

## О ВОЗМОЖНОСТИ СИНТЕЗА УЛЬТРАДИСПЕРСНОГО НИТРИДА АЛЮМИНИЯ ПЛАЗМОДИНАМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

*М.И. ГУКОВ, И.И. ШАНЕНКОВ, А.И. ЦИММЕРМАН*

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,  
Энергетический институт  
E-mail: [1q1@t-sk.ru](mailto:1q1@t-sk.ru)

## ON POSSIBILITY OF ULTRAFINE ALUMINUM NITRIDE SYNTHESIS BY PLASMA DYNAMIC METHOD

*M.I. GUKOV, I.I. SHANENKOV, A.I. TSIMMERMAN*

National Research Tomsk Polytechnic University, Institute of Power Engineering  
E-mail: [1q1@t-sk.ru](mailto:1q1@t-sk.ru)

*Annotation.* This paper presents the results on plasma dynamic synthesis of ultrafine aluminum nitride in system based on coaxial magnetoplasma accelerator. The synthesized product without additional preparation was studied by X-ray diffractometry and transmission electron microscopy methods. It was found that the synthesized product has almost 50 mass percent of the necessary phase. The most of particles have hexagonal structure with average sizes equal to 100-150 nm, which were attributed to the phase of hexagonal AlN.

### Введение

Нитрид алюминия является перспективным материалом из-за его уникальных механических и физических свойств, таких как высокая теплопроводность, низкий коэффициент теплового расширения (близкий к кремнию), малая диэлектрическая постоянная, высокое электрическое удельное сопротивление [1-2]. Благодаря этим свойствам, керамика на основе AlN уже привлекла значительное внимание, как компоненты производственного оборудования полупроводников, например, подложек и материалов для интегрированных схем высокой мощности.

Важной задачей является синтез ультрадисперсных порошков нитрида алюминия с достаточно высокой чистотой. Малый размер частиц облегчает процесс спекания порошка, а именно позволяет уменьшать температуру спекания. Широкому использованию нитрида алюминия, в значительной степени, мешают большие энергетические и временные затраты необходимые во многих методах его получения.

Данная работа посвящена вопросам синтеза ультрадисперсного порошка нитрида алюминия плазмодинамическим способом с использованием системы на основе коаксиального магнитоплазменного ускорителя (КМПУ), разработанного в лаборатории высокотемпературной сверхпроводимости ТПУ [3]. Получение AlN данным методом обладает рядом следующих преимуществ: высокая скорость протекания реакции (процесс занимает до 500 мкс), возможность варьирования энергетических параметров в широком диапазоне, высокая скорость охлаждения, низкие энергозатраты.

### Экспериментальная часть

Принципиально система для получения нитрида алюминия состоит из следующих элементов: емкостной накопитель энергии, КМПУ, рабочая камера, газовая система [4]. Емкостной накопитель энергии обладает следующими энергетическими параметрами: максимальное зарядное напряжения 5,0 кВ, а максимальная зарядная

емкость 28,8 мФ. КМПУ состоит из классического Z-пинч ускорителя с алюминиевыми электродами и внешней индуктивной системы, которая применяется для выравнивания электроэрозионного износа по длине ускорительного канала.

Динамический синтез происходит в скачке уплотнения головной ударной волны, в который поступает эродированный материал и встречно диффундирует газ окружающей атмосферы. Формирование кристаллической структуры и диспергирование синтезированного материала происходит при его распылении с границы ударной волны. Высокая скорость охлаждения, порядка  $10^6$  К/с, осуществляется за счет взаимодействия синтезированного материала с атмосферой.

Установлено, что использование твердого азотсодержащего прекурсора (меламин), закладываемого в канал формирования плазменной структуры (КФПС), позволяет увеличить выход необходимых фаз в различных системах, где необходимо синтезировать соединения на основе азота [5,6]. Исходными параметрами для реализации плазмодинамического синтеза ультрадисперсного порошка нитрида алюминия были: центральный электрод с наконечником из алюминия, в который засыпался порошковый меламин; ускорительный канал был выполнен из алюминия; в предварительно вакуумированную камеру-реактор был закачен азот под давлением 1 атм.; зарядное напряжение составило 1,8 кВ, а зарядная емкость 14.4 мФ. Вскрытие камеры-реактора и сбор порошка производился через час после выстрела при полном осаждении взвешенных частиц на стенки камеры. Это время является временем пассивации порошка в атмосфере азота.

Полученный описанным выше способом продукт без предварительной подготовки анализировался методами рентгеновской дифрактометрии (Shimadzu XRD-7000) и просвечивающей электронной микроскопии (Philips CM12).

### **Результаты и обсуждения**

Данные рентгеновской дифрактометрии (XRD-картина и результаты обработки) представлены на рисунке 1. Расшифровка полученной дифрактограммы осуществлялась с использованием программного обеспечения PowderCell 2.4 с использование баз структурных данных PDF4+. В составе продукта были идентифицированы следующие кристаллические фазы: AlN, Al, Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub>. Наличие меламин C<sub>3</sub>N<sub>6</sub>H<sub>6</sub> полученном образце объясняется тем, что из-за его диэлектрических свойств произошло неполное разложение в процессе горения разряда и часть прекурсора осталась в КФПС и, вероятно, могла попасть в камеру-реактор «на хвосте» импульса. Также с помощью данного программного обеспечения было подсчитано процентное содержание всех кристаллических фаз в полученном порошке: AlN – 49,3 %, Al – 36,5 %, Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> – 12,2 % и C<sub>3</sub>N<sub>6</sub>H<sub>6</sub> – 2 %.

Синтез гексагонального нитрида алюминия в данной системе подтверждается результатами просвечивающей электронной микроскопии. На рисунке 2 представлены светлопольные и темнопольные снимки образца, а также дифракционная картина полученного порошка. Из рисунка видно, что размер частиц в порошке варьируется от 100 до 150 нм. Большинство частиц имеет гексагональную структуру. Расшифровка картины электронной дифракции позволила подтвердить результаты рентгеновского анализа, найдены следы рефлексов, отвечающих основным фазам, содержащимся в продукте. Смещением апертурной диафрагмы в область рефлекса нитрида алюминия в направлении [100] получены темнопольные изображения продукта синтеза. Отмечается яркое свечение гексагональных частиц, характерных для

нитрида алюминия, что также подтверждает возможность получения данной фазы предложенным плазодинамическим методом.

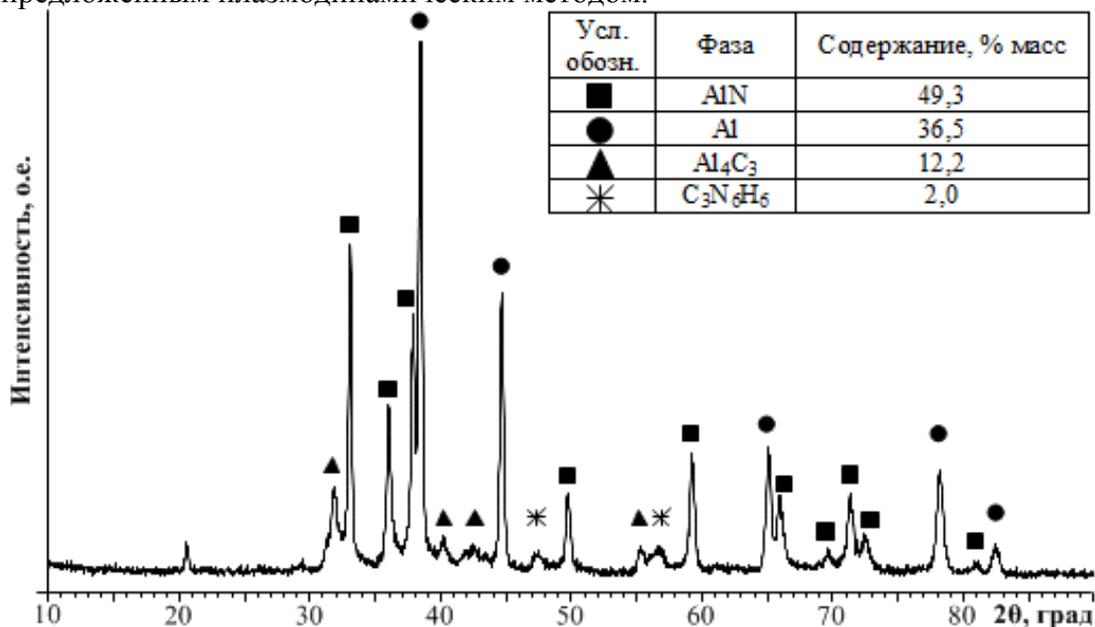


Рисунок 1 – Рентгеновская дифрактограмма синтезированного порошка

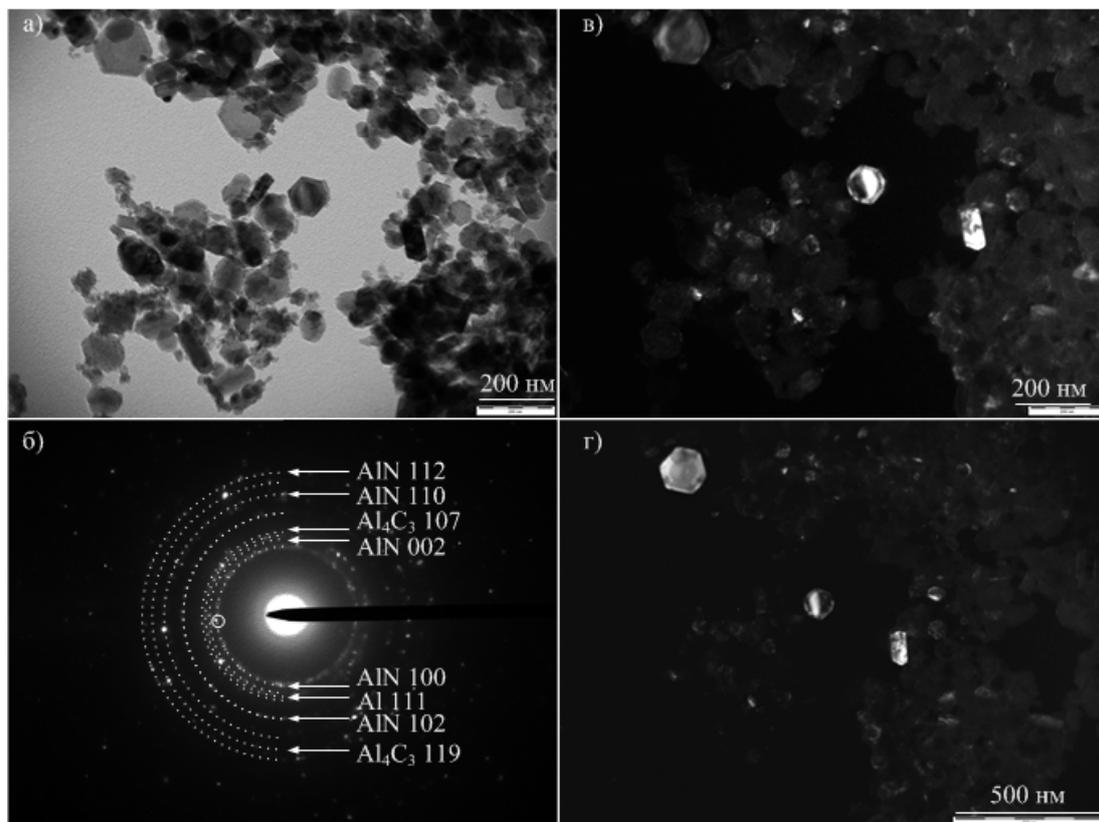


Рисунок 2 – ТЕМ-снимки продукта: а) светлопольный снимок; б) дифракционная картина; в) темнопольный снимок с масштабом 200 нм; г) темнопольный снимок с масштабом 500 нм

### **Заключение**

В работе была показана возможность получения ультрадисперсного порошка нитрида алюминия плазмодинамическим методом в системе, основанной на использовании КМПУ. Установлено, что процентное содержание кристаллической фазы AlN в конечном продукте составляет около 50 %, а частицы, характерные для данной фазы, в полученном порошке имеют гексагональное строение и средние размеры от 100 до 150 нм. В дальнейшем планируется оптимизировать режимные параметры процесса синтеза и, тем самым, повысить выход нитрида алюминия одновременно с уменьшением количества примесных фаз.

### **Список литературы**

1. Slack G. A., Tanzilli R. A., Pohl R. O., Vandersande J. W. The intrinsic thermal conductivity of AlN // Journal of Physics and Chemistry of Solids. – 1987. – № 48. – P. 641–647.
2. L.M. Sheppard, Aluminum nitride: a versatile but challenging material, Am. Ceram. Bull. 69 (11) (1990) 1801–1803.
3. Пат. 137443 РФ. МПК7 H05H 11/00. Коаксиальный магнитоплазменный ускоритель / А.А Сивков, А.С. Сайгаш, Ю.Л. Колганова. Заявлено 24.09.2013; Оpubл. [10.02.2014](#), Бюл. № 4. – 6 с.
4. Pak A. Y., Sivkov A. A., Shanenkov I. I., Rakhmatullin I. A., Shatrova K. N. Synthesis of ultrafine cubic tungsten carbide in a discharge plasma jet // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. – 2015 – Vol. 48. – p. 51-55.
5. Shanenkov I. I., Sivkov A. A., Pak A. Y., Kolganova Y. L. Effect of Gaseous Medium Pressure on Plasmadynamic Synthesis Product in the C-N System with Melamine // Advanced Materials Research. - 2014 - Vol. 1040. - p. 813-818.
6. Sivkov A. A., Pak A. Y., Shanenkov I. I., Kolganova Y. L., Prosvirin I. V. Effect of Energy on Plasmodynamic Synthesis Product in the Carbon- Nitrogen System // Advanced Materials Research. - 2014 - №. 880. - p. 36-41.

## **NICKEL CONTAINING NANOPOWDERS AS HIGHLY DISPERSED PIGMENTS FOR CERAMIC DYES**

*A.I. CHEREPANOVA*

National Research Tomsk Polytechnic University

E-mail: [ai\\_cherepanova@mail.ru](mailto:ai_cherepanova@mail.ru)

## **НИКЕЛЬСОДЕРЖАЩИЕ НАНОПОРОШКИ В КАЧЕСТВЕ ВЫСОКОДИСПЕРСНЫХ ПИГМЕНТОВ ДЛЯ КЕРАМИЧЕСКИХ КРАСОК**

*А.И. ЧЕРЕПАНОВА*

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: [ai\\_cherepanova@mail.ru](mailto:ai_cherepanova@mail.ru)

*Аннотация.* В данной работе рассмотрены нанопорошков никеля и нихрома, полученные методом электрического взрыва проводника. Сравнены микрофотографии данных образцов, их энергодисперсионные спектры, по которым сделан вывод о составе данных порошков и размере ча-