

# 一种合成 AlN 粉末的新方法\*

叶乃清

刘长久

(桂林工学院资源工程系, 541004)

(桂林工学院应用化学系)

**摘 要** 研究了气氛对  $\text{Al}_2\text{O}_3$  与 BN 在高温下反应形成 AlN 的影响, 发现在  $\text{N}_2$  气中  $\text{Al}_2\text{O}_3$  与 BN 反应形成 AlN 的速度很慢, 但在 Ar 气中  $\text{Al}_2\text{O}_3$  与 BN 反应形成 AlN 的速度较快, 据此提出了一种合成 AlN 的新方法。

**关键词**  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; BN; 氮化铝 (AlN) 粉末合成

**分类号** O613. 61; O614. 31; O611. 4

氮化铝 (AlN) 具有热导率高, 热膨胀系数小, 绝缘性能好等许多优点, 在电子、冶金、化工和高技术陶瓷等领域有着广阔的应用前景。进入 90 年代以来, 随着集成电路集成规模的不断提高, 氮化铝的研究和开发已成为世界各国争相研究的重点课题。目前, 氮化铝粉末的合成方法虽有多种, 但在工业上能实际应用的只有铝粉直接氮化法和碳热还原法。其它方法如化学气相沉积法、裂解法、等离子化学法等因生产成本昂贵, 只能用于实验研究。即使是目前工业上通常采用的那两种方法, 也存在不少缺点: 如铝粉直接氮化法反应时间较长, 对工艺条件相当敏感, 稍控制不当, 铝即发生熔融, 容易造成自烧结和产品质量不稳定; 碳热还原法反应温度较高, 而且需要二次除碳, 生产成本较高<sup>[1,2]</sup>。故探索 AlN 粉末合成的新方法是很有必要的。

法国的 D. Turpin-Launay 等曾对  $\text{Al}_2\text{O}_3$  与 BN 的反应进行过研究, 发现二者在高温条件下能反应形成氧氮化铝 ( $\text{AlON}$ )、氮化铝 (AlN) 和氧化硼 ( $\text{B}_2\text{O}_3$ )<sup>[3]</sup>:



日本的 J. C. Labbe 等人利用这一反应已成功地合成了单相  $\text{AlON}$ <sup>[4]</sup>, 但利用  $\text{Al}_2\text{O}_3$  与 BN 反应合成单相 AlN 却至今未见报道。

本文通过研究气氛对  $\text{Al}_2\text{O}_3$  与 BN 反应的影响, 发现在 Ar 气氛下该反应容易形成 AlN, 据此提出了一种合成 AlN 粉末的新方法。

## 1 实 验

### 1. 1 实验原料和设备

原料:  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  粉末, h-BN 粉末

设备: 球磨机, 高温反应炉, X 射线衍射仪。

### 1. 2 实验过程

原料  $\rightarrow$  称量配合  $\rightarrow$  湿法球磨  $\rightarrow$  烘干  $\rightarrow$  过筛  $\rightarrow$  不同气氛下的高温反应  $\rightarrow$  样品  $\rightarrow$  X 射线物相

1997 年 2 月 20 日收稿, 4 月 18 日改回。

第一作者简介: 叶乃清, 男, 1954 年出生, 讲师, 无机非金属材料专业。

\* 广西自然科学基金资助项目研究成果之一。

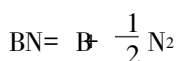
分析。

## 2 实验结果与讨论

图 1 是反应前后试样的 X 射线衍射图。从中可以看出, 反应前的试样中只有  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  和 h-BN 两种结晶相。在  $\text{N}_2$  气中加热到  $1850^\circ\text{C}$  恒温 2h 的试样,  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  已大大减少, h-BN 也明显减少, 并出现了大量的 AlON 和极少量的 AlN。在 Ar 气中加热到  $1850^\circ\text{C}$  恒温 2h 的试样,  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  已完全消失, 试样中几乎全是 AlN。

实验结果表明, 无论是在 Ar 气中还是在  $\text{N}_2$  气中,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  均可与 BN 反应形成 AlN, 但在 Ar 气中与在  $\text{N}_2$  气中的反应速度差别很大。这显示出气氛对该反应过程有着十分重要的影响。

$\text{Al}_2\text{O}_3$  与 BN 反应形成 AlN 的速度与 BN 的分解反应趋势密切相关。据化学反应动力学, BN 的分解反应趋势可以从反应自由能  $\Delta G$  的大小来判断。对于 BN 的分解反应:



其反应自由能与系统的  $\text{N}_2$  分压  $\theta P_{\text{N}_2}$  有关。

$$\Delta G = \Delta G^\circ + RT \ln (P_{\text{N}_2} / P^\circ)$$

从上式可见, 当系统的  $\text{N}_2$  分压增大时,  $\Delta G$  将随之增大, 反应趋势变小; 反之, 当  $\text{N}_2$  分压减小时,  $\Delta G$  亦随之减小, 反应趋势增大。由于 Ar 气氛下的  $\text{N}_2$  分压远小于  $\text{N}_2$  气氛下的氮分压, 所以, BN 在 Ar 气中的分解反应趋势远大于在  $\text{N}_2$  气中的分解反应趋势,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  与 BN 在 Ar 气中反应形成 AlN 的速度也就远大于在  $\text{N}_2$  气中的速度。

实验结果分析可见, 在高温条件下,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  与 BN 反应形成 AlN 的速度与气氛条件有着十分密切的联系。在  $\text{N}_2$  气中, BN 的分解受到抑制,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  与 BN 反应形成 AlN 的速度很慢; 而在 Ar 气中, 由于 Ar 气大大减少了系统的  $\text{N}_2$  分压, BN 的分解较快,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  与 BN 反应形成 AlN 的速度大为提高。因此, 可以用  $\text{Al}_2\text{O}_3$  与 BN 在 Ar 气等惰性气体中反应合成 AlN。

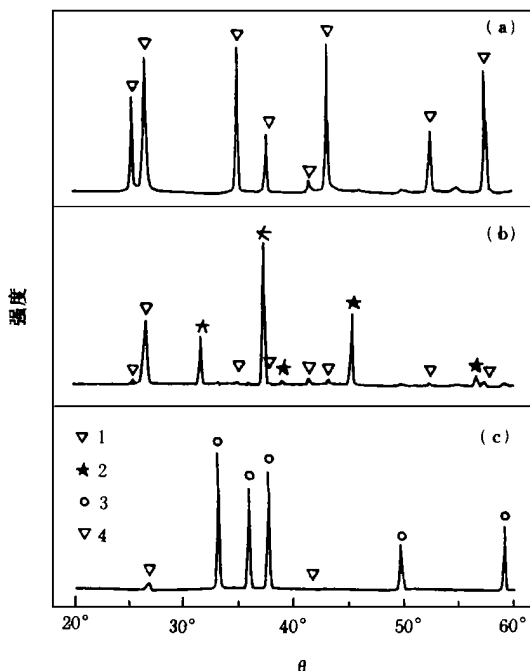


图 1 X 射线衍射图

Fig. 1 X-ray diffraction pattern

a- 加热前; b- 在  $\text{N}_2$  气中加热到  $1850^\circ\text{C}$ , 恒温 2h;

c- 在 Ar 气中加热到  $1850^\circ\text{C}$ , 恒温 2h

1-  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; 2- AlON; 3- AlN; 4- BN

## 参 考 文 献

- 1 张宗涛, 胡黎明. AlN 粉末合成研究进展. 化学通报, 1995, (12): 7~11
- 2 蔡林, 张宝林, 罗新宇等. 氮化铝粉体合成研究的最新进展. 真空电子技术, 1995, (2): 28~31
- 3 Turpin-Lauay D, Goeuriot P, Orange G et al. Réaction du nitrure de bore avec l'alumine. Rev. Int. Hautes Tempér

Refract. 1983, 20 147~ 158

4 Labbe J.C., Jeanne A., Roult G. Ceram. Inter, 1991, 18 81~ 84

## A NEW METHOD OF SYNTHESIS OF AlN POWDER

Ye Naiqing

(Department of Resource Engineering, Guilin Institute of Technology)

Liu Changjiu

(Department of Applied Chemistry, Guilin Institute of Technology)

**Abstract** The effect of atmosphere on the formation of AlN under the reaction of  $Al_2O_3$  and BN under high temperatures has been investigated. It is indicated that the velocity of the formation of AlN under the reaction of  $Al_2O_3$  and BN in nitrogen is very slow, whereas in argon is fairly fast. According to that, AlN powder could be synthesized under the reaction of  $Al_2O_3$  and BN in argon or other inert gases.

**Key words**  $Al_2O_3$ ; BN; synthesis of AlN powder

### 海底有色金属储量巨大

据日本《日经产业新闻》报道,在占地球表面积 70%的海洋里,蕴藏着大量的海底有色金属矿产资源。

据测算,仅太平洋的镍储量就达 90亿吨,相当于陆地储量的 83倍;铜的储量为 50亿吨,是陆地储量的 9倍;钴的储量为 30亿吨,是陆地储量的 359倍。目前,日本、中国、法国、印度和韩国以及其它一些西方国家,正在加紧研究海底矿产资源的开采技术,如果未来海底矿产资源的开采付诸实施,则世界有色金属产量将会大幅度增加。

早在 70年代,西方经济发达国家的企业,就曾成立了 4个国际集团,对海底矿产资源进行了勘探。法国政府从 70年代起,就把海底勘探当作国家开发项目。中国和印度从 80年代起,就由国家投入资金对海底矿产资源进行开发,韩国也于近年加入这一行列。日本有色金属业、造船业和机械工业的 22家公司,正在联合进行海底矿产资源的开发。据称,日本对太平洋海底矿产资源开发的速度,较其他国家快一些。

据日本科学技术厅预测,到 2001年,日本将实现用无人驾驶的潜艇采集深海矿产样品,用人工智能的新技术,制造出无人驾驶的深海矿产调查船;日本还将在 2001年前研究出冶炼海底矿石的新技术。日本科学技术厅预计,在 2010年以前,日本对海底锰矿的开采技术将投入实际使用;到 2010年,日本对海底热液矿的开采技术也将投入使用。

一些西方业界人士认为,当陆地有色金属矿产资源开采枯竭,从而使世界有色金属价格暴涨后,人类只有向海洋寻求有色金属,这一时间将是 2010年至 2030年。