

Пантелеев Игорь Борисович

д-р техн. наук, профессор

Андреева Наталья Александровна

канд. техн. наук, доцент

ФГБОУ ВО «Санкт-Петербургский государственный
технологический институт (технический университет)»

г. Санкт-Петербург

ПОЛУЧЕНИЕ И СВОЙСТВА ОКСИНИТРИДА АЛЮМИНИЯ

Аннотация: в работе исследованы методы получения химически активного оксида алюминия кубической сингонии $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ способами термического разложения нитрата алюминия и осаждения гидроксида алюминия из раствора солей с последующей термообработкой. Полученный продукт использован в качестве прекурсора синтеза оксинитрида алюминия AlON методами спекания с нитридом алюминия и углетермическим восстановлением в среде азота.

Ключевые слова: оксид алюминия, оксинитрид алюминия, нитрат алюминия, осаждение, гидроксид алюминия, термообработка, нитрид алюминия.

Оксинитрид алюминия (AlON) может быть получен при тщательном соблюдении технологии, особенно это относится к температурному режиму и составу среды при синтезе. Весьма важна и чистота исходных компонентов, особенно оксида алюминия. Проведенные нами ранее исследования [1–4] показали, что наилучшие результаты в синтезе оксинитрида алюминия дает использование кубической фазы Al_2O_3 , так называемого гамма-глинозема, кристаллическая структура которого наиболее близка к структуре AlON .

Источником для получения $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ являлся нонагидрат нитрата алюминия $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ категории «ч.». В качестве осадителя использовался 25%-й водный раствор аммиака. Использована схема обратного осаждения (осадитель приливался постепенно к раствору соли алюминия) при поддержании постоянного $\text{pH} = 9$. Полученный $\text{Al}(\text{OH})_3$ представлял собой полупрозрачный гель, который высушивали 2 суток на воздухе и подвергали термообработке в сушильном

шкафу при 60 °С в течение 30 часов. Рентгенофазовый анализ показал, что высушенный продукт является хорошо окристаллизованным байеритом, химическая формула – $\text{Al}(\text{OH})_3$ и обладает высокой дисперсностью (100–200 нм).

После термообработки на воздухе гидроксид алюминия теряет конституционную воду, как показывает ДТА, при температуре 240–320 °С. Полученный продукт по результатам РФА (рисунок 1), представляет из себя слабо окристаллизованный $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ кубической сингонии с увеличенным параметром решетки (с традиционных 0,341 до 0,792 нм).

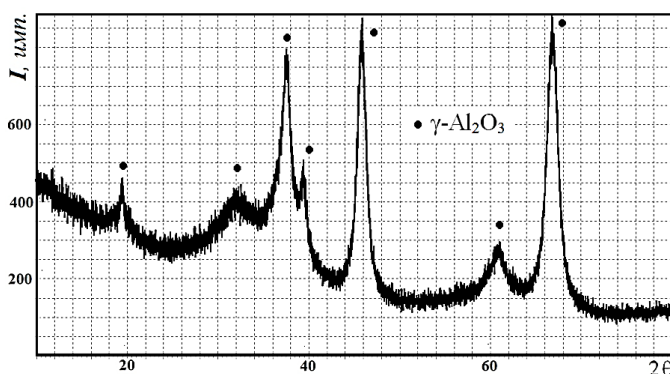


Рис. 1. Дифрактограмма байерита $\text{Al}(\text{OH})_3$ после термообработки при 600°С в течение 2 ч в воздушной среде

Увеличение температуры прокалики байерита до 1000 °С приводит к исчезновению γ -формы оксида алюминия, рентгенофазовый анализ показывает наличие более высокотемпературных фаз – θ - и $\chi\text{-Al}_2\text{O}_3$, что нецелесообразно, поскольку снижается как химическая активность препарата, так и его дисперсность. Кроме того, исчезает энергетически выгодная с точки зрения наследования кристаллической решетки γ -форма оксида алюминия.

Поликристаллический материал типа AlON (оксинитрид алюминия) синтезировали двумя способами:

1. Одновременное восстановление и азотирование Al_2O_3 (карботермическое восстановление Al_2O_3):



2. Реакционная термообработка смеси Al_2O_3 и AlN в среде азота:



Применение в качестве прекурсора оксида алюминия в виде γ -формы, являющейся химически более активной модификацией глинозема, позволило увеличить скорость реакции.

После смешения компонентов в вибрационной мельнице образцы обжигали в корундовых тиглях без засыпки в среде азота с выдержкой в течение 180 мин при температуре 1700 °С. Кроме того, два опытных образца состава $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{C}$ были обработаны согласно заданным условиям с помощью пресса горячего прессования НР 20–3560–20 при температуре 1800 °С и давлении 30 МПа. Время термообработки составило 180 мин в среде азота.

Как показал рентгенофазовый анализ, гомогенный оксинитрид состава AlON (рисунок 2) возможно получить лишь с помощью операции горячего прессования при температуре не ниже 1800 °С способом карботермического восстановления высокоактивного алюмооксидного прекурсора.

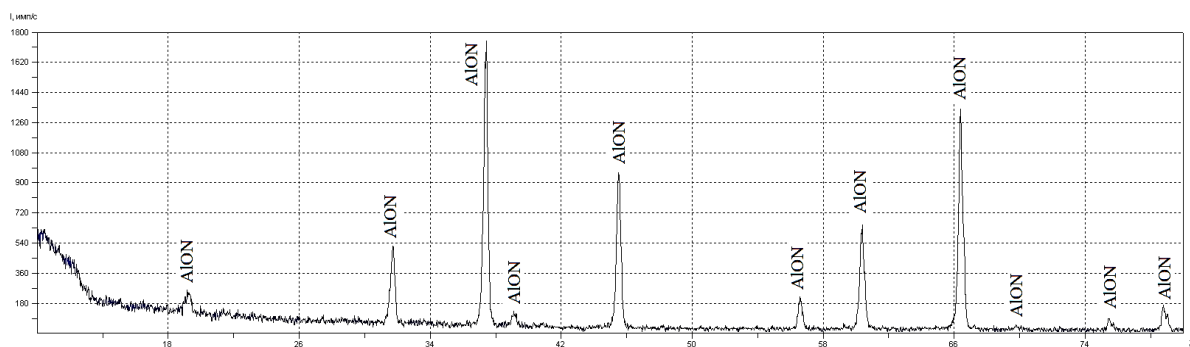


Рис. 2. Дифрактограмма образца состава $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{C}$

Плотность образцов составила 3,45 г/см³, что соответствует 93% от теоретического значения (3,7 г/см³). Во всех других опытах конечный продукт не являлся однофазным, как правило, присутствует корунд (α - Al_2O_3).

Список литературы

1. Золотарева А.А. Технология получения $\text{Al}_3\text{O}_3\text{N}$ в системе $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C-N}$ / А.А. Золотарева, Т.В. Жидкова, И.Б. Пантелеев // IV Международная научно-практическая конференция «КЕРАМСИБ 2012» (Москва, 1–2 ноября 2012 г.). – 2012. – С. 56.

2. Золотарева А.А. Влияние вида алюмооксидного прекурсора на синтез оксинитрида алюминия / А.А. Золотарева, Н.М. Григорьев, И.Б. Пантелеев // Научные технологии: Сборник научных статей по материалам межвузовской научно-практической конференции, 20 марта 2014 г. – СПб.: СПбГУКиТ, 2014. – С. 68–74.

3. Золотарева А.А. Синтез оксинитрида алюминия из различного алюмооксидного сырья / А.А. Золотарева, Н.М. Григорьев // Сборник тезисов V Научно-технической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых (с международным участием) «Неделя науки – 2014» (31 марта – 1 апреля 2014 г.). – СПб.: СПбГТИ (ТУ), 2014. – С. 92.

4. Циренников А.А. Получение активного алюмооксидного прекурсора кубической модификации / А.А. Циренников, В.А. Мусабаланова, И.Б. Пантелеев // Научная конференция «Традиции и инновации» (3–4 декабря 2015 г.). – СПб.: СПбГТИ (ТУ), 2015. – С. 30.