

Студент гр. 104140 Заноско О.А.

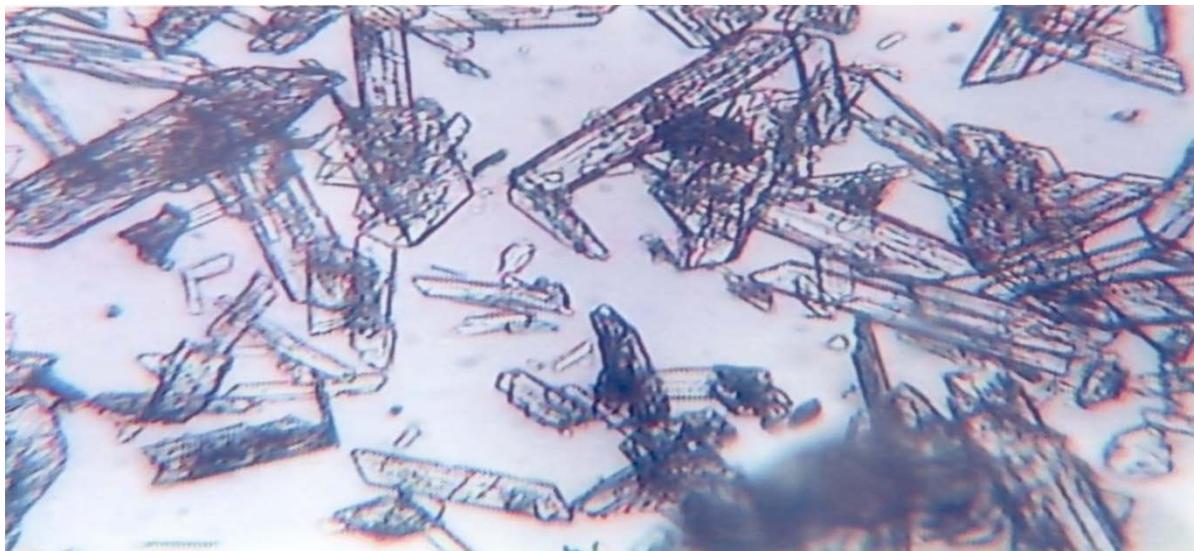
Научный руководитель – Зык Н.В.

Белорусский национальный технический университет  
г. Минск

Свойства наноматериалов, в том числе эксплуатационные характеристики, определяются их структурой, изучение последней является одной из важных задач наноструктурного материаловедения. Определение химического состава и изучение структуры ранее полученных НИЛ МТФ нанодисперсных образцов карбида бора ( $B_4C$ ) и карбида кремния ( $SiC$ ) проводили по стандартной методике электронномикроскопическим методом с использованием растрового микроскопа LEO-1420 (полупроводниковый детектор рентгеновского излучения Si (Li), разрешение 20 нм, диаметр столика 50 мм, чувствительность от 1,0 % мас.), позволяющего поэлементно (начиная с алюминия) определять химический состав исследуемых объектов. За результат анализа принимали среднее арифметическое трех параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышало суммарной погрешности результата измерений ( $\pm 10,0$  % отн.) при доверительной вероятности 0,95. Содержание каждого элемента определяли по стандартной методике исходя из 100%-ного баланса элементов. Методы идентификации соединений РЗЭ: рентгенофазовый и ИК спектроскопический анализ. Рентгенограммы всех исследованных соединений записаны на рентгеновском дифрактометре ДРОН-4-13 с медным  $CuK_{\alpha}$  излучением (никелевый фильтр). Образцы для съемки дифрактограмм применяли в виде порошка. Исследуемый образец вращался вокруг своей оси автоматически со скоростью 1 градус в минуту, скорость вращения счетчика квантов - 2 градуса в минуту. Запись показаний счетчика производилась электронным самопишущим потенциометром типа КСП-4, который одновременно отмечал углы  $2\theta$  на диаграммной ленте. Образец поворачивался от 10 до 90 °. На основании записи потенциометра КСП-4 были установлены значения углов  $\theta$ , соответствующие дифракционным максимумам на диаграмме и определены их относительные величины (интенсивности отражения). Зная угол  $\theta$ , по таблицам межплоскостных расстояний были найдены величины межплоскостного расстояния, соответствующего этому углу отражения. Инфракрасные спектры поглощения анализируемых соединений были записаны в диапазоне частот 400 – 4000  $cm^{-1}$  путем непосредственного анализа индивидуальных веществ без предварительного смешения с KBr при использовании DTGS-детектора. Спектры получены на однолучевом ИК-Фурье спектрофотометре "FTIR-8601 PC" фирмы "SHIMADZU" с алмазной кюветой "5<sup>x</sup> beam condenser" фирмы "Graseby specac" с разрешением 8  $cm^{-1}$  (аподизация Хаппа - Гензеля) после усреднения накопленной спектрограммы, содержащей 64 сканирования. Градуировку шкалы спектрофотометра проводили по полосам поглощения полистирола (область 700 – 4000  $cm^{-1}$ ). Отклонение показаний прибора от истинного значения волнового числа по спектру колебалось в пределах 0 – 1  $cm^{-1}$ . При анализе записанных нами ИК спектров поглощения исследуемых соединений согласно общепринятой методике ИК спектроскопических исследований рассматривали в общем случае число полос поглощения, относящихся к колебаниям данного иона или молекулы, и частотный интервал их проявления. Кроме того, идентификацию твердых фаз проводили оптическим методом с использованием микроскопа типа Полам Л-213 (видимый проходящий поляризованный свет), в основу которого было положено сопоставление показателей преломления и дисперсии у исследуемых образцов и соответствующих иммерсионных жидкостей по стандартной методике (метод "фокального экранирования", кратность увеличения 350 – 500). Микрофотографирование исследуемых на микроскопе (Полам Л-213) объектов проводили при той же кратности увеличения. Для

исследования форм и размера частиц порошка была использована *сканирующая электронная микроскопия* (электронный микроскоп VEGA II LMU с микроанализатором INCA ENERGY 350 ЭМВ). Установлено, что частицы порошков образованы первичными структурными элементами, имеющими преимущественно пластинчатую форму и размер (после дробления) около 50 – 200 нм, которые объединяются в агрегаты различной формы с размером до 900 нм (рисунок 1).

а)



б)

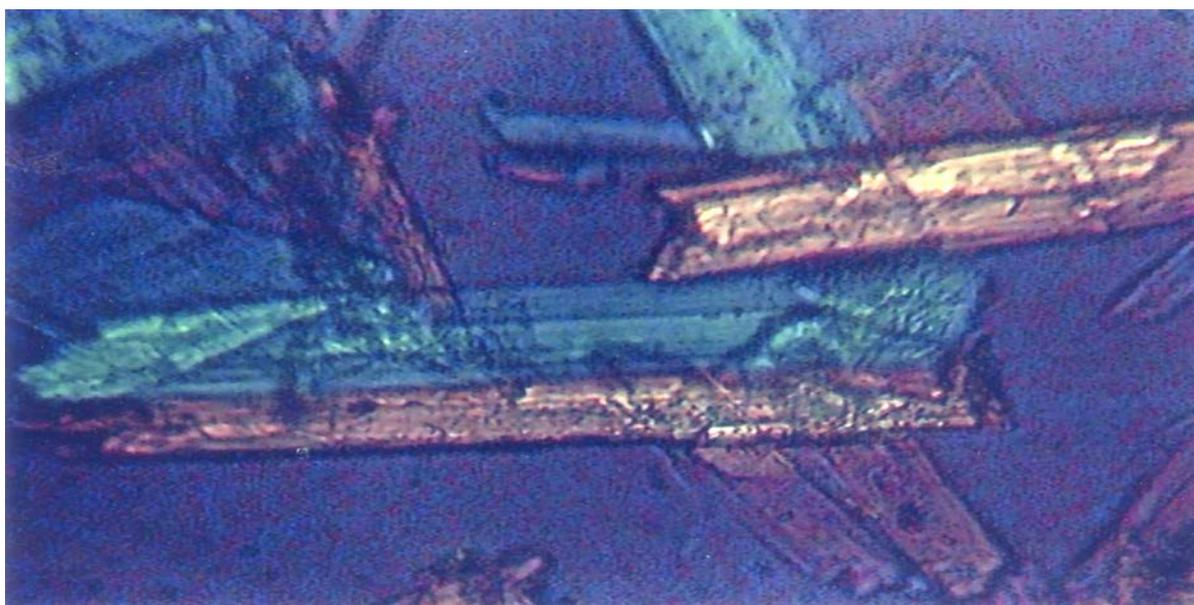


Рисунок 1 – Фотографии нанодисперсных образцов в проходящем свете (увеличение 350 – 500<sup>x</sup>):  
а – карбид бора, проходящий видимый свет (увеличение 350<sup>x</sup>); б – карбид кремния,  
проходящий поляризованный свет (увеличение 500<sup>x</sup>)

Исследуемые образцы карбидов кремния и бора легко раздавливались. Установлено, что большинство их кристаллов однородно по показателям преломления, что было обнаружено иммерсионным методом. Показатели преломления исследуемых кристаллов в разных оптических плоскостях составляли: плоскость Ng – 1,574; плоскость Np – 1,572; плоскость Ng-Np – 0,04. В отобранных пробах обнаружено большое количество двойников стрельчатой формы (рисунок 1). На поверхности образцов видны тонкие и мелкие складки

или бороздки разного размера, располагающиеся вдоль кристалла. Форма этих частиц характерна для данных условий кристаллизации. Частицы имеют огранку, типичную для монокристаллов данной соли. Однако видно, что эти частицы не являются монокристаллом, а представляют собой сростки множества кристаллов, принявших форму монокристалла. Очевидно, что при кристаллизации карбидов кремния и бора имеет место явление кристалломимикрии, которое применительно к исследуемому образцу состоит в том, что агрегация и срастание кристаллов происходит так, что при доращивании сросшихся кристаллов формируется тело, внешне неотличимое от монокристалла. Для кристалломимикрии необходимо, как известно, чтобы при слипании кристаллов они ориентировались так, чтобы кристаллическая решетка одного из них являлась когерентным продолжением решетки других кристаллов.