

06;13

## **Особенности зарядовой нейтрализации карбида кремния при спекании электронным пучком в форвакуумной области давлений**

© А.С. Климов<sup>1</sup>, В.А. Бурдовицин<sup>1</sup>, А.А. Зенин<sup>1</sup>, Е.М. Окс<sup>1,3</sup>,  
О.Л. Хасанов<sup>2</sup>, Э.С. Двиллис<sup>2</sup>, А.О. Хасанов<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники

<sup>2</sup> Национальный исследовательский Томский политехнический университет

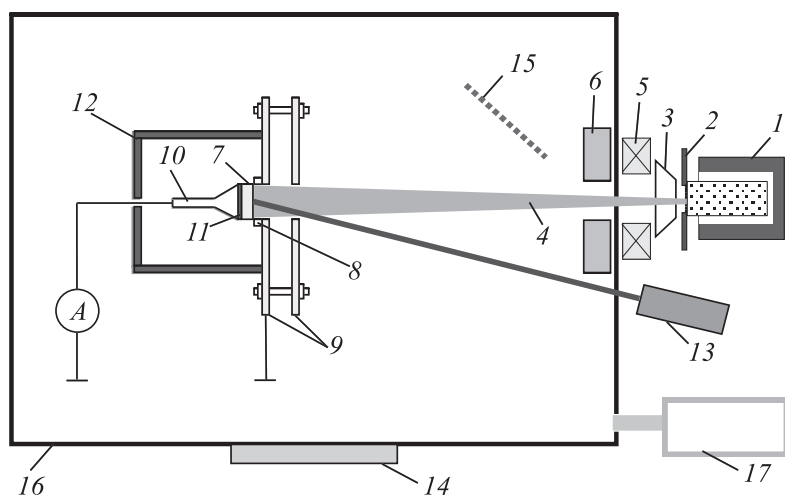
<sup>3</sup> Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск

E-mail: burdov@fet.tusur.ru

Поступило в Редакцию 6 марта 2015 г.

Показано, что при электронно-лучевом спекании компактов из карбида кремния по мере роста температуры образца заметную роль в процессах нейтрализации заряда электронного пучка играет электропроводность спекаемого образца, а также термоэлектронная эмиссия с его поверхности. По результатам эксперимента для компакта карбида кремния определены ширина запрещенной зоны и работа выхода электронов.

Улучшение параметров и расширение функциональных возможностей изделий из керамических материалов в значительной степени связано с поиском новых способов спекания керамических компактов. Один из таких способов — спекание при облучении электронным пучком [1]. Поскольку большинство керамических материалов — диэлектрики или широкозонные полупроводники, то одна из основных проблем, требующих решения при таком способе спекания, заключается в создании условий для компенсации заряда, приносимого на спекаемый образец электронным пучком. Форвакуумные плазменные источники электронов [2] обеспечивают возможность эффективной генерации электронных пучков в области давлений от единиц до сотни паскалей. При таком давлении в области транспортировки пучка образуется достаточно плотная плазма. Как было показано нами ранее,



**Рис. 1.** Схема экспериментальной установки (вид сверху), оснащенной плазменным источником электронов: 1 — полый катод, 2 — анод, 3 — ускоряющий электрод (экстрактор), 4 — электронный пучок, 5 — магнитная линза, 6 — отклоняющая система, 7 — спекаемый образец, 8 — держатель, 9 — тепловые экраны, 10 — прижимной болт, 11 — пленка меди, 12 — защитный металлический экран, 13 — пирометр, 14 — смотровое окно, 15 — зеркало, 16 — вакуумная камера, 17 — механический форвакуумный насос.

возможность эффективной электронно-лучевой обработки керамики в форвакуумном диапазоне давлений [3] обусловлена главным образом зарядовой нейтрализацией керамики ионами пучковой плазмы [4].

По мере нагрева спекаемого керамического образца возможно появление заметной электропроводности, что при заземленном держателе образца должно обеспечить стекание заряда, вносимого электронным пучком. При достижении достаточно высоких температур не исключена и термоэлектронная эмиссия с поверхности керамики. Цель настоящей работы состояла в определении на примере электронно-лучевого спекания компактов из порошка карбида кремния условий, в которых реализуется тот или иной механизм зарядовой компенсации керамики, обрабатываемой электронным пучком.

Эксперименты проводились на установке (рис. 1), оснащенной форвакуумным плазменным источником электронов. Эмиссионная плазма в источнике создавалась тлеющим разрядом с полым катодом 1.

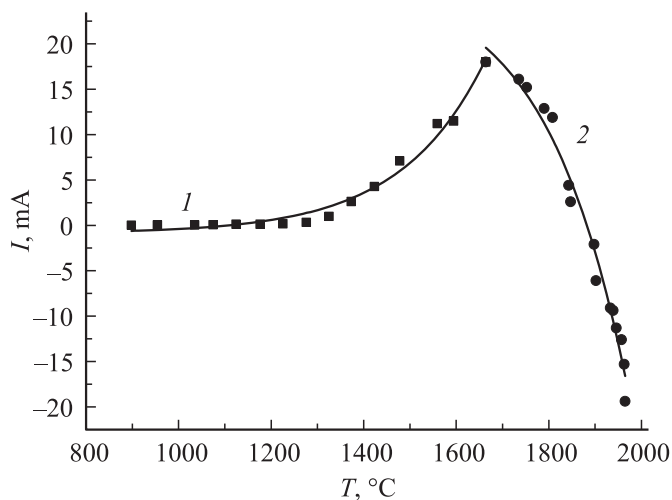
Формирование электронного пучка осуществлялось в результате отбора электронов с плазменной границы через отверстие в аноде 2. Ускоренный электронный пучок 4 фокусировался магнитной линзой 5 и наводился на обрабатываемую мишень с помощью магнитной системы отклонения пучка 6. Более подробно электродная система и конструктивные особенности электронного источника, а также его параметры и характеристики описаны в [5].

Образец 7 карбида кремния скомпактирован из порошка с размером частиц  $0.6\text{--}2.6\ \mu\text{m}$  с 3-процентным массовым содержанием нанопорошка с размером частиц  $70\text{--}110\ \text{nm}$ . Одноосное прессование проводилось при давлении  $318\ \text{MPa}$  без использования пластификаторов или связок. Образец помещался в держатель 8, обеспечивающий электрическую изоляцию образца от тепловых экранов 9. Для надежного электрического контакта образца 7 с прижимным болтом 10 на обратную поверхность образца термическим испарением был осажден слой меди 11 толщиной  $1\text{--}2\ \mu\text{m}$ . Узел держателя с керамическим образцом закрывался защитным металлическим экраном 12.

Измерение токов осуществлялось амперметром, включенным в соответствующий участок цепи. Температура обрабатываемой электронным пучком поверхности образца измерялась пирометром RAYTEK 1МН 13. Для визуального контроля использовалось смотровое окно 14 совместно с зеркалом 15.

Экспериментальная система помещалась в вакуумную камеру 16, откачиваемую механическим форвакуумным насосом Vos Edwards 17, скорость откачки которого составляет  $22\ \text{l/s}$ . Процесс нагрева и спекания керамического образца осуществлялся при давлении рабочего газа (воздуха)  $6\ \text{Pa}$  плавным увеличением ускоряющего напряжения с 5 до  $11\ \text{kV}$  и тока пучка с 10 до  $100\text{--}150\ \text{mA}$ .

На рис. 2 представлена зависимость измеряемого в цепи держателя тока  $I$  через спекаемый керамический образец от температуры  $T$  его поверхности. Явно выделяются 2 участка зависимости. В начальной области первого участка при  $T \leq 1300^\circ\text{C}$  ток через образец практически равен нулю. Дальнейшее повышение температуры вызывает появление тока в цепи держателя образца и его заметный рост. Скорее всего, наблюдаемый рост тока связан с возрастанием электрической проводимости спекаемой керамики. Второй участок кривой (рис. 2) соответствует температурам свыше  $1650^\circ\text{C}$ . С ростом  $T$  ток уменьшается и при дальнейшем увеличении температуры изменяет знак. Наиболее



**Рис. 2.** Зависимость тока в цепи держателя образца от температуры (ускоряющее напряжение 5–11 kV, ток пучка 10–150 mA).

вероятной причиной наблюдаемой на втором участке зависимости тока через керамический образец от температуры является термоэлектронная эмиссия с поверхности образца. О тепловой природе наблюдаемых зависимостей свидетельствует достаточно медленный (в течение 4–5 s) спад тока через образец после выключения электронного пучка.

Аргументом в пользу термоэлектронной эмиссии служит линейный характер зависимости  $\ln(I/T^2)$  от  $1/T$ , приведенной на рис. 3 и отражающей связь плотности тока  $j$  и температуры  $T$  катода по известной формуле Ричардсона–Дэшмана [6]

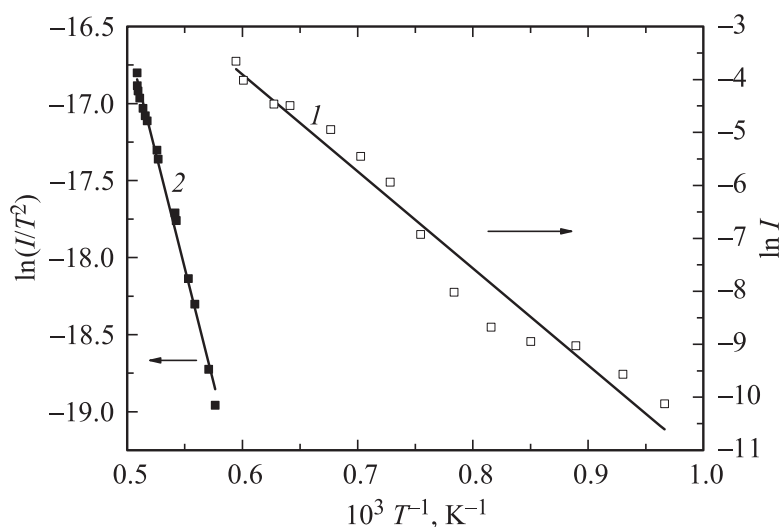
$$j = CT^2 \exp(-A/kT), \quad (1)$$

где  $j$  — плотность тока,  $A$  — работа выхода материала катода. Определенная по наклону прямой работа выхода  $A$  оказалась равной 2.7 eV.

Для исследуемого материала наиболее вероятен активационный механизм возрастания электропроводности при его нагреве [7], описываемый формулой

$$j = B \exp(-\Delta E/kT), \quad (2)$$

где  $\Delta E$  — ширина запрещенной зоны.



**Рис. 3.** Температурные зависимости тока через спекаемый образец в разных диапазонах температур: 1 — 800–1300°С, 2 — 1650–1900°С.

Экспериментальная зависимость  $\ln I$  от  $1/T$  близка к линейной (рис. 3). Это позволяет оценить ширину запрещенной зоны  $\Delta E$ , величина которой составила 1.6 eV.

Следует отметить, что полученное из эксперимента значение работы выхода 2.7 eV близко к табличному для монокристаллического карбида кремния (2.9 eV) [8], тогда как ширина запрещенной зоны 1.6 eV заметно отличается от табличной величины (2.0–3.2 eV) [9]. Указанное отличие может быть связано с различиями в структуре кристаллического карбида кремния и скомпактированного порошка.

Приведенные результаты свидетельствуют о необходимости учета влияния электропроводности и термоэлектронной эмиссии на процессы компенсации заряда электронного пучка при электронно-лучевом спекании компактов из карбида кремния. Не исключено, что регистрируемый при спекании рост электропроводности обрабатываемого образца и появление термоэлектронной эмиссии связаны с наблюдаемыми отличиями в структуре и свойствах материала по сравнению с традиционным спеканием керамического компакта в печи [10].

Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант 14-08-00775, а также Минобрнауки, грант № 3.49.2014/К.

Е.М. Окс является исполнителем работы в рамках государственного задания Минобрнауки „Организация и проведение научных исследований“, проект № 783.

## Список литературы

- [1] *Burdovitsin V., Dvilis E., Zenin A., Klimov A., Oks E., Sokolov V., Kachaev A., Khasanov O.* // *Advanced Materials Research*. 2014. V. 872. P. 150–156.
- [2] *Бурдовицин В.А., Климов А.С., Медовник А.В., Окс Е.М., Юшков Ю.Г.* Форвакуумные плазменные источники электронов. Томск: Изд-во Том. ун-та, 2014. 288 с.
- [3] *Бурдовицин В.А., Климов А.С., Окс Е.М.* // *Письма в ЖТФ*. 2009. Т. 35. В. 11. С. 61–66.
- [4] *Бурдовицин В.А., Гулькина В.С., Медовник А.В., Окс Е.М.* // *ЖТФ*. 2013. Т. 83. В. 12. С. 134–136.
- [5] *Бурдовицин В.А., Жирков И.С., Окс Е.М., Осипов И.В., Федоров М.В.* // *ПТЭ*. 2005. № 6. С. 66–68.
- [6] *Добрецов Л.Н., Гомоюнова М.В.* Эмиссионная электроника. М.: Наука, 1966. 564 с.
- [7] *Стильбанс Л.С.* Физика полупроводников. М.: Сов. радио, 1967. 451 с.
- [8] *Gary Lynn Harris.* Properties of silicon carbide. United Kingdom: IEEE, 1995. 282 p.
- [9] *Levinshtein M.E. et al.* Properties of advanced semiconductor materials: GaN, AlN, InN, BN, SiC, SiGe. Wiley, 2001. P. 94.
- [10] *Khasanov O., Dvilis E., Burdovitsin V., Oks E., Khasanov A.* // *Abstracts of papers of Int. Conf. SINTERING 2014*. Dresden, Germany, 2014, August 24–28. Paper N. ID: 247.