(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 103643295 A
(43)申请公布日 2014.03.19

(21)申请号 201310640427.3

(22)申请日 2013.12.04

(71)申请人 北京华进创威电子有限公司
地址 100023 北京市大兴区亦庄经济技术开发区经海三路17号

(72)发明人 刘彤 杨俊 刘京明 董志远 赵有文

(74)专利代理机构 北京中创阳光知识产权代理有限责任公司 11003
代理人 尹振启

(51)Int.Cl.
C30B 29/38(2006.01)
C30B 23/00(2006.01)
B22F 3/10(2006.01)

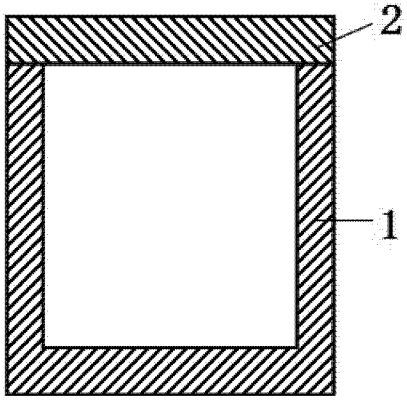
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54)发明名称

一种气相法生长氮化铝晶体用原料的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种气相法生长氮化铝晶体用原料的制备方法，具体为：将所要使用的钨坩埚和坩埚盖浸泡于王水中30-120分钟，取出冲洗干净，吹干备用；向钨坩埚中加入氮化铝粉料，并进行若干层压实处理；在钨坩埚上加盖坩埚盖，放入钨网加热炉中，抽真空到10^{-3}Pa，再充入高纯氮气到30kPa，升温至300℃，恒温1小时，升温至800℃，恒温1小时；向钨网加热炉内充入高纯氮气到50kPa，升温至1800℃，恒温5小时，升温至2050℃，恒温8小时；降温至室温，得到氮化铝烧结块，作为气相法氮化铝单晶生长的原料。本发明将氮化铝粉料制成致密的烧结体，以控制气相反应的进行，从而满足物理气相传输法生长氮化铝晶体材料对原料的要求。



CN 103643295 A

1. 一种气相法生长氮化铝晶体用原料的制备方法，其特征在于，该制备方法具体为：

1）将所要使用的钨坩埚和坩埚盖浸泡于王水中 30-120 分钟，取出冲洗干净，吹干备用；

2）向钨坩埚中加入氮化铝粉料，并进行若干层压实处理；

3）在钨坩埚上加盖坩埚盖，放入钨网加热炉中，抽真空到 10^{-2}-10^{-3}Pa，再充入高纯氮气到 10-30kPa，升温至 300-500℃，恒温 1-3 小时，升温至 800-1000℃，恒温 1-3 小时；

4）向钨网加热炉内充入高纯氮气到 50-60kPa，升温至 1500-1800℃，恒温 5-6 小时，升温至 1950-2050℃，恒温 8-10 小时；降温至室温，得到氮化铝烧结块，作为气相法氮化铝单晶生长的原料。

2. 如权利要求 1 所述的气相法生长氮化铝晶体用原料的制备方法，其特征在于，所述步骤 2）中具体步骤为：向钨坩埚中加入氮化铝粉料，加至钨坩埚一半高度时，将料压实，使其面表面平整，内部致密；再向钨坩埚中加料至坩埚顶部并再次压实。

3. 如权利要求 1 所述的气相法生长氮化铝晶体用原料的制备方法，其特征在于，所述步骤 3）中抽真空到 10^{-3}Pa，再充入高纯氮气到 30kPa，升温至 300℃，恒温 1 小时，升温至 800℃，恒温 1 小时。

4. 如权利要求 1 所述的气相法生长氮化铝晶体用原料的制备方法，其特征在于，所述步骤 4)中充入高纯氮气到 50kPa，升温至 1800℃，恒温 5 小时，升温至 2050℃，恒温 8 小时。

一种气相法生长氮化铝晶体用原料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种气相法生长氮化铝晶体用原料的制备方法。

背景技术

[0002] 氮化铝单晶材料是一种研制新型大功率微波器件和短波长光电器件的极为理想的衬底材料，但目前还很难得到氮化铝体单晶材料。氮化铝理论计算熔点为2800℃，离解压力为20MPa，因此难以像硅和砷化镓一样采用熔体直拉法或温度梯度凝固法技术来生长单晶。目前比较有希望的方法之一为PVT（Physical Vapor Transport，物理气相传输）法。氮化铝的PVT法生长原理是通过高纯氮化铝粉末在高温源区处升华分解，通过生长腔内的物质输运过程，在低温籽晶处凝结，进而形成单晶的生长过程。采用PVT法制备氮化铝单晶中存在诸多技术难点。其中，获得适合气相法单晶生长的高纯度的氮化铝原料是重要课题之一。

[0003] 由于铝和氧的亲和性很强，氮化铝原料中极易吸附氧杂质，通常氧含量浓度高达$10^{20}cm^{-3}$，这些杂质参与反应生成化合物Al_3O_3N等，在生长过程严重影响氮化铝单晶的成核、二维生长和晶体质量。碳也是一种氮化铝原料中常见的杂质，通常的加热过程中所使用的石墨发热材料和保温材料极易导致碳沾污。此外由于氮化铝粉末呈球形，具有很高的比表面积，在升华分解的过程中，反应速度快，难以控制。

发明内容

[0004] 针对现有技术存在的问题，本发明的目的在于提供一种气相法生长氮化铝晶体用原料的制备方法，利用该方法制备的原料具有低氧碳含量、低杂质含量以及高致密度的特点，合适用作气相法晶体生长原料。

[0005] 为实现上述目的，本发明一种气相法生长氮化铝晶体用原料的制备方法，具体为：

1）将所要使用的钨坩埚和坩埚盖浸泡于王水中30-120分钟，取出冲洗干净，吹干备用；

2）向钨坩埚中加入氮化铝粉料，并进行若干层压实处理；

3）在钨坩埚上加盖坩埚盖，放入钨网加热炉中，抽真空到10^{-2}-10^{-3}Pa，再充入高纯氮气到10-30kPa，升温至300-500℃，恒温1-3小时，升温至800-1000℃，恒温1-3小时；

4）向钨网加热炉内充入高纯氮气到50-60kPa，升温至1500-1800℃，恒温5-6小时，升温至1950-2050℃，恒温8-10小时；

5）降温至室温，得到氮化铝烧结块，作为气相法氮化铝单晶生长的原料。

[0006] 进一步，所述步骤2）中具体步骤为：向钨坩埚中加入氮化铝粉料，加至钨坩埚一半高度时，将料压实，使其面表面平整，内部致密；再向钨坩埚中加料至坩埚顶部并再次压实。

[0007] 进一步，所述步骤3）中抽真空到10^{-3}Pa，再充入高纯氮气到30kPa，升温至300℃，

恒温 1 小时，升温至 800℃，恒温 1 小时。

[0008] 进一步，所述步骤 4）中充入高纯氮气到 50kPa，升温至 1800℃，恒温 5 小时，升温至 2050℃，恒温 8 小时。

[0009] 本发明将氮化铝粉料制成致密的烧结体，以控制气相反应的进行，从而满足物理气相传输法生长氮化铝晶体材料对原料的要求。

附图说明

[0010] 图 1 为钨坩埚和坩埚盖的结构示意图；

图 2 为在钨坩埚中添加氮化铝粉料后的结构示意图；

图 3 为在钨坩埚内制成氮化铝烧结块后的结构示意图。

具体实施方式

[0011] 下面，参考附图，对本发明进行更全面的说明，附图中示出了本发明的示例性实施例。然而，本发明可以体现为多种不同形式，并不应理解为局限于这里叙述的示例性实施例。而是，提供这些实施例，从而使本发明全面和完整，并将本发明的范围完全地传达给本领域的普通技术人员。

[0012] 为了易于说明，在这里可以使用诸如“上”、“下”“左”“右”等空间相对术语，用于说明图中示出的一个元件或特征相对于另一个元件或特征的关系。应该理解的是，除了图中示出的方位之外，空间术语意在于包括装置在使用或操作中的不同方位。例如，如果图中的装置被倒置，被叙述为位于其他元件或特征“下”的元件将定位在其他元件或特征“上”。因此，示例性术语“下”可以包含上和下方位两者。装置可以以其他方式定位（旋转 90 度或位于其他方位），这里所用的空间相对说明可相应地解释。

[0013] 本发明采取的技术方案是，采用钨坩埚盛放氮化铝粉料，使用钨网加热炉在一定温度压力条件下处理氮化铝粉料，得到高纯氮化铝烧结体。

[0014] 如图 1、图 2、图 3 所示，本发明一种气相法生长氮化铝晶体用原料的制备方法，具体步骤为：

1）将所要使用的钨坩埚 1 和坩埚盖 2 浸泡于王水中 30-120 分钟，取出冲洗干净，吹干备用；

2）向钨坩埚 1 中加入氮化铝粉料 3，并进行若干层压实处理；

3）在钨坩埚 1 上加盖坩埚盖 2，放入钨网加热炉中，抽真空到 10^{-2}-10^{-3}Pa，再充入高纯氮气到 10-30kPa，升温至 300-500℃，恒温 1-3 小时，升温至 800-1000℃，恒温 1-3 小时；

4）向钨网加热炉内充入高纯氮气到 50-60kPa，升温至 1500-1800℃，恒温 5-6 小时，升温至 1950-2050℃，恒温 8-10 小时；

5）降温至室温，得到氮化铝烧结块 4，作为气相法氮化铝单晶生长的原料。

[0015] 一般处理过程中，步骤 2）只进行 2 层处理，其具体步骤为：向钨坩埚 1 中加入氮化铝粉料 3，加至钨坩埚 1 一半高度时，将料压实，使其面表面平整，内部致密；再向钨坩埚 1 中加料至坩埚顶部并再次压实。

[0016] 步骤 3）中的优化数值为：抽真空到 10^{-3}Pa，再充入高纯氮气到 30kPa，升温至 300℃，恒温 1 小时，升温至 800℃，恒温 1 小时。

[0017] 步骤 4）中的优化数值为：充入高纯氮气到 50kPa，升温至 1800℃，恒温 5 小时，升温至 2050℃，恒温 8 小时。

[0018] 本发明中，结高温真空烧结后的氮化铝烧结块 4 呈圆台形，物料收缩，边缘与坩埚壁分离，取出后即可作为气相法氮化铝单晶生长的原料。

[0019] 利用本发明气相法生长氮化铝晶体用原料的制备方法，可制得高纯度的单晶生长的原料，本方法在制备过程中，有效的去除了氧杂质，防止生成 Al_3O_3N；采用钨坩埚及盖坩埚盖、钨网加热炉来有效避免了碳杂质的污染；尤其是本制备方法，采用了优化后的特定的温度、压力条件，在该条件下处理氮化铝粉料，可以很好的控制反应速度，得到高纯氮化铝烧结体。

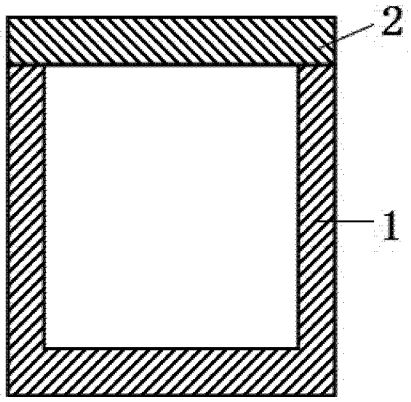


图 1

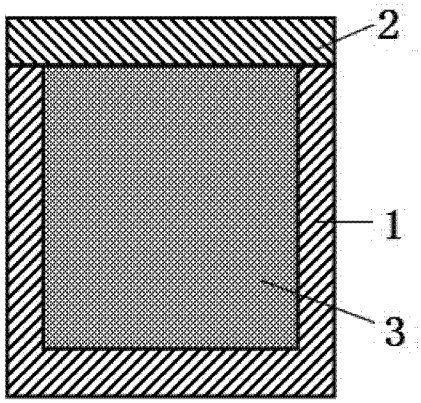


图 2

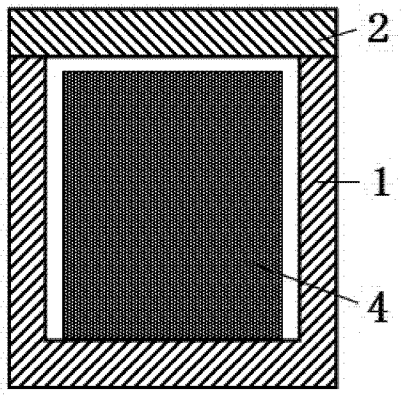


图 3