

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl⁷

C30B 25/00

C30B 29/22 C01G 15/00

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 00136184.8

[43] 公开日 2001 年 8 月 1 日

[11] 公开号 CN 1306105A

[22] 申请日 2000.12.27 [21] 申请号 00136184.8
 [71] 申请人 中国科学院长春应用化学研究所
 地址 130022 吉林省长春市人民大街 159 号
 [72] 发明人 马贤锋 洪瑞金 阎学伟 赵伟

[74] 专利代理机构 中国科学院长春专利事务所
 代理人 曹桂珍

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图页数 0 页

[54] 发明名称 镓酸锂晶体的制备方法

[57] 摘要

本发明属于镓酸锂晶体的制备方法。该方法是将能提供挥发性锂源的物质与能提供挥发性镓源的物质密封在温控炉中,气相反应。例如将碳酸锂,三氧化二镓,金属镓密封在温控炉中恒温加热,由于金属镓的加入使三氧化二镓挥发并与从碳酸锂中分解-挥发出来的氧化锂反应,数小时后即可得到无色透明的镓酸锂晶体。本发明的方法具有反应时间短,产品质量好,纯度高,并对原料的纯度要求不高,工艺简单等特点。

I S S N 1 0 0 8 - 4 2 7 4

知识产权出版社出版

权 利 要 求 书

1. 一种镓酸锂晶体的制备方法，其特征在于称取 Ga_2O_3 2-6 克，金属 Ga 3-9 克， Li_2CO_3 、LiOH 或 Li_2O 1-4 克放入温控炉中，密封或通入还原性气体，温度控制在 $600-1100^\circ\text{C}$ 之间，恒温 2-48 小时后冷却至室温即得到无色、透明的镓酸锂晶体。

2. 如权利要求 1 所述的镓酸锂晶体的制备方法，其特征在于通入还原性气体为 NH_3 。

说明书

镓酸锂晶体的制备方法

本发明属于镓酸锂晶体的制备方法。

镓酸锂具有很高的电力机械偶合，高的声学 Q，化学性质稳定，硬度大，介电常数低以及一定的压电性等特点。其应用前景是十分广泛的。目前，镓酸锂晶体主要用于氮化镓生长的衬底材料，由于其晶格匹配较其它衬底材料好引起人们的广泛兴趣。

60 年代初期，镓酸锂晶体曾一度备受人们的关注。其制备方法有：水热法，助熔剂法，提拉法和高温高压法。以上方法虽然能够制备出镓酸锂晶体，但它们都存在实验装置复杂，反应条件不易控制，反应时间长等问题。

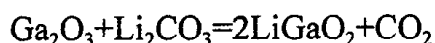
90 年代以来，随着氮化镓材料的研究与开发，再次成为人们关注的热点。在晶体生长方面，镓酸锂作为一种良好的衬底材料而引起人们的广泛兴趣。荷兰的《晶体生长杂志》186 卷(1998 年)第 409-419 页 Takao Ishii, Yaosuo Tazoh, Shintaro Miyazawa “生长镓酸锂单晶用作氮化镓薄膜生长的衬底”一文中报导过相关的技术。该项技术是通过提拉法制得镓酸锂晶体，并以此作为衬底生长氮化镓薄膜。他们先将 Li_2CO_3 和 Ga_2O_3 按化学计量比混合，在 1300°C 煅烧 20 小时制得 LiGaO_2 粉末，并将此放入晶体生长炉中。通入氮气作为保护气加热

使镓酸锂粉末熔化。取一直径为 50mm，长 50mm 的铱坩埚放入煅烧过的镓酸锂粉末作为晶种，铱坩埚通过一个 450KHz 的射频发电机进行热电感应。坩埚的提拉速度为 2-5mm/h，旋转速度为 30-60rpm。该方法由于使用的温度高，Li₂O 易挥发，反应条件难于控制，而且反应时间长，装置复杂。

本发明的目的是提供一种镓酸锂晶体的制备方法。该方法是通过化学气相沉积过程而获得镓酸锂晶体。

本发明的原理是将能提供挥发性锂源的物质与能提供挥发性镓源的物质密封在温控炉中，通过气相反应得到镓酸锂晶体。例如将碳酸锂，三氧化二镓，金属镓密封在温控炉中恒温加热，由于金属镓的加入使三氧化二镓挥发并与从碳酸锂中分解-挥发出来的氧化锂反应，数小时后即可得到无色透明的镓酸锂晶体。

反应过程如下：



本发明的制备过程：

称取 Ga₂O₃ 2-6 克，金属 Ga 3-9 克，Li₂CO₃、LiOH 或 Li₂O 1-4 克放入温控炉中，密封或通入还原性气体，温度控制在 600-1100° C 之间，恒温 2-48 小时后冷却至室温即得到无色、透明的镓酸锂晶体。此晶体研成粉末，X-射线测试结果与标准卡吻合。

本发明的方法反应时间短，产品质量好，纯度高，并对原料的纯度要求不高，工艺简单。

本发明提供的实施例如下：

实施例 1: 称取 Ga_2O_3 2 克, Li_2CO_3 1 克, Ga 3 克密封在温控炉中加热至 600°C 恒温 48 小时, 冷却后可得到镓酸锂晶体。

实施例 2: 称取 Ga_2O_3 3.5 克, Li_2CO_3 2 克, Ga 4 克密封在温控炉中加热至 850°C 恒温 4 小时, 冷却后可得到镓酸锂晶体。

实施例 3: 称取 Ga_2O_3 6 克, Li_2CO_3 4 克, Ga 9 克密封在温控炉中加热至 1100°C 恒温 2 小时, 冷却后可得到镓酸锂晶体。

实施例 4: 称取 Ga_2O_3 4 克, Li_2O 3 克, Ga 7 克密封在温控炉中加热至 900°C 恒温 3 小时, 冷却后可得到镓酸锂晶体。

实施例 5: 称取 Ga_2O_3 5 克, LiOH 4 克, 在温控炉中通入 NH_3 (30ccpm)加热至 850°C 恒温 4 小时, 冷却后得到镓酸锂晶体。

附: X-射线测试结果

2-THETA	D	I
21.540	4.1221	90
22.560	3.9380	100
28.020	3.1818	38
32.580	2.7461	72
33.120	2.7026	28
35.820	2.5048	52
36.080	2.4873	15
37.300	2.4087	66
37.780	2.3792	39
40.460	2.2276	21
42.180	2.1407	50
45.840	1.9779	18
46.380	1.9561	15
49.180	1.8511	20
49.560	1.8378	26
51.740	1.7654	25
54.900	1.6710	10
56.060	1.6391	13
56.940	1.6159	7
57.800	1.5938	44
58.820	1.5686	29
59.480	1.5528	13
65.320	1.4274	35
65.620	1.4215	12
67.300	1.3901	9
68.260	1.3729	12
69.840	1.3456	34