

**ПЛАЗМОДИНАМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ НИТРИДА АЛЮМИНИЯ В СИСТЕМАХ С
ГАЗООБРАЗНЫМ И ТВЕРДЫМ ПРЕКУРСОРОМ**И.И. Шаненков, Ю.Л. Шаненкова

Научный руководитель: профессор, д.т.н. А.А. Сивков

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г.Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: Swordi@list.ru

**THE PLASMA DYNAMIC SYTHESIS OF ALUMINUM NITRIDE IN SISTEMS WITH GASEOUS
AND SOLID PRECURSORS**I.I. Shanenkov, Yu.L. Shanenkova

Scientific Supervisor: Prof., Dr. A.A. Sivkov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenina ave., 30, 634050

E-mail: Swordi@list.ru

Aluminum nitride is prospective material due to its high thermal conductivity. This paper shows the results of obtaining of aluminum nitride by plasma dynamic method in systems with gaseous (nitrogen N_2) and solid (melamine $C_3N_6H_6$) precursors. Synthesized products were investigated using XRD and TEM analyses. According to TEM products predominantly consist of well-crystallized single crystals of aluminum nitride with particle size 60-120 nm and small amount of aluminum particles. The results of XRD show that using of solid precursors is more preferable in the area of obtaining AlN phase but the product has a lot of impurities.

Нитрид алюминия был впервые синтезирован в 1877 году, однако лишь в конце 20 века привлек к себе повышенное внимание ученых в связи с рядом своих уникальных свойств. Высокая теплопроводность, низкий коэффициент термического расширения, термическая стабильность, низкая диэлектрическая постоянная, нетоксичность, высокая механическая прочность делают его одним из наиболее важных материалов для изготовления керамики [1-3]. На сегодняшний день существует множество различных способов получения данного материала [4]. Известно, что плазменные методы синтеза имеют такие преимущества, как быстрая скорость протекания реакции из-за высокой температуры плазмы ($\sim 10^4$ K), возможность получения ультрадисперсных монокристаллических продуктов из-за высокой скорости охлаждения ($> 10^6$ K/c) и возможность использования прекурсоров, не требующих предварительной подготовки [5]. В работе рассматривается получение порошков ультрадисперсного нитрида алюминия плазмодинамическим методом в системах на основе коаксиального плазмодинамического ускорителя (КМПУ) с использованием газообразного и твердого прекурсоров.

Плазмодинамический метод базируется на использовании сильноточного импульсного коаксиального магнитоплазменного ускорителя (КМПУ) эрозионного типа. Электропитание КМПУ осуществляется от емкостного накопителя энергии, энергетические параметры которого могут варьироваться (зарядная емкость до 28,8 мФ, зарядное напряжение до 5,0 кВ). В качестве материала центрального электрода и электрода-ствола был выбран алюминий, исходя из условий проведения эксперимента. В качестве

«ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК»

прекурсоров использовались газообразный азот (N_2), который закачивался в рабочую камеру-реактор при нормальных условиях, и твердый (меламин $C_3N_6H_6$), который перед экспериментом предварительно закладывался в канал формирования плазменной структуры. В результате были синтезированы порошки, которые без какой-либо предварительной обработки анализировались методами рентгеновской дифрактометрии (XRD) на рентгеновском дифрактометре Shimadzu XRD 7000S и просвечивающей электронной микроскопии (TEM) на просвечивающем микроскопе Philips CM12.

В результате проведенных экспериментов были синтезированы образцы массой 3,7 г (система с газообразным азотом) и 1,125 г (с меламином). Стоит отметить, что такое различие в массах обусловлено большой электроэрозией центрального электрода в первом случае, что обуславливает большое содержание фазы алюминия в конечном продукте (рисунок 1). Столь малое содержание фазы нитрида алюминия можно объяснить низкой реакционной способностью чистого газообразного азота, энергия связи в молекулах которого значительно превышает энергию связи молекул азота в меламине. В результате использования твердого прекурсора видно значительное увеличение выхода фазы нитрида алюминия. Однако из-за высоких диэлектрических свойств меламин не удалось произвести полную возгонку прекурсора, в связи с чем, следы материала наблюдались и в продукте, и на дифрактограмме. Вместе с этим увеличивается и количество примесных фаз, таких как меламин и карбид алюминия, который образуется при взаимодействии алюминия с углеродом, присутствующим в прекурсор.

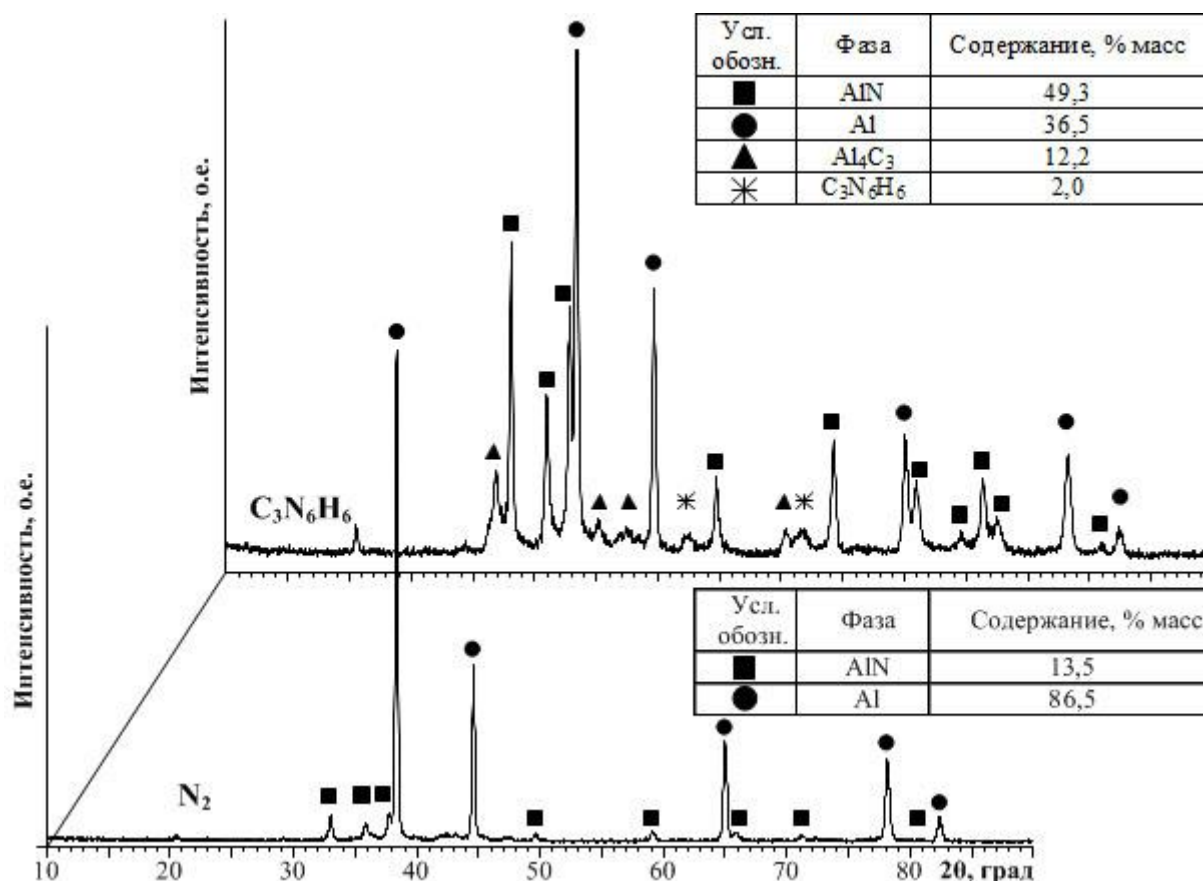


Рис. 1. Рентгеновские дифрактограммы продуктов синтеза в системе с азотом N_2 и меламином $C_3N_6H_6$

Результаты просвечивающей электронной микроскопии для синтезированных образцов приведены на рисунках 2 и 3. Как видно из светопольных изображений продукты состоят из хорошо закристаллизованных монокристаллов с размерами приблизительно 60-120 нм. Данные монокристаллы

«ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК»

при смещении апертурной диафрагмы в область рефлексов нитрида алюминия дают яркое и заметное свечение на темнопольных снимках, что позволяет судить о том, что данные монокристаллы представляют собой частицы нитрида алюминия. Тем не менее в продуктах встречаются крупные частицы, судя по всему, принадлежащие фазе алюминия.

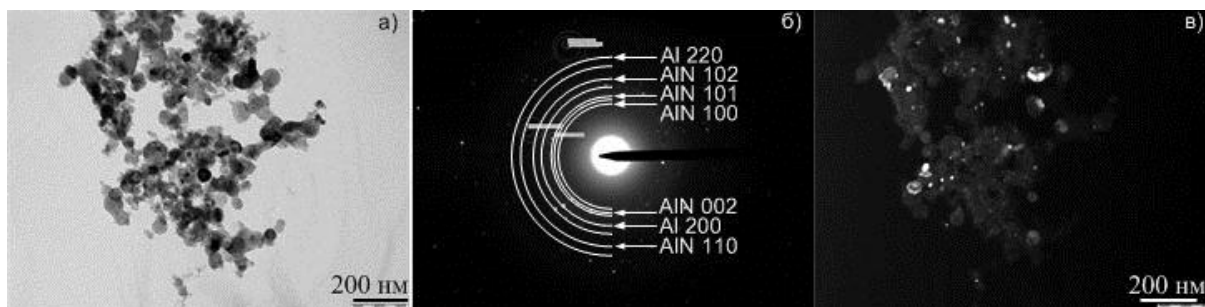


Рис. 2. ТЕМ-снимки продукта в системе с азотом N_2 : а) светлопольный; б) SAED; в) темнопольный

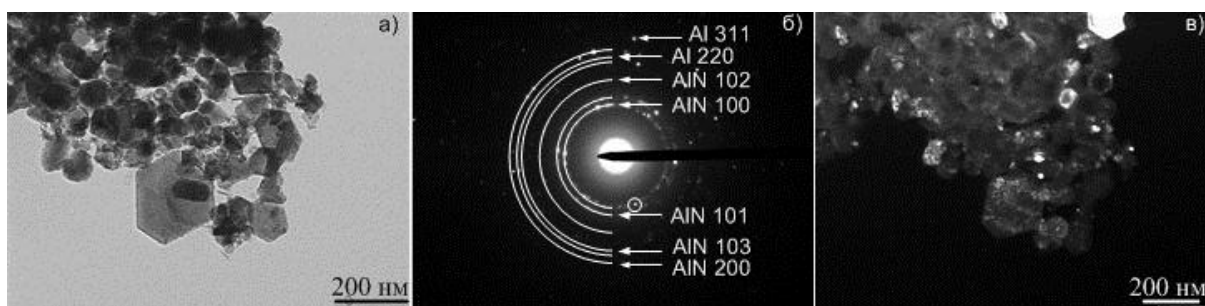


Рис. 3. ТЕМ-снимки продукта в системе с меламинам $C_3N_6H_6$: а) светлопольный; б) SAED; в) темнопольный

На основании вышеизложенного можно заключить, что плазмодинамический метод позволяет осуществлять синтез и получение ультрадисперсного нитрида алюминия в системах с использованием газообразного и твердого прекурсоров. Использование меламина позволяет увеличить выход необходимой фазы до $\sim 50\%$, однако в продукте появляются дополнительные примеси. Синтезированные порошки состоят из хорошо закристаллизованных монокристаллов нитрида алюминия со средним размером частиц от 60 до 120 нм.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Guojun Y., Guangde C., Huiming L. Solid-state metasyntesis and characterization of AlN nanocrystals // International Journal of refractory Metals and Hard Materials. – 2008. – № 26. – С. 5–8.
2. Wang J., Wang W., Ding P., Yang Y., Fang L., Esteve J. Synthesis of cubic aluminum nitride by carbothermal nitridation reaction // Diamond and Related Materials. – 1999. – № 8. – С. 1342–1344.
3. Wang H.L., Lv H.M., Chen G.D., Ye H.G. Synthesis of hexagonal AlN microbelts at low temperature // Journal of Alloys and Compounds. – 2009. – № 477. – С. 580–582.
4. Gao Z., Wan Y., Xiong G., Guo R., Luo H. Synthesis of aluminum nitride nanoparticles by a facile urea glass route and influence of urea/metal molar ratio // Applied Surface Science. – 2013. – № 280. – С. 42–49.
5. Kim K.-I., Choi S.-C., Kim J.-H., Cho W.-S., Hwang K.-T., Han K.-S. Synthesis and characterization of high-purity aluminum nitride nanopowder by RF induction thermal plasma // Ceramics International. – 2014. – № 40. – С. 8117–8123.