

# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР  
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ  
СОБСТВЕННОСТИ

(19) ВУ (11) 13989

(13) С1

(46) 2011.02.28

(51) МПК (2009)

С 30В 29/10

В 82В 3/00

В 22F 3/08

## (54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ИЗДЕЛИЯ

(21) Номер заявки: а 20081538

(22) 2008.12.03

(43) 2010.08.30

(71) Заявитель: Белорусский национальный технический университет (ВУ)

(72) Авторы: Ковалевский Виктор Николаевич (ВУ); Гордеев Сергей Константинович (РУ); Ковалевская Анна Викторовна (ВУ); Корчагина Светлана Борисовна (РУ); Григорьев Сергей Владимирович (ВУ); Жук Андрей Евгеньевич (ВУ)

(73) Патентообладатель: Белорусский национальный технический университет (ВУ)

(56) RU 2131805 С1, 1999.

ВУ 9634 С1, 2007.

RU 2064399 С1, 1996.

RU 2147508 С1, 2000.

RU 2179526 С2, 2002.

(57)

1. Способ получения поликристаллического изделия, включающий формование заготовки из алмазосодержащей шихты и ее обработку в условиях, обеспечивающих графитацию алмаза в сформованной заготовке, **отличающийся** тем, что используют алмазосодержащую шихту, содержащую ультрадисперсные алмазы с размерами частиц 20-90 нм и порошок кремния или кремния и карбида кремния, сформованную заготовку термообработывают в условиях, обеспечивающих удаление связки, вакуумируют, уплотняют взрывом и подвергают термобарическому спеканию.

2. Способ по п. 1, **отличающийся** тем, что на поверхность ультрадисперсных алмазов путем магнетронного распыления кремния наносят покрытие толщиной 10-20 нм.

Изобретение относится к области получения поликристаллического изделия из ультрадисперсных алмазов (УДА), полученных детонационной технологией, на основе которых в присутствии кремния синтезируется карбид кремния с нанопористостью в полупроводниковой матрице, что позволяет использовать полученное пористое поликристаллическое изделие для сорбции и хранения биологически активных веществ, а также при создании новых источников тока (суперконденсаторов) и других изделий микроэлектроники.

Известен способ получения поликристаллического материала с трехмерной высокопористой карбидокремниевой структурой, который осуществляют синтезом графита, образованного при нагреве частиц УДА и обратном переходе алмаза в графит, и кремния с образованием карбидокремниевых фрагментов размерами около 30 нм [1]. Образованный  $\alpha$ -SiC относится к карбиду кремния с гексагональной решеткой политипа 4Н. Недостатком способа является получение пористого поликристаллического материала с пористостью, превышающей 60 %.

ВУ 13989 С1 2011.02.28

Известен способ получения абразивного изделия [2], при котором приготавливают шихту смешиванием алмазных кристаллов, карбида кремния и кремния, формируют пористую заготовку из полученной шихты, которую вакуумируют и уплотняют взрывом. Уплотнение пористой заготовки осуществляют волнами сжатия, возникающими при инициировании заряда взрывчатых веществ. Полученный материал подвергают термобарическому спеканию, что позволяет получить высокоплотный материал с карбидокремниевой матрицей, содержащей кристаллы алмаза. Недостатком способа является присутствие в изделии абразивных частиц - кристаллов алмаза.

Прототипом заявляемого способа является способ получения поликристаллического изделия [3], который включает формование заготовки из алмазосодержащей шихты с содержанием в заготовке 93-100 мас. % алмазных кристаллов, термообработку полученной заготовки в условиях, обеспечивающих графитацию алмаза в сформованной заготовке, для образования полуфабриката концентрация алмаза в котором ниже, чем в заготовке, но не более чем на 50 мас. %, пропитку полученного полуфабриката расплавленным кремнием. Изобретение позволяет получать изделия сложной формы больших габаритов. При этом обеспечиваются экономичность использования газовых сред и высокая производительность процесса.

К недостаткам данного способа относят невозможность получения поликристаллического изделия с пористой структурой, содержащего кремний или кремний и карбид кремния с распределенными в межзеренном пространстве поликристаллического материала карбидокремниевыми фрагментами с трехмерной нанопористостью до 100 нм.

Задачей настоящего изобретения является получение пористого поликристаллического изделия на основе кремния или кремния и карбида кремния с фрагментами монокристаллов карбида кремния, образующих трехмерную нанопористую структуру.

Поставленная задача достигается тем, что в способе получения поликристаллического изделия, включающем формование заготовки из алмазосодержащей шихты, термообработку полученной заготовки в условиях, обеспечивающих графитацию алмаза в сформованной заготовке, в алмазосодержащую шихту вводят порошок кремния или кремния и карбида кремния, в качестве алмазных кристаллов используют ультрадисперсные алмазы с размерами частиц 20-90 нм, кроме того, термообработанную в условиях, обеспечивающих удаление связки, заготовку вакуумируют, уплотняют взрывом и подвергают термобарическому спеканию, а на поверхность ультрадисперсных алмазов путем магнетронного распыления кремния наносят покрытие толщиной 10-20 нм.

Заявляемый способ обеспечивает получение пористого поликристаллического изделия, которое формируется из пористого полуфабриката, содержащего кремний или кремний и карбид кремния с распределенными в межзеренном пространстве скоплениями частиц ультрадисперсного алмаза, в результате взрывного прессования. Исходная заготовка прессуется из гранул, полученных из шихты, содержащей порошки кремния или кремния и карбида кремния, ультрадисперсного алмаза, и технологической связкой (фенолформальдегидной смолой). Ударное сжатие исходной пористой заготовки (после удаления технологической связки термообработкой) приводит к интенсивному нагреву порошка наноалмаза, а последующее снятие давления (разгрузка) вызывает обратный переход алмаза в графит. Активный графит взаимодействует с кремнием по реакции  $C + Si = SiC$  с формированием монокристаллов карбида кремния в виде тетраэдров гексагонального карбида кремния в поликристаллической матрице с образованием трехмерной нанопористости с размером пор 10-100 нм. Полученный полуфабрикат поликристаллического изделия подвергают термобарическому спеканию.

Примеры реализации.

## **Пример 1**

Приготавливали шихту тщательным перемешиванием смеси из частиц УДА с размером частиц 20-90 нм и кремния марки КДБ-10 с "р"-тип проводимости с содержанием в

## ВУ 13989 С1 2011.02.28

качестве примеси менее 0,00015 мас. % В (бора) со средним размером частиц 12 мкм. В шихту добавляли 25 %-ный спиртовой раствор фенолформальдегидной смолы марки СФ-010А (ГОСТ 18094-80) в количестве 4 % от массы шихты. Смесь тщательно перемешивали и дважды перетирали через сито с размером ячейки 1 мм, формируя гранулы. Образцы из гранул диаметром 10 мм и высотой 10 мм прессовали до плотности 1,48 г/см<sup>2</sup> при давлении 200 МПа. Сформованную смесь выдерживали на воздухе при постоянной влажности и комнатной температуре в течение 10 ч с последующей сушкой при  $t=70\text{ }^{\circ}\text{C}$  и отверждением при  $t=150\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 10 ч. Полученную пористую заготовку (18 об. %) размещали в графитовом контейнере, нагревали до температуры 350 °С для удаления связки, устанавливали контейнер в стальной трубе, вакуумировали и обжимали взрывом при давлении 1,5 ГПа (заряд взрывчатого вещества аммонит БЖВ толщиной 40 мм). Полученную заготовку подвергают термобарическому спеканию в режимах: давление 4,5 ГПа, температура 1500 °С, время 20 с. Исследования поверхности разрушения композита, выполненные на сканирующем электронном микроскопе, показали, что структура содержит кремний и фрагменты монокристаллов карбида кремния в форме тетраэдров, формирующих нанопористость с размером пор 20-100 нм.

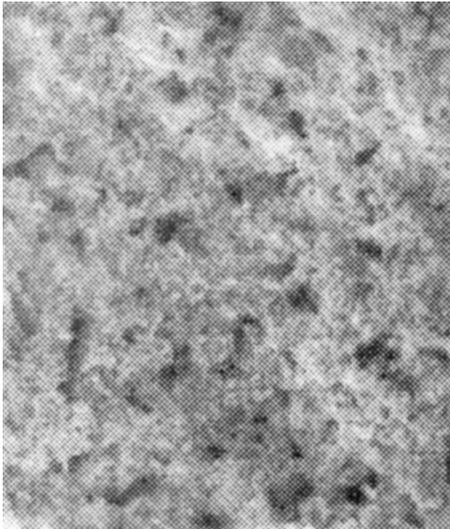
Пример 1 поясняется фигурами, где на фиг. 1 представлена фрактограмма поверхности образца (x500), на которой показано: 1 - поликристаллический кремний, 2 - пора; на фиг. 2 представлена фрактограмма поверхности образца в зоне поры (x30000), на которой показано: 1 - поликристаллический кремний, 2 - пора, 3 - монокристалл карбида кремния; на фиг. 3 представлена фрактограмма поверхности фрагментов монокристаллов карбида кремния (x60000), на которой показано - пора, 3 - монокристаллы карбида кремния;

### Пример 2

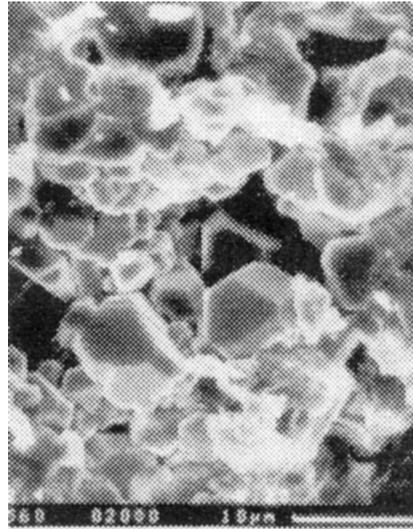
Способ осуществляли в условиях примера 1. Отличие состоит в том, что частицы УДА покрывали нанослоем кремния магнетронным распылением охлаждаемого кремниевого катода, а в качестве материала матрицы использовали карбид кремния. Поверхность кристаллов алмаза активировали путем обработки в магнетронной распылительной системе в плазме тлеющего разряда в режимах:  $U = 1250\text{ В}$ ,  $I = 0,15\text{ А}$ , время 300 с, а затем наносили тонкопленочное (10 нм) покрытие кремния в режимах: ток  $I = 2,5\text{ А}$ , напряжение  $U = 450\text{ В}$ , давление  $P = 0,5\text{ Па}$  при расстоянии от катода до подложки  $l = 120\text{ мм}$  в течение 900 с. В образце формировалась пористая структура, которая представляет собой наноструктурный трехмерный композит из карбида кремния. Пример 2 поясняется фиг. 4, где представлена фрактограмма поверхности поликристаллического карбида кремния (x80000), на которой показано: 1 - пора, 3 - карбид кремния.

### Источники информации:

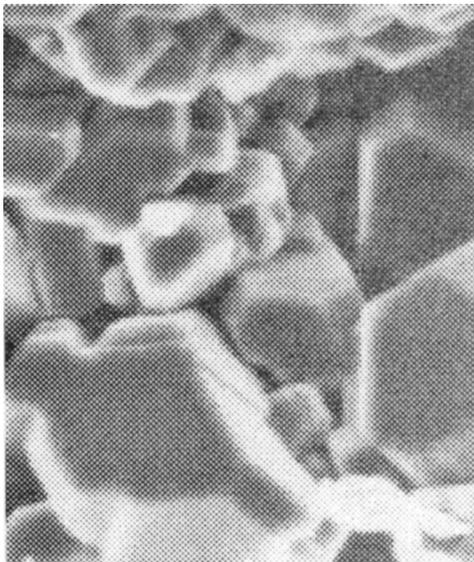
1. Корчагина С.Б., Гордеев С.К. Наноструктурные материалы из наноалмазов: Материалы Первой междунар. научн. конф. Наноструктурные материалы 2008. - Минск: Белорус. наука, 2008. - 765 с. - С. 451.
2. Патент РБ 9634, МПК В 24D 17/00, опубл. 2004.12.16.
3. Патент РФ 2131805, МПК В 24D 3/16, опубл. 1999.06.20.



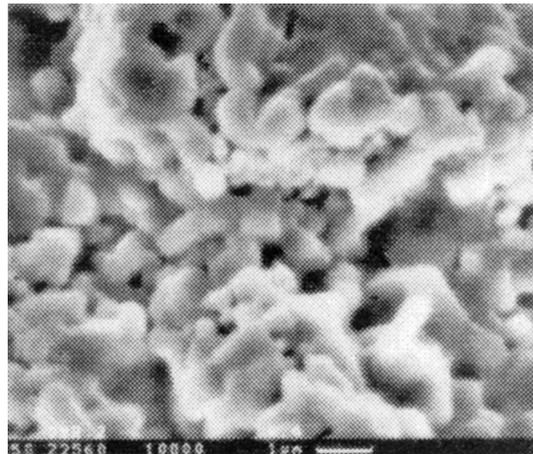
Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4