



(51) МПК  
*C30B 23/00* (2006.01)  
*C30B 29/38* (2006.01)  
*C30B 30/04* (2006.01)  
*B82B 3/00* (2006.01)

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
 ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21)(22) Заявка: **2010127065/05**, **01.07.2010**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
**01.07.2010**

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: **01.07.2010**

(45) Опубликовано: **27.12.2011** Бюл. № 36

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
 поиске: **RU 2330905 C2**, **10.08.2008**. **RU 2330904 C2**,  
**10.08.2008**. **JP 3122267 A**, **24.05.1991**.

Адрес для переписки:

**634050, г.Томск, пр. Ленина, 30,  
 Национальный исследовательский Томский  
 политехнический университет, отдел  
 правовой охраны результатов  
 интеллектуальной деятельности**

(72) Автор(ы):

**Ильин Александр Петрович (RU),  
 Мостовщиков Андрей Владимирович (RU),  
 Коршунов Андрей Владимирович (RU),  
 Толбанова Людмила Олеговна (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Государственное образовательное  
 учреждение высшего профессионального  
 образования "Национальный  
 исследовательский Томский  
 политехнический университет" (RU)**

**(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ МИКРОКРИСТАЛЛОВ НИТРИДА АЛЮМИНИЯ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к области выращивания микромонокристаллов нитрида алюминия. Микрокристаллы нитрида алюминия получают из смеси газа и паров алюминия. Нанопорошок алюминия размещают между полюсами постоянного магнита и нагревают. Процесс осуществляют в атмосфере воздуха при

давлении 1 атм в условиях теплового взрыва в магнитном поле постоянного магнита напряженностью 1500 эрстед. Изобретение позволяет получать гексагональный нитрид алюминия микронного размера, который может быть использован в качестве подложек для изготовления элементов наноэлектроники. 2 ил.



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.

*C30B 23/00* (2006.01)*C30B 29/38* (2006.01)*C30B 30/04* (2006.01)*B82B 3/00* (2006.01)(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2010127065/05, 01.07.2010**(24) Effective date for property rights:  
**01.07.2010**

Priority:

(22) Date of filing: **01.07.2010**(45) Date of publication: **27.12.2011 Bull. 36**

Mail address:

**634050, g. Tomsk, pr. Lenina, 30, Natsional'nyj  
issledovatel'skij Tomskij politekhnicheskij  
universitet, otdel pravovoj okhrany rezul'tatov  
intellektual'noj dejatel'nosti**

(72) Inventor(s):

**Il'in Aleksandr Petrovich (RU),  
Mostovshchikov Andrej Vladimirovich (RU),  
Korshunov Andrej Vladimirovich (RU),  
Tolbanova Ljudmila Olegovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Gosudarstvennoe obrazovatel'noe uchrezhdenie  
vysshego professional'nogo obrazovanija  
"Natsional'nyj issledovatel'skij Tomskij  
politekhnicheskij universitet" (RU)**

(54) **PROCEDURE FOR PRODUCTION OF MICRO-CRYSTALS OF ALUMINIUM**

(57) Abstract:

FIELD: machine building.

SUBSTANCE: micro-crystals of aluminium nitride are produced from mixture of gas and vapours of aluminium. Nano powder of aluminium is set between poles of permanent magnet and is heated. The process is performed in atmosphere of air at pressure of 1 at

under conditions of heat explosion in magnetic field of permanent magnet at intensity of 1500 oersted.

EFFECT: production of hexagon aluminium nitride of micron dimension used as substrate for manufacture of elements of nano-electronics.

2 dwg, 1 ex

Изобретение относится к области выращивания микромонокристаллов нитрида алюминия. Нитрид алюминия благодаря своим уникальным свойствам используется в электронике в качестве подложек ( $\rho_v \sim 10^{13}$  Ом/м,  $\lambda \sim 300$  Вт/м<sup>2</sup>с): он одновременно является изолятором и веществом, хорошо проводящим тепло. Изобретение относится к выращиванию монокристаллов в процессе испарения и конденсации в воздухе.

Известен способ получения (Патент РФ №2330904, приор. 24.10.2005 г., С30В 23/00, С30В 29/38) монокристаллического нитрида алюминия из смеси азота и паров алюминия, включающий размещение в ростовой камере друг напротив друга подложки и источника паров алюминия, нагрев и поддержание рабочих температур источника и подложки, обеспечивающих соответственно образование паров алюминия в составе смеси и рост монокристалла нитрида алюминия на подложке, нагрев и поддержание рабочих температур осуществляют в атмосфере паров алюминия и азота с внешней стороны ростовой камеры.

Недостатком этого способа является необходимость использования вакуумного оборудования и для поддержания рабочих температур источника требуются высокие энергозатраты. Также недостатком является использование азота высокой чистоты, который является дорогостоящим сырьем.

Наиболее близким к предлагаемому способу является «Способ выращивания монокристаллического нитрида алюминия» (Патент РФ №2330905, приор. 14.11.2005 г., С30В 23/00, С30В 29/38) из смеси азота и паров алюминия, включающий размещение в ростовой камере друг напротив друга подложки и источника паров алюминия, нагрев и поддержание рабочих температур источника и подложки, обеспечивающих соответственно образование паров алюминия в составе смеси, и рост монокристалла нитрида алюминия на подложке. Для очищения подложки и источника паров алюминия от летучих примесей предварительно осуществляют нагрев подложки до температуры 1500-1700°С при давлении не выше  $10^{-3}$  мм рт.ст. Затем для подавления излишнего испарения и исключения возможности роста поликристаллов в ростовую камеру напускают азот до давления 0,9-1 атм, после чего продолжают нагрев до рабочей температуры.

Основным недостатком является эпитаксиальный рост нитрида алюминия и невозможность получения кристаллов микронного размерного диапазона. Также недостатком этого способа является необходимость использования вакуумного оборудования и для поддержания рабочих температур источника требуются высокие энергозатраты, использование азота высокой чистоты, который является дорогостоящим сырьем.

Задачей предлагаемого способа получения микрокристаллов нитрида алюминия является снижение размеров монокристаллов нитрида алюминия за счет проведения синтеза в атмосфере воздуха в условиях теплового взрыва, при котором происходят процессы испарения и конденсации продуктов.

Поставленная задача решается за счет того, что в способе выращивания монокристаллического нитрида алюминия из смеси азота и паров алюминия нагрев проходит в режиме теплового взрыва с образованием паров алюминия и их взаимодействием с азотом воздуха при давлении 1 атм. Процесс нагрева ведут в постоянном магнитном поле 1500 эрстед. Расстояние между полюсами магнита составляет 4,5 см. Действие магнитного поля осуществляется в течение всего цикла «нагрев-охлаждение».

Экспериментально установлено, что в условиях горения в режиме теплового

взрыва максимальная температура достигает 2200-2400°C, при действии магнитного поля формируются микрокристаллы нитрида алюминия правильной гексагональной формы. В отсутствие магнитного поля формируются продукты округлой формы, не имеющие огранки. Результаты исследования продуктов синтеза с помощью

5 растровой электронной микроскопии приведены на фиг.1 - без магнитного поля, на фиг.2 - в присутствии магнитного поля.

Пример конкретного исполнения.

Для выполнения данного эксперимента брали 3 навески нанопорошка алюминия

10 массой по 4 г каждая, образцы помещали на подложку, выполненную из дюралюминия, придавали коническую форму и инициировали нагрев за счет выделяющегося тепла при горении нанопорошка алюминия в воздухе. Продукты синтеза удаляли с подложки. Часть образца подвергали электронно-

15 микроскопическому анализу (фиг.1). Аналогичным образом брали также 3 навески нанопорошка алюминия по 4 г каждая, образцы помещали на подложку, выполненную из дюралюминия, придавали коническую форму. Каждый образец помещали между полюсами постоянного магнита и инициировали нагрев за счет выделяющегося тепла при горении нанопорошка алюминия в воздухе. Воздействие

20 магнитного поля напряженностью 1500 эрстед осуществлялось в течение всего цикла «нагрев-охлаждение». Продукты синтеза также подвергали электронно-

микроскопическому исследованию с помощью растрового микроскопа (фиг.2). На полученном снимке видны гексагональные кристаллы размером несколько микрон в

25 виде плоских кристаллов и гексагональных призм, которые представляют собой монокристаллы нитрида алюминия. Продукты синтеза были также подвергнуты исследованию с помощью рентгенофазового анализа (дифрактометр ДРОН-3.0, излучение  $\text{CuK}_\alpha$ ). Согласно полученным результатам основным продуктом синтеза в

30 обоих случаях (без магнитного поля и с магнитным полем) является гексагональный нитрид алюминия. Монокристаллы нитрида алюминия микронного размера могут быть использованы в качестве подложек для изготовления элементов

нанозлектроники.

#### Формула изобретения

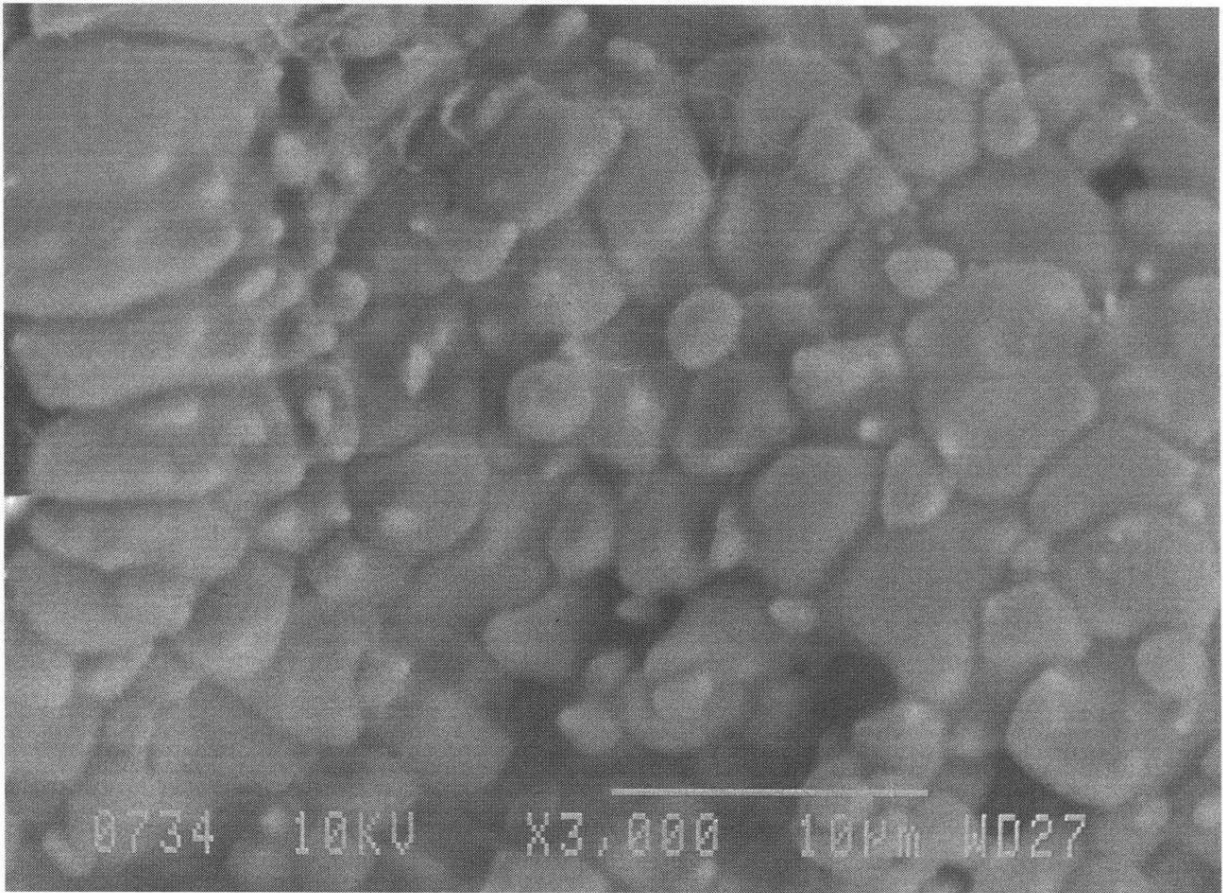
35 Способ получения микрокристаллов нитрида алюминия из смеси газа и паров алюминия, включающий размещение нанопорошка алюминия между полюсами постоянного магнита, нагрев нанопорошка, отличающийся тем, что процесс

проводят в атмосфере воздуха при давлении 1 атм в условиях теплового взрыва с

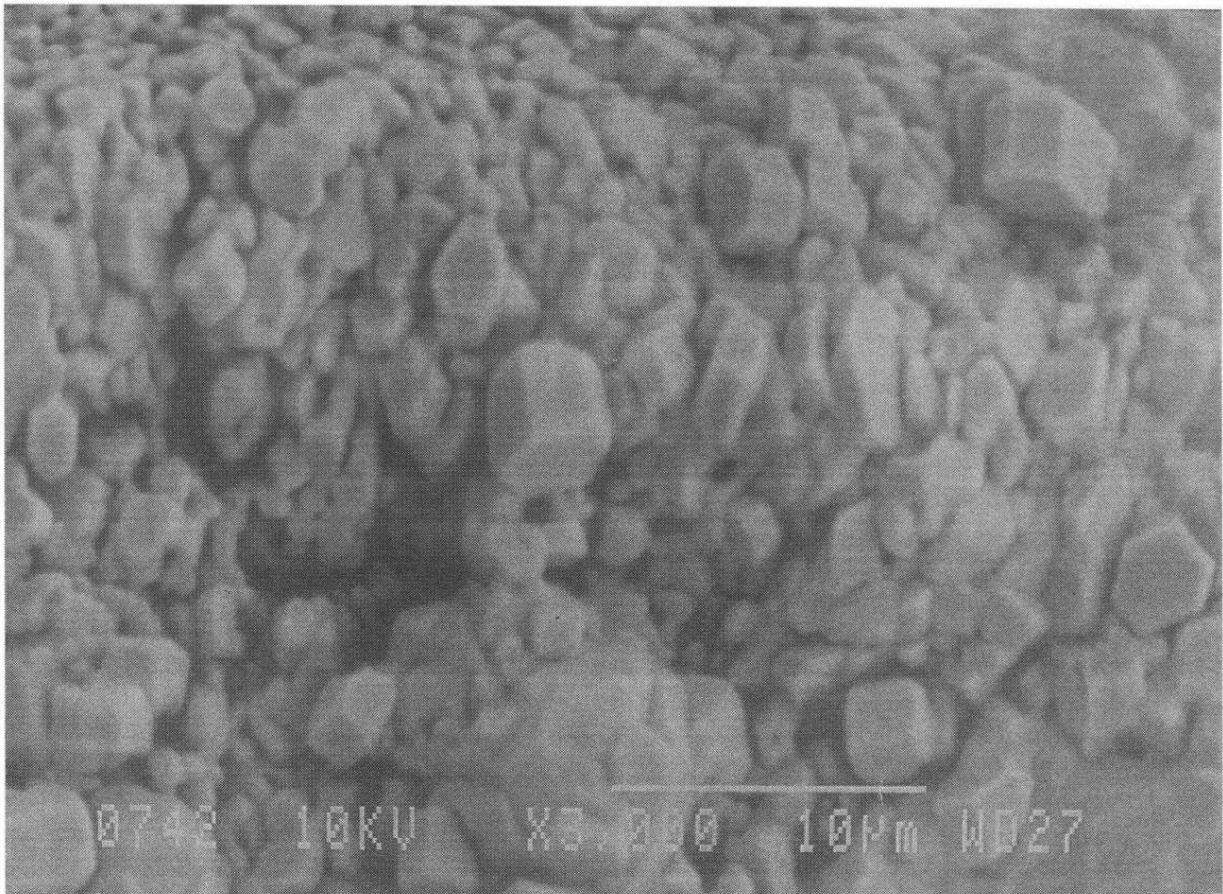
40 проведением процесса в магнитном поле постоянного магнита с напряженностью 1500 Э.

45

50



Фиг. 1



Фиг. 2