



[12] 发明专利申请公开说明书

[11] CN 87 1 07018 A

[43] 公开日 1988 年 6 月 15 日

[21] 申请号 87 1 07018

[22] 申请日 87.10.13

[30] 优先权

[32] 86.10.15 [33] US [31] 918,980

[71] 申请人 斯坦科尔公司

地址 美国俄亥俄州

[72] 发明人 乔纳森·J·金 乔尔·D·卡茨

维斯万内芬·文卡蒂斯瓦兰

卡尔·H·麦克默特里

阿日·Y·圣

[74] 专利代理机构 中国专利代理有限公司

代理人 卢新华

[54] 发明名称 用氧化铝的碳—氮共渗连续生产高纯度超细粒的氮化铝粉末的方法

[57] 摘要

用氧化铝的碳—氮共渗制造高纯度、超细氮化铝粉末的方法。形成粒度、化学成分和孔隙均匀的团块,团块含有化学计量的氧化铝和碳的混合物,并加入少量催化剂。用控制的方法在混合良好的反应容器中加热团块,达到均匀一致的转化水平。在控制气氛下磨碎已反应的团块,会产生高纯度、微米级的氮化铝粉末。

1. 一种连续生产氮化铝的方法包括：

形成粒度和化学成分均匀的团块，团块含有化学计量的氧化铝和碳的混合物及有效数量的催化剂；

在低于1850℃温度下，加热反应容器中的团块，以达到均匀一致的转化水平，和

在控制气氛下磨碎已反应的团块，产生高纯度的微米的氮化铝粉末。

2. 权利要求1的方法，其中催化剂选自氟化钙、氟化钇和氟化钠。

3. 权利要求1的方法，其中反应物按化学计量配比的混合物包含摩尔比等于1 : 3 的氧化铝与碳，和0.5% (重量) 的催化剂。

4. 权利要求1的方法，其中在1600~1800℃温度范围之间加热团块。

5. 权利要求1的方法，其中在流化床反应器中进行加热步骤。

6. 权利要求5的方法，其中流化床反应器包括：

一个炉子—至少包括上、中、下三个直立排列的室，给室以机械加工，使这些室可相互同轴紧配合；

在反应器上端的团块进口装置；

把团块输入反应器的装置；

位于反应器上端的流态化氮气的输入装置；

围绕下室配置的感受器；

围绕下室和感受器配置的加热装置；

在下室的流化床；

分散流态化气体的泡罩，该泡罩位于上述流态化气体输入装置的末端，并且在流化床下面，泡罩包括带盖的室，盖上有许多孔眼；

已反应团块的出口装置，该装置位于靠近下反应室上端的流化床顶部；

在炉子上端的反应气体的出口装置；和
许多用于反应气体和已反应团块的冷却装置。

7. 权利要求6的方法，其中通过使已反应的团块溢入旋转的水冷圆筒的方法，将已反应的团块从反应器排出。

8. 权利要求7的方法，其中用旋转的水冷圆筒将转化反应快速冷却至150℃左右，然后在磨碎前进一步冷却。

9. 权利要求8的方法，其中在惰性保护气氛中对氮化铝进行加热和冷却步骤。

10. 权利要求1的方法，其中在惰性无氧的保护气氛中对氮化铝进行磨碎步骤。

11. 权利要求10的方法，其中保护气氛是氮，其中产生氮化铝的碳氧含量分别为0.5至1.0%。

12. 如权利要求1的方法，其中在炉中停留的时间为3~20小时。

13. 权利要求1的方法，其中以0.5~6磅/小时速度将团块输入加热的容器中。

14. 一种连续生产氮化铝的方法包括：

通过混合化学计量的氧化铝和碳的混合物、有效数量的氟化钙催化剂和作粘结剂的聚乙烯醇溶液，形成粒度和化学成分均匀的团块，

在120℃的炉子中干燥置于盘内的湿团块，得到粒度分布范围窄的团块，

在低于1850℃温度下加热团块，获得均匀一致的转化水平，和在氮气气氛下磨碎已反应的团块，产生高纯度微米级的氮化铝粉末。

15. 权利要求14的方法，其中反应物按化学计量配比的混合物包含摩尔比为1:3的氧化铝与碳，和一般为0.5%（重量）的催化剂。

16. 权利要求14的方法，其中在1600~1800℃温度范围之间加热团块。

17. 权利要求14的方法，其中在流化床反应器中进行加热步骤，流化床反应器包括：

一个炉子—至少包括上、中、下三个直立排列的室，给室以机械加工，使这些室可相互同轴紧配合；

在反应器上端的团块进口装置；

把团块输入反应器的装置；

位于反应器上端的流态化氮气的输入装置；

围绕下室配置的感受器；

围绕下室和感受器配置的加热装置；

在下室的流化床；

分散流态化气体的泡罩，该泡罩位于上述流态化气体输入装置的末端，并且在流化床下面，泡罩包括带盖的室，盖上有许多孔眼；

已反应团块的出口装置，该装置位于靠近下反应室上端的流化床顶部；

在炉子上端的反应气体的出口装置；和

许多用于反应气体和已反应块的冷却装置；

18. 权利要求17的方法，其中加热步骤大约进行3—20小时。

用氧化铝的碳—氮共渗连续生产高纯度 超细粒的氮化铝粉末的方法

理论上，制备氮化铝最简单的方法是在有氮的情况下加热铝金属即可；此方法叫做直接氮化。但是实际上，此方法比初看起来要困难得多。因为铝在660℃左右熔化，并且一般在800℃左右开始铝和氮的反应，所以在所应开始之前，铝金属要熔化和聚结成熔液池，从而阻止反应物的紧密接触。而且，一旦形成熔液池，该氮化铝覆盖层将起阻止进一步反应的表面层或障碍物的作用。这样由于存在大量没有反应的铝，所以得到的产率很低，并且氮化铝产品的纯度差。

氮化铝也可以通过氮与氧化铝和碳的混合物反应而得到，这种方法会使反应温度升至高温。为了实际上达到氧化铝充分转变成氮化物，重要的是温度不能超过1800℃，同时保证有足够的氮气始终流过装满固体原料炉料的整个空间。任何过热会使反应效率降低，对成品质量产生不利的影响，并且可以引起烧结而阻止炉子连续操作。缺氮，甚至局部缺氮会使熔化的炉料部分烧结，从而不可能使氮化操作进行完全。

由于上述一些问题，因此商品氮化铝是非常昂贵的。通常用二步操作使铝粉末（大约300目）氮化的方法生产氮化铝。首先，在600℃左右使铝粉氮化一段时间而形成氮化铝的覆盖层，从而防止金属熔滴聚结。随后在大约1200~1400℃温度下进行第二次的氮化处理。在1200~1400℃氮化处理的产品对水分是不稳定的，很容易水解。为了使产品稳定，要求在2000℃进行附加热处理。简而言之，该方法是少慢差费的。

Victor Mandorf, Jr 的美国专利3,307,908号介绍了另外一种制备

氮化铝的方法，该方法包括形成一种混合物，该混合物由30~60（重量）铝金属粉末和70~40%（重量）载体材料粉末组成。该载体材料选自氮化铝、氟化铝、及其混合物。在此方法中，在混合物的周围提供了一种氮化气氛，该气氛对氮化铝是不活泼的，并且不含有影响氮化的氧和其他物质。一般来说，该氮化气氛由氮和氨的混合物组成。然后在上述的气氛下把该混合物加热到至少800℃，从而使铝氮化成氮化铝。

在Clair 的美国专利3,032,398 号中，介绍了又一个制备氮化铝的方法。此方法包括形成由氧化铝、碳和铝酸钙粘结剂组成的颗粒材料，使颗粒材料由重力作用向下连续地进入细长的外加热反应区，其中将颗粒材料均匀地加热到不超过1750℃的温度，使氮气流连续地进入上述的反应区，与下降的颗粒材料形成对流，从而形成氮化铝。在clair 专利的方法中，使用电加热的竖炉来进行此反应，并且要求一定数量的铝酸钙(aluminate of lime)、粘结剂，以防止氮化铝在整个氮化过程中的分解。该粘结剂导致结壳形成，阻止氧化铝—碳颗粒或团块正常地向下流动。该体系也要求反应温度保持在1750℃或低于此温度。似乎如果该反应温度不保持得这样低，那末反应物不易磨粹，并且不能用于它的规定用途。

人们可以发现，Clair 专利的必要条件是采用对流的电加热竖炉进行连续生产氮化铝的结果。clair 介绍的加热竖炉并不是进行这种反应的良好反应容器，Clair 在1750℃以下进行该方法，以防止团块烧结，团块烧结会影响氮气流向其中心部位，在此反应容器内气体与颗粒不能很好混合，并且常常发生局部缺氮。此因素以及由于炉壳内的电阻加热反应容器产生额外的不均匀加热，使吸热转变反应停止，引起炉料过热并使炉料沿反应器壁熔化在一起。一旦所有炉料或部分炉料熔化，竖炉操作就变得困难，因为炉料不再自由流动。此外在炉子的冷凝器(1200~1300℃)部件中形成的钙和碳的硬壳阻碍了团块正常地向下流动。总

之，电加热竖炉受到气体与团块混合不良、热量的不均匀性和团块流动问题的影响。

在过去，对于氟化钙之类催化剂，或者不用，或者用了无效。在美国专利号3,032,389 中，Clair 提到采用铝酸钙作造粒的粘结剂，不过并没有提到制造催化剂。氟化钠已被用作铝粉直接氮化的催化剂。

因此，本发明的一个目的是提供制备氮化铝的方法和装置，该方法能够得到高的生产率和极纯的产品。

本发明的另一个目的是提供一种用碳-氮共渗制备氮化铝的连续方法和装置，该方法可以得到高的生产率和极纯的产品。

本发明的第三个目的是提供用氧化铝的碳-氮共渗制备氮化铝的方法和装置，从而可以得到高的生产率、极纯的产品和成本低的产品。

本发明第四个目的是提供用氧化铝的碳-氮共渗低成本制备氮化铝的方法与装置，其中使用一种催化剂，使反应在1600~1850℃范围温度下进行。

本发明是用氧化铝的碳-氮共渗制造高纯度、超细氮化铝的多步骤综合法。此方法包括形成粒度和化学成分均匀的团块，团块含有化学计量的氧化铝和碳的混合物，并加入了少量催化剂，精确控制这些团块在能均匀混合的反应容器内的加热而达到均匀一致的转化水平，并且在控制气氛中将已反应的团块磨碎，产生高纯度、微米级的粉末。

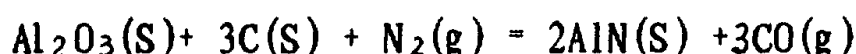
图1 是本发明方法的流程图，

图2 是流化床反应器纵向剖视图，该反应器是本发明方法优选的反应容器；

图3 是图2 所示的流化床反应器的泡罩盖的平面图；

图4 是图2 所示的流化床反应器的泡罩纵向剖视图。

通过下面的全反应进行氧化铝的碳-氮共渗：



当适当地控制上面的反应时，此反应可以用来生产纯度超过99%的微米级的氮化铝粉末。

高纯度氮化铝可以由几种高温方法生产。回转炉、填料床式反应器和流化床反应器已经是属于成功之列。流化床反应器方法对于以连续方式生产大量高纯度的氮化铝是理想的。

连续流化床反应器作为一种理想的氧化铝碳-氮共渗的操作反应器有如下原因。流化床反应器将提供团块与气相极好的混合，气体利用率高。由于团块和气体优良的混合，使反应器的温度分布十分均匀。良好的热混合引起均匀的反应，与反应在这其间是否放热或吸热无关。如果按照在这里所介绍的那样正常地产生氧化铝-碳颗粒，当采用连续流化床时，那末这些因素将引起始终是高而均匀的转化程度。鉴于本发明方法采用的流化床反应器为优选的反应容器，下面将进一步介绍本发明的方法。

本发明方法包括形成粒度和化学成分均匀的团块，团块含有化学计量的氧化铝和碳的混合物及少量催化剂，包括精确控制这些团块在能均匀混合反应容器中的加热而达到均匀一致的转化水平，并且在极好的控制气氛中将已反应的团块磨粉，产生高纯度、微米级的粉末。本发明方法中需要求得最佳的可变因素有：原始反应的质量、操作温度、氮气流量、在流化床反应器中的停留时间、颗粒尺寸和颗粒原料的速度。

首先，形成粒度和化学成分均匀的团块，这些团块是由化学计量的氧化铝和碳的混合物及少量催化剂添加剂组成的。生产氮化铝的原料由氧化铝(Al_2O_3)和碳及催化剂组成。为了得到较大表面积的氮化铝，最好起用较大表面积的氧化铝，理想的表面积为 $1\text{--}50\text{米}^2/\text{克}$ 。理想的催化剂 CaF_2 对氮化铝的表面积或粒度没有不利的影响。例如，为了制备一批60磅的进料，将73.8%（重量）的氧化铝(A-16)、26.0%（重量）的碳(Thermax)和0.5%（重量）的氟化钙在Eirich混合器中，以高速设

定位置干混5分钟，使混合物紧密地混合。氧化铝(A-16)可以从Alcoa有限公司买来，Eirich混合器可以向Eirich机器有限公司(纽约)购买。用高速设定位置进行湿混合，完成结块步骤，湿混合所用的液体为12% (重量)的聚乙烯醇溶液(25%体积聚乙烯醇和75%体积的水)，混合时间为4分钟。4分钟时间包括3分钟添加聚乙烯醇溶液的时间。用盘子将结块料放在120℃的炉子中进行干燥。使干燥的团块通过14目和70目的筛分。用上述方法生产的团块，有80~85%的团块在-14 / +70 粒度级别内， d_{50} 大约为35目。

结块操作产生的符合均匀要求的颗粒度和化学成分对成品纯度颗粒度是特别重要的。因为在流化床反应器中的颗粒间没有氧化铝或碳的输送，只有床内颗粒的有限迁移，所以每个颗粒必须包含成分均匀的按化学计量配比的混合物，以达到高度的转化而不发生颗粒的过分长大，床中颗粒过分长大则是氧化铝颗粒变大并烧结在一起使难于磨碎的条件。当使用催化剂加速反应时，也必须使催化剂均匀分布在团块内。

此外，为了反应连续进行，氮气必须不断地通入颗粒，并且一氧化碳必须从颗粒处逸出。因此这些颗粒必须是多孔的并且颗粒的孔隙率将控制转化反应的速度。因为孔隙的尺寸和密度部分地决定了化学转化的速度，所以孔隙尺寸和孔隙在每个团块中的均匀分布是同等重要的。

尺寸均匀的颗粒度对本发明的方法也是很重要。很好地控制粒度的分布对有效操作连续流化床反应器是基本的，原因如下。团块在流化床中停留的时间是颗粒大小的函数，而且颗粒尺寸越小，转化反应的速度越快。在流化床中将出现由粒度不同所造成的团块分离，从而引起已反应团块的均匀性变差。此外，有人指出，转化反应的速度是团块直径的函数，与所使用的反应器类型无关。如果把大、小颗粒一起放到反应器中，那么甚至直至大颗粒完成反应后，这些颗粒仍留在反应器内，较小的颗粒将发生颗粒长大。对上述因素的研究指出，如果颗粒尺寸控制不

适当，则产品将不均匀，而且纯度低下。

一般根据颗粒的平均尺寸选择气体的流态化速度。为了说明这种情况，曾选用每分钟2个标准立方英尺的气体流量，因为此流量使平均500微米的团块尺寸产生最小的流态化速度。采用最小流态化速度的优点是可以充分利用氮气。如果团块的尺寸差别太大，则细颗粒将被吹出流化床的顶部，而粗的颗粒将沉到流化床的底部。

另外，为了保证在加证期间反应进行得充分，颗粒必须是多孔的。本说明所用的流化床反应器的内径为8英寸，高为20英寸。由与流化床同轴的感应线圈（高42英寸和直径22英寸）提供加热。采用每分钟2个标准立方英尺的氮气流量使流化床连续操作200个小时以上。根据温度 and 要求的转化水平，颗粒在流化床中的停留时间将为3至20个小时。表1说明了温度和进料速度对转化水平的影响。为了在较低的反应温度下得到相同程度的转化，需要较慢的进料速度。进料速度和温度之间的关系不是直线关系，或者不是明显的直线关系，所以，必须通过仔细改变操作参数的方法来确定进料速度和温度之间关系。

表1

温度与最佳进料速度间的关系

温度℃	进料速度(磅/小时)	氧(重量%)	碳(重量%)
1600℃	1.44	2.38	2.49
1650℃	.75	0.94	.71
1650℃	1.37	1.04	1.00
1700℃	1.24	.64	.61
1700℃	6.25	4.43	3.87
1750℃	2.71	.53	.50
1750℃	6.25	2.75	2.20

如果颗粒不具有均匀的孔隙，那末该反应就不均匀。因此，若要求

100 % 转化率的产品，则颗粒必须拥有均匀的孔隙率，并且孔隙必须是均匀的。若颗粒各含有一些大孔隙和一些小孔隙，并且这些颗粒在炉子停留的时间较长，以便等待所有的颗粒反应，则发生颗粒长大。在此情况下，颗粒大小是不均匀的，并且该团块将不易磨碎成粒度均匀的粉末。

其次，加热形成的团块。把符合粒度要求的氧化铝、碳和催化剂以 0.5 ~ 6 磅 / 小时（理想的是 3.0 磅 / 小时）速度通过石墨料槽（该槽一直延伸到流化床的表面下）装入流化床。为了生产可以磨成超细粉末的高纯度氮化铝，必须研究进行碳—氮共渗反应的温度。在较高的温度下进行碳—氮共渗反应，氮化铝颗粒烧结在一起，成为硬得难于磨碎的大颗粒。应该在足够低的温度下进行反应，以便防止明显的烧结和颗粒长大。如果出现显著的烧结，那么已反应的颗粒将很难磨碎，因此需要过多的磨碎时间。应该把产生微米级粉末的磨碎时间压低到最低限度，因为在磨碎过程的污染是时间的函数。所以，正确控制反应温度对产生容易磨碎的已反应的脆性颗粒是基本的，因而，在微粉化之后也将使氮化铝保持高的纯度。在本发明的情况下，由于催化剂的作用，可以在较低的温度下进行碳—氮共渗反应，降低了反应成本。

为了得到所需的脆性，必须在 1850℃ 以下进行反应，理想的温度范围是 1600℃ ~ 1800℃。在过去，人们认为，用如此低的温度范围操作反应器对生产率有不利的影晌，因为本反应同大多数高温转化反应一样是热活化的，降低反应温度将剧烈地降低生产率。为了使低温区的反应切实可行，本发明采用了催化剂。必须确定添加适当的氟化钙量，以便在有意义的反应温度下使氟化钙起到催化剂的作用。业已确定氟化钙 (CaF_2) 的重量浓度在 0.1 和 0.75 % 之间具有良好的催化作用。我们发现很高的 CaF_2 浓度 (2.5 % 重量) 会使催化活性降低。我们认为在 1600 ~ 1800℃ 温度范围的本反应过程中，诸如氟化钇 (YF_3) 和氟化钠 (NaF) 等其他氟化物具有类似的催化作用。当出现严重的烧结时，转化反应变慢，

并且要达到高的转化程度不可能没有大量的颗粒长大。为了防止严重的颗粒长大，必须严格控制加热条件。均匀的氮化铝粒度是产生适合于再加工的微米级粉末所必需的。颗粒长大是不利的，因为它的磨碎使生产超细末造成很大的困难。

团块在流化床反应器中加热大约3 ~ 20小时。在与本申请同日提交的序号为——的美国未决专利申请（代理人的登录号scp —8748）中介绍了本发明方法用的优选的流化床反应器，未决专利申请的题目是“产生热流态化气体的方法和装置”（J.kim等人）。该申请的内容也在此引入作为参考。

如图2所示，流化床反应器1包括炉子反应器50，该反应器本身又包括三个互相连通的炉室。下炉室8即反应室是一个具有封底和经机械加工的顶部的圆筒形石墨管。中炉室12是圆筒形的石墨管，其顶部和底部经机械加工，以便与下炉室8和上炉室30进行同轴紧配合。上炉室30是圆筒形的石墨管，其两端经机械加工，以便同轴紧配合。整个炉身被支撑在四根钢柱46上。所有的金属零件与感应线圈15保持一个安全的距离，其叙述如下。

由环绕下炉室8的三十七圈感应线圈15提供热量的输入，它加热感受器11。感受器是一个具有敞开底部和顶部的长形石墨圆筒，该感受器配置在以受感应线圈15和下炉室8之间的区域内。在感应线圈15和感受器11之间的空间设置了绝缘体5，绝缘体最好采用契马黑碳粉。碳绝缘纸17用作感应线圈15顶部周围的绝缘体。将木板条9尽可能远离感受器11，而设置在感应线圈15的外侧，以便支撑感应线圈15，并使其固定就位。碳黑7提供反应器1内附加的绝缘体源，以便有效地加热。在操作过程中，感受器11从感应线圈15那里感应或吸收能量，并且通过辐射加热下炉室8。感受器11在第一个室壁破裂的情况下，起反应室的第二个室壁的作用。当进行这种类型的操作时，破裂是常见的现象，因为磨擦

性的团块腐蚀室壁。室壁的破裂会使热量外逸，从而可以伤害该地区的工人。甚至可以引起爆炸，破坏反应器、周围的设备、并有可能严重危害人身安全。

流化床43配置在下炉室8内。当流化床反应器1在正常的操作条件下操作时，该流化床处于感应线圈15的中间部分。

为了控制连续装料，用称重供料斗或给料器41把结块料(团块)输入流化床反应器1。由柔性槽42连接到给料器的螺旋给料器40，通过长的石墨进料槽28，将原料输送到位于中炉室12内的石墨进料槽端29。然后该原料落到下炉室8中，在那里进行处理。

同时，从炉子50的顶部，通过石墨进气管线或输气管2输入流态化用的氮气，输气管从炉子50的顶部经过上炉室30、中炉室12和下炉室8延伸到泡罩60内，泡罩位于下炉室8中，并且配置在流化床或反应区43的下面。为了防止漏气，将气体输送管线2的接头数减少到最低限度。流态化气体从炉子的顶部引入并且通过由感应线圈15加热的区域，这样就使气体进入流化床43之前，达到很高的温度。然后该加热了的气体通过泡罩的顶进入泡罩60。

图3和图4更详细地说明了泡罩60的情况。泡罩60包括一个石墨室，它具有靠螺旋接合装配在该室上的石墨顶或盖65。泡罩65的盖上形成许多孔68，使热的流态化气体从那里流出。流态化气体的进气管线2与泡罩连通，并且终止在泡罩60的盖65处。泡罩设置在加热区的下端，流态化气体通过输送管2从处于加热区上方的气源输送到泡罩，当气体通过整个加热区时，气体在输气管内加热。

因此在操作过程中，流态化气体通过进气管线2下降到泡罩60。然后流态化气体通过泡罩的盖65上升到反应室8中。当上升的预热流态化气体留在反应室8内时使已经离开进料槽端29的原料流态化。更重要的是，上升的废气开始失去热量，从而将热量传递给沿进气管线2下降的

流态化气体，使气体加热。这种传递促使反应保持在流化床反应器以前所不能达到的温度。这种对流热传递能促进气体和固体间的温度保持不变，从而引起固定的转化。反应室8内的温度可以保持到2000℃，如高温计所指示的（图中未表示出），可以通过观察筒47检查温度。

由需要的产品质量来确定反应室8内原料规定的停留时间。通过出料槽塞4的溢流连续排放出产品，该出料槽塞置于流化床43表面附近的下炉室8的壁上。热产品通过产品出料槽3（在出料槽塞4内）排出，该产品出料槽从反应室8延伸到旋转的水冷圆筒24，该圆筒配置在炉子50下面的钢架46内。在那里，产品冷却到大致150℃，使转化过程抑制。冷却了的产品从冷却圆筒24，通过重力推动自卸装置25溢出，该自卸装置设置在上述冷却圆筒24的下面，并且与冷却圆筒连通，由上述钢架46支撑住，在自卸装置那里，产品甚至冷却到更低温度。水冷蛇管62围绕上述冷却圆筒24而促进冷却过程。旋转冷却器可以用如氮等惰性气体吹洗，以使产品在冷却过程中不被氧化。

将反应室8的热流态化气体通过水冷的连接器管61引入旋流装置（图中没有示出），分离夹带的固体。水冷蛇管62围绕着连接器管使之冷却。该旋流装置也起到燃烧炉气中的任何一点一氧化碳的作用。旋流装置/后燃烧室衬以绝缘体，以隔绝离开旋流装置的300℃气体。

由冷却水管线5冷却流化床反应器装置。具有每分钟30加仑容量的管线用于冷却感应线圈15的能源（图中没有示出）。其他四个并联管线是：冷却感应线圈15的感应蛇形管线；冷却上炉室30的炉子管线；冷却连接器管装置的连接器管装置管线；冷却旋转圆筒24的旋转圆筒管线。这些冷却管线在附图上均标为62。本方法用的炉子设备的总冷却水量为每分钟43加仑。

由于气体引入反应室的方法与已知的不同，本方法用的反应器1优于已知的流化床反应器。气体从反应器的顶部引入，并且向下流向泡罩。

当气体向下流动时，气体受到流出的废气的对流传热而加热。所谓对流传热指的是反应器上升的废气放出热量，传递给沿进气管线2 向下朝着泡罩流动的气体，所以在反应器中，存在一个效率很高的加热装置。

于是，以15磅/小时的速度磨碎已反应的团块。如上述所讨论的那样，正确控制磨碎前的反应温度会减少磨成微米级粉末所需的时间。如果能把磨碎的时间保持在最少的限度，那末还可以保证把吸收的氧量保持在最低限度。在惰性气氛下进行磨碎反应可以进一步把吸收的氧量减少到更低限度。例如可以在氮气气氛的惰性气氛下进行磨碎。可以进行第二次磨碎操作以得到更大的表面积。合适的碾磨机包括Madel T-15 Jet Trost Mill碾磨机(得自The Platomer Division of Garloch, Trost Mill Dept., Newtown, PA18940)和Sweco VIBRO Energy Grind Mill碾磨机(可以购自Sweco 有限公司，美国加州、洛杉矶市)。还可使用其它类型的碾磨机。开始就保证原料粉末、结块状态的颗粒和化学反应的均匀性，可使这种磨碎操作变得更容易，因为上述的因素是生产粒度均匀的已反应氮化铝的基本条件。

下面用非限制性实施例对上述发明作进一步说明。在所有的实例中，氮气N₂流量为每分钟2 立方英尺。

实例1

温度：1650°C ± 5 °C

颗粒成分：73.5% (重量) A -14 (氧化铝)

26.0% (重量) Thermax (碳)

0.5 % (重量) CaF₂

颗粒度：-14/+ 70目 (d₅₀=500 微米)

-14/+ 70目 (d₅₀=400 微米)

	<u>进料(磅 / 小时)</u>	<u>出料(磅 / 小时)</u>
平均速度	1.37	0.79
标准偏差	0.14	0.43
范围(低 / 高)	1.0 至1.65	0.1 至3.2
读 数	24	24

产品成分

	<u>重量%</u>	<u>二倍的标准偏差</u>	<u>试样数</u>
碳	1.00	0.41	7
氧	1.04	0.30	8
氮	31.67	0.30	8
铝	61.63	1.02	2

实例2

温度: 1700℃ ± 5 °C
 颗粒成分: 与实例1 相同
 颗粒度: -14/+ 70目 (d_{50} =500 微米)
 产品粒度: -14/+ 70目 (d_{50} =300 微米)

	<u>进料(磅 / 小时)</u>	<u>出料(磅 / 小时)</u>
平均速度	1.24	0.65
标准偏差	0.1	0.32
范围(低 / 高)	0.88至1.38	0.1至1.45
读 数	17	17

<u>产品成分</u>			
	<u>重量%</u>	<u>二倍标准偏差</u>	<u>试样数</u>
碳	0.61	0.08	5
氧	0.64	0.17	5
氮	32.18	1.21	2
铝	61.67	0.55	2

实例3

温度：1750℃ ± 5℃

颗粒成分：与实例1 相同

颗粒度：-14/+ 70目 (d =500 微米)

产品粒度：-14/+ 70目 (d =600 微米)

	<u>进料速度 (磅 / 小时)</u>	<u>出料速度 (磅 / 小时)</u>
平均速度	2.71	1.30
标准偏差	0.075	0.64
范围 (低 / 高)	2.625至2.825	0.75 至2.2

<u>产品成分</u>			
	<u>重量%</u>	<u>两倍标准偏差</u>	<u>试样数</u>
碳	0.50	0.3	7
氧	0.53	0.07	7
氮	32.86	1.14	5
铝	64.56	0.83	5

实例4

磨碎后的颗粒度

颗粒尺寸(成分)

<u>流化床试验号</u>	<u>经Trost 碾磨机磨碎后</u>			<u>经Sweco 碾磨机磨碎后</u>
	<u>微米</u>	<u>C %</u>	<u>O%</u>	<u>微米</u>
39	7.11	0.39	0.56	1.69
43	3.78	0.81	0.91	1.65

很明显,在不脱离本发明精神和范围的情况和变更。人们可以对这里所述的本发明进行许多改进和变更。因此对上述的具体实施例,在各个方面都应认为是说明性的,而不是限制性的,用附属的权利要求(而不是用上述的说明)表示本发明的范围,并且其中包括了在权利要求等效的装置和范围内的所有变化。

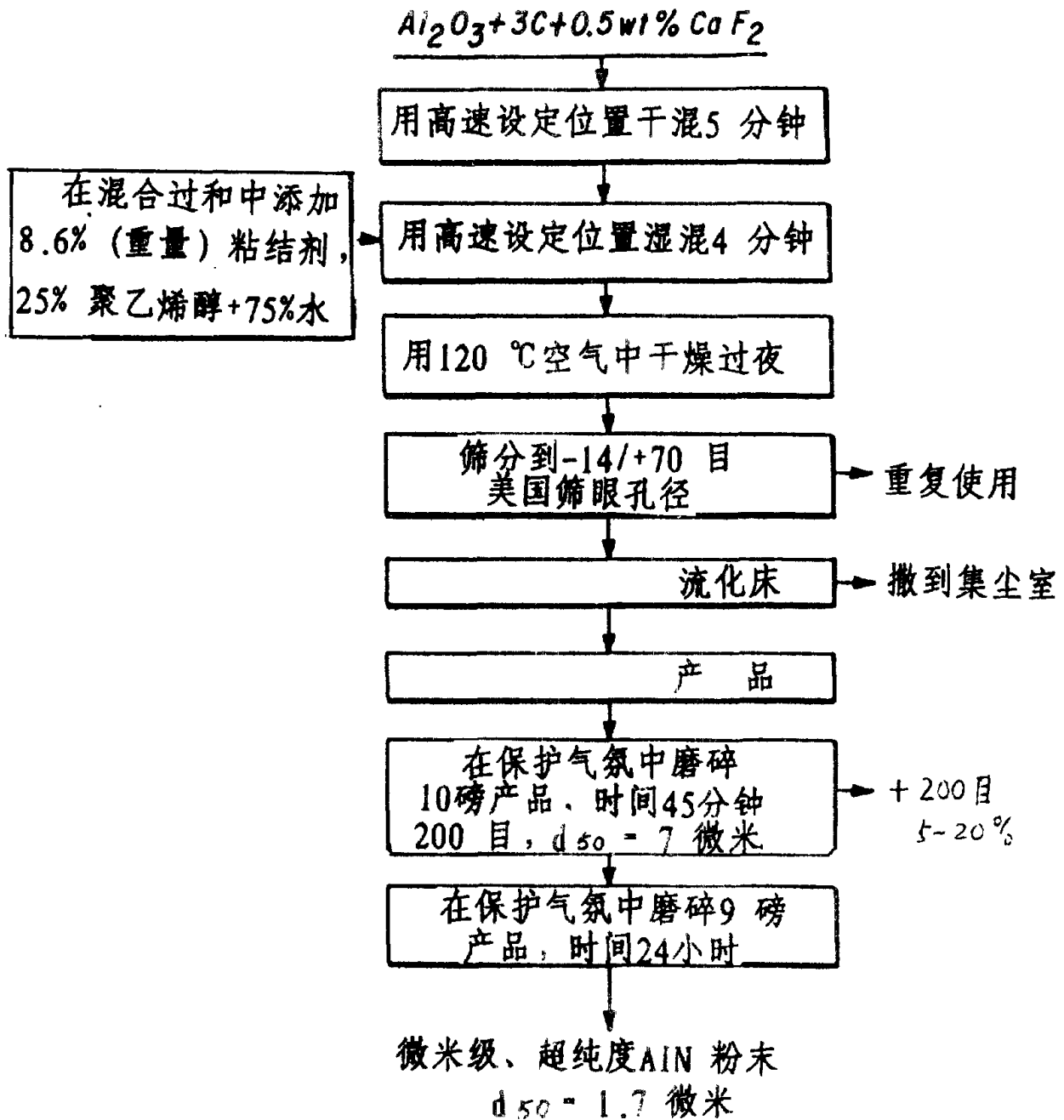


图 1

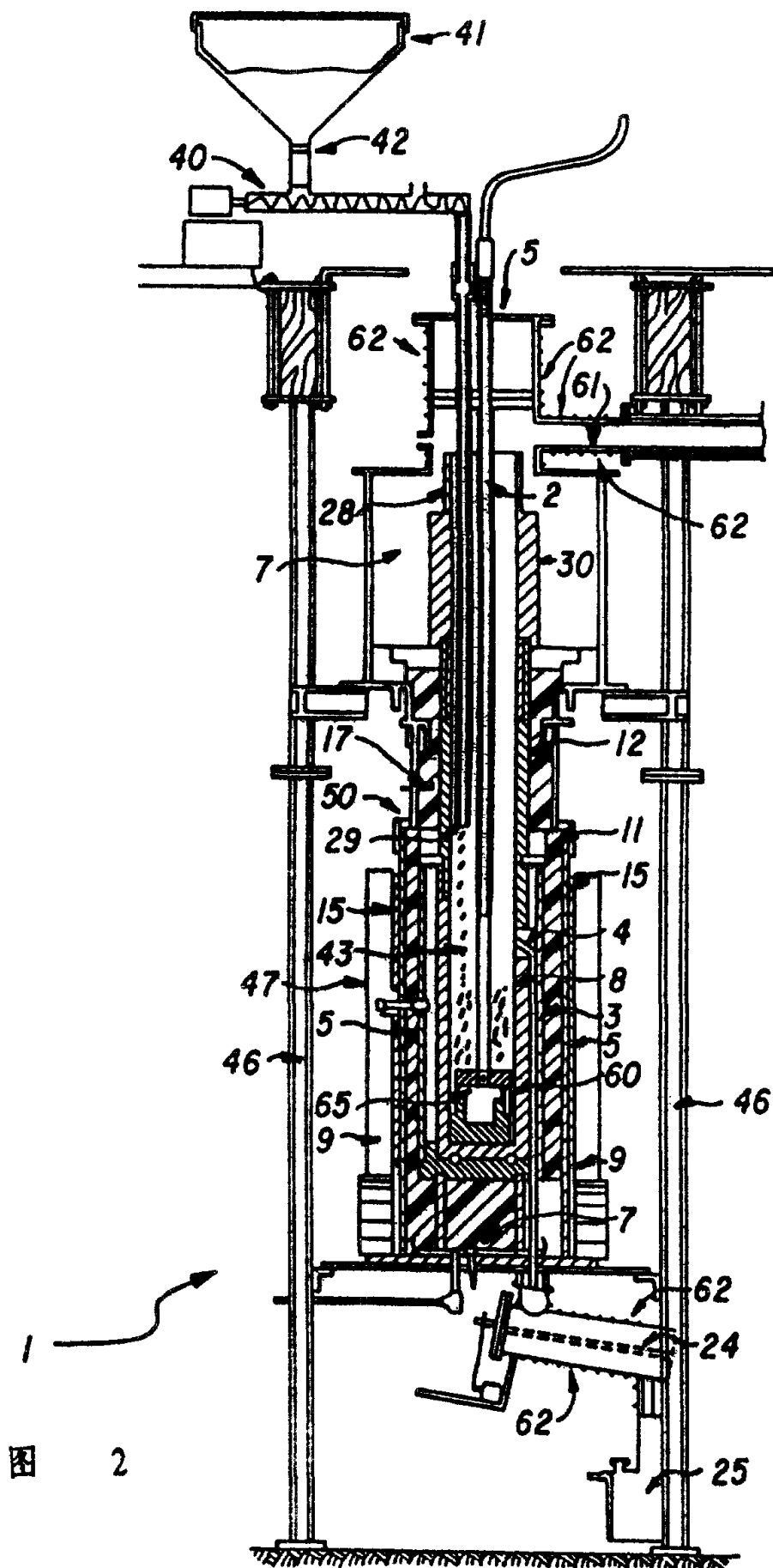


图 2

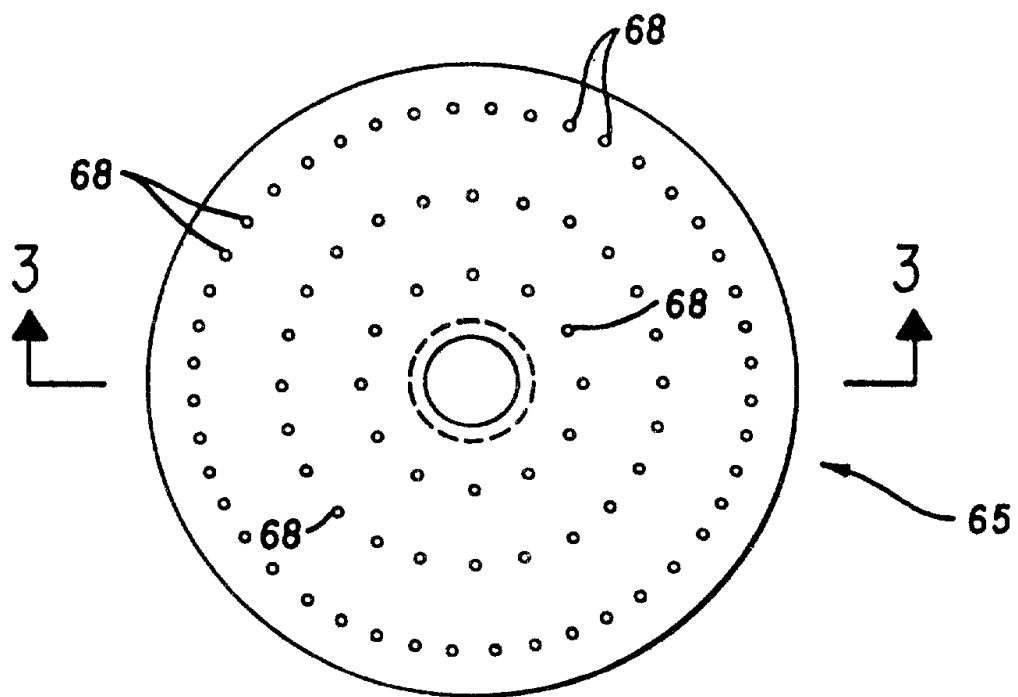


图 3

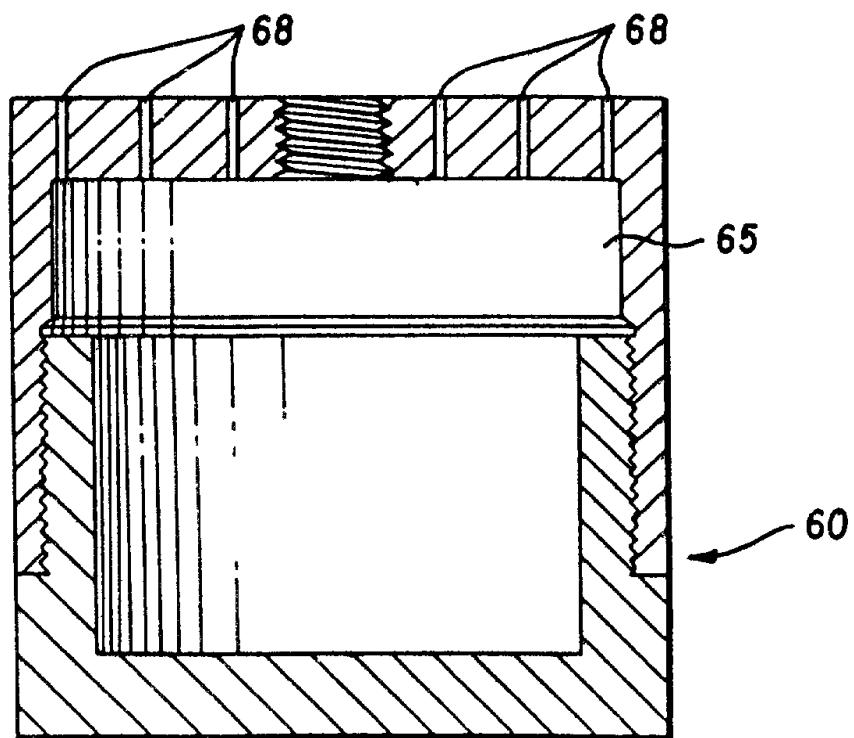


图 4