



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2010107934/05, 03.03.2010

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
03.03.2010

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 03.03.2010

(45) Опубликовано: 10.09.2011 Бюл. № 25

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: JP 1145310 A, 07.06.1989. RU 2154019 C1,
10.08.2000. KR 2008065159 A, 11.07.2008. JP
62282635 A, 08.12.1987.

Адрес для переписки:

634050, г.Томск, пр. Ленина, 30, Томский
политехнический университет, отдел
правовой охраны результатов
интеллектуальной деятельности

(72) Автор(ы):

Коршунов Андрей Владимирович (RU),
Ильин Александр Петрович (RU),
Толбанова Людмила Олеговна (RU),
Морозова Татьяна Петровна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Государственное образовательное
учреждение высшего профессионального
образования Томский политехнический
университет (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НИТРИДА АЛЮМИНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области
порошковых технологий, в частности к
получению порошка нитрида алюминия в
нанодисперсном состоянии, который может
быть использован в электронной
промышленности для изготовления керамики.
Способ включает приготовление порошка
алюминия, его помещение в проточный
реактор с газообразным азотом, нагрев и

последующее извлечение целевого продукта,
причем в качестве азотируемого порошка
используют нанопорошок алюминия, а процесс
азотирования проводят в одну стадию при 530-
620°C. Технический результат изобретения
заключается в снижении энергозатрат и
упрощении процесса за счет применения
нанопорошка алюминия и проведения
азотирования при относительно низких
температурах. 1 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.
C01B 21/072 (2006.01)
B82B 3/00 (2006.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: **2010107934/05, 03.03.2010**

(24) Effective date for property rights:
03.03.2010

Priority:

(22) Date of filing: **03.03.2010**

(45) Date of publication: **10.09.2011 Bull. 25**

Mail address:

**634050, g.Tomsk, pr. Lenina, 30, Tomskij
politekhnikeskij universitet, otdel pravovoj
okhrany rezul'tatov intellektual'noj dejatel'nosti**

(72) Inventor(s):

**Korshunov Andrej Vladimirovich (RU),
Il'in Aleksandr Petrovich (RU),
Tolbanova Ljudmila Olegovna (RU),
Morozova Tat'jana Petrovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie
vysshego professional'nogo obrazovanija Tomskij
politekhnikeskij universitet (RU)**

(54) METHOD OF PRODUCING ALUMINIUM NITRIDE

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to powder techniques, particularly to obtaining aluminium nitride powder in nanodispersed state, which can be used in electronic industry for producing ceramics. The method involves preparing aluminium powder, putting into a flow reactor with nitrogen gas, heating and then extracting the end product, wherein

the nitrated powder used is aluminium nanopowder and the nitration process is carried out in a single step at 530-620°C.

EFFECT: low power consumption and simplification of the process owing to use of aluminium nanopowder and nitration at relatively low temperatures.

1 tbl, 1 ex

Изобретение относится к области порошковых технологий, в частности к получению порошка нитрида алюминия в нанодисперсном состоянии, который может быть использован в электронной промышленности для изготовления керамики.

5 Известен способ получения нитрида алюминия [Мержанов А.Г., Боровинская И.П., Загоржевский В.В. и др. Способ получения нитрида алюминия. Патент РФ №2091300, С01В 21/072, опубл. 27.09.1997 г.], включающий приготовление смеси порошков алюминия и нитрида алюминия, помещение полученной смеси в замкнутый реактор, локальное воспламенение смеси и синтез в режиме горения под давлением азота с
10 последующим извлечением целевого продукта. В смесь дополнительно вводят 5-15% мас. добавки, выбранной из ряда: хлорид алюминия, мочевины или смесь одной из них с хлоридом или фторидом аммония, а синтез в режиме горения ведут при давлении азота 2-6 МПа. Порошок нитрида алюминия содержит высокопористые частицы игольчатой формы с площадью удельной поверхности 1,5-3,0 м²/г.

15 Недостатками данного способа являются высокие энергозатраты, связанные с созданием и поддержанием высокого давления азота в системе, а также с необходимостью использования дорогостоящего оборудования - реактора высокого давления (до 1000 атм). Кроме того, исходная смесь имеет сложный состав и включает
20 гигроскопичные вещества, которые могут взаимодействовать с алюминием и нитридом алюминия. В состав смеси также входят летучие вещества (хлориды и фториды аммония), которые при нагревании дают токсичные и химически агрессивные пары, представляющие экологическую опасность.

25 Наиболее близким по технической сущности к заявляемому изобретению является способ получения нитрида алюминия [Самсонов Г.В., Дубовик Т.В. Технология получения нитрида алюминия и возможности его промышленного использования // Цветные металлы. 1962. №3. С.56-61], включающий помещение алюминиевой пудры в проточный реактор, через который проходит ток газообразного азота, и двустадийное
30 азотирование пудры: на первой стадии алюминиевую пудру выдерживают при 800°С в течение 1 часа, нагрев до требуемой температуры проводят со скоростью 10 град./мин, полученный промежуточный продукт растирают и просеивают; на второй стадии промежуточный продукт повторно азотируют при 1200°С в продолжение 0,5-1 ч со скоростью подъема температуры до 1200°С, равной 40 град./мин.

35 Недостатком этого способа является его энергозатратность, связанная с высокой температурой нагрева: на первой стадии - до 800°С в течение 1 ч, на второй стадии - до 1200°С в течение 0,5-1 ч. Кроме того, после первой стадии продукт охлаждают и подвергают механическому размолу и просеиванию, что повышает энергозатраты
40 данного способа и продолжительность процесса азотирования. В процессе азотирования также происходит спекание частиц алюминия и нитрида алюминия, поэтому полученный продукт представляет собой спеки, которые согласно прототипу измельчают перед повторным азотированием.

45 Основной технической задачей изобретения является снижение энергозатрат и упрощение способа получения нитрида алюминия (AlN) за счет применения нанопорошка алюминия и проведения процесса азотирования при относительно
50 низких температурах. Решение основной технической задачи достигается тем, что в заявляемом способе получения нитрида алюминия, согласно которому так же как и в прототипе приготавливают порошок алюминия, помещают его в проточный реактор с газообразным азотом с последующим извлечением целевого продукта в соответствии с предложенным решением, в качестве азотируемого порошка используют нанопорошок алюминия, процесс азотирования проводят при

температурах 530-620°C.

В результате азотирования порошка алюминия по упрощенной технологии, заключающейся в использовании нанопорошка алюминия, при пониженной температуре и атмосферном давлении образуется нитрид алюминия в нанодисперсном состоянии (размер частиц - 80-120 нм), поэтому в заявляемом способе нет необходимости в измельчении полученного нитрида алюминия, который пригоден непосредственно после азотирования для получения более плотной нитридной керамики при относительно низких давлениях прессования.

Пример

Для проведения экспериментов был взят нанопорошок алюминия, полученный при помощи электрического взрыва проводника в среде газообразного аргона на установке УДП-4Г производства НИИ высоких напряжений Томского политехнического университета. Среднеповерхностный диаметр частиц - 120 нм, распределение частиц по диаметру - нормально-логарифмическое в интервале 80-500 нм, насыпная плотность - 0,22 г/см³, содержание металлического алюминия - 94% (мас.), содержание адсорбированных газов и воды - до 6% (мас.).

Нанопорошок алюминия (4 г) насыпали на никелевую подложку тонким слоем (1-1,5 мм) и помещали в проточный реактор, пропускали через него азот особой чистоты с объемной скоростью 100 мл/мин. После вытеснения из реактора воздуха включали нагреватель и со скоростью 10 град/мин температуру реактора доводили до температур в интервале 470-650°C и проводили азотирование в течение 1 ч. После азотирования образцы подвергали рентгенофазовому анализу и определению связанного азота по методу Кьельдаля. Результаты анализа приведены в таблице.

Согласно полученным результатам при увеличении температуры до 530°C наблюдается резкое возрастание содержания AlN в продукте азотирования нанопорошка алюминия. Дальнейшее увеличение температуры до 620°C не приводит к увеличению выхода AlN, и при температуре 650°C наблюдается уменьшение площади удельной поверхности продукта за счет диффузионного спекания наночастиц. Ниже 530°C содержание нитрида алюминия в продукте азотирования резко снижается (табл.). Следовательно, для получения AlN в нанодисперсном состоянии оптимальным является температурный диапазон 530-620°C.

Таким образом, при осуществлении заявляемого способа достигается существенное упрощение технологии: синтез нитрида алюминия осуществляется в одну стадию при низкой температуре за короткое время, что обеспечивает по сравнению с прототипом снижение энергозатрат и способствует получению нитрида алюминия в нанодисперсном состоянии.

Таблица			
Зависимость содержания связанного азота и площади удельной поверхности продукта азотирования нанопорошка алюминия от температуры нагрева			
№	Температура, °C	Характеристики продукта азотирования	
		Содержание связанного азота, % (мас.)	Площадь удельной поверхности, м ² /г
1.	470	9,4	17,7
2.	500	16,7	19,6
3.	530	33,2	22,9
4.	560	33,5	23,6
5.	590	33,6	23,5
6.	620	33,8	23,1
7.	650	33,8	18,3

Формула изобретения

Способ получения нитрида алюминия, включающий приготовление порошка алюминия, его помещение в проточный реактор с газообразным азотом, нагрев и
5 последующее извлечение целевого продукта, отличающийся тем, что в качестве азотируемого порошка используют нанопорошок алюминия, процесс азотирования проводят в одну стадию при 530-620°C.

10

15

20

25

30

35

40

45

50