

**ИССЛЕДОВАНИЕ УГЛЕРОДНЫХ ВОЛОКНОВ,
МОДИФИЦИРОВАННЫХ
БОРОМ, МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ФОТОЭЛЕКТРОННОЙ
СПЕКТРОСКОПИИ**

*Трушников А. М., Козыкина М. А., Папков С. Н.,
Варшавский В. Я., Кумок И. Л., Конкин А. А.*

Ранее [1] на основании данных химического и термохимического анализа было высказано предположение об образовании нитрида бора при термообработке полиакрилонитрильного волокна, содержащего бор.

Прямая идентификация нитрида бора в углеродном волокне затруднена, поскольку ИК- и УФ-спектры не разрешаются из-за рассеяния, а близость кристаллографических параметров графита и нитрида бора не позволяет использовать (особенно при малом содержании нитрида бора в волокне) метод рентгеновской дифракции.

Энергии 1s-электронов E азота и бора в углеродных волокнах на основе полиакрилонитрила, модифицированных и немодифицированных бором

Элемент	E, эВ									
	эталонные соединения			углеродные волокна при температуре термообработки, К						
	BN	B ₄ C	B ₂ O ₃	800	1300	1800	2300	2700	3000	
Азот	398,5	—	—	399,0	398,8	398,4	398,7	398,6	398,5	—
	—	—	—	399,4 *	393,6 *	—	—	—	—	—
	—	—	400,3	—	400,1	400,5	—	—	—	—
	—	—	—	—	400,4 *	—	—	—	—	—
Бор	190,6	—	—	—	—	190,8	190,9	190,5	190,5	—
	—	188,1	—	—	—	—	—	—	—	—
	—	—	193,0	—	192,6	—	—	—	—	186,5

* Данные получены по спектрам немодифицированных волокон.

В настоящей работе нитрид бора в углеродном волокне определяли методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии, который применялся ранее для изучения углеродных волокон [2]. Рентгеновские фотоэлектронные спектры волокон, модифицированных бором, в литературе не описаны.

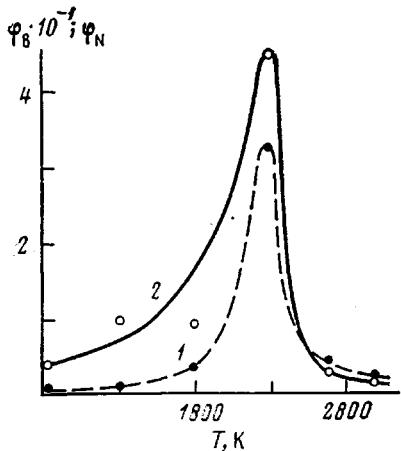
Бор в виде трехокиси вводили в волокно до термообработки. Методика подготовки образцов волокон приведена в работе [3]. В качестве образцов сравнения использовали углеродные волокна, полученные в отсутствие бора, а также порошки трехокиси, нитрида и карбида бора. Рентгеновские фотоэлектронные спектры были получены на спектрометре ES-200 с поверхностью слоя толщиной 2 нм и площадью 5 мм². На основании полученных спектров волокон и образцов сравнения определяли энергию связи 1s-электронов атомов бора и азота с ошибкой до $\pm 0,2$ эВ, а также относительное содержание этих элементов на поверхности волокна.

Как видно из таблицы, спектры модифицированных и немодифицированных волокон, термообработанных при 800 К, практически идентичны. Отсутствие пиков бора в спектре модифицированного волокна можно объяснить удалением трехокиси бора с поверхности волокна в результате возгонки [4].

При 1300–1500 К в спектре модифицированного бором углеродного волокна наблюдается раздвоение пика азота, появляются пики с энергиями 400,1 и 398,8 эВ, отвечающими азоту, который содержится в нитриде бора и как примесь в трехокиси бора. Начало образования

нитрида бора в волокне в этих условиях подтверждается появлением при 1800 К пика, соответствующего энергии 1s-электрона бора (190,8 эВ). Пик азота с энергией 398,4/398,7 эВ сохраняется в спектре образца при 3000 К. В спектре немодифицированного волокна полное исчезновение пиков азота наблюдается при температуре обработки 1800 К. Полученные результаты хорошо согласуются с данными химического анализа [1].

При 3000 К в спектре модифицированного волокна появляется новый



Зависимости φ_B (1) и φ_N (2) в углеродном волокне, модифицированном бором, от температуры термообработки (нормировано на содержание элементов при 1300 К)

пик с энергией 186,5 эВ, близкий к энергии 1s-электрона бора в карбиде бора. Возможность образования карбида бора при термообработке нитрида бора в присутствии углерода отмечается в работе [5].

Изменение относительного содержания бора φ_B и азота φ_N в волокне с ростом температуры обработки (рисунок) подтверждает интенсивное образование нитрида бора в интервале температур 1800–2300 К и его диссоциацию при более высоких температурах [5].

ЛИТЕРАТУРА

- Козыкина М. А., Файнберг Э. З., Папков С. П., Варшавский В. Я., Кумок И. Л., Конкин А. А. Высокомолек. соед. А, 1980, т. 22, № 11, с. 2598.
- Harpfgarten F. Fibre Sci. and Technol., 1979, v. 12, № 4, p. 283.
- Попик Н. И., Милькова Л. П., Кумок И. Л., Варшавский В. Я. Высокомолек. соед. Б, 1978, т. 20, № 10, с. 789.
- Самсонов Г. В., Марковский Л. Я., Жигач А. Ф., Валяшко М. Г. Бор, его соединения и сплавы. Киев: Изд-во АН УССР, 1960, с. 132.
- Самсонов Г. В. Неметаллические нитриды. М.: Металлургия, 1969.

Научно-производственное объединение
«Химволокно»

Поступила в редакцию
28.VIII.1981

УДК 541.64:547.553.539.3

ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ АРОМАТИЧЕСКИХ ДИАМИНОВ С ДИГЛИЦИДИЛОВЫМ ЭФИРОМ ГИДРОХИНОНА ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ И СДВИГОВЫХ ДЕФОРМАЦИЙ

Жорин В. А., Зеленецкий А. Н., Соловьев А. Б.,
Николопян Н. С.

В работах [1, 2] при исследовании поведения двухкомпонентных смесей в условиях совместного воздействия высокого давления и сдвиговых деформаций была показана возможность образования сложных химических продуктов, включавших оба компонента смеси. Глубина протекания химического процесса в двухкомпонентных системах достигает 90%, что