

лов, обладающих высокими электроизоляционными свойствами.

УДК 546.536

Оптимизация процесса синтеза высокодисперсного нитрида титана из газовой фазы

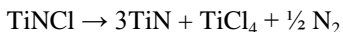
Медведев Д.И., Медведева Н.Д., Зык Н.В.

Белорусский национальный технический университет

Одним из методов получения нанопорошков является осаждение их из газовой фазы.

Ранее выполненные термодинамические расчеты получения нитрида титана TiN путем аммонолиза TiCl₄ (т.е. взаимодействием с NH₃) и азото-водородной смесью (H₂ + N₂) показал преимущества использования аммиака. Указанный вывод относился к условиям достижения состояния равновесия этих двух реакций. В этом случае смесь H₂ + N₂ должна была бы находиться в равновесии по отношению к одним и тем же продуктам реакции. Тогда и сами азотирующие реагенты также должны были бы находиться в равновесии друг к другу: NH₃ <-> 3H₂ + N₂. Таким образом NH₃ при T ≥ 500°C должен был бы практически полностью диссоциировать на азот и водород. Однако, в реальных условиях при времени контактирования S – 15 сек NH₃ разлагается при T – 700°C лишь на 10%, при 900°C – на 40%, при 1000°C – на 87%. Тогда в реальных условиях при отсутствии равновесия диссоциации NH₃ отсутствует и равновесие в обеих реакциях. Причем в большей степени это относится к взаимодействию TiCl₄ с азотоводородной смесью, т.к. энергия активации с участием более прочных молекул N₂ должна быть достаточно большой, а значит скорость второй реакции значительно меньше первой. Определены оптимальные условия получения TiN.

Показано, что повышенный расход аммиака TiCl₄ : NH₃ = 1 : 4,0 : 4,5 объясняется образованием промежуточного продукта (TiNCl) (T = 1000 – 1100°C) в условиях опыта диспропорционирует по реакции:



В указанных условиях NH₃ практически полностью диссоциирует на H₂ и N₂, которые являются менее активными азотирующими реагентами, что к перерасходу NH₃ при вторичном аммонолизе тетрахлорида титана TiCl₄.

Выявленные закономерности легли более рационального способа синтеза TiN путем разделения потоков аммиака по 1 – 1,5 моль на моль TiCl₄, при одновременном увеличении выхода TiN до 99,5%, снижении содержания остаточного хлора в продукте с 0,6 – 1,0% до 0,2 – 0,4% и повышении удельной поверхности нитрида с 20 – 22 м²/г до 28 – 30 м²/г.

**Изучение влияния добавки ПАВ на размер агломератов
ультрадисперсного гидроксида алюминия**

Проворова И.Б.

Белорусский национальный технический университет

При получении ультрадисперсного гидроксида алюминия необходимо учитывать не только факторы, влияющие на образование кристаллов наименьшего размера, но и создать условия для уменьшения образующихся в процессе декомпозиции агломератов.

С целью уменьшения размеров получаемых агломератов проведены исследования по влиянию добавки ПАВ. В качестве ПАВ выбран пластификатор С-3. Для этого провели эксперимент, в ходе которого поглотитель (99% γ - Al_2O_3) смешивали со щелочью (NaOH) в пропорции 60 : 84 весовых частей, смесь спекали при температуре 400°C в течение 2 часов и растворяли в воде. В результате получили исходный раствор плотностью 1210 кг/м³, который поместили в четыре ёмкости объемом по 1 литру в каждую. В растворы добавляли в качестве затравки $\text{Al}(\text{OH})_3$ в виде суспензии в количестве 50% от массы гидроксида алюминия, содержащегося в исходном растворе. В 3 ёмкости добавили 0,33, 0,66 и 1% пластификатора С-3 от массы образующегося гидроксида алюминия соответственно. Исследуемые растворы механически перемешивали со скоростью равной 90 об/мин. Эксперимент проводили при комнатной температуре, непрерывно до прекращения изменения плотности растворов.

Как следует из эксперимента процесс декомпозиции $\text{Al}(\text{OH})_3$ из раствора завершился за 36 часов. При этом увеличение добавки ПАВ приводит к уменьшению количества $\text{Al}(\text{OH})_3$ образующегося в процессе декомпозиции. Анализ дисперсности полученных порошков $\text{Al}(\text{OH})_3$ показал, что добавка ПАВ в процессе декомпозиции при механическом перемешивании влияет как на размер образовавшихся агломератов, так и на размер частиц $\text{Al}(\text{OH})_3$. Усредненный наименьший размер агломератов образующихся в процессе декомпозиции (порядка 5 мкм) соответствует количеству добавки ПАВ равной 0,66% от массы образующегося гидроксида алюминия. Дальнейшее увеличение размеров агломератов при количестве добавки ПАВ в 1% происходит не за счет слипания большого количества частиц, а за счет роста кристаллов, образующих агломерат.

Таким образом, введение ПАВ позволяет уменьшить размер образующихся агломератов. При этом, целесообразность введения ПАВ определяется конечной целью, то есть необходимостью получения порошка гидроксида алюминия с ультрадисперсными кристаллами или агломератами.