



УКРАЇНА

■<.«UA<n>_13261

(B) C1

(51)5 COI B 21/068

ДЕРЖАВНЕ
ПАТЕНТНЕ
ВІДМОВСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІД

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ НІТРИДУ КРЕМНІЮ

1

(20)95320548, 14.09.93

(21)4939119/SU

(22)22.05 91

(24)28.02.97

(46)28.02.97. Бюл.№ 1

(56)1. Заявка Японії 54-126696,
кп. C01 B 21/068, 19792. Авторское свидетельство СССР №
1341902, кл.С01 В 21/068, 1985(прототип).(72) Косолапова Тетяна Яківна, Людвинська
Тетяна Афанасіївна, Сухих Леонід Ле-онідович, Бартницька Тамара Сергіївна,
Тельмікова Наталія Петрівна (73) Інститут
проблем матеріалознавства ім.
І.М.Францевича АН України (UA)(57) Способ получения нитрида кремния,
включающий азотирование смеси порошков
оксида кремния и сажи при 1400-1500°C,
отличающийся тем, что в смесь перед
азотированием вводят хлорид щелочного
металла в количестве 5-15% от массы.

Изобретение относится к синтезу неорганических веществ - нитриду кремния. Нитрид кремния обладает рядом ценных свойств, которые позволяют создавать материалы, устойчивые к атмосферной коррозии, тепловым ударам, имеющие отличные термомеханические показатели, обладающие высокими значениями электросопротивления, низкими значениями диэлектрических потерь

В настоящее время промышленным способом получения нитрида кремния является азотирование кремния. Этот способ включает помол уже полученных продуктов, что связано с их загрязнением в процессе размола, а полученные порошки отличаются неоднородностью по размерам.

Метод кэрботермического восстановления оксида кремния привлекает все большее внимание исследователей, поскольку дает возможность получения чистых дисперсных и дешевых порошков [1] Этот метод позволяет использовать распространенные и дешевые исходные, получать монодисперсные порошки, не

требующие размола, с регулируемым размером частиц, а также снизить энергозатраты, за счет исключения стадии размола продукта азотирования и проведения процесса при более низких температурах.

Наиболее близким к изобретению является способ получения нитрида кремния азотированием шихты, состоящей из оксида кремния и углерода в количествах, необходимых для прохождения реакции

$$3\text{SiO}_2 \rightarrow 6\text{C} + 2\text{N}_2 \rightarrow \text{Si}_3\text{N}_4 + 6\text{CO}$$
с предварительной обработкой шихты в аммиаке при температуре 1200-1300°C, а затем в азоте при температурах 1400-1500°C [2]. Недостатком указанного метода является стадийность процесса, включающая необходимость предварительной обработки в среде аммиака на отдельном оборудовании, что увеличивает длительность процесса, энергоемкость и приводит к удорожанию процесса.

Авторы показали, что без обработки в аммиаке азотирование шихты при температуре 1450°C незначительно: содержание азота - 2,5%, а выход нитрида кремния -

~6%. Предварительная обработка в атмосфере аммиака резко увеличивает выход нитрида кремния и при температуре 1450°C составляет 98,0%.

Задачей является упрощение процесса и сокращение его длительности.

Поставленная задача достигается тем, что в способе получения нитрида кремния азотированием в азоте или в аммиаке в интервале температур 1300-1500°C в присутствии углерода согласно изобретению в шихту вводят хлорид щелочного металла в количестве 5-15 мас.%. Введение хлорида щелочного металла способствует полиморфному превращению α -кварца в кристобалит. В процессе этого превращения образуются метастабильные модификации оксида кремния, химическая активность которых выше, чем стабильных фаз. Кроме того, полиморфное превращение протекает с изменением объема, что приводит к дроблению зерен кварца. Эти факторы облегчают процесс образования нитрида кремния при азотировании.

Выбор такого интервала концентраций добавок обусловлен следующим. Введение добавок в количестве менее 5 мас.% недостаточно, чтобы достичь полноты полиморфного превращения. Как свидетельствуют данные кристаллооптического анализа, при

Введение указанных добавок в количестве

более 15 мас.% нежелательно, т.к. в процессе азотирования они полностью не удаляются из шихты, а оставаясь в порошке, ухудшают его качество.

Для получения нитрида кремния используют

кварциты с размером частиц 20-40 мкм, сажу ПМ-50 и добавки NaCl, KCl. Исходные вещества смешивают в планетарной мельнице.

Пример 1. 10 г шихты, состоящей из

15 г, 2 г кварца и 2,3 г сажи ПМ-50 с добавкой 1 мас.% NaCl, подвергают азотированию при температуре 1450°C в течение 5 ч. Содержание азота в продукте азотирования - 24,4 мас.%, выход нитрида кремния - 60,1

20 мас.%. В таблице

представлены данные по выходу нитрида кремния и соотношению в нем α - и β -фаз в зависимости от вида и количества добавок.

Из представленных в таблице данных следует, что изобретение позволяет упростить и

ускорить процесс за счет исключения стадии предварительной обработки шихты в аммиаке,

при этом выход нитрида

кремния 93-97,5 мас.%, содержание азота в продукте реакции - 37,6-39,0 мас.%.
данные кристаллооптического анализа, при

п/п	Добавка	Количество добавки к шихте, мас. %	Содержание азота в продуктах реакции, мас. %	Выход нитрида, мас. %	Соотношение фаз в нитриде, мас. %	
					α	β
1	NaCl	1,0	24,4	60,0	60,0	40,0
2		5,0	37,6	94,0	70,0	25,0
3		10,0	39,0	97,5	75,0	25,0
4		15,0	38,7	97,2	85,0	15,0
5	KCl	3,0	35,2	88,0	30,0	70,0
6		5,0	37,8	94,5	60,0	40,0
7		10,0	38,6	96,5	70,0	30,0
8		15,0	38,2	95,5	65,0	35,0
9		20,0	36,0	90,0	65,0	35,0

Упорядник

Техред М.Моргентал

Коректор М.Самборська

Заказ № 4107

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України.

254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл.. 8

Відкрите акціонерне товариство "Патент", м. Ужгород, вул.Гагаріна, 101