



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

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2007128513/15, 24.07.2007

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
24.07.2007

(45) Опубликовано: 20.05.2009 Бюл. № 14

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2256604 C2, 20.07.2005. RU 2083487
C1, 10.07.1997. RU 2264997 C1, 27.11.2005. US
4459363 A, 10.07.1984. JP 09-275256 A,
21.10.1997.

Адрес для переписки:

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

(72) Автор(ы):

Ильин Александр Петрович (RU),
Амелькович Юлия Александровна (RU),
Астанкова Анна Петровна (RU),
Толбанова Людмила Олеговна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

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

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НИТРИДОВ МЕТАЛЛОВ

(57) Реферат:

Изобретение может быть использовано для
изготовления керамических и композиционных
материалов. Экзотермическую смесь,
состоящую из оксида азотируемого металла и
энергетической составляющей, воспламеняют
на воздухе при атмосферном давлении. В

качестве энергетической добавки используют
нанопорошок алюминия. В качестве оксида
азотируемого металла используют TiO_2 или ZrO_2
в количестве 60-80 мольн.%. Изобретение
позволяет упростить технологию и удешевить
получаемую продукцию. 2 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION(21), (22) Application: **2007128513/15, 24.07.2007**(24) Effective date for property rights:
24.07.2007(45) Date of publication: **20.05.2009 Bull. 14**

Mail address:

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

(72) Inventor(s):

**Il'in Aleksandr Petrovich (RU),
Amel'kovich Julija Aleksandrovna (RU),
Astankova Anna Petrovna (RU),
Tolbanova Ljudmila Olegovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

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

(54) METHOD OF METAL NITRIDES PREPARATION

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention can be used for production of ceramic and composite materials. The exothermic mixture consisting of the nitrated metal oxide and energetical component is inflamed in the air at the atmospheric pressure with using of the

aluminium nanopowder as energetical component. TiO_2 or ZrO_2 in quantity 60-80 mole % are used as nitrated metal oxide.

EFFECT: invention allows to simplify the technology and to make cheaper the obtained product.

1 ex, 2 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.

5 Известен способ [Патент РФ №2083487, МПК С01В 21/06, опубл. 10.07.1997] получения нитридов металлов, включающий подачу в реактор порошка металла и азота под давлением 0,1-5,0 МПа с последующим воспламенением.

10 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.

15 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 из оксида азотируемого металла, азиды щелочного металла и азотируемого металла как энергетической составляющей. Затем смесь воспламеняют в среде азота под давлением.

20 Недостатком этого способа является использование высокого давления в процессе синтеза и наличие в продуктах синтеза щелочи, которая может привести к их деградации. Кроме того, в этом способе используется дорогостоящий и опасный при хранении реагент - азид натрия.

Основной технической задачей изобретения является упрощение технологии за счет использования воздуха в качестве азотирующего агента, а в качестве энергетической добавки - нанопорошка алюминия.

25 Основная техническая задача достигается тем, что в заявляемом способе получения нитридов металлов, согласно которому, так же, как и в прототипе, готовят экзотермическую смесь, состоящую из оксида азотируемого металла и энергетической составляющей и воспламеняют ее в присутствии азотирующего агента, в соответствии с предложенным решением, в качестве азотирующего агента используют воздух при атмосферном давлении, а в качестве энергетической составляющей используют нанопорошок алюминия при следующем соотношении компонентов, мольн. %:

35	энергетическая составляющая	60-80
	оксид азотируемого металла	остальное

40 В результате использования воздуха при атмосферном давлении в качестве азотирующего агента происходит упрощение технологии, так как нет необходимости в применении в качестве реагентов чистого азота и дорогостоящего и опасного при хранении азиды натрия и высокого давления для проведения процесса синтеза. Кроме того, упрощение технологии происходит за счет использования нанопорошка алюминия в качестве энергетической добавки, так как нанопорошок алюминия в отличие от порошков титана и циркония не склонен к пирофорности, устойчив на воздухе до 400-450°C, но при иницировании хорошо горит на воздухе, что делает возможным проведение синтеза без использования сложного оборудования (реактора).

Перечень иллюстративного материала

50 В таблице 1 приведены составы исходных смесей оксида титана и нанопорошка алюминия и содержание в полученных продуктах нитрида титана по отношению к остаточному оксиду титана.

В таблице 2 приведены составы исходных смесей оксида циркония и нанопорошка алюминия и содержание в полученных продуктах нитрида циркония по отношению к остаточному оксиду циркония.

Пример конкретного выполнения

Для эксперимента в качестве исходных компонентов использовали порошок оксида азотируемого металла - TiO_2 (промышленный порошок марки хч), ZrO_2 (промышленный порошок марки осч) и нанопорошок алюминия (получен с помощью электрического взрыва алюминиевых проводников на опытно-промышленной установке УДП-4Г, напряжение на взрываемом проводнике - 24 кВ, энергия, вводимая в проводник, - 1,45 энергии сублимации взрываемого проводника, среда - аргон, форма частиц - сферическая, содержание металлического алюминия - 92 мас.%, площадь удельной поверхности - $12 \text{ м}^2/\text{г}$).

Из порошков готовили смеси массой 4 г при следующем соотношении компонентов, мольн. %:

энергетическая составляющая, 40; 56; 60; 70; 76; 80; 86; 90;	
оксид азотируемого металла	остальное

Образцы смесей приготавливали методом сухого смешения с применением малых нагрузок, смешение осуществляли в течение 15 минут. Подготовленные образцы высыпали на подложку из нержавеющей стали (толщина листа - 3 мм, марка стали 18Х12Н10Т), придавая насыпанному материалу коническую форму для улучшенной фильтрации воздуха в зону реакции. Образцы воспламеняли в воздухе: процесс горения инициировали пропусканием импульса электрического тока (6 А) через нихромовую спираль (диаметр проволоки - 0,3 мм), находящуюся в контакте с исходной смесью. В результате сгорания образовывались спеки, которые измельчали с помощью шаровой мельницы (помол в течение 0,5 часа) и подвергали рентгенофазовому анализу (метод порошка, дифрактометр ДРОН-3М, Cu_{Ka} -излучение).

В таблицах 1 и 2 представлены составы исходных смесей и содержание нитрида металла. При содержании в исходной смеси энергетической составляющей менее 60 мольн. % выход нитрида азотируемого металла низок вследствие невысокой температуры горения смесей, которая недостаточна для химического связывания азота воздуха [1]. При содержании в исходной смеси нанопорошка алюминия более 80 мольн. % прирост содержания нитридов азотируемых металлов замедляется, поэтому дальнейшее повышение содержания нанопорошка алюминия в исходной смеси нецелесообразно из-за удорожания получаемого продукта. Наиболее оптимальный состав смесей содержит от 60 до 80 мольн. % нанопорошка алюминия.

Литература

1. Ильин А.П., Громов А.А. Горение алюминия и бора в сверхтонком состоянии. Томск: Изд-во Том. ун-та, 2003, 155 с.

Содержание энергетической составляющей в исходной смеси, мольн. %	Содержание оксида титана в исходной смеси, мольн. %	Содержание в полученных продуктах нитрида титана по отношению к остаточному оксиду титана, %	Примечание
30	70	2	
45	55	6	
60	40	31	Заявляемый способ
63	37	33	
76	24	98	
80	20	91	
86	14	92	

Таблица 2

	Содержание энергетической составляющей в исходной смеси, мольн.%	Содержание оксида циркония в исходной смеси, мольн.%	Содержание в полученных продуктах нитрида циркония по отношению к остаточному оксиду циркония, %	Примечание
5	40	60	2	
	56	44	7	
	60	40	32	Заявляемый способ
	70	30	68	
	76	24	72	
10	80	20	78	
	86	14	87	
	90	10	98	

Формула изобретения

15

Способ получения нитридов металлов, включающий приготовление экзотермической смеси, состоящей из оксида азотируемого металла (TiO_2 или ZrO_2) и энергетической составляющей, и ее воспламенение в присутствии азотирующего агента, отличающийся тем, что в качестве азотирующего агента используют воздух при атмосферном давлении, а в качестве энергетической составляющей используют нанопорошок алюминия при следующем соотношении компонентов, мол. %:

20

энергетическая составляющая 60-80
оксид азотируемого металла остальное

25

30

35

40

45

50