



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ(21), (22) Заявка: **2008109694/02**, 11.03.2008(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
11.03.2008(45) Опубликовано: **27.06.2009** Бюл. № 18(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: **RU 2256604 C2**, 20.07.2005. **RU 2163181**
C2, 20.02.2001. **JP 2002241113 A**, 28.08.2002. **JP**
2001072404 A, 21.03.2001.

Адрес для переписки:

**634050, г.Томск, пр. Ленина, 30, Томский
политехнический университет, отдел
интеллектуальной собственности**

(72) Автор(ы):

**Толбанова Людмила Олеговна (RU),
Ильин Александр Петрович (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Государственное образовательное
учреждение высшего профессионального
образования Томский политехнический
университет (RU)****(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НИТРИДА ХРОМА**

(57) Реферат:

Изобретение относится к порошковой технологии, а именно к получению материалов, содержащих нитриды металлов. Приготавливают смесь, содержащую оксид хрома (III) в количестве 0,7-1,8 мол.% и порошок хрома - остальное. Полученную смесь

в свободно насыпанном виде воспламеняют с помощью нагретой до 600°C электрическим током вольфрамовой спирали в присутствии воздуха при атмосферном давлении в качестве азотирующего агента. Обеспечивается упрощение технологии и снижение себестоимости продукции. 1 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.

B22F 9/16 (2006.01)**C01B 21/06** (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(21), (22) Application: **2008109694/02, 11.03.2008**(24) Effective date for property rights:
11.03.2008(45) Date of publication: **27.06.2009 Bull. 18**

Mail address:

**634050, g.Tomsk, pr. Lenina, 30, Tomskij
politekhničeskij universitet, otdel
intellektual'noj sobstvennosti**

(72) Inventor(s):

**Toľbanova Ljudmila Olegovna (RU),
Il'in Aleksandr Petrovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

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

(54) METHOD OF RECEIVING CHROME NITRIDE

(57) Abstract:

FIELD: metallurgy.

SUBSTANCE: invention relates to powder technology, particularly to receiving of materials, containing metal nitrides. It is prepared mixture, containing chrome oxide (III) in amount 0.7-1.8 mol % and chrome powder - the rest. Received

mixture in free-filled view is kindled by means of heated up to 600°C current of tungsten helix at a presence of air at atmospheric pressure in the capacity of nitride agent.

EFFECT: it is provided simplification of technology and reduction of products self-cost.

1 tbl

Изобретение относится к области порошковой технологии, а именно к получению материалов, содержащих нитриды металлов, и может найти применение при изготовлении керамических и композиционных материалов и дисперсно-упрочненных изделий.

Известен способ [Патент РФ №1789064, МПК В22F 9/16, опубл. 28.02.1994] получения нитрида хрома, включающий подачу порошка хрома в реактор, его герметизацию и заполнение азотом до давления 16 МПа с последующим воспламенением порошка с помощью спирали, нагретой электрическим током.

Недостатком этого способа является использование специального оборудования, что усложняет технологию. Кроме того, в данном способе используется чистый азот под высоким давлением, что удорожает получаемый продукт.

Наиболее близким по технической сущности является способ получения нитридов металлов [Патент РФ №2256604, МПК С01В 21/076, опубл. 27.11.2004], который был выбран за прототип. Согласно этому способу приготавливают смесь, содержащую оксид азотируемого металла, порошок азотируемого металла и азид щелочного металла. Из полученной смеси формуют образцы, помещают в реактор, вакуумируют, промывают азотом, заполняют азотом до необходимого давления и воспламеняют вольфрамовой спиралью.

Недостатками этого способа являются необходимость формования образцов, использование высокого давления в процессе синтеза и наличие в продуктах синтеза щелочи, которая может привести к деградации нитрида. Кроме того, в этом способе используется дорогостоящий и опасный при хранении реагент - азид натрия.

Основной технической задачей изобретения является упрощение технологии за счет исключения стадии формования образца - его сжигание проводится в свободно насыпанном виде, а также за счет использования воздуха при атмосферном давлении в качестве азотирующего агента, при этом не используется азид натрия.

Основная техническая задача достигается тем, что в заявляемом способе получения нитрида хрома, согласно которому, также как и в прототипе, приготавливают смесь, содержащую оксид азотируемого металла и порошок азотируемого металла, и воспламеняют ее с помощью нагретой электрическим током вольфрамовой спирали в присутствии азотирующего агента, в соответствии с предложенным решением сжигание образца проводится в свободно насыпанном виде, воспламенение смеси осуществляется при ее нагревании до 600°C, а в качестве азотирующего агента используется воздух при атмосферном давлении, при следующем соотношении компонентов смеси (мол.%):

оксид хрома (III)	0,7-1,8
порошок хрома	остальное

В результате сжигания смеси в свободно насыпанном виде и использования воздуха при атмосферном давлении в качестве азотирующего агента происходит упрощение технологии, так как нет необходимости в формовании образца и в применении в качестве реагентов чистого азота и дорогостоящего и опасного при хранении азид натрия, а также высокого давления для проведения процесса синтеза.

В таблице приведены составы исходных смесей оксида хрома (III) и порошка хрома и содержание нитрида хрома по отношению к остаточному оксиду хрома в полученных продуктах.

Для эксперимента в качестве исходных компонентов использовали оксид хрома (III) (промышленный порошок марки хс) и порошок хрома (промышленный

порошок марки ПХ1С).

Из порошков готовили смеси массой 5 г при следующем соотношении компонентов (мол. %):

5	оксид хрома (III)	0,3; 0,5; 0,7; 1,0; 1,4; 1,8; 2,1; 2,5
	порошок хрома	остальное

Образцы смесей приготавливали методом сухого смешения с применением малых нагрузок, смешение осуществляли в течение 15 минут. Подготовленные образцы
10
высыпали в фарфоровую чашку, придавая насыпанному материалу коническую форму для улучшенной фильтрации воздуха в зону реакции. Смеси нагревали в муфельной печи до 600°C и с помощью нагретой электрическим током вольфрамовой спирали инициировали ярко-желтое свечение образцов. В результате образовывались
15
спеки, которые измельчали с помощью шаровой мельницы (помол в течение 10 минут) и подвергали рентгенофазовому анализу (метод порошка, дифрактометр ДРОН-3М, $\text{Cu}_{K\alpha}$ -излучение).

В таблице представлены составы исходных смесей и содержание нитрида хрома. При содержании в исходной смеси порошка хрома менее 0,7 мол. % выход нитрида
20
хрома низок вследствие слабого проявления «эффекта разбавления» порошка хрома оксидом хрома (III). При содержании в исходной смеси порошка хрома более 1,8 мол. % выход нитрида хрома также низок из-за невозможности инициировать волну горения и невысокой температуры нагрева (600°C), которая недостаточна для
25
химического связывания азота воздуха. Наиболее оптимальный состав смесей содержит от 0,7 до 1,8 мол. % порошка оксида хрома (III).

Таким образом, при осуществлении заявляемого способа достигается упрощение технологии: не используется дорогостоящее оборудование, работающее при высоком давлении, синтез нитрида хрома осуществляют при атмосферном давлении, причем
30
исключают стадию формования образца, а в качестве азотирующего агента используют воздух вместо чистого азота. Себестоимость продукции снижается на 30-40%.

Способ получения нитрида хрома				
			Таблица.	
Содержание оксида хрома (III) в исходной смеси, мол. %	Содержание порошка хрома в исходной смеси, мол. %	Содержание в полученных продуктах нитрида хрома по отношению к остаточному хрому, %	Примечание	
0,3	99,7	0		
0,5	99,5	4		
0,7	99,3	46	Заявляемый способ	
1,0	99,0	87		
1,4	98,6	100		
1,8	98,2	45		
2,1	97,9	19		
45	2,5	97,5	14	

Формула изобретения

Способ получения нитрида хрома, включающий приготовление смеси, содержащей
50
оксид азотируемого металла и порошок азотируемого металла и ее воспламенение с помощью нагретой электрическим током вольфрамовой спирали в присутствии азотирующего агента, отличающийся тем, что воспламенение смеси осуществляют в свободнонасыпанном виде при ее нагревании до 600°C, а в качестве азотирующего

агента используют воздух при атмосферном давлении при следующем соотношении
компонентов смеси, мол. %:

5	оксид хрома (III)	0,7-1,8
	порошок хрома	остальное

10

15

20

25

30

35

40

45

50