiN}_4]$ структуры. После воздействия СИ на тонкий слой крупные (10 мкм) микрокристаллы испарялись и оставался некристаллический слой с мелкими микрокристаллами и углублениями формы предшествующих крупных микрокристаллов.

В случае тонких слоев c - $\text{SiC}/(100)\text{Si}$ регистрировались дифракционные картины с дискретными отражениями (200), (220), интенсивность которых зависела от направления падающего излучения на поверхность слоя. Положения отражений соответствовали параметру решетки c - SiC $a = 4.45 \text{ \AA}$.

В случае α - Si_3N_4 замена подложки (100)Si на (100GaAs или плавленый кварц (am-SiO_2)) структура α - Si_3N_4 в слое оставалась неизменной. Аналогично в случае c - SiC при замене подложки (100)Si на (100)KBr структура в слое c - SiC оставалась неизменной. Отмечено, что параметры решетки микрокристаллов в тонких слоях отличались от аналогичных для массивных образцов, полученных традиционным методом.

Демонстрируются результаты дифракционных экспериментов и электронной микроскопии.