

Механизм протекания тока в композитной алюмохромной керамике при ее электронно-лучевом спекании в форвакууме

© А.А. Зенин,¹ И.Ю. Бакеев,¹ А.В. Долгова,¹ А.С. Климов,¹ Е.М. Окс^{1,2}

¹Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники,
634050 Томск, Россия

²Институт сильноточной электроники СО РАН,
634055 Томск, Россия
e-mail: zenin1988@gmail.com

Поступило в Редакцию 29 августа 2022 г.

В окончательной редакции 13 декабря 2022 г.

Принято к публикации 14 декабря 2022 г.

Показано, что при электронно-лучевом спекании порошковых компонентов композитной $\text{Al}_2\text{O}_3\text{—Cr}$ -керамики в форвакуумной области давлений величина тока, протекающего через образец, зависит как от процентного содержания хрома, так и от температуры образца. При достижении некоторой температуры на процесс протекания тока оказывает влияние термоэлектронная эмиссия с поверхности образца. Наряду с ионами из пучковой плазмы, заметный вклад в процесс нейтрализации зарядки керамической поверхности электронным пучком вносит ток термоэлектронной эмиссии, который обеспечивает снижение абсолютного значения отрицательного потенциала поверхности образца, что, в конечном итоге, способствует повышению эффективности передачи энергии от электронного пучка к образцу.

Ключевые слова: электронно-лучевое облучение оксидной керамики, электропроводность, алюмооксидная керамика, хром, композит, электронный пучок, форвакуум.

DOI: 10.21883/JTF.2023.02.54506.210-22

Введение

Среди множества новых конструкционных материалов особое место занимают композиты на основе оксидных керамик [1]. Алюмооксидная керамика благодаря своим механическим свойствам, химической стойкости и высокой рабочей температуре, а главное — простоте изготовления и относительной дешевизне и нашла применение в различных устройствах. Однако присущая алюмооксидной керамике высокая хрупкость ограничивает возможность ее более широкого использования. Снизить хрупкость возможно путем создания на основе такой керамики композитных материалов, например, при добавке металла с близкими теплофизическими параметрами. К одним из таких перспективных материалов можно отнести композит алюмооксидной керамики с хромом [2–4]. Композиты на основе $\text{Al}_2\text{O}_3\text{—Cr}$ обладают высокой механической прочностью и характеризуются высокой стойкостью к окислению даже при достаточно высоких температурах, достигающих величины порядка 1400°C [5]. Такие композиты получают в процессе спекания порошковых компонентов в вакуумных печах при температурах $1400\text{—}1600^\circ\text{C}$ [6,7]. В последнее время активно развиваются альтернативные методы, такие, как Spark Plasma Sintering (SPS) [8], Selective Laser Sintering (SLS) [9], ультразвуковое спекание [10], а также электронно-лучевое спекание [11–13].

При электронно-лучевом спекании диэлектрических порошков возникает проблема нейтрализации заряда на обрабатываемой поверхности [14]. Применение так на-

зываемых форвакуумных плазменных источников электронов, работающих в диапазоне давлений от единиц до сотни паскаль, позволяет проводить электронно-лучевую обработку диэлектриков, в том числе и спекание порошков, без применения специальных средств компенсации поверхностного заряда [15]. Мощностью электронного пучка, используемого для этого метода, а также его положением в пространстве достаточно легко управлять. Это позволяет осуществлять локальный нагрев или нагрев по заданной площади практически любых материалов. Ранее нами была показана принципиальная возможность осуществления электронно-лучевого спекания алюмооксидной [16] и циркониевой [12] керамик, а также керамики на основе карбида кремния [17]. При спекании керамики на основе карбида кремния был исследован процесс протекания тока через образец и приведены простые соображения по влиянию теплофизических параметров керамики на величину этого тока. В случае керамического композита, содержащего металл, величина тока, протекающего по объему образца, может быть существенно выше, а его максимальные значения зависят от процентного соотношения керамика—металл. Протекание тока при электронно-лучевом облучении металлокерамического композита может существенно изменить условия стекания заряда с облучаемой поверхности. Одновременно с этим установившийся на поверхности облучаемого композита отрицательный потенциал может иметь более низкие абсолютные значения. Это ослабляет торможение электронного пучка и соответственно повышает эффективность передачи

энергии образцу при его электронно-лучевой обработке. Важно отметить, что протекающий по объему спекаемого образца электрический ток в результате джоулевого нагрева может оказать заметное положительное влияние непосредственно на процесс спекания. Отмеченные обстоятельства послужили основанием для проведения исследований процессов протекания тока в композитной алюмохромной керамике при ее электронно-лучевом спекании с использованием форвакуумных плазменных источников электронов.

1. Экспериментальная установка

Для исследования процесса протекания тока при электронно-лучевом спекании компактированных образцов из порошков хрома и оксида алюминия использовалась установка, схема которой представлена на рис. 1. Форвакуумный плазменный электронный источник 1 на основе тлеющего разряда с полым катодом [15,18] устанавливался на верхнем фланце вакуумной камеры 2. Вакуумная камера откачивалась с помощью механического пластинчато-роторного насоса BocEdwards E2M80. Скорость откачки насоса обеспечивала необходимое давление при большом газоотделении, имеющем место при электронно-лучевом нагреве керамического образца 7. После достижения давления 2–3 Ра в вакуумную камеру напускался гелий высокой чистоты (99.99%) до рабочего давления 30 Ра. Гелий обеспечивал чистоту проведения технологической операции электронно-лучевого нагрева и наибольшую электрическую прочность ускоряющего промежутка плазменного источника электронов по сравнению с другими инертными газами.

Для изготовления металлокерамических спекаемых образцов (диск толщиной 3 мм и диаметром 10 мм) использовались порошки алюмооксидной керамики и хрома со средними размерами зерен 20 мкм. Молярное соотношение используемых в экспериментах порошковых компонентов было следующим: 100% Al_2O_3 –0% Cr; 75% Al_2O_3 –25% Cr; 50% Al_2O_3 –50% Cr; 25% Al_2O_3 –75% Cr. Для компактирования образцов применялось одноосное прессование порошков на гидравлическом прессе давлением 115 МПа с выдержкой под давлением 5 мин.

Измерение тока через образец в процессе нагрева осуществлялось с использованием специальной оснастки (рис. 1). Спекаемый образец 7 располагался на токоизмерительном электроде 8. Для минимизации возможности попадания электронного пучка 6 и пучковой плазмы на токоизмерительный электрод образец располагался в керамическом основании 9. Защита токоизмерительного электрода от высокоэнергичных электронов пучка обеспечивалась массивным металлическим экраном 11 с центральным отверстием для прохождения пучка и графитовой диафрагмой 10, установленной в этом отверстии. Графитовая диафрагма предназначена для коллимации электронного пучка и исключения его

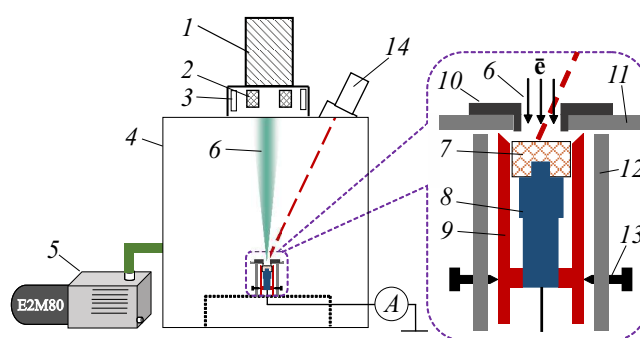


Рис. 1. Схема экспериментальной установки: 1 — плазменный источник электронов, 2 — блок фокусировки, 3 — система отклонения и развертки электронного пучка, 4 — вакуумная камера, 5 — пластинчато-роторный насос, 6 — электронный пучок, 7 — спекаемый образец, 8 — токоизмерительный электрод, 9 — керамическое основание, 10 — графитовая диафрагма, 11 — массивный металлический экран, 12 — защитный экран, 13 — винты юстировки и фиксации керамического основания, 14 — пирометр.

попадания на токоизмерительный электрод 8 и керамическое основание 9. Диаметр отверстия в графитовой диафрагме на 2 мм меньше диаметра образца. Следует отметить, что между спекаемым образцом композитной керамики и графитовой диафрагмой, установленной на массивном металлическом экране, имеется зазор 1 мм, обеспечивающий как электро- так и тепловую изоляцию образца. Для исключения протекания тока через керамическое основание между ним и образцом также имеется зазор. К тому же геометрия керамического основания позволяет исключить протекание тока по поверхности керамики при ее нагреве до высоких температур. Для юстировки всей оснастки в конструкции предусмотрены винты 13. Для исключения влияния плазменных и вторичных электронов на результаты измерений в конструкции предусмотрен защитный экран 12.

Для спекания образца применялся сфокусированный электронный пучок диаметром порядка 5 мм в области попадания на образец. В экспериментах ускоряющее напряжение, задающее энергию электронов пучка, устанавливалось на уровне 10 кВ, а ток электронного пучка плавно увеличивался от 20 до 100 мА. Плотность мощности пучка при этом изменялась от 1 до 4 кВт/см². Для обеспечения равномерного нагрева всей поверхности исследуемых образцов сфокусированный и ускоренный пучок электронов разворачивался в растр 15 × 15 мм с частотой сканирования 100 Hz. При данных условиях эксперимента видимого распыления графитовой диафрагмы 8 не наблюдается ввиду низкой удельной плотности мощности электронного пучка. Для измерения температуры облучаемой электронным пучком поверхности образца в процессе спекания использовался инфракрасный пирометр RAYTEK 1МН с диапазоном

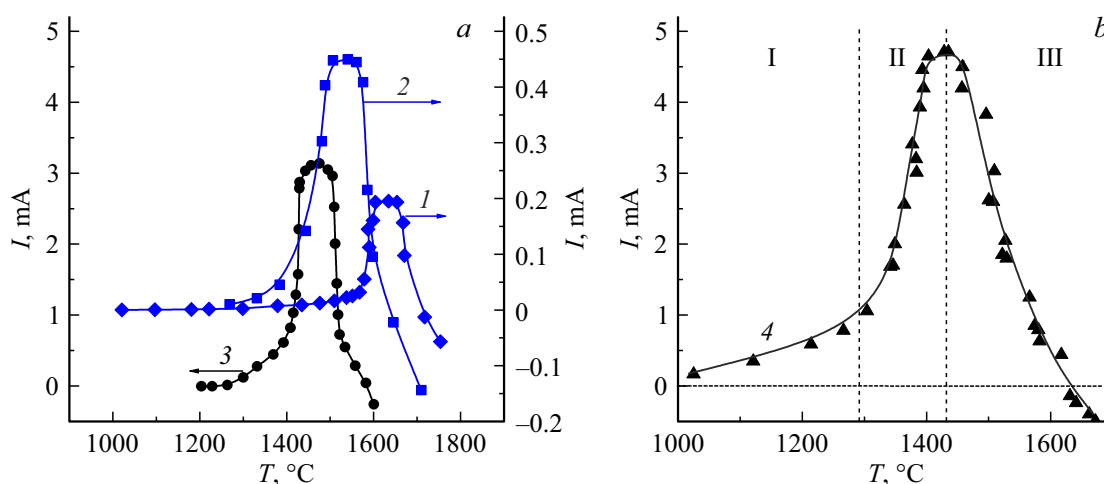


Рис. 2. Зависимость тока от температуры поверхности образца в процессе его электронно-лучевого облучения: *a* — образцы 1–3, *b* — образец 4 с обозначением характерных областей. Состав образцов: 1 — 100% Al_2O_3 –0% Cr; 2 — 75% Al_2O_3 –25% Cr; 3 — 50% Al_2O_3 –50% Cr; 4 — 25% Al_2O_3 –75% Cr.

измерения от 550 до 3000°C, соединенный с компьютером для сбора данных. Ток, протекающий через образец, измерялся амперметром.

2. Результаты эксперимента и их анализ

Для снижения термических напряжений, возникающих в керамике за счет ее низкой теплопроводности, нагрев прессованных образцов осуществлялся плавно в течение 20 min. На всем протяжении нагрева измерялся ток, протекающий через образец. На рис. 2 приведены зависимости величины тока, протекающего через металлокерамические образцы, от температуры поверхности для образцов с различным содержанием хрома.

На представленных зависимостях можно выделить три области, отличающиеся характером изменения тока от температуры. Область I соответствует относительно низкой температуре, величина тока через образец при таких температурах мала и составляет не более 5% от максимальной величины тока для образца соответствующего состава. Так, например, для образца без хрома — 100% Al_2O_3 — величина тока в области I не превышает 10 μA при максимуме в процессе дальнейшего нагрева порядка 0.2 mA. С увеличением количества хрома в образце величина тока в области I повышается и доходит до 1 mA при температуре 1200–1250°C (рис. 2, *b*). Далее следует область II значительно более резкого роста тока до насыщения.

Начало резкого возрастания тока и его величина в максимуме зависят от содержания хрома в образце. Чем выше содержание хрома, тем больше величина тока в максимуме и тем раньше начинается рост тока через образец. Для образца Al_2O_3 без добавления хрома значительный рост тока заметен при температуре более

1550°C, тогда как для образца с содержанием 75% хрома рост тока начинается уже с 1000°C. Для образцов всех составов рост тока выходит на насыщение, и далее наблюдается резкое уменьшение протекающего тока вплоть до смены его знака (область III).

Одной из наиболее вероятных причин снижения величины тока и смены его направления является термоэлектронная эмиссия с поверхности исследуемых образцов. Ток термоэлектронов направлен противоположно току электронного пучка и имеет сильную зависимость от температуры, определяемую известным соотношением Ричардсона–Дэшмана [19]:

$$j_T = A_0 \cdot T^2 \cdot \exp\left(-\frac{\phi_v}{k \cdot T}\right), \quad (1)$$

где A_0 — термоэмиссионная постоянная, $120 \cdot 10^4 \text{ A}/(\text{m}^2 \cdot \text{K}^2)$, T — температура образца, ϕ_v — работа выхода электронов.

На рис. 3 представлена экспериментальная зависимость $\ln(I/T^2)$ от $1/T$ для образца с 50% содержанием хрома. Для построения зависимости выбран диапазон от 1520 до 1600°C на спадающем участке зависимости тока через образец от температуры.

Возможность построения прямой зависимости $\ln(I/T^2)$ от $1/T$ (рис. 3), наряду с фактом плавного снижения величины тока при выключении электронного пучка и остывания образца, является свидетельством наличия термоэлектронной эмиссии с поверхности спекаемого образца. При этом, как следует из экспериментальных данных на рис. 3, работа выхода композитного образца 50% Al_2O_3 –50% Cr составляет порядка 1.1–1.2 eV.

Объяснение наблюдаемых зависимостей роста тока от температуры может быть следующим. На участке I (рис. 2, *b*) величина тока мала, поскольку керамический компонент композита, являясь диэлектриком, слабо

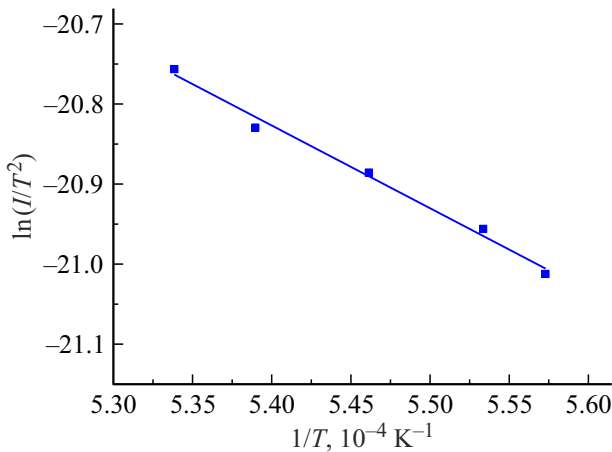


Рис. 3. Зависимость $\ln(I/T^2)$ от $1/T$ для образца 50% Al_2O_3 –50% Cr.

проводит электрический ток при низких температурах. Имеющиеся в составе композита частицы хрома расположены дискретно и не оказывают влияния на электропроводность композита. С ростом температуры, как известно, электропроводность диэлектриков повышается, что может приводить к росту протекающего через объем образца тока. Величину тока, возникающего за счет электропроводности, можно оценить по соотношению

$$I = \gamma ES = \gamma \frac{\Delta U}{h} S, \quad (2)$$

где γ — электропроводность, [S/m]; E — напряженность поля в образце, [V/m]; S — площадь основания образца, [м²]; ΔU — потенциал на поверхности, [V]; h — толщина образца.

Напряженность поля в первом приближении представлена как отношение потенциала на поверхности образца к его толщине. Ввиду малого диаметра образца изменение потенциала по его поверхности можно не учитывать.

Исходя из (2), ток, протекающий через керамический образец, если не принимать в расчет некоторую усадку и соответственно изменение размеров при спекании образца, зависит от электропроводности и потенциала на его поверхности. Причем можно с большой долей уверенности утверждать, что, поскольку оксид алюминия является по своей природе диэлектриком, электропроводность образцов γ с повышением температуры растет по экспоненциальному закону. Зависимость же потенциала ΔU и соответственно напряженности E от температуры могут быть рассчитаны, исходя из баланса токов через образец и баланса частиц пучковой плазмы, с которой происходит частичная компенсация зарядки электронным пучком спекаемой поверхности.

Модель процесса формирования потенциала на поверхности облучаемого образца и тока, протекающего через его объем при электронно-лучевом спекании,

построена для следующих условий: металлокерамический образец представляет собой цилиндр диаметром $d = 10 \text{ mm}$ и толщиной $h = 3 \text{ mm}$ из керамики на основе смеси Al_2O_3 –Cr. Электронный пучок с энергией электронов $E_0 = 5 \text{ keV}$ и диаметром d_b облучает плоскую поверхность образца. Электроны пучка, ввиду низкой электропроводности образца, накапливаются на облучаемой поверхности, что приводит к снижению ее потенциала на величину ΔU относительно заземленного держателя и необлучаемой поверхности. Распространение электронного пучка в вакуумной камере сопровождается ионизацией газа и формированием пучковой плазмы. Ионы этой плазмы ускоряются в слое, отделяющем пучковую плазму и поверхность образца, и попадают на образец, частично компенсируя накапливаемый от электронов пучка заряд. Кроме того, рождение частиц происходит за счет ионизации атомов газа вторичными электронами с поверхности образца и термоэлектронами с его нагретой поверхности. Также вклад в ионизацию вносят отраженные от образца электроны пучка. Потенциал пучковой плазмы ϕ_p , как правило, не превышает нескольких вольт, что значительно ниже возможного значения потенциала на поверхности облучаемого образца. Для упрощения расчетов ϕ_p принимался равным нулю и, таким образом, разность потенциалов между пучковой плазмой и облучаемой поверхностью принималась численно равной потенциалу облучаемой поверхности U относительно потенциала вакуумной камеры. Баланс токов представлен на рис. 4.

Ток, проходящий через образец, определяется током пучка электронов I_b , током вторичной электронно-электронной эмиссии $\sigma_{se} \cdot I_b$, током термоэмиссии электронов I_T , током ионов, вытянутых из плазмы I_i , и током вторичной ион-электронной эмиссии $\sigma_{si} \cdot I_i$:

$$I = I_b - \sigma_{se} \cdot I_b - I_T - I_i - \sigma_{si} \cdot I_i, \quad (3)$$

где σ_{se} — коэффициент вторичной электронно-электронной эмиссии; σ_{si} — коэффициент вторичной ионно-электронной эмиссии.

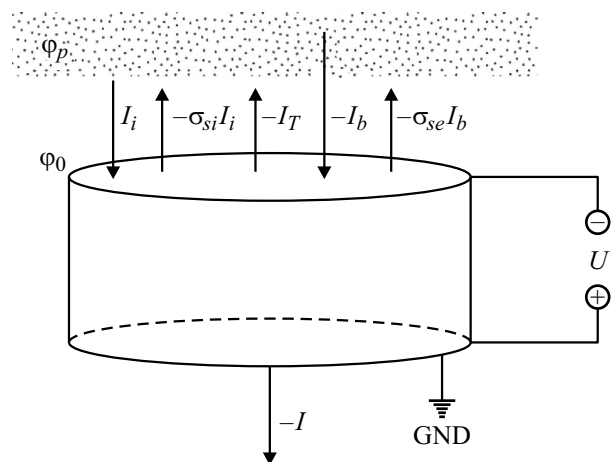


Рис. 4. Баланс токов при облучении керамического образца электронным пучком.

Значение тока пучка определяется режимом облучения и для непрерывного режима составляло $I_b = 30\text{--}100\text{ мА}$.

Плотность тока термоэмиссии j_T рассчитывалась по формуле Ричардсона–Дешмана (1) [19]. Для каждого состава образца работа выхода рассчитывалась пропорционально содержанию каждого компонента.

Плотность тока ионов j_i из плазмы определяется по формуле Бома [20]:

$$j_i = 0.4 \cdot e \cdot n_p \sqrt{\frac{2 \cdot k \cdot T}{m_i}} \quad (4)$$

где n_p — концентрация ионов в плазме; $T_e = 11600\text{ К}$ — температура электронов; $m_i = 6.65 \cdot 10^{-27}\text{ кг}$ — масса иона гелия.

Ввиду достаточно большой мощности электронного пучка и интенсивного теплового излучения, зондовые измерения возможны лишь на значительном удалении от оси пучка. Измеренная в этом случае концентрация плазмы будет существенно отличаться от концентрации плазмы вблизи образца. Ввиду невозможности проведения таким образом прямых измерений концентрации плазмы, приведены расчетные оценки, позволяющие сделать выводы о балансе токов, поступающих на образец. Для нахождения концентрации плазмы необходимо учесть следующие условия: ионы рождаются в плазме за счет ионизации газа электронами пучка, вторичными электронами (появляются за счет электронно-электронной и ионно-электронной эмиссии) и термо-электронами. Ионы уходят из плазмы на спекаемый образец и за счет амбиполярной диффузии на стенки камеры в радиальном направлении. Баланс ионов в плазме может быть записан следующим образом:

$$v_{ib} \cdot n_b + v_{is} \cdot (n_{se} + n_{si} + n_T) = \frac{j_i \cdot S}{q_i} \cdot V + D_a \frac{n_p}{L_e^2}, \quad (5)$$

где v_{ib} — частота ионизации электронами пучка; n_b — концентрация электронов пучка в плазме; v_{is} — частота ионизации вторичными электронами; $n_{se} = \frac{I_b \sigma_{se}}{eS} \sqrt{\frac{m_e}{2eU}}$ — концентрация вторичных электронов в плазме, образовавшихся за счет электронно-электронной эмиссии; $n_{si} = \sigma n_p$ — концентрация вторичных электронов в плазме, образовавшихся за счет ионно-электронной эмиссии; n_T — концентрация термо-электронов в плазме; q_i — заряд иона; V — объем плазмы, численно равный объему пространства, занимаемого электронным пучком; D_a — коэффициент амбиполярной диффузии; $L_e = \frac{d_b}{\sqrt{2.4}}$ — диффузионная длина [16].

Частота ионизации электронами пучка v_{ib} является функцией ускоряющего напряжения U_a :

$$v_{ib} = n_a \cdot \sigma_i(U_a) \cdot v(U_a), \quad (6)$$

где n_a — концентрация молекул газа; $v(U_a)$ — скорость электронов пучка.

Частота ионизации вторичными электронами v_{is} является функцией потенциала облучаемой поверхности образца U :

$$v_{is} = n_a \cdot \alpha \cdot (U - U_i) \cdot \exp\left(-\frac{U - U_i}{\beta}\right) \cdot v(U), \quad (7)$$

где $U_i = 24.5\text{ эВ}$ — потенциал ионизации для гелия α , β — параметры, зависящие от рода газа, для гелия $\alpha = 0.65 \cdot 10^{-22}\text{ м}^2/\text{эВ}$, $\beta = 160\text{ В}$.

Концентрация электронов пучка может быть определена как

$$n_b(U_a) = \frac{4 \cdot I_b \cdot \sqrt{m_e}}{\pi \cdot d_b^2 \cdot e \cdot \sqrt{2 \cdot e \cdot U_a}}, \quad (8)$$

где m_e — масса электрона.

Аналогично может быть определена концентрация термоэлектронов в плазме:

$$n_t(U) = \frac{4 \cdot I_T \cdot \sqrt{m_e}}{\pi \cdot d^2 \cdot e \cdot \sqrt{2 \cdot e \cdot U}}. \quad (9)$$

Коэффициент амбиполярной диффузии D_a , учитывая, что подвижность ионов существенно меньше подвижности электронов $\mu_i \ll \mu_e$:

$$D_a = \frac{\mu_i}{e} \cdot k \cdot (T_e + T_i). \quad (10)$$

Подставив выражение (4) в выражение (5), с учетом (6)–(10) можно выразить концентрацию ионов в плазме:

$$n_p = L_e^2 \cdot \sqrt{m_i} \cdot \frac{v_{ib} \cdot n_b + v_{is}(U) \cdot (n_s(U) + n_T(U))}{0.43 \cdot S \cdot L_e^2 \cdot \sqrt{2 \cdot k \cdot T_e} + D_a \cdot \sqrt{m_i}} \cdot V. \quad (11)$$

Ток, проходящий через образец, определяется электропроводностью, зависимость которой от температуры в большей степени определяется температурной зависимостью концентрации носителей заряда [21]:

$$\gamma = \gamma_0 \cdot \exp\left(-\frac{\Delta E}{2 \cdot k \cdot T}\right), \quad (12)$$

где γ_0 — проводимость; ΔE — энергия активации проводимости.

Таким образом, плотность тока, проходящего через образец за счет электропроводности:

$$j_\gamma = \gamma_0 \cdot \frac{U}{h} \cdot \exp\left(-\frac{\Delta E}{2 \cdot k \cdot T}\right). \quad (13)$$

Учитывая уравнения (11)–(13), баланс токов можно записать в общем виде:

$$\begin{aligned} \gamma_0 \cdot \frac{U}{h} \exp\left(-\frac{\Delta E}{2 \cdot k \cdot T}\right) &= (1 - \sigma_{se}) \cdot j_b - (1 + \sigma_{si}) \cdot 0.43 \cdot e \\ &\times L_e^2 \cdot \sqrt{2 \cdot k \cdot T_e} \frac{v_{ib} \cdot n_b + v_{is}(U) \cdot (n_s(U) + n_T(U))}{0.43 \cdot S \cdot L_e^2 \sqrt{2 \cdot k \cdot T_e} + D_a \cdot \sqrt{m_i}} \cdot V \\ &- A_0 \cdot T^2 \cdot \exp\left(-\frac{\Phi_v}{k \cdot T}\right). \end{aligned} \quad (14)$$

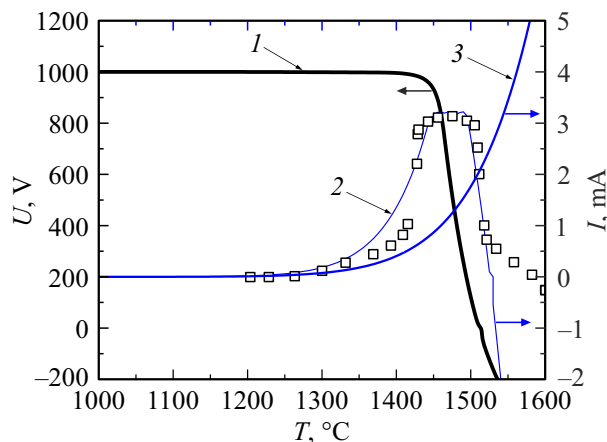


Рис. 5. Расчетные зависимости потенциала (1), силы тока через образец (2) и тока термоэмиссии (3) для состава образца 50% Al_2O_3 –50% Cr. Экспериментальные значения тока представлены точками.

Поскольку в явном виде из выражения (14) потенциал выразить невозможно, расчет потенциала осуществлялся приближенным методом дихотомии. Точность решения задавалась не хуже 0.1 V. Содержание хрома в образце учитывалось величиной работы выхода. Результат расчета потенциала, силы тока через образец и тока термоэмиссии при энергии электронов пучка 5 keV, токе пучка 30 mA для образца 50% Al_2O_3 –50% Cr представлен на рис. 5.

Как видно, в начальный момент времени отрицательный потенциал поверхности U устанавливается на уровне одного киловольта и остается неизменным до температуры 1400°C. Электроны пучка тормозятся этим потенциалом и достигают спекаемой поверхности с меньшей энергией. При нагреве свыше 1450°C абсолютное значение отрицательного потенциала U начинает заметно уменьшаться. Причина такого снижения потенциала заключается в более быстром возрастании тока с облучаемой поверхности за счет термоэлектронной эмиссии по сравнению с током, протекающим через образец за счет роста электропроводности. Соответствующие такой зависимости потенциала значения протекающего тока также показаны на рис. 5. Как и экспериментальные кривые (рис. 2) эти зависимости содержат участок роста тока, затем выход на насыщение и спад тока. Исходя из зависимости потенциала от температуры, можно сделать вывод, что величина тока определяется потенциалом поверхности, величина которого, в свою очередь, зависит от баланса токов и частиц для соответствующей температуры. И если токи пучка, вторичной электрон-электронной, ион-электронной эмиссии, а также ток упруго отраженных электронов практически не зависят от температуры поверхности, то ток термоэмиссии и электропроводность

заметно изменяются с ростом температуры. Как видно из рис. 4 (кривая 3), при температуре свыше 1400°C ток термоэмиссии с облучаемой поверхности возрастает и при температуре 1540°C становится сравнимым с током через образец за счет электропроводности. Термоэлектроны уносят отрицательный заряд, что приводит к снижению поверхностного потенциала. Уменьшение же потенциала поверхности, согласно (13), даже при неизменной электропроводности приводит к снижению протекающего через образец тока.

Расчетные зависимости тока через образец в зависимости от содержания хрома представлены на рис. 6. Как видно, тенденции изменения величины максимального тока через образец и смещение максимума в область более низких температур совпадают с наблюдаемыми экспериментально.

По зависимости тока, протекающего через образец, возможно определение электрофизических коэффициентов материалов, используемых при облучении. Так, на участке постоянного потенциала (рис. 5) возможно рассчитать энергию активации проводимости.

Зависимость логарифма тока от обратной температуры в диапазоне температур 1300–1420°C для образца 50% Al_2O_3 –50% Cr представлена на рис. 7. В этом диапазоне температур расчетная зависимость потенциала постоянна, и можно утверждать, что рост тока через образец происходит преимущественно за счет повышения электропроводности.

Как видно, точки экспериментальной зависимости укладываются на прямую. Определенная по зависимости на рис. 7 энергия активации проводимости с учетом выражения (13) составила 4.6 ± 0.4 eV. Полученное значение несколько ниже энергии активации чистого оксида алюминия, но, конечно, следует учитывать наличие примеси в виде хрома и то, что эта энергия определяется для порошкового материала.

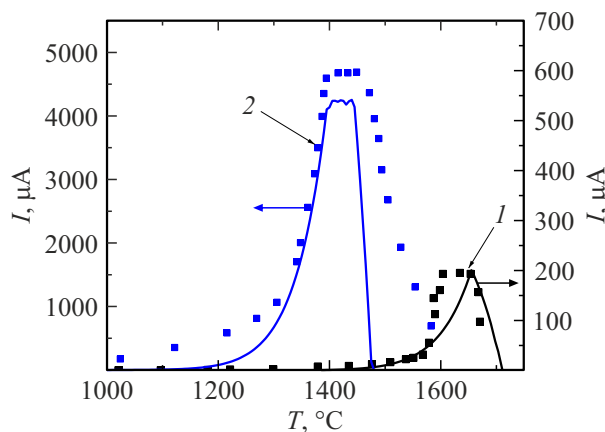


Рис. 6. Расчетные (сплошные) и экспериментальные (точки) зависимости тока от температуры поверхности в процессе электронно-лучевого облучения для образцов различного состава: 1 — 100% Al_2O_3 –0% Cr; 2 — 50% Al_2O_3 –50% Cr.

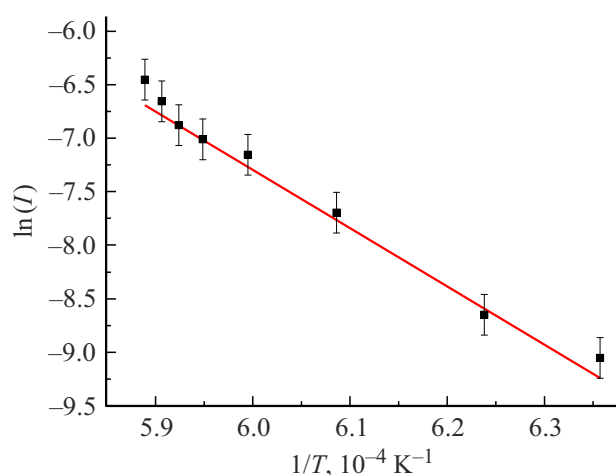


Рис. 7. Зависимость логарифма тока от обратной температуры.

Заключение

Приведенные в работе результаты свидетельствуют о необходимости учета влияния электропроводности и термоэлектронной эмиссии на процессы компенсации заряда электронного пучка при электронно-лучевом спекании компактов из композитной керамики. При нагреве до температур, близких к оптимальной температуре спекания, изменение электрофизических свойств композита оказывает влияние на установившийся потенциал поверхности образца и соответственно на величину тока по объему композита, а также на эффективность передачи энергии пучка облучаемой поверхности. На установление потенциала облучаемой поверхности при нагреве свыше 1200°C существенное влияние оказывает термоэлектронная эмиссия с поверхности образца. Рост термоэмиссионного тока приводит к снижению потенциала до нуля и соответственно прекращению протекания тока по объему за счет электропроводности. Добавление металлического порошка хрома к смеси способствует росту тока через образец при электронно-лучевом облучении, но при этом снижается температура, при которой потенциал на поверхности обращается в нуль и ток через него прекращается. Предложенная модель протекания токов через образец позволяет спрогнозировать изменение потенциала композитной керамики при ее спекании электронным пучком.

Финансирование работы

Работа поддержана грантом FEWM-2020-0038 Министерства науки и высшего образования Российской Федерации.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] J. Huang, P.K. Nayak. *Advances in Nanocomposite Technol.*, **7**, (2011). DOI: 10.5772/17899
- [2] J.L. Guichard, O. Tillement, A. Mocellin. *J. Europ. Ceramic Society*, **18** (12), 1743 (1998).
- [3] D. Osso, O. Tillement, A. Mocellin, G. Le Caer, O. Babushkin, T. Lindback. *J. Europ. Ceramic Society*, **15** (12), 1207 (1995). DOI: 10.1016/0955-2219(95)00096-8
- [4] T.S. Shelvin. *J. American Ceramic Society*, **37** (3), 140 (1954).
- [5] J.L. Guichard, A. Mocellin, M.O. Simonnot, J.F. Remy, M. Sardin. *Powder Technol.*, **99** (3), 257 (1998).
- [6] M. Chmielewski, K. Pietrzak. *J. Europ. Ceramic Society*, **27** (2), 1273 (2007).
- [7] Y. Ji, J.A. Yemans. *J. Mater. Sci.*, **37** (24), 5229 (2002).
- [8] M. Tokita. *Advances Sci. Technol.*, **63**, 322 (2010).
- [9] S.K. Tiwari, S. Pande, S. Agrawal, S.M. Bobade. *Rapid Prototyping J.*, **21** (6), 630 (2015). DOI: 10.1108/RPJ-03-2013-0027.
- [10] O. Khasanov, U. Reichel, E. Dvilis, A. Khasanov. *IOP Conference Series: Mater. Sci. Engineer.*, **18** (8), 082004 (2011). DOI: 10.1088/1757-899X/18/8/082004
- [11] C.N. Sun, M.C. Gupta, K.M. Taminger. *J. American Ceramic Society*, **93** (9), 2484 (2010). DOI:10.1111/j.1551-2916.2010.03832.x
- [12] V. Burdovitsin, E. Dvilis, A. Zenin, A. Klimov, E. Oks, V. Sokolov, O. Khasanov. *Advanced Mater. Res.*, **872**, 150 (2014).
- [13] V.K.V. Pasagada, N. Yang, C. Xu. *Ceramics Intern.*, **48** (7), 10174. DOI: 10.1016/j.ceramint.2021.12.229
- [14] A. Kirchner, B. Klöden, J. Luft, T. Weißgärber, B. Kieback. *Powder Metall.*, **58** (4), 246 (2015). DOI: 10.1179/0032589915Z.0000000000244
- [15] E. Oks. *Plasma Cathode Electron Sources: Physics, Technology, Applications* (Weinheim, Wiley — VCH Verlag GmbH & CO. KGaA, 2006)
- [16] A.S. Klimov, I.Y. Bakeev, E.S. Dvilis, E.M. Oks, A.A. Zenin. *Vacuum*, **169**, 108933 (2019). DOI: 10.1016/j.vacuum.2019.108933
- [17] А.С. Климов, В.А. Бурдовицин, А.А. Зенин, Е.М. Окс, О.Л. Хасанов, Э.С. Двилис, А.О. Хасанов. *Письма ЖТФ*, **41** (15), 69 (2015). [A.S. Klimov, V.A. Burdovitsin, A.A. Zenin, E.M. Oks, O.L. Khasanov, E.S. Dvilis, A.O. Khasanov. *Tech. Phys. Lett.*, **41** (8), 747 (2015). DOI: 10.1134/S1063785015080118]
- [18] A.A. Zenin, I.Y. Bakeev, A.S. Klimov, E.M. Oks. *Plasma Sources Sci. Technol.*, **30** (3), 035007 (2021). DOI: 10.1088/1361-6595/abe175
- [19] S. Dushman. *Reviews of Modern Phys.*, **2** (4), 381. DOI: 10.1103/RevModPhys.2.381
- [20] D. Bohm. *The Characteristics of Electrical Discharges in Magnetic Fields* (McGraw-Hill, NY., 1949), p. 77.
- [21] H. Ibach, H. Lüth. *Semiconductors. In: Solid-State Physics* (Springer, Berlin, Heidelberg, 2009), DOI: 10.1007/978-3-540-93804-0_12