

03;05

Рост монокристаллов нитрида алюминия в условиях теплового взрыва

© А.П. Ильин, А.В. Мостовщиков, Л.О. Роот

Томский политехнический университет
E-mail: pasembellum@mail.ru

Поступило в Редакцию 14 апреля 2011 г.

Исследованы процессы горения нанопорошка алюминия в воздухе в режиме теплового взрыва. Установлено, что постоянное магнитное поле индукцией 0.4 Т способствует формированию монокристаллов нитрида алюминия в нестационарных условиях горения.

Рост монокристаллов из газовой фазы предполагает условия низких градиентов температур, не значительного пересыщения паров и осуществляется при малых скоростях в течение относительно длительного времени [1]. При больших градиентах температур и/или больших пересыщениях в неравновесных условиях формируются нитевидные кристаллы [2]. В зависимости от потребностей развивающейся науки и технологий, таким образом, можно выращивать кристаллы различной формы и размеров. Современная электронная промышленность широко использует подложки из нитрида алюминия: он хорошо отводит тепло ($\lambda > 180 \text{ W/m}^2\text{K}$) и является диэлектриком (ширина запрещенной зоны $E_g \approx 6 \text{ eV}$). Прогресс в области микро- и наноэлектроники требует изготовления монокристаллов микронных размеров уже в процессе синтеза, так как нитрид алюминия трудно поддается обработке из-за его хрупкости и достаточно высокой твердости (микротвердость 12 GPa).

В условиях горения порошков алюминия и других металлов при свободном доступе воздуха в качестве конечного продукта образуется нитрид алюминия (или другого металла) в виде самостоятельной фазы [3]. При этом содержание нитридов может достигать от 30 до 90 wt.% [4]. Процесс горения навески нанопорошка алюминия в виде конуса протекает в режиме теплового взрыва, причем нитрид алюминия формируется в виде нитевидных кристаллов (вискеров) [5]. Тепловой взрыв представляет собой процесс резкого повышения температуры

образца от 400°С до 2400°С за 5–10 с, причем он не сопровождается разлетом горящего образца (продуктов горения) и формированием высокоинтенсивного газового потока.

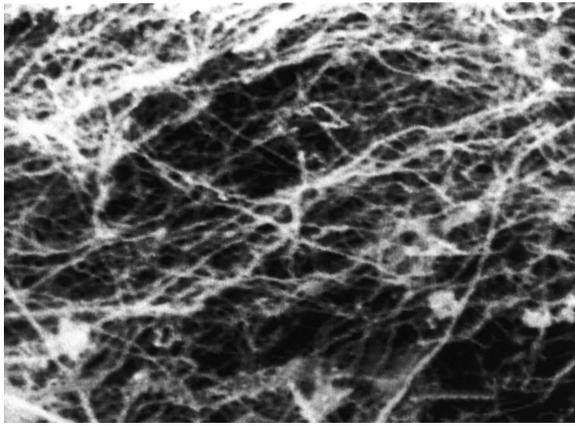
Известно также [6], что постоянное магнитное поле оказывает влияние на процесс кристаллизации. В этой работе показано, что слои олова, сформировавшиеся при кристаллизации расплава на поверхности объемных образцов поликристаллического β -Sn в постоянном магнитном поле индукцией 9.4 Т, ориентированы практически параллельно по отношению к направлению магнитного поля. При сравнении интенсивностей сигналов от расплавленных и закристаллизованных слоев установлено, что объем ориентированных областей может приближаться к объему всего расплавленного поверхностного слоя.

Целью данной работы являлось экспериментальное обоснование влияния магнитного поля на условия формирования монокристаллов нитрида алюминия при горении нанопорошка алюминия в воздухе в условиях теплового взрыва.

В работе использовался нанопорошок алюминия, полученный с помощью электрического взрыва проводников в среде аргона. Для наработки нанопорошка использовали установку УДП-4Г, разработанную в НИИ высоких напряжений Томского политехнического университета, производительностью 50 г/ч для алюминия. Полученный нанопорошок алюминия имел распределение частиц, по диаметру близкое к нормально-логарифмическому с максимумом 120 нм и асимметрией распределения в области крупных частиц. Содержание металлических примесей составляло не более 0.2 wt.%. Нанопорошок пассивировали малыми добавками воздуха. После пассивирования порошок устойчив в воздухе при нагревании до 400°С [4]. Пассивированный нанопорошок подвергли дифференциально-термическому анализу для определения четырех параметров активности [5] и его устойчивости в воздухе при нагревании.

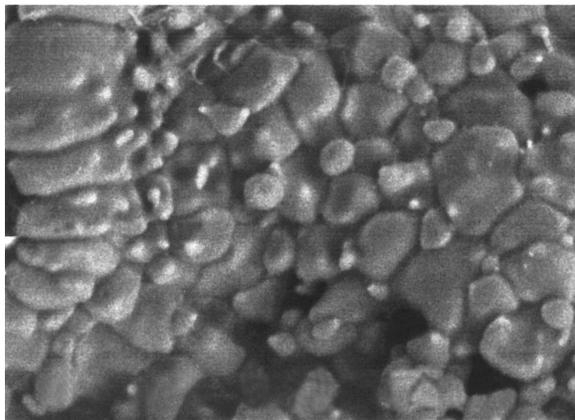
При сжигании конусообразной навески нанопорошка алюминия (4 г) в воздухе на термостойкой подложке (поликор) формируются нитевидные кристаллы: длиной до 50 μm и толщиной до 0.1 μm (рис. 1).

При сжигании в тигле (алунд) в условиях не ограниченного доступа воздуха получают сфероидальные кристаллы с зарождающейся огранкой (рис. 2). Согласно рентгенофазовому анализу, нитрид алюминия представлен самостоятельной кристаллической фазой, причем его содержание составляло 56.0 wt.%. При этом температура образца при



9331 10 kV $\times 3.000$ 10 μm WD 39

Рис. 1. Нитевидные кристаллы нитрида алюминия, сформированные в условиях теплового взрыва.



0734 10 kV $\times 3.000$ 10 μm WD 27

Рис. 2. Продукты, полученные при сгорании нанопорошка алюминия в тигле.

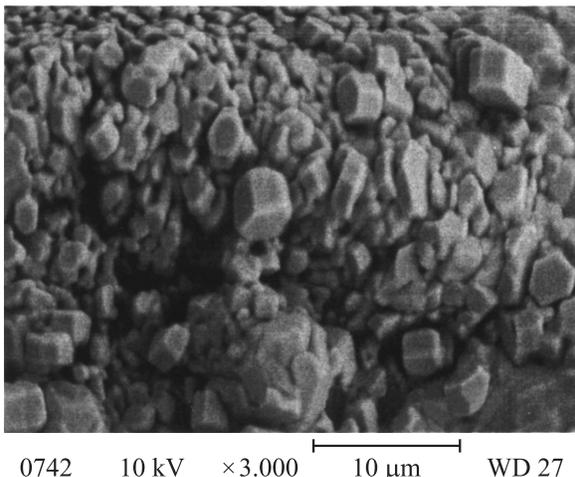


Рис. 3. Продукты сгорания нанопорошка алюминия в постоянном магнитном поле.

горении в тигле несколько меньше, чем при горении конусообразной навески (пирометр „ЛЮП-72“). В случае сжигания конусообразной навески на подложке с магнитном поле монокристаллы нитрида алюминия не образуются.

При сжигании в тигле (алунд) в постоянном магнитном поле индукцией 0.4 Т получаются кристаллы гексагональной формы (рис. 3). Сжигание в тигле при отсутствии магнитного поля не приводит к образованию монокристаллов алюминия (рис. 2).

Полученные в режиме теплового взрыва монокристаллы анализировали с помощью оже-спектроскопии (ЭСО-5УМ). Согласно полученным спектрам, в состав поверхности входили следующие элементы: алюминий (42%), азот (38%), кислород (20%), что соответствует составу окисленной поверхности нитрида алюминия.

В условиях теплового взрыва ($\sim 2200\text{--}2400^\circ\text{C}$) нитрид алюминия образуется в газовой фазе за счет эндотермического процесса с последующей кристаллизацией в твердую фазу (экзотермический процесс). Рост кристаллов при горении в воздухе свободно насыпанного на подложке нанопорошка алюминия происходит по направлению теплового

потока, что вполне согласуется с классическими представлениями о росте кристаллов при кристаллизации металлов и сплавов [7]. При горении нанопорошка в тигле происходит образование сфероидальных частиц (рис. 2), что связано с быстротой протекания процесса нагрева и охлаждения. При горении в магнитном поле происходит формирование кристаллов гексагональной формы (рис. 3). Время протекания процесса составляет 1–2 min. Предполагаемый процесс формирования монокристаллов в условиях теплового взрыва связан со стабилизацией заряженных или парамагнитных промежуточных продуктов горения и увеличением времени их жизни в постоянном магнитном поле. Таким образом, установлен экспериментальный факт синтеза монокристаллов нитрида алюминия при горении нанопорошка алюминия в воздухе в режиме теплового взрыва при воздействии постоянным магнитным полем на горящий нанопорошок алюминия.

Список литературы

- [1] *Laudise R.A.* The Growth of Single Crystals (Prentice-Hall, Englewood Cliffs, NJ, 1970).
- [2] *Багамадова А.М., Атаев Б.М., Мамедов В.В., Омаев А.К., Махмудов С.Ш.* // Письма в ЖТФ. 2010. Т. 36. В. 1. С. 76.
- [3] *Ильин А.П., Проскуровская Л.Т.* // Физика горения и взрыва. 1990. Т. 26. В. 2. С. 71–72.
- [4] *Громов А.А., Хабас Т.А., Ильин А.П.* и др. Горение нанопорошков металлов / Под ред. А.А. Громова. Томск: Дельтаплан, 2008. 382 с.
- [5] *Ильин А.П., Толбанова Л.О., Мостовщиков А.В.* // Известия ТПУ. 2008. Т. 313. № 3. С. 19–24.
- [6] *Чарная Е.В., Cheng Tien, Min Kai Lee* // ФТТ. 2010. Т. 52. В. 7. С. 1435–1477.
- [7] *Лякишев Н.П., Бурханов Г.С.* Металлические монокристаллы. 2002. М.: ЭЛИЗ, 312 с.