

Министерство образования и науки РФ

ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

УДК 666.3/.7

УТВЕРЖДАЮ
Проректор по науке
_____ Кружаев В.В.
«___» _____ 2013

ОТЧЕТ

О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

В рамках выполнения п.2.1.1.1 Плана реализации мероприятий Программы развития
УрФУ на 2013 год

ПО ТЕМЕ:

«Исследование агломерационной и седиментационной устойчивости AlN и AlF_3 в
органических средах»

(Заключительный)

Зав.кафедрой

(подпись, дата)

Научный руководитель

(подпись, дата)

Исполнитель

(подпись, дата)

Екатеринбург 2013

Реферат

1. ФИО автора: Елагин Андрей Александрович / Elagin Andrey Alexandrovich

2. Аннотация: Газофазный способ получения нитрида алюминия предусматривает наличие двух последовательных стадий. На первом этапе осуществляется получение продукта, где содержится нитрид алюминия (AlN) и трифторид алюминия (AlF₃). На последующей стадии требуется разделение AlN и AlF₃ с получением нитрида алюминия требуемого состава и крупности частиц. Сегодня этот процесс производится за счет сублимации AlF₃ в вакууме, при температуре 1200⁰С, что требует наличия специализированного оборудования и высоких энергозатрат. Также получаемый наноразмерный AlN агломерирует, образуя частицы крупностью ≈ 5-10 мкм.

Поэтому представляет интерес исследование альтернативных методов разделения AlN и AlF₃, позволяющих избежать отмеченных недостатков. Из существующих методов разделения тонкодисперсных порошков с разницей в плотности менее 1,0 г/см³ в заявленной работе исследована возможность седиментационного способа разделения в органической среде с плотностью большей, чем у AlF₃ и меньшей, чем у AlN. Плотность AlN 3,12 г/см³, плотность AlF₃ 2,88 г/см³. В качестве органической среды рассматривались органические элементарорганические вещества повышенной плотности (например, смесь йодоформа и бромформа с плотностью 2,90 г/см³).

Седиментационная и агломерационная устойчивость AlN и AlF₃ также определяется характером взаимодействия с органической средой, в которой происходит седиментация компонентов. Исходя из природы AlN и AlF₃, компоненты имеют различную адсорбционную способность по отношению к молекулам физической среды. Поэтому для улучшения адгезионных характеристик была проведена предварительная обработка органическим соединением, имеющим хорошее сродство к AlN и AlF₃. В качестве такого вещества в работе использовался силан (например, 3-аминопропилтриэтоксисилан, ТУ-2437-132-40245042-2005).

По результатам работы исследован характер взаимодействия нитрида алюминия и трифторида алюминия с силаном, определены седиментационная и агломерационная устойчивость компонентов в органическом и элементарорганическом веществе (в смеси йодоформа с бромформом), а также экспериментально определена возможность седиментационного разделения AlF₃ и AlN в смеси йодоформа с бромформом после специальной обработки и без нее.

Abstract: A gas-phase process for preparing of aluminum nitride powders provides two successive stages. The first step is to obtain a product which contains aluminum nitride (AlN) and aluminum trifluoride (AlF₃). In a next step separation of AlF₃ and AlN is required for obtaining aluminum nitride with the desired composition and particle size . Today this process is made by sublimation of AlF₃ in vacuo at 1200 °C , which requires specialized equipment and high energy consumption. Also, the resulting nano-sized AlN agglomerate to form particles with a size \approx 5-10 microns.

It is therefore of interest to investigate alternative methods of separation of AlN and AlF₃, which avoid these disadvantages. Of the existing methods of separation of the fine powders with a difference in density is less than 1.0 g/cm³ in this work we explored the possibility of sedimentation separation method in the organic environment with a density greater than that of AlF₃ and less than AlN. Density of AlN = 3,12 g/cm³ , the density of AlF₃ = 2,88 g/cm³.

As the organic or elementorganic environment was used the organic environment with high density (e.g., a mixture of bromoform and iodoform with a density of 2.90 g/cm³). Sedimentation stability of AlN and AlF₃ also depends on the nature of interaction with the organic environment in which the sedimentation of the components is occurs. Given the nature of AlN and AlF₃, the components have different adsorption capacity for molecules of the physical environment . Therefore, to improve adhesion characteristics pretreatment by organic compound with good affinity for AlN and AlF₃ was carried. As such a substance silane was used (e.g., 3 - aminopropyltriethoxysilane).

In the result we have studied the nature of the interaction of aluminum nitride and aluminum trifluoride with silane, identified sedimentation and agglomeration resistance of components in organic environment (in a mixture of iodoform with bromoform) and the experimentally determined ability of sedimentation separation of AlF₃ and AlN in a mixture of iodoform with bromoform after special treatment and without it.

3. Ключевые слова: нитрид алюминия, трифторид алюминия, разделения, органическая среда, седиментационная, агломерационная, устойчивость.

Key words: aluminum nitride, aluminum trifluoride, separation, the organic environment, sedimentation, agglomeration, stability.

4. Тема отчета: «Исследование агломерационной и седиментационной устойчивости AlN и AlF₃ в органических средах»

Topic of report: "The study of agglomeration and sedimentation stability of AlN and AlF₃ in organic environment"

Содержание:

Обозначения и сокращения	5
Введение	5
Основная часть.....	6
Заключение.....	8
Список использованных источников.....	9

Обозначения и сокращения

AlF_3 Алюминий фтористый

AlN Нитрид алюминия

силан 3-аминопропилтриэтоксисилан

Введение

Для получения высокодисперсного нитрида алюминия используется фторидная технология газофазного синтеза, на конечной стадии которой образуется смесь продуктов взаимодействия, состоящая из AlN и AlF_3 . Сегодня процесс выделения нитрида алюминия осуществляется сублимацией трифторида алюминия в вакууме, но под воздействием высоких температур нитрид алюминия агломерирует в частицы размером ~5-10 мкм. Помимо этого, использование в процессе получения дополнительной высокотемпературной технологической стадии требует высоких энергозатрат и поэтому экономически не выгодно. Кроме того, необходимость использования вакуума в системе требует использования специального оборудования, что усложняет аппаратное оформление технологии. В связи с этим, особый интерес представляет исследование альтернативных путей разделения трифторида и нитрида алюминия, исключающих необходимость осуществления процесса при высоких температурах в вакууме. В качестве метода разделения может быть рассмотрена флотация в органических средах. В процессе изучения взаимодействия трифторида и нитрида алюминия с органическими и элементарноорганическими веществами необходимо выявить седиментационную и агломерационную устойчивость AlF_3 и AlN в органических средах и экспериментально подтвердить возможность флотационного разделения порошков после специальной обработки.

Основная часть

Газофазный способ получения нитрида алюминия [1] предусматривает наличие двух последовательных стадий. На первом этапе осуществляется получение смеси порошкообразных продуктов взаимодействия: нитрид алюминия и трифторид алюминия. На последующей стадии требуется разделение AlN и AlF_3 с получением нитрида алюминия требуемого состава и крупности частиц [2]. Сегодня этот процесс производится за счет сублимации AlF_3 в вакууме, при температуре $1200\text{ }^\circ\text{C}$, что требует наличия специализированного оборудования и высоких энергозатрат. Также получаемый наноразмерный AlN агломерирует, образуя частицы крупностью $\approx 8\text{ }\mu\text{m}$ [3].

Поэтому представляет интерес исследование альтернативных методов разделения AlN и AlF_3 , позволяющих избежать отмеченных недостатков. Из существующих методов разделения тонкодисперсных порошков с разницей в плотности менее $1,0\text{ г/см}^3$ ([4], [5], [6], [7], [8]) в настоящей работе рассматривается возможность седиментационного способа разделения в органической среде с плотностью большей, чем у AlF_3 и меньшей, чем у AlN . Плотность AlN $3,12\text{ г/см}^3$ [9], плотность AlF_3 $2,88\text{ г/см}^3$ [10]. В качестве органической среды предлагается смесь иодоформа и бромформа с плотностью $2,90\text{ г/см}^3$.

В работе предварительно готовилась механическая смесь порошков AlF_3 и AlN крупностью $\approx 5\text{ }\mu\text{m}$. Для эксперимента был взят чистый нитрид алюминия, полученный газофазным способом. Рентгенограмма нитрида алюминия, использованного для эксперимента, представлена на рис. 1.

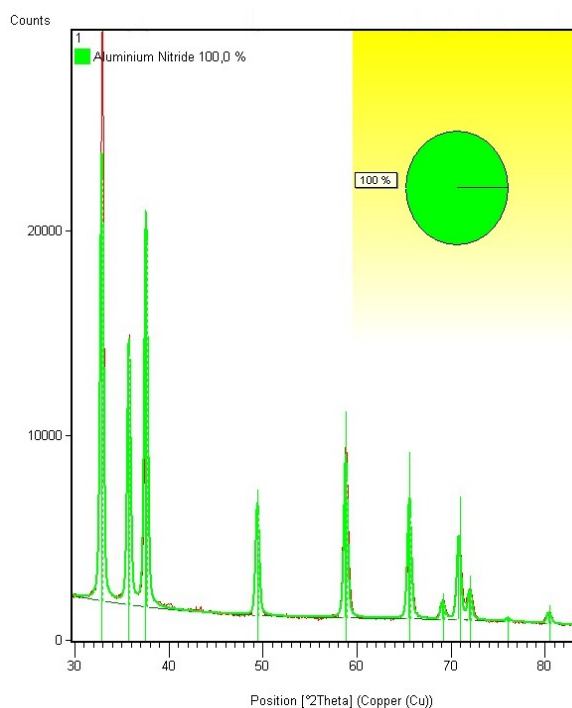


Рис. 1. - Рентгенограмма нитрида алюминия, использованного для приготовления смеси порошков AlN и AlF_3

Трифторид алюминия (ГОСТ 19181-78, 1/с) перед приготовлением смеси порошков был предварительно отогнан от примесей при температуре 1200 °С в вакууме с целью достижения высокой химической чистоты (99,9%).

В качестве физической среды использовалась смесь йодоформа и бромформа (йодоформ согласно ТУ 9318-011-05761761-03, бромформ согласно ГОСТ 5851-78, марки ч).

Седиментационная и агломерационная устойчивость AlN и AlF₃ определяется также характером взаимодействия с органической средой, в которой происходит седиментация компонентов. Исходя из природы AlN и AlF₃, компоненты имеют различную адсорбционную способность по отношению к молекулам физической среды. Поэтому для улучшения адгезионных характеристик производят предварительную обработку органическим соединением, имеющим хорошее сродство к AlN и AlF₃ [11]. В качестве такого вещества в работе использовался силан (3-аминопропилтриэтоксисилан, ТУ-2437-132-40245042-2005).

Наличие взаимодействия силана с AlN и AlF₃ фиксировалось с помощью метода ИК-спектроскопии. Результаты исследования взаимодействия представлены в виде спектрограмм на рис. 2.

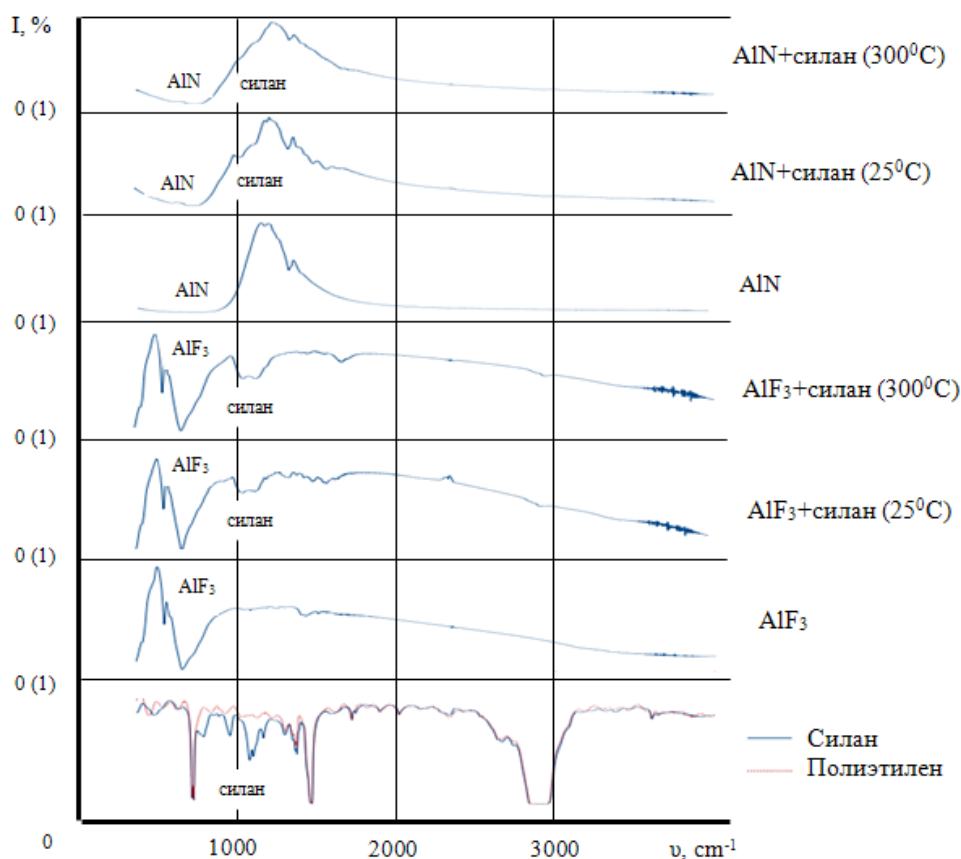


Рис. 2. – Результаты исследования взаимодействия силана с AlN и AlF₃

Нитрид алюминия гигроскопичен, что определяется его природой [12]. Учитывая достаточно большую окружность не только частиц нитрида алюминия, но и трифторида алюминия, логично полагать, что они имеют высокую агломерационную устойчивость [13]. Поэтому основное внимание уделялось седиментационной устойчивости системы, как необходимому условию разделения компонентов.

Представленные спектрограммы показывают, что силан взаимодействует при нагревании до 300°C с компонентами. Трифторид алюминия после обработки силаном при 300°C меняет цвет с белого до светло-коричневого. На спектрограммах появляются полосы, характеризующие образование устойчивых поверхностных соединений. В то же время нитрид алюминия также взаимодействует с силаном при этой температуре, но это взаимодействие проявляется слабее.

Характер взаимодействия нитрида алюминия и трифторида алюминия с силаном проявляется при определении седиментационной устойчивости компонентов в смеси иодоформа с бромформом. Полное осаждение частиц нитрида алюминия в смеси иодоформа с бромформом наблюдается в течение 5 – 10 минут. Трифторид алюминия лучше адсорбирует силан и за счёт разности в плотностях, а также образования устойчивых связей с органической средой, фактически остаётся в поверхностном слое.

Заключение

На основании проведенных исследований и полученных экспериментальных данных сделаны следующие выводы:

1. Агломерационная и седиментационная устойчивость AlF_3 и AlN в смеси иодоформа с бромформом определяется не только соотношением плотностей фаз, но и характером связей с органической средой.
2. Экспериментально подтверждена возможность седиментационного разделения AlF_3 и AlN после специальной обработки в смеси иодоформа с бромформом.
3. Принципиально возможно осуществление низкотемпературного способа разделения смеси продуктов взаимодействия: нитрида алюминия и фторида алюминия на конечной стадии в технологии газофазного синтеза нитрида алюминия вместо высокотемпературной сублимации AlF_3 в вакууме.

Список использованных источников

1. Нитрид алюминия. Способы получения [Текст] / А.А. Елагин [и др.] // Новые огнеупоры. – 2013. - №1. – С. 49-55.
2. Peter Greil, Michael Kulig, Dachamir Hotza. Aluminium nitride ceramics with high thermal conductivity from gas-phase synthesized powders // Journal of the European Ceramic Society. – 1994. - №3. - pp. 229–237.
3. Установка для получения порошкообразного нитрида алюминия газофазным способом [Текст] / А.А. Елагин [и др.] // Оборудование для оснащения технологических производств: Труды Свердловского научно-исследовательского института химического машиностроения. Выпуск 18 - Екатеринбург, 2011. С. 165-170
4. Исследование процесса улавливания летучей золы в экспериментальной модели электроциклона [Текст] / Н.В. Инюшкин [и др.] // Инженерный вестник Дона. – 2011. – № 4 [Электронный ресурс]. URL: <http://www.ivdon.ru/magazine/archive/n4y2011/524> (доступ свободный) – Загл. с экрана. – Яз. рус.
5. Пат. 2395346 Российская Федерация. Магнитожидкостный сепаратор / Поварницын А.И., Селедков В.В., 2010.
6. Пат. 2412007 Российская Федерация. Способ классификации ультрадисперсных и наночастиц по размерам и устройство для его осуществления / Райныш В.А., Шурупов А.В., Шурупов М.А., 2011.
7. А.Г. Титов. Улавливание высокодисперсных туманов в электрофилт্রে [Текст] / А.Г. Титов, З.Р. Гильванова // Инженерный вестник Дона. – 2012. – № 4, часть 2 [Электронный ресурс]. URL: <http://www.ivdon.ru/magazine/archive/n4p2y2012/1352> (доступ свободный) – Загл. с экрана. – Яз. рус.
8. Пат. 2010608 Российская Федерация. Способ разделения тонких порошков при гидроклассификации и устройство для его осуществления / Горлов А.М., Айнбиндер В.Г., Качур С.А., Овсяников А.Ш., Кальянов В.Н., 1994.
9. Самсонов Г.В. Нитриды [Текст]: Монография / Г.В. Самсонов – Киев: Наукова думка, 1969 – 192 с.
10. Основные свойства неорганических фторидов [Текст] / Под ред. Н.П. Галкина // Атомиздат, Москва, 1975 – 400 с.
11. J. H. Yu, J. K. Duan, W. Y. Peng, L. C. Wang, P. Peng, P. K. Jiang. Influence of nano-AlN particles on thermal conductivity, thermal stability and cure behavior of cycloaliphatic эпоxy/trimethacrylate system [Text]// eXPRESS Polymer Letters, 2011. - № 2. – pp 132–141
12. Войтович Р.Ф. Окисление карбидов и нитридов [Текст] / Наукова думка, Киев, 1981 – 162 с.

13. Ягупов, А.И. Технология модифицирования нитридом алюминия электроизоляционных материалов [Текст]: дис. канд. техн. наук: 23.11.12 : защищена 26.12.12 / Ямщиков Леонид Фёдорович – Екатеринбург., 2012 – 145 с. – Библиогр.: С. 15 – 35.