



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **80418** (13) **U**
(51) МПК (2013.01)
H01C 17/00

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

<p>(21) Номер заявки: u 2012 14364</p> <p>(22) Дата подання заявки: 17.12.2012</p> <p>(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 27.05.2013</p> <p>(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 27.05.2013, Бюл.№ 10</p>	<p>(72) Винахідник(и): Курмашев Шаміль Джамашевич (UA), Вікулін Іван Михайлович (UA), Софронков Олександр Наумович (UA)</p> <p>(73) Власник(и): ОДЕСЬКА НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ ЗВ'ЯЗКУ ІМ. О.С. ПОПОВА, вул. Ковальська, 1, м. Одеса, 65029 (UA)</p>
--	--

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ПОРОШКІВ КАРБІДУ КРЕМНІЮ

(57) Реферат:

Спосіб одержання порошоків карбіду кремнію включає нагрів газів-реактивів силану та етилену за допомогою випромінювання CO₂-лазера.

UA 80418 U

Корисна модель належить до електротехніки, електроніки. Вона може бути використана для виготовлення діодів Шоттки, тиристорів, МОН-транзисторів, керамічних підкладок інтегральних схем, нелінійних елементів вентиляційних розрядників та варисторів для захисту електроприладів від пробою, для синтезу графена. Відомим є спосіб отримання карбіду кремнію (SiC) термічно-індукованим спіканням кремнезему (SiO₂) з вуглецем (C) в графітній печі (реактор) при температурі 1600-2500 °C [1]. Недоліки цього способу: чистота SiC, який формується в печі, залежить від відстані до графітового резистора в нагрівному елементі; домішки-забруднювачі, які з'являються в реакторі за рахунок розігріву стінок резервуара реактора (азот та алюміній), впливають на електропровідність одержаного матеріалу, що неприпустимо при виготовленні нелінійних розрядників.

Найближчим аналогом є спосіб одержання порошку карбіду кремнію шляхом нагріву газів силану та етилену [2]. Взаємодія продуктів термічно-індукованої дисоціації силану (SiH₄) з етиленом (CH₂=CH₂) відбувається в реакторі внаслідок дії ширококутового термічного випромінювання від резистора-нагрівача. Недоліком такого способу одержання SiC є полідисперсність порошків та їх агломерованість. Вони вміщують багато сторонніх включень. Кристали високої чистоти (безкольорові, а також блідо-жовтого кольору) знаходяться ближче всього до резистора-нагрівача. На більшій відстані від резистора колір змінюється на синій чи чорний внаслідок наявності в стінках реактору, які розігріваються, домішок. Агломерати дендритної структури діаметром 3...6 мкм складаються з частинок SiC розмірами 10...40 нм. Внаслідок полідисперсності і агломерації порошку при спіканні, в кераміці утворюються неконтрольовані порожнини. Виникають тріщини, що зменшує механічну стійкість і обумовлює зміну властивостей кераміки від партії до партії. Неоднорідність електропровідності керамічного матеріалу визначає неоднорідність електричного опору виробів пристроїв з SiC. При застосуванні ширококутового (термічного) випромінювання тільки невеличка доля теплової енергії поглинається реагентами (силан і етилен).

В основу корисної моделі поставлено задачу створення способу отримання порошків SiC, які відрізняються монодисперсністю, неагломерованістю окремих частинок, відсутністю сторонніх включень (чистота), а також відсутністю неконтрольованих порожнин у кераміці на базі SiC. Поставлена задача вирішується тим, що нагрів газів проводиться випромінюванням CO₂-лазера, тобто дисоціація молекул силану відбувається лазерно-індукованим методом - нагрівом струменю силану неперервним випромінюванням CO₂-лазера.

Експериментально досліджено спосіб одержання порошку карбіду кремнію шляхом нагріву газів силану та етилену, причому нагрів газів проводиться випромінюванням CO₂-лазера в термічній камері (реакторі), в яку подавали струмінь силану та етилену. Оскільки силан самозапалюється у повітрі, реактор заповнювали буферним газом (аргон, гелій). Через прозоре вікно в реактор заводилося випромінювання CO₂-лазера ЛГ-18 (довжина хвилі випромінювання λ≈10,6 мкм).

Морфологію і розмір частинок порошків визначали за допомогою системи аналізу зображень "Quantimet-720", просвічуючого електронного мікроскопу "ПЕМ-100-1", рентгенівського дифрактометра "ДРОН-УМ". Використовувалася також растрова електронна мікроскопія поверхні з питомою здатністю 3 нм, електронна Оже-спектроскопія з просторовою та розділюваною здатностями аналізатора 3 мкм і 0,3 % відповідно.

Параметри та характеристики порошків, отриманих різними методами наведено в таблиці 1.

Таблиця 1

Параметри \ Метод	Розмір частинок порошку, нм	Розмір агломератів, мкм	Колір частинок (чистота)	Питома вага порожнин в кераміці, %
Термічно-індукований розігрів	10...40	3...6	Блідо-жовтий, синій, чорний	50
Лазерно-індукована дисоціація силану	7...15	0.03...0.08	Блідо-жовтий	30

Розміри частинок порошку SiC, одержаного лазерно-індукованим методом майже вдвічі менше частинок одержаних термічно-індукованим розігрівом, агломерати, що виникають при спіканні частинок, незначні за розмірами. Частинки SiC майже не мають сторонніх включень, тобто відрізняються високою чистотою. Питома вага порожнин у кераміці, яка виготовлена з порошків, при лазерно-індукованій дисоціації силану практично в 1,6 разів менша. Всі ці

фактори обумовлюють високу якість відтворення виробів з кераміки SiC від партії до партії при лазерно-індукованій технології одержання порошків.

Операції способу отримання порошків карбіду кремнію можна описати наступним чином. Способом дисоціації молекул силану в даному випадку є нагрів струменю силану неперервним випромінюванням CO₂-лазера. Така дисоціація виявляється можливою внаслідок того, що найбільш сильні лінії генерації CO₂-лазера, такі, як P(18) та P(20) з хвильовими числами $\nu_{18}=945,98 \text{ см}^{-1}$ і $\nu_{20}=944,19 \text{ см}^{-1}$, потрапляють в контур поглинання молекули силану (SiH₄), що відповідає деформаційним коливанням, які центруються поблизу хвильового числа $\nu_{\text{SiH}_4}=970 \text{ см}^{-1}$ [3]. Тобто для випромінювання CO₂-лазера силан виявляє високу поглинаючу здатність.

Лазерний луч рівномірно нагріває насичені гази силану та етилену зі швидкістю $10^6 \dots 10^8 \text{ }^\circ\text{C}/\text{с}$ до температури реакції утворення SiC. Інфрачервоне ($\lambda \approx 10,6 \text{ мкм}$) лазерне випромінювання обумовлює термічну реакцію, при якій утворюються ядра SiC, а насиченість реагентів зменшується. Коли закінчується процес поглинання випромінювання реагентними газами (силаном та етиленом), процес утворення SiC припиняється, оскільки продукти реакції (частинки SiC, водень) на довжині хвилі $\lambda \approx 10,6 \text{ мкм}$ поглинаючою здатністю не володіють. Швидкий нагрів насичених газів обумовлює прискорене утворення великої кількості "зародків" ядер, ріст яких відбувається з однаковою швидкістю і припиняється одночасно, в результаті чого отримані частки порошку мають однаковий розмір і однакову (сферичну) форму.

Охолодження частинок відбувається зі швидкістю $10^5 \dots 10^6 \text{ }^\circ\text{C}/\text{с}$, тому частинки майже не спікаються і не утворюють жорстких агломератів. Оскільки лазер налагоджено на поглинання реагенту, він не нагріває інші об'єкти, наприклад стінки резервуару реактора, тому в порошку відсутні сторонні вclusions. Частки порошку являють собою кристали високої чистоти (блідо-жовтого кольору).

Порошки, отримані з використанням CO₂-лазера складались з частинок розміром 7...15 нм, не виявлено вираженої агломерованості структури (розмір агломератів 0,03...0,08 мкм). Тобто було отримано дрібнодисперсний, який містить сферичні частинки приблизно однакового розміру (монодисперсний), високочистий порошок. Кераміка, що виготовлена на базі таких порошків, визначається мінімальними порожнинами за рахунок монодисперсності та правильної форми частинок порошків.

Економічний ефект від використання корисної моделі полягає в тому, що для реалізації способу вся енергія випромінювання лазера перетворюється в теплову і повністю поглинається реагентами, внаслідок чого загальне споживання потужності зменшується. Підвищується також відтворення виробів з кераміки SiC від партії до партії.

Джерела інформації:

1. Harrys Lynn G. Properties of silicon carbide. - United Kingdom: IEE, 1995.-282 p.
2. Park Yoon-Soo. SiC materials and devices. - Academic Press, 1998. - P. 20.
3. Накамото К. Инфракрасные спектры неорганических и координационных соединений. - М.: Мир.-1966 г - 450 с.

40 ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб одержання порошків карбіду кремнію, в якому проводиться нагрів газів-реагентів силану та етилену, який **відрізняється** тим, що нагрів газів проводиться випромінюванням CO₂-лазера.