

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU** **2 312 061** ⁽¹¹⁾ ⁽¹³⁾ **C1**

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(51) МПК

[C01B 21/072 \(2006.01\)](#)[C30B 29/38 \(2006.01\)](#)[C30B 29/62 \(2006.01\)](#)**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

Статус: не действует (последнее изменение статуса: 28.04.2011)

(21)(22) Заявка: [2006114216/15](#), 25.04.2006(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
25.04.2006(45) Опубликовано: [10.12.2007](#) Бюл. № 34

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2106298 C1, 10.03.1998. RU
2074109 C1, 27.02.1997. SU 180936 A1,
21.05.1966. GB 968590 A, 02.09.1964. FR
2715169 A1, 21.07.1995. US 4322395 A,
30.03.1982. US 5688320 A, 18.11.1997.
КОСОЛАПОВА Т.Я. и др.,
Неметаллические тугоплавкие соединения,
М.: Металлургия, 1985, с.117-129.

Адрес для переписки:

620002, г.Екатеринбург, ГОУ ВПО "УГТУ-
УПИ", Центр интеллектуальной
собственности, Т.В. Марксу

(72) Автор(ы):

Афонин Юрий Дмитриевич (RU),
Бекетов Аскольд Рафаилович (RU),
Анипко Алла Владимировна (RU),
Малков Вячеслав Борисович (RU),
Черепанов Александр Николаевич (RU),
Шульгин Борис Владимирович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

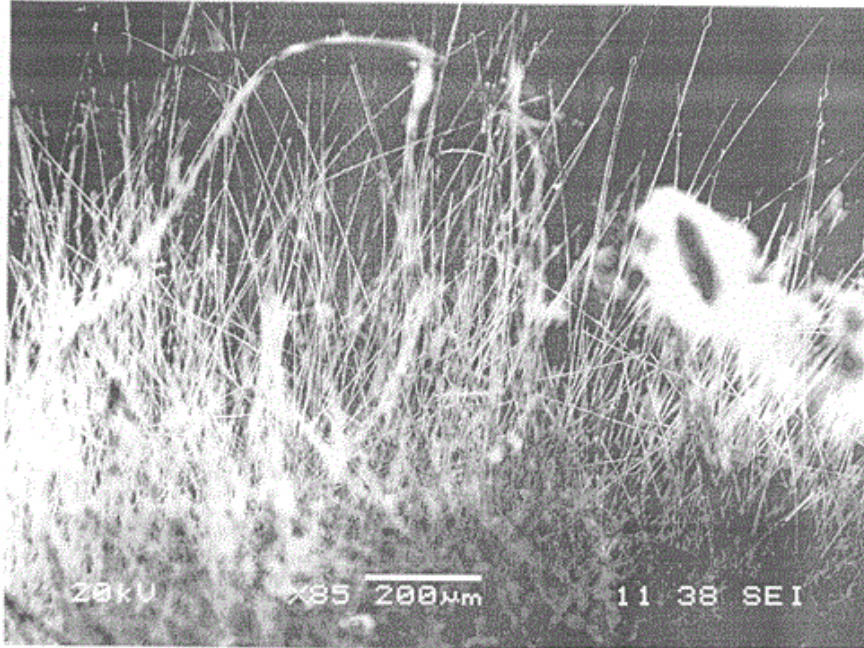
ГОУ ВПО "Уральский государственный
технический университет - УПИ" (RU)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ НИТЕВИДНОГО НИТРИДА АЛЮМИНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение может быть использовано для получения нитевидных кристаллов нитрида алюминия, пригодных для изготовления сенсорных зондов на кантилеверах атомно-силовых микроскопов. Способ получения нитевидного нитрида алюминия включает пропускание через нагретый алюминий газообразных реагентов в виде галогенидов алюминия (III) и азота и последующую конденсацию конечного продукта. Подачу галогенида алюминия (III) осуществляют со скоростью на уровне 0,1-6 см³/мин на каждый 1 см² поверхности конденсации. Конденсацию ведут на подложке из чистого графита. Изобретение позволяет получить нитрид алюминия в

виде кристалловолокон с отношением длины к диаметру более 200-300. 3 ил.



Фиг. 1

Изобретение относится к химической технологии получения соединений алюминия, а именно к технологии получения нитевидного нитрида алюминия AlN в виде нитевидных кристаллов, пригодных для изготовления сенсорных зондов на кантилеверах атомно-силовых микроскопов, применяемых при исследовании морфологии и топографии поверхности, адгезионных и механических свойств элементов микроэлектроники, объектов нанобиотехнологий и особо при высокотемпературных измерениях в нанометаллургии.

Нитрид алюминия AlN относится к числу веществ с уникальным сочетанием свойств, он характеризуется высокой термостойкостью, высокой теплопроводностью и одновременно высоким электросопротивлением, что обеспечивает его успешное применение в микроэлектронике (Т.Я.Косолапова, Т.В.Андреева, Т.Б.Бортницкая и др. Неметаллические тугоплавкие соединения. - М.: Metallургия, 1985. 285 с.).

Известны способы получения нитрида алюминия AlN высокотемпературным (1300-1700°C) карботермическим восстановлением чистого оксида алюминия в атмосфере азота (заявка Великобритании №2233969, МПК С01В 21/072, опубл. 23.01.91; заявка Японии №3-48123, МПК С01В 21/072, опубл. 23.07.91). Однако с помощью этого способа получают порошкообразные или керамические образцы AlN. Нитевидные кристаллы AlN таким способом не получают.

Известен способ получения кристаллов нитрида алюминия совместно с монокристаллом фторидов металлов (Патент США №4172754, МПК С01В 21/06, опубл. 10.08.71). Однако таким способом можно получить только мелкодисперсные порошки. Нитевидные кристаллы AlN таким способом получить нельзя.

Известен способ получения волокон нитрида алюминия спеканием смеси алюминийсодержащего соединения, полимерного органического вещества, углеродсодержащего и/или азотсодержащего соединения. Процесс ведут в неокислительной атмосфере, содержащей азот (Заявка Франции №2647436, МПК С04В 35/38, опубл. 30.11.90). Однако волокна имеют очень малое отношение длины волокна к диаметру, не более 10-50.

Известен способ получения игольчатого нитрида алюминия, включающий продувку нагретой до 950-1000°C алюминиевой пудры смесью аргона и аммиака при дозированной подаче последней, что обеспечивает образование и рост игольчатых кристаллов нитрида алюминия на поверхности алюминиевых частиц. Однако известная технология требует контроля полноты протекания реакции. Кроме того игольчатые кристаллы AlN, получаемые известным способом, загрязнены металлическим алюминием и теряют свои уникальные свойства.

Наиболее близким к заявляемому является способ (патент РФ №2106298, МПК С01В 21/072, опубл. 10.03.98, бюл. №7), включающий пропускание через нагретый алюминий газообразных реагентов с регулируемой скоростью и последующую конденсацию конечного продукта, при этом в качестве газообразных реагентов используют галогениды алюминия (III) и азот, скорость подачи галогенида алюминия

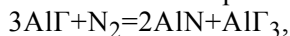
(III, трехвалентный алюминий) поддерживают на уровне 0,1-0,6 см³/мин на каждый 1 см² поверхности конденсации, а конденсацию ведут на подложке из компактного поликристаллического нитрида алюминия.

Известный способ обеспечивает получение нитрида алюминия в виде волокон с соотношением длины к диаметру более 100. Однако подложка из поликристаллического нитрида алюминия создает огромное число зародышей кристаллов AlN и они образуют комкообразные слои мягких нитей в виде войлока или ваты, элементы которых не пригодны из-за своей «вялости» и короткой длины для использования в качестве сенсорных зондов на кантилеверах атомно-силовых микроскопов.

Задачей настоящего изобретения является обеспечение технологии получения нитрида алюминия в виде упругих кристалловолокон с повышенным отношением длины к диаметру (более 200-300).

Поставленная задача решается за счет того, что в способе, включающем пропускание через нагретый алюминий галогенидов алюминия (III) и азота со скоростью подачи галогенидов алюминия (III) на уровне 0,1-6,0 см³/мин на каждый 1 см² поверхности конденсации, конденсацию ведут на подложке из чистого графита.

Сущность способа заключается в следующем. Галогенид алюминия, например AlCl₃ испаряли в отдельном реакторе, пары подавали в ванну, наполненную жидким алюминием, при температуре, достаточной для образования субгалогенида алюминия, например AlCl, AlF, или выше, газообразный субгалогенид поступает в пространство над ванной жидкого алюминия и подложкой из чистого графита. В то же пространство подают азот в соотношении 1:1,2 и выше относительно галогенида алюминия. На поверхности подложки идет реакция



где Г - галогенид алюминия.

Нитрид алюминия образуется на активных центрах графитовой подложки в виде нитевидных кристалловолокон, хорошо разделенных относительно друг друга, формируемых в виде зарослей жестких травинок (фиг.1), совершенно отличных от войлочных или ватных образцов, получаемых по известному методу.

Способ иллюстрируется следующими примерами выполнения.

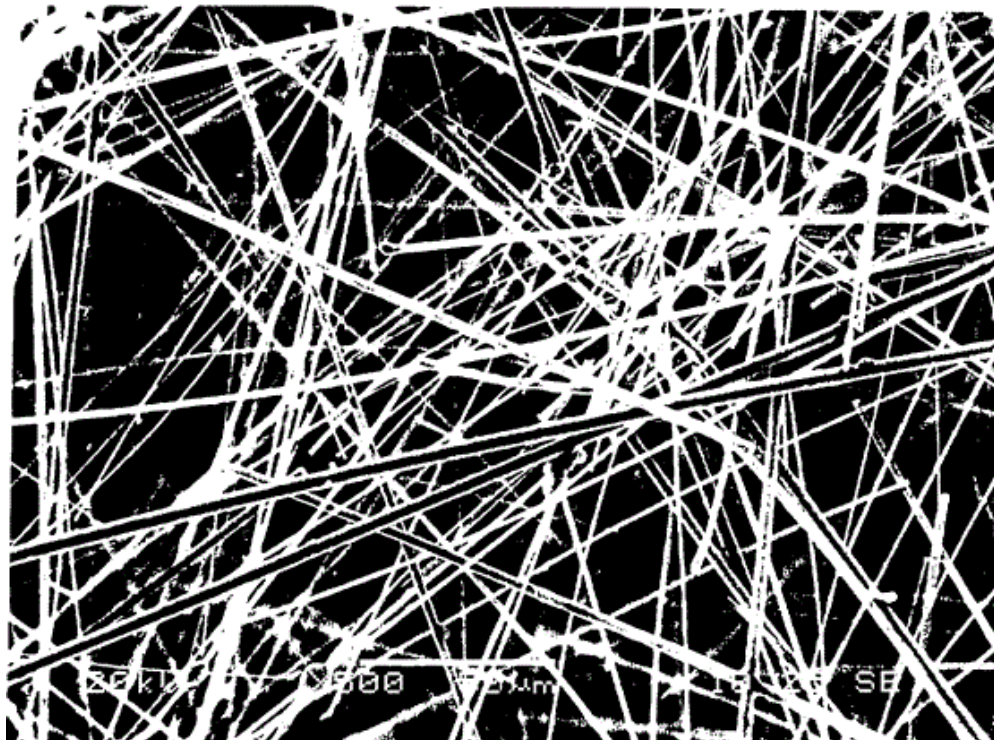
Пример 1. Трихлорид алюминия испаряли при температуре 195°С, пары подавали в ванну жидкого алюминия при температуре 1150°С. Над поверхностью ванны устанавливали пластинку из чистого графита диаметром 36 мм. Расход трихлорида составил 1,5 см³/мин. В пространство между поверхностью ванны и графитовой пластины подавали азот со скоростью 22 см³/мин. Продолжительность опыта составляла 1 час 40 мин. На поверхности графитовой пластины сформировался слой кристалловолокон в виде «кучи жесткой соломы» толщиной 5-6 мм. Рентгенофазовый анализ показал, что эта «куча соломы» состоит из нитрида алюминия. Снимки, полученные с помощью сканирующего электронного микроскопа JEOL JSM-5900 LV, показали, что нитрид алюминия представлен в виде нитевидных кристаллических волокон с соотношением диаметра к длине выше 400-500, что представлено на фиг.2.

Пример 2. Трифторид алюминия испаряли при температуре 1280°С, пары подавали в ванну жидкого алюминия при температуре 1250°С. Над поверхностью ванны устанавливали пластину из чистого графита диаметром 36 мм. Расход трифторида составлял до 6 см³/мин. В пространство между поверхностью ванны и графитовой пластиной подавали азот со скоростью 23 см³/мин. Продолжительность опыта составляла 3,5 часа. На поверхности диска сформировался слой из волокон в виде «кучи соломы», край которой похож на «иголочки ежика или дикобраза». Рентгенофазовый анализ показал, что эта «куча соломы» представляет слой нитрида алюминия в виде нитевидных кристалловолокон. Снимки этих кристалловолокон, полученные на электронном микроскопе JEOL JSM-5900 LV, приведены на фиг.3. Выделен фрагмент, где представлен оконечный участок волокна толщиной (диаметром) 2,9 мкм, заканчивающийся острием порядка 60 нм. Такие кристалловолокна пригодны для использования в качестве зондов на кантилеверах атомно-силовых микроскопов.

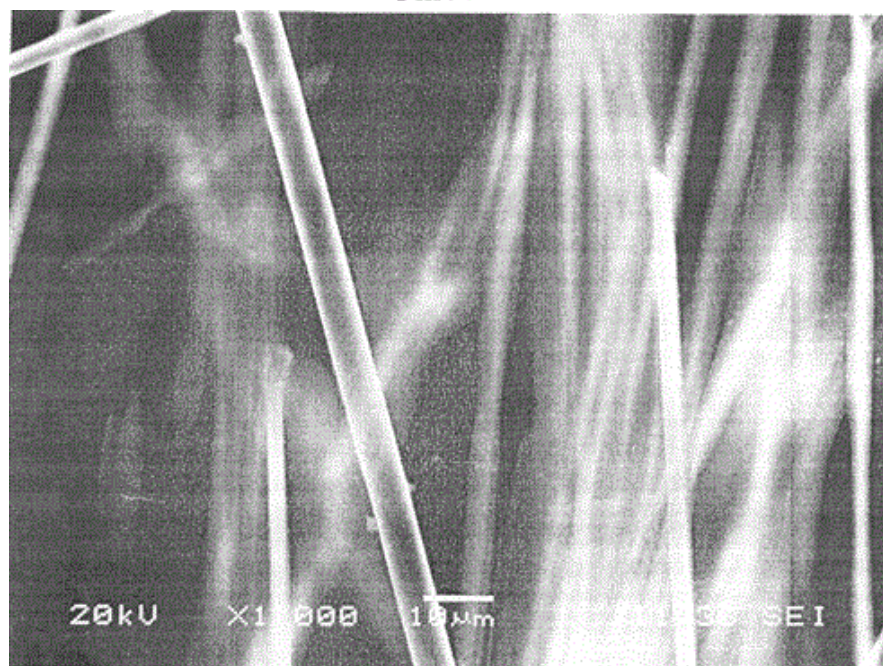
Формула изобретения

Способ получения нитевидного нитрида алюминия, включающий пропускание через нагретый алюминий газообразных реагентов в виде галогенидов алюминия (III) и азота и последующую конденсацию конечного продукта, при этом подачу

галогенида алюминия (III) осуществляют со скоростью 0,1-6 см³/мин на каждый 1 см² поверхности конденсации, отличающийся тем, что конденсацию ведут на подложке из чистого графита.



Фиг. 2



Фиг. 3

ИЗВЕЩЕНИЯ

ММ4А - Досрочное прекращение действия патента СССР или патента Российской Федерации на изобретение из-за неуплаты в установленный срок пошлины за поддержание патента в силе

(21) Регистрационный номер заявки: [2006114216](#)

Дата прекращения действия патента: 26.04.2008

Извещение опубликовано: [27.12.2009](#) БИ: 36/2009

