



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108238801 A

(43)申请公布日 2018.07.03

(21)申请号 201611224558.3

(22)申请日 2016.12.27

(71)申请人 中天科技精密材料有限公司  
地址 226010 江苏省南通市开发区中天路3号

申请人 江苏中天科技股份有限公司

(72)发明人 徐金田 沈一春 庄卫星 张贤根 赵海伦

(74)专利代理机构 深圳市赛恩倍吉知识产权代理有限公司 44334

代理人 谢志为

(51) Int. Cl.

C04B 35/581(2006.01)

C04B 35/626(2006.01)

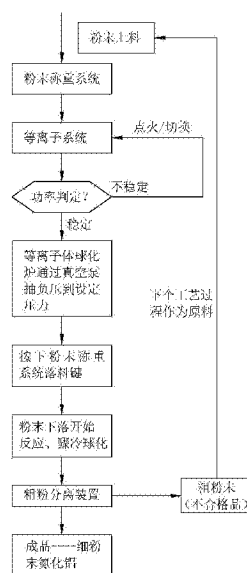
权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54)发明名称

一种氮化铝的制备方法

(57)摘要

本发明涉及一种氮化铝的制备方法,所述方法包括先通过粉体称重系统控制铝粉落料速度,再利用等离子系统生成氮气等离子,并使氮气等离子与铝粉反应,最后由粗粉分离装置将目标直径的氮化铝粉末与颗粒分离,其中,所述等离子系统通过无极放电形成氮气等离子。该方法原材料成本低,制备过程中不会生成其他副产物,可制备高纯度、高均匀性的氮化铝粉末。



1. 一种氮化铝的制备方法,制备步骤包括:  
通过粉体称重系统控制铝粉落料速度;  
使用氩气为等离子系统点火,系统稳定后将点火气氩气切换为反应气氮气,所述等离子系统通过无极放电形成氮气等离子;  
将所述氮气等离子与所述铝粉充分反应,生成氮化铝粉末;  
使用粗粉分离装置将氮化铝粉末与颗粒分离,得到目标直径的氮化铝粉末。
2. 如权利要求1所述的制备方法,其特征在于:所述粉体称重系统的铝粉落料速度控制在5KG/h~10KG/h之间。
3. 如权利要求2所述的制备方法,其特征在于:所述粉体称重系统的铝粉落料速度控制在6.5KG/h~7.5KG/h之间。
4. 如权利要求1所述的制备方法,其特征在于:所述等离子系统功率维持在30KW~45KW之间时,等离子火焰长度控制100mm~180mm之间。
5. 如权利要求4所述的制备方法,其特征在于:所述等离子系统功率维持在35KW~40KW之间时,等离子火焰长度控制130mm~150mm之间。
6. 如权利要求1所述的制备方法,其特征在于:所述氮气等离子与所述铝粉的反应装置为等离子球化炉。
7. 如权利要求6所述的制备方法,其特征在于:所述等离子球化炉的压强在0.3~1pa之间。
8. 如权利要求1所述的制备方法,其特征在于:所述粗粉分离装置采用旋风分离装置。
9. 如权利要求8所述的制备方法,其特征在于:所述粗粉分离装置过滤的颗粒可作为生产原料放入所述粉体称重系统中进行二次生产。

## 一种氮化铝的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及化合物半导体材料的制备方法,尤其涉及一种氮化铝的制备方法。

### 背景技术

[0002] 氮化铝(AlN)是一种新型功能陶瓷材料,具有良好的热传导性能、可靠的电绝缘性能、较低的介电损耗和介电常数、以及与硅相接近的热膨胀系数等一系列优良特性。目前,氮化铝粉末的主要制备方法有:氧化铝粉碳热还原法、铝粉直接氮化法和自蔓延高温合成法等。而在这些制备方法中,氧化铝粉碳热还原法制备步骤复杂,反应时间需5小时以上,且反应过程中需要使用催化剂;铝粉直接氮化法有铝熔聚问题,其氮化过程不够彻底,易产生低价氧化物,难以一次反应获得高纯度氮化铝,通常需二次氮化;自蔓延高温合成法,也称燃烧合成法,利用反应物间的自行传播燃烧反应来合成产品,该制备方法难以烧结比较致密的产品,容易在不同的反应区域产生不同的产物,且产物通常为熔聚或烧结状。除此之外,还有一些其它氮化铝的制备方法,但大多难以应用于氮化铝的大规模生产。

[0003] 日本公开的专利揭露了一种生产氮化铝的方法,专利号CN1548365A。其方法为把铝粉送入氮气压力105~300Kpa的氮气氛围中,在500~1000度的温度下进行氮化反应,其中氮化反应的控制主要是依靠将气体送入装有铝粉的反应腔体内部。其氮化过程不够彻底,且受限于初始原料的铝粉,需要保证良好颗粒大小,才能保证反应的可靠进行。美国专利NO.5710382关于直接氮化法采用的方法是将铝粉放置在1400°以上高温中进行氮化反应。但是铝熔点为660.4度,当氮化膜覆盖铝表面时候,液体里铝的反应随即停止。因此此方法难以获得高纯氮化铝,需要反复粉碎同时氮化处理,工艺流程重复性高,不利于成本控制。

### 发明内容

[0004] 鉴于上述状况,本发明提供一种使用射频等离子无极感应耦放电产生纯氮气等离子体,实现连续生产的制备氮化铝方法。

[0005] 本发明采用如下技术方案,制备步骤包括:

[0006] 通过粉体称重系统控制铝粉落料速度;

[0007] 使用氩气为等离子系统点火,系统稳定后将点火气氩气切换为反应气氮气,所述等离子系统通过无极放电形成氮气等离子;

[0008] 将所述氮气等离子与所述铝粉充分反应,生成氮化铝粉末;

[0009] 使用粗粉分离装置将氮化铝粉末与颗粒分离,得到目标直径的氮化铝粉末。

[0010] 进一步地,所述粉体称重系统的铝粉落料速度控制在5KG/h~10KG/h之间。

[0011] 优选的,所述粉体称重系统的铝粉落料速度控制在6.5KG/h~7.5KG/h之间。

[0012] 进一步地,所述等离子系统功率维持在30KW~45KW之间时,等离子火焰长度控制100mm~180mm之间。

[0013] 优选的,所述等离子系统功率维持在35KW~40KW之间时,等离子火焰长度控制

130mm~150mm之间。

[0014] 进一步地,所述氮气等离子与所述铝粉的反应装置为等离子球化炉。

[0015] 进一步地,所述等离子球化炉的压强在0.3~1pa之间。

[0016] 进一步地,所述粗粉分离装置采用旋风分离装置。

[0017] 进一步地,所述粗粉分离装置过滤的颗粒可作为生产原料放入所述粉体称重系统中进行二次生产。

[0018] 本发明的优点在于:一方面,等离子系统稳定可靠,能进行不间断加料生产,且纯氮气等离子体热效高,铝粉在其中反应完全,没有其他副产物。另一方面,采用射频无极感应耦合放电的方式,铝粉与等离子系统间无接触;与直流等离子系统不同,本发明没有来自电极的污染;且本身焓值极高,无需加入氢气等其他气体来增加焓值。等离子体球化粉末利用高热反应,骤冷收缩的原理,可获得直径均匀的氮化铝粉末,为后续氮化铝成型烧结提供高纯度、高均匀性材料。本发明中对初始铝粉要求低,且粗粉经过球化后,仍然可以作为原材料继续生产,具有可重复性,原材料成本低。

## 附图说明

[0019] 图1为本发明的设备流程示意图。

[0020] 图2为本发明的工艺流程示意图。

## 具体实施方式

[0021] 下面将结合本发明实施例中的附图,对本发明实施例中的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0022] 除非另有定义,本文所使用的所有的技术和科学术语与属于本发明的技术领域的技术人员通常理解的含义相同。本文所使用的术语“或/及”包括一个或多个相关的所列项目的任意的和所有的组合。

[0023] 请参阅图1-2,图1所示为本发明的设备流程示意图,图2所示为本发明的工艺流程示意图。

[0024] 本发明的实施例一中,将粗铝粉(400目)40KG原料加入到粉体称重系统14中,并设定落料速度6KG/h。

[0025] 开启射频等离子体发生器11电源进行预热,20分钟后通入氩气完成点火操作。待功率稳定后将氩气切换为纯度99.999%的氮气,形成氮气等离子体,控制等离子体激发功率在30KW。开启等离子球化炉12的真空系统,并在30分钟内抽反应腔体真空到0.6pa。当达到设定的0.6pa压力后开启插板阀门,射频等离子体发生器10的火焰区与等离子球化炉12联通。

[0026] 按下粉体称重系统14落料键(图未示),使粉体称重系统14开始落料,并计量落料重量。5分钟后开启粗粉分离装置13,落料区域粉末在射频等离子体发生器11的高温区迅速融化形成铝微粒子,并与氮气等离子体发生反应生成直径为1微米到50微米之间的氮化铝微粒子。等离子球化炉12外层设有冷却水121,氮化铝微粒子经过等离子球化炉12冷却,迅

速收缩凝结成直径500纳米到10微米的球状颗粒。经过粗粉分离装置13获得成品的球状纳米级氧化铝粉末,所述氧化铝粉末收容于粉末收集装置15中,与此同时,粗粉分离装置13分离出的大颗粒产物将沉积到等离子球化炉12底部,沉积到等离子球化炉12底部的大颗粒产物可作为原材料继续生产。

[0027] 粗粉分离装置13尾部连接处还设有一过滤装置16,用于过滤掉粉末收集装置15中的不能沉积的颗粒,防止带有粉尘的尾气流入空气中。除此之外,粗粉分离装置13可选用旋风分离装置。

[0028] 本发明的实施例二中,将粗铝粉(400目)40KG料加入到称重系统中,并设定落料速度6KG/h。

[0029] 开启射频等离子体发生器11电源进行预热,20分钟后通入氩气完成点火操作。待功率稳定后将氩气切换为纯度99.999%的氮气,形成氮气等离子体,控制等离子体激发功率在40KW。开启真空系统,并在30分钟内抽反应腔体真空到0.3pa。当达到设定的0.3pa压力后开启插板阀门,射频等离子体发生器10的火焰区与等离子球化炉12联通。

[0030] 按下粉体称重系统14落料键(图未示),使粉体称重系统14开始落料,并计量落料重量,5分钟后开启粗粉分离装置13。落料区域粉末在射频等离子体发生器11的高温区迅速融化形成铝微粒子,并与氮气等离子体发生反应生成直径为1微米到20微米之间的氧化铝微粒子。等离子球化炉12外层设有冷却水121,氧化铝微粒子经过等离子球化炉12冷却,迅速收缩凝结成直径300纳米到1微米的球状颗粒。经过粗粉分离装置13获得成品的球状纳米级氧化铝粉末,所述氧化铝粉末收容于粉末收集装置15中,与此同时,粗粉分离装置13分离出的大颗粒产物将沉积到等离子球化炉12底部,沉积到等离子球化炉12底部的大颗粒产物可作为原材料继续生产。

[0031] 结合两实施例所产出的结果对比,可发现离子体的激发功率越强、等离子球化炉12反应腔体的压强越小,反应生成的氧化铝粉末直径越小。

[0032] 以上实施方式仅用以说明本发明的技术方案而非限制,尽管参照以上较佳实施方式对本发明进行了详细说明,本领域的普通技术人员应当理解,可以对本发明的技术方案进行修改或等同替换都不应脱离本发明技术方案的精神和范围。

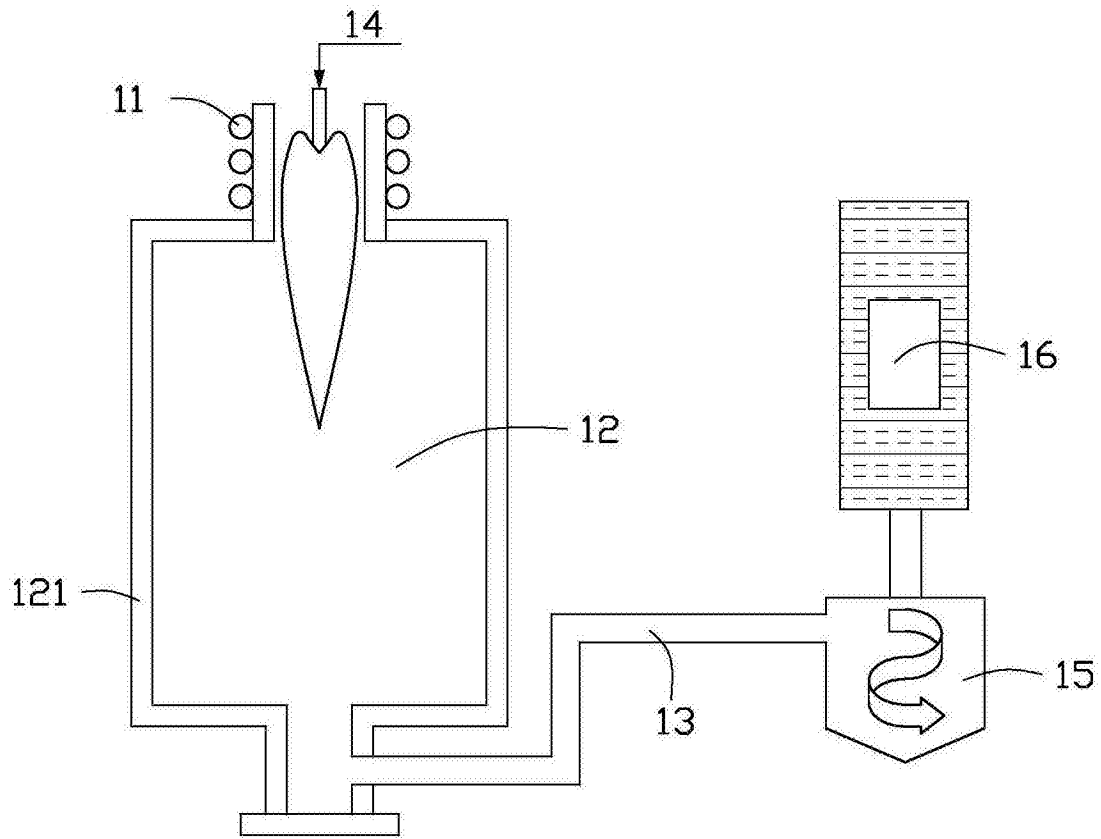


图1

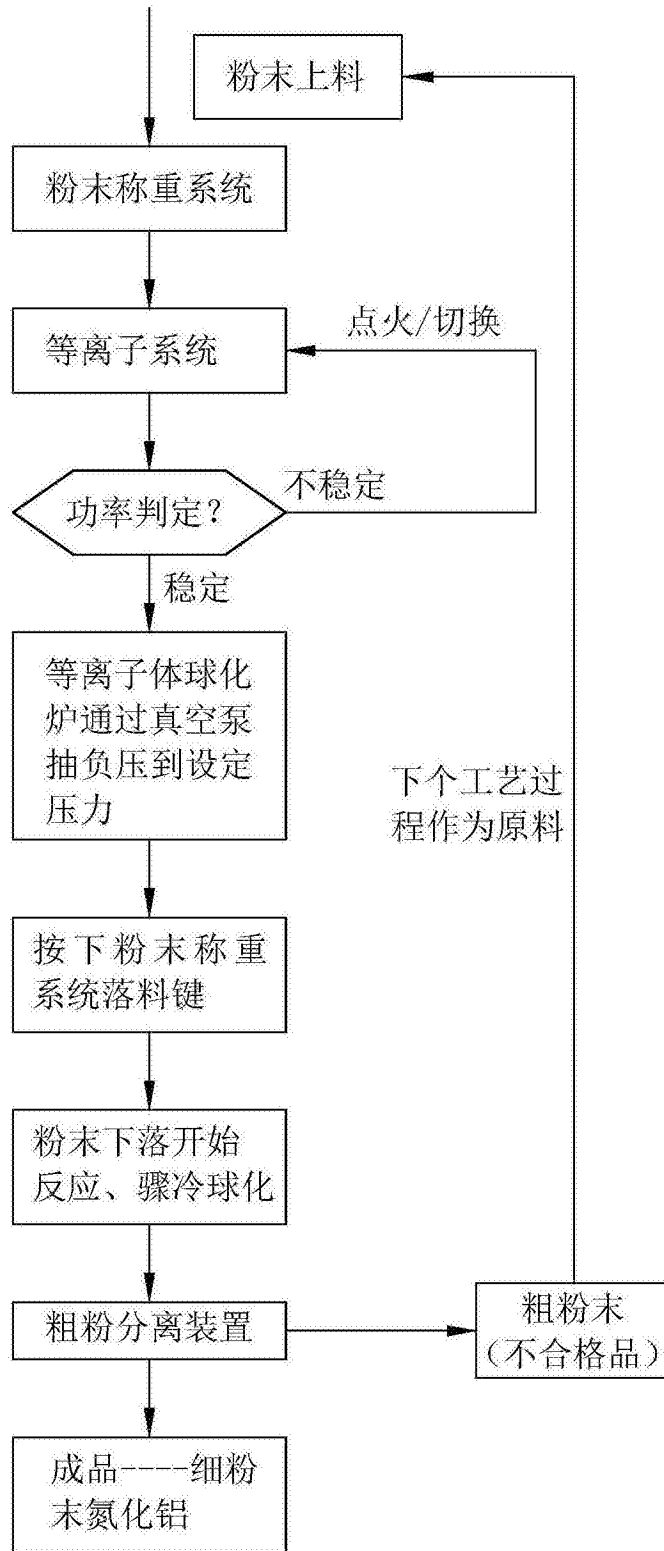


图2