



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ПОЛЕЗНОЙ МОДЕЛИ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
B82B 3/00 (2019.08)

(21)(22) Заявка: 2019139948, 05.12.2019

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
05.12.2019

Дата регистрации:
26.02.2020

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 05.12.2019

(45) Опубликовано: 26.02.2020 Бюл. № 6

Адрес для переписки:

199034, Санкт-Петербург, Университетская
наб., 7/9, Университет, Главное Управление
защиты и использования интеллектуальной
собственности, Матвееву А.А., Матвеевой Т.И.

(72) Автор(ы):

**Жижин Евгений Владимирович (RU),
Пудиков Дмитрий Александрович (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования "Санкт-Петербургский
государственный университет" (СПбГУ)
(RU)**

(56) Список документов, цитированных в отчете

о поиске: JP 2011051801 A, 17.03.2011. US
20130001515 A1, 03.01.2013. RU 2499850 C1,
27.11.2013. RU 2576298 C2, 27.02.2016. CN
104562195 B, 06.06.2017.

(54) Устройство для получения структурированного графена

(57) Реферат:

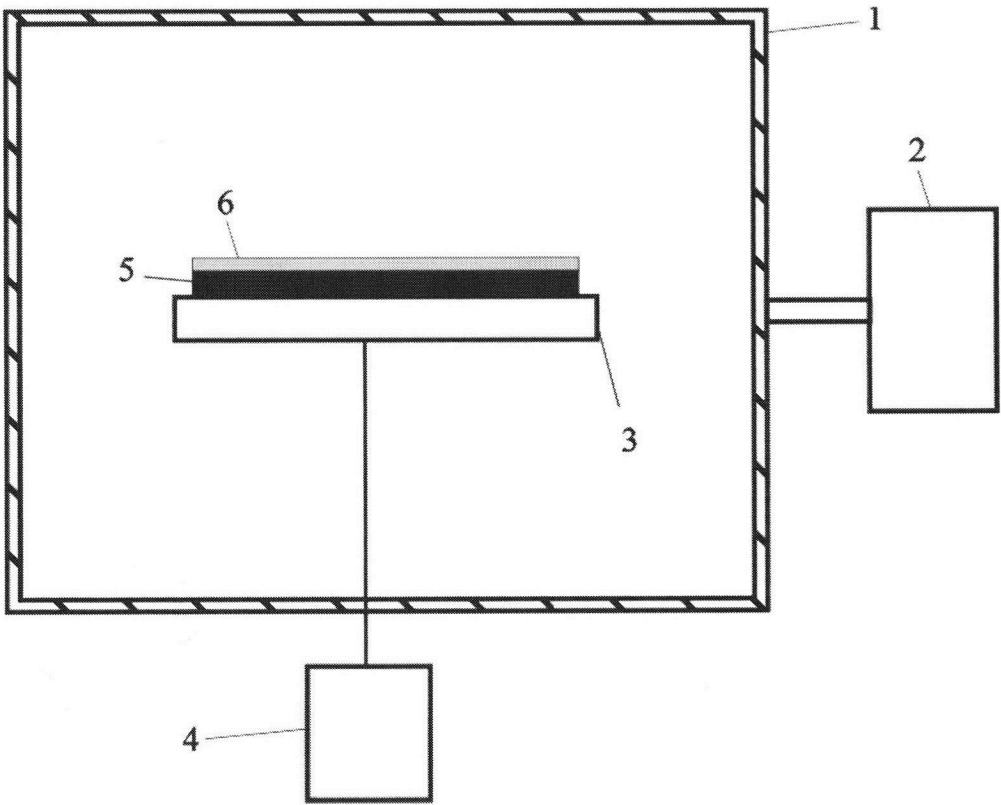
Использование: для получения графена в среднесерийном производстве графенсодержащих композитных материалов и логических компонентов приборов нанoeлектроники и спинтроники. Сущность полезной модели заключается в том, что устройство для получения графена содержит вакуумную камеру с системой откачки и контроля давления, нагревательный

элемент и источник питания нагревателя, на нагревательном элементе установлена графитовая подложка толщиной от 0,2 мм до 2 мм, на которую нанесен каталитический слой кобальта толщиной от 8 нм до 20 нм. Технический результат: обеспечение возможности улучшения кристаллической структуры и упрощения технологического процесса производства. 1 ил.

RU 196377 U1

RU 196377 U1

RU 196377 U1



RU 196377 U1

Полезная модель относится к области нанoeлектроники и может быть использована для получения графена в среднесерийном производстве графеносодержащих композитных материалов и логических компонентов приборов нанoeлектроники и спинтроники.

Известно устройство [1] для получения графена, представляющее из себя камеру, в которой происходит восстановление метана под воздействием высоких температур и в присутствии паров воды. Для получения графенового материала в устройстве применяются движущиеся форсунки, равномернодвигающиеся вдоль центрального стержня, на котором и происходит образования графена. Недостатком известного устройства, по сравнению с заявленным, является высокая стоимость получения графена за счет применения более сложного технологического процесса, который включает отжиг в среде метана и использование движущихся форсунок внутри камеры.

Известно устройство [2], в котором формирование графена происходит на металлической подложке (медной или никелевой фольге), помещенной в вакуумную камеру. Устройство работает следующим образом: в камеру напускается газообразный источник углерода (метан) до контролируемого давления, под воздействием импульсного источника переменного тока создается плазма, а сама подложка нагревается до температур 500-900°C. Таким образом, механизм синтеза графена в данном устройстве схож с методом парофазного осаждения. Недостатком известного устройства, по сравнению с заявленным, является высокая стоимость получения графена за счет применения сложного технологического процесса, который включает использование отжига в среде горючих углеродосодержащих газов, высокотемпературного нагрева подложки (до 900°C), а также применение технически сложного оборудования (импульсного источника переменного тока).

Наиболее близкой к заявленному устройству является установка рулонного типа для синтеза графена [3]. В данной установке синтез графена осуществляется внутри вакуумной камеры на металлической подложке, выполненной в виде ленты с перфорированными краями. В камере над подложкой закреплено сопло, через которое подается углеродосодержащий газ, а также в непосредственной близости от него расположен нагреватель подложки с источником инфракрасного излучения. По краям рабочей области расположены зоны охлаждения, для того, чтобы уменьшить размер участков градиента температуры, в которых не соблюдаются оптимальные условия для синтеза графена. Особенность данной установки заключается в получении графена с малым количеством дефектов.

Недостатком известного устройства является применение сложного технологического процесса, который включает использование горючих углеродосодержащих газов, а также высокотемпературного нагрева подложки (до 1050°C) в зоне синтеза.

Заявленная полезная модель свободна от этих недостатков.

Техническим результатом заявляемой полезной модели является увеличение транспортных характеристик (подвижности носителей заряда) логических компонентов приборов нанoeлектроники и спинтроники за счет улучшения кристаллической структуры на единице площади (итоговое качество кристаллической структуры определяется количеством разноориентированных доменов графена на единице площади) получаемого графена, а также упрощения технологического процесса синтеза графена за счет использования графитовых подложек с нанесенным на них каталитическим слоем кобальта, что позволяет получать графен при температурах нагрева подложки не более 500°C.

Указанный технический результат достигается за счет использования графитовой подложки с нанесенным на нее слоем каталитического металла, которым в данном

случае является кобальт, с рассчитанной оптимальной толщиной каталитического слоя (от 8 до 20 нм), наносимого на углеродную подложку.

Технический результат, достигаемый заявленным устройством получения структурированного графена, состоит в следующем:

5 - Увеличение подвижности носителей заряда в получаемом графене за счет уменьшения числа разнонаправленных доменов графена на микромасштабе, в следствие использования каталитического слоя кобальта с оптимальной толщиной (от 8 до 20 нм).

10 - Упрощение технологического процесса достигается за счет использования иного физического принципа получения графена (проникновения атомов углерода через каталитический слой кобальта от углеродосодержащей подложки), а также за счет использования невысоких (не более 500°C) температур.

Сущность полезной модели поясняется Фиг.

15 На Фиг. приведена схема заявленной полезной модели: в вакуумную камеру 1 с системой откачки и контроля давления 2 помещен нагревательный элемент 3, подсоединенный к источнику питания 4. На нагревательном элементе закреплена графитовая подложка 5 с нанесенным на ее поверхность каталитическим слоем кобальта 6.

20 Устройство работает следующим образом. После получения в вакуумной камере 1 вакуума от 10^{-8} до 10^{-10} мбар при помощи системы откачки и контроля вакуума 2, с источника питания 4 подается ток на нагревательный элемент 3 с закрепленной на его поверхности графитовой подложкой 5, на которую предварительно нанесен каталитический слой кобальта 6. В это время на поверхности каталитического слоя 6, нагретого вместе с подложкой 5 до определенной температуры (в диапазоне от 300 до 25 500°C), происходит формирование упорядоченного графена за счет проникновения атомов углерода с подложки 5 сквозь кобальтовый слой 6 на его поверхность. По прошествии 15-20 минут источник питания 4 выключается и нагреватель 3 охлаждается до комнатной температуры. Полученный в результате работы устройства графен, сформировавшийся на поверхности каталитического слоя 6, снимается с подложки 5 30 химическим методом (растворением кобальтового слоя 6 в кислоте) или используется вместе с подложкой 5 и слоем кобальта 6.

Заявленная полезная модель была апробирована в ресурсном центре «Физические методы исследования поверхности» Научного парка Санкт-Петербургского государственного университета (СПбГУ).

35 Конкретные примеры реализации приведены ниже:

Пример 1.

40 Устройство для получения структурированного графена, в котором в качестве вакуумной камеры 1 использовалась подготовительная камера модуля фотоэлектронной спектроскопии научно-исследовательской станции «платформа Нанолаб» с имеющейся системой откачки и контроля вакуума 2. В течение всего времени вакуум поддерживался на уровне 10^{-8} - 10^{-10} мбар. В качестве нагревателя 3 использовалось устройство нагрева образцов данного модуля, на котором сверху была размещена подложка 5, выполненная из высокоориентированного пиролитического графита в виде прямоугольной пластины 45 размером 15*15*2 мм. На подложку 5 предварительно методом физического осаждения был нанесен каталитический слой 6, состоящий из кобальта и имеющий толщину 20 нм.

Работа устройства апробировалась следующим образом. Нагреватель 3 подключался к регулируемому источнику питания 4 и нагревался до температуры 350°C. Через 15

минут источник питания нагревателя 4 выключался, и нагреватель 3 с закрепленной на нем подложкой 5 с нанесенным кобальтовым слоем 6 охлаждался естественным образом до комнатной температуры.

После окончания работы устройства, с нагревательного элемента 3 снималась графитовая подложка 5 (с нанесенным каталитическим слоем 6 и сформировавшимся на поверхности графеном) и помещалась в аналитическую камеру фотоэлектронного спектрометра. По результатам анализа, проведенного методами рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии и дифракции медленных электронов, было подтверждено формирование на поверхности каталитического слоя 6 однослойного структурированного графена.

Пример 2.

Устройство для получения структурированного графена, отличающееся от примера 1 тем, что в качестве графитовой подложки 5 использовался монокристаллический графит размером $10*8*0,2$ мм, а толщина каталитического слоя кобальта 6 составляла 14 нм.

Работа устройства апробировалась в той же последовательности действий, как и в приведенном выше примере 1. После достижения в вакуумной камере 1 вакуума порядка $1*10^{-9}$ мбар, нагреватель 3 подключался к источнику питания 4 и нагревал подложку 5 (с нанесенным каталитическим слоем 6) до температуры 450°C . Через 15 минут после достижения заданной температуры источник питания нагревателя 4 выключался и устройство охлаждалось до комнатной температуры.

После этого подложка 5 снималась с нагревателя 3, и проводился анализ поверхности каталитического слоя 6. По результатам анализа, проведенного методом дифракции медленных электронов, было подтверждено формирование на поверхности каталитического слоя 6 структурированного графена, все домены которого были ориентированы в одном направлении.

Пример 3.

Устройство для получения структурированного графена, отличающееся от примера 1 тем, что графитовая подложка 5 была выполнена в виде высокоориентированного пиролитического графита в виде прямоугольной пластины размером $20*20*1$ мм, а толщина каталитического слоя кобальта 6 составляла 8 нм.

Работа устройства апробировалась в той же последовательности действий, как и в приведенных выше примерах 1 и 2. После достижения в вакуумной камере 1 вакуума порядка $1*10^{-9}$ мбар, нагреватель 3 подключался к источнику питания 4 и нагревал подложку 5 (с нанесенным каталитическим слоем 6) до температуры 400°C . Через 20 минут после достижения заданной температуры источник питания нагревателя 4 выключался, и устройство охлаждалось до комнатной температуры.

После этого подложка 5 снималась с нагревателя, и проводился анализ поверхности каталитического слоя 6. По результатам анализа, проведенного методом дифракции медленных электронов, было подтверждено формирование на поверхности каталитического слоя 6 структурированного графена.

Как видно из приведенных примеров, заявленное устройство позволяет получить графен с упорядоченной структурой (т.е. малым количеством доменов на единицу площади) за счет реализации более простого технологического процесса. Поскольку источником атомов углерода для формирования графена служит графитовая подложка с нанесенным каталитическим слоем кобальта, то это исключает необходимость в использовании углеродсодержащих газов и высоких температур. Графен, полученный с использованием заявленной полезной модели, обладает высокой подвижностью

носителей заряда за счет малого количества доменов на единицу площади. Такой графен можно использовать в качестве базового компонента для производства логических элементов нанoeлектроники и спинтроники (таких как графеновый спиновый фильтр, полевой транзистор).

5 Список использованной литературы

1. Патент CN 108383113.
2. Патент JP 5959990.
3. Патент RU 2688839 (прототип).

10 (57) Формула полезной модели

Устройство для получения графена, содержащее вакуумную камеру с системой откачки и контроля давления, нагревательный элемент и источник питания нагревателя, отличающееся тем, что на нагревательном элементе установлена графитовая подложка толщиной от 0,2 мм до 2 мм, на которую нанесен каталитический слой кобальта

15 толщиной от 8 нм до 20 нм.

20

25

30

35

40

45

