

УДК 621.315.612

В.О. Крейсон (асп. каф. ЭИКиК), Ю.А. Полонский, д.т.н., проф.

ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТЬ КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ КАРБИДА КРЕМНИЯ И НИТРИДА АЛЮМИНИЯ

Работа посвящена исследованиям высокотемпературных бескислородных керамических материалов с температурой плавления (разложения) более 2400 °С.

Нитрид алюминия (AlN) является материалом, который становится все более востребованным современной техникой благодаря таким своим свойствам, как большая теплопроводность при низкой электропроводности, высокое сопротивление тепловому удару, высокая допустимая температура эксплуатации (до 1800°С в бескислородной среде). Диэлектрические свойства AlN позволяют отнести его к высококачественным диэлектрикам, в том числе пригодным для сверхвысококачественного диапазона. Согласно [1] при частоте около 95 ГГц и 20 °С нитрид алюминия имеет относительную диэлектрическую проницаемость, равную 8,3, при тангенсе угла диэлектрических потерь $4 \cdot 10^{-4}$. Особую ценность представляет сравнительно редкое для диэлектриков сочетание (при 20 °С) высокой теплопроводности (в зависимости от примененной технологии и добавок – от 80 до 270 Вт/(м•К)) и низкой электропроводности (около 10^{-11} См/м). При этом нитрид алюминия, в отличие от оксида бериллия, имеющего подобное сочетание свойств, является нетоксичным материалом. Это обуславливает повышенный интерес электротехники и, особенно, радиоэлектроники к нитриду алюминия как к материалу, потенциально пригодному для изготовления электроизоляционных теплопроводов для электронных приборов с большим тепловыделением [2].

Свойства керамических материалов, к которым относится AlN, резко зависят от способа производства и качества исходного сырья. Высокая температура разложения, присущая нитриду алюминия и равная 2500 °С, затрудняет процесс спекания соответствующей керамики, усложняет технологический процесс. В настоящей работе для изготовления образцов нитрида алюминия был применен способ горячего прессования в среде азота. Исходные порошки нитрида алюминия были двух типов по гранулометрическому составу при одинаковом химическом составе (более 99,9% AlN). Образцы типа А имели средний размер частиц 6,1 мкм (от 0,8...0,9 до 12 мкм), образцы типа В — 4 мкм (от 0,6...0,7 до 10 мкм). Порошки были подвергнуты формованию с помощью гидростатического пресса при давлении 500МПа при 20 °С. Полученные заготовки образцов затем были обожжены в печи СШВЭЛ-2 с вольфрамовыми нагревателями в азотной среде при температуре 1900 °С в течение 1 часа со скоростью нагрева и охлаждения 450 °С/ч. После обжига можно было отметить, что механическая прочность спеченных образцов типа В оказалась более высокой, чем образцов типа А. Поэтому для дальнейших исследований были выбраны образцы типа В, имевшие кажущуюся плотность $2,3 \text{ г/см}^3$, что составляет около 0,7 от теоретической плотности. Образцы имели вид диска со средними размерами: диаметр 23 мм, толщина 4,5 мм. Для измерений удельного объемного электросопротивления (ρ) торцевые поверхности образцов тщательно шлифова-

лись, и на них наносилась алюминиевая фольга, притиравшаяся к образцу с помощью тонкого слоя конденсаторного вазелина. Определение ρ выполнялось на постоянном токе с помощью установки, состоявшей из тераомметра Е6-13-А с встроенным источником питания и измерительной ячейки (с латунными электродами), размещенной в термостате. Согласно результатам измерений удельное электрическое сопротивление исследованного нитрида алюминия составило (Ом·м): $1,8 \cdot 10^{12}$ и $7,8 \cdot 10^9$ при 20 и 100 °С, соответственно.

Карбид кремния (SiC) имеет широкое применение в технике вследствие уникального комплекса свойств: регулируемой электропроводности, что позволяет использовать его как в полупроводниковых электронных приборах, так и в высокотемпературных электронагревателях; высокой твердости и теплопроводности; низкого температурного коэффициента расширения; высокого сопротивления окислению при $T < 1500$ °С. Эти свойства стимулируют разработку широкого класса материалов на основе SiC, включая материалы как конструкционного, так и электротехнического назначения. Одним из таких материалов является полученная методом активированного спекания керамика SiC-Al₂O₃-Y₂O₃, содержащая 15 % (Al₂O₃-Y₂O₃) и обладающая высокими прочностными свойствами [3].

Для определения удельной электропроводности (γ) SiC-Al₂O₃-Y₂O₃ были выбраны два метода измерений. Первый — измерение γ непосредственно с помощью тераомметра. Это вполне допустимо, так как мы имеем дело с высокоомным полупроводником. Для определения γ данным методом был изготовлен образец в виде прямоугольного параллелепипеда размером $3,8 \times 5,3 \times 2,2$ мм³, боковые поверхности которого были покрыты тонким слоем серебряной пасты, вожженной в поверхность образца при температуре 600 °С, 1ч с последующей выдержкой при температуре 300 °С, 1ч. Измерения с помощью тераомметра проводились с некоторыми вариациями: измерения при непрерывном нагреве и измерения при ступенчатом нагреве. В первом случае использовалась методика, приведенная в [4]. Измерения были выполнены в интервале от -180 °С до 350 °С. Во втором случае измерения производились в интервале 20...700 °С с использованием никелевых электродов.

В качестве второго метода был выбран четырехзондовый метод измерений. С этой целью были изготовлены три образца в виде прямоугольных параллелепипедов со средними размерами $3,3 \times 13,5 \times 2,5$ мм³. На поверхность образцов тонким слоем серебряной пасты были нанесены контактные точки, расстояние между которыми фиксировалось. Серебряная паста вжигалась в поверхность испытуемого материала при температуре 600 °С, 1ч. Величина тока, проходящего через образец, в процессе измерений поддерживалась постоянной при помощи сопротивления в 15 МОм и была равной 1мкА. Разность потенциалов между зондами 2 и 3 измерялась с помощью потенциометра постоянного тока ПП-63. Для компенсации измеряемой разности потенциалов на потенциальные зонды подавалось регулируемое напряжение, равное 15В. Для проведения измерений при повышенной температуре (до 200 °С) образец вместе с зондовым устройством был помещен в нагреваемую камеру, температура которой регулировалась блоком управления МВУ-41К с точностью до 0,5 °С. В результате измерений по знаку термо-э.д.с. было установлено, что материал SiC-Al₂O₃-Y₂O₃ имеет проводимость р-типа и является, таким образом, дырочным полупроводником. Энергия активации примесной проводимости составила $0,49 \pm 0,02$ эВ. Ширина запрещенной зоны (W), определенная по $\gamma_{\text{собств}}(T)$, равна $2,4 \pm 0,2$ эВ. Полученные результаты находятся в удовлетворитель-

ном согласии (с учетом состава исследованной керамики) с данными для монокристалла SiC, где, согласно [5], $W=3,1\pm 0,2$ эВ

Исследования выполнены в рамках гранта по фундаментальным исследованиям в области технических наук Министерства образования РФ (ТОО-1,5-3044; 2001 г.).

ЛИТЕРАТУРА:

1. Komiyama B., Kiyokawa M., Matsui T. Open Resonator for Precision Dielectric Measurements in the 100 GHz Band // IEEE Transactions. 1991. Vol. MTT-39. No. 10. P. 1792-1796.
2. Frauson P. Aluminium Nitride Plant to be Built by Dow Chemical // American Ceramic Society Bulletin. 1993. Vol. 72. No. 10. P. 26-27.
3. Орданьян С.С., Арцутанов Н.Ю., Чупов В.Д. Активированное спекание керамики на основе SiC и ее механические свойства // Огнеупоры и техническая керамика. 2000. № 11. С. 8-11.
4. Крейсон В.О. Электрофизические свойства материала на основе SiC-Al₂O₃-Y₂O₃ // Материалы Российской науч.-практич. конф. молодых специалистов “Проблемы создания и эксплуатации электрических машин, электрофизической аппаратуры и высоковольтной техники” (Санкт-Петербург, 31 окт. 2001).- СПб: Изд-во СПбГТУ, 2001. С. 98-99.
5. Карбид кремния // Добролеж С.А. и др. Киев: Гостехиздат УССР, 1963. – 315 с.