

УДК 538.971:669.018

ВОЗДЕЙСТВИЕ МОЩНОГО ИОННОГО ПУЧКА НАНОСЕКУНДНОЙ ДЛИТЕЛЬНОСТИ НА ПРОМЫШЛЕННУЮ КЕРАМИКУ AlN

© 2025 г. В. С. Ковивчак*

*Омский научный центр Сибирского отделения Российской академии наук,
Институт радиофизики и физической электроники, Омск, 644024 Россия*

**e-mail: kvs_docent@mail.ru*

Поступила в редакцию 30.07.2024 г.

После доработки 15.09.2024 г.

Принята к публикации 15.09.2024 г.

Исследовано разрушение и изменение элементного состава поверхностных слоев алюмонитридной керамики при воздействии мощного ионного пучка наносекундной длительности. Определены пространственные характеристики поверхностного разрушения керамики. Разрушение происходит преимущественно по границам частиц (кристаллитов), из которых спекается керамика. Наблюдается полное удаление части таких частиц из поверхностного слоя как при однократном, так и при многократном облучении с плотностью тока 150 А/см². Обнаружено образование капель полусферической формы различных размеров как на облученной поверхности керамики, так и на поверхности после удаления фрагмента разрушения (при многократном облучении). Установлено обеднение поверхностного слоя керамики азотом. Обсуждены возможные механизмы наблюдаемых изменений в поверхностном слое керамики.

Ключевые слова: мощный ионный пучок, алюмонитридная керамика, морфология поверхности, плавление, элементный состав.

DOI: 10.31857/S1028096025030095, EDN: ELVBGW

ВВЕДЕНИЕ

Керамические материалы широко используются в промышленности, медицине благодаря своим высоким термодинамическим характеристикам [1–3]. Модификация поверхностных свойств различных керамических материалов термическими методами (широко используемыми для металлов и сплавов) ограничена их хрупкостью. Использование керамических материалов как изоляторов в различных импульсных ускорителях заряженных частиц требует более детального исследования их поведения под действием импульсных потоков заряженных частиц различной интенсивности [4–6]. Важным параметром керамики для таких применений является не только высокая температура плавления и порог разрушения, но и высокая теплопроводность и стойкость к изменению элементного состава поверхностного слоя. Удобным инструментом для исследования стойкости различных материалов (в том числе и керамических) является мощный ионный пучок (МИП)

наносекундной длительности, который обеспечивает в поверхностном слое высокую объемную плотность поглощенной энергии и, соответственно, высокую температуру поверхностного слоя и высокие механические напряжения [7–15].

Среди различных керамических материалов, используемых в электротехнике и радио- и микроэлектронике, AlN обладает очень высокой теплопроводностью и радиационной стойкостью. Теплопроводность AlN составляет не менее 170 Вт/(м·К) [16, 17], в то время как для поликора (ВК-100) — 29 Вт/(м·К), а для ситалла (СТ-50) — всего 1.4 Вт/(м·К). При воздействии МИП теплопроводность материала является важным параметром, который влияет на скорость нагрева и охлаждения поверхностного слоя материала, величину возникающих механических напряжений. Воздействие МИП также может вызывать изменение элементного состава поверхностного слоя керамики из-за разрыва связей. Энергия разрыва связи Al–N (3.69 эВ) меньше, чем Al–O (5.2 эВ)

(поликор ВК-100 состоит из Al_2O_3) и $\text{Si}-\text{O}$ (8.2 эВ) (ситалл СТ-50 содержит 60.5% SiO_2 , 13.5% Al_2O_3).

Исследование особенностей морфологии поверхности керамики AlN и элементного состава поверхностного слоя после облучения МИП и сравнение полученных данных с результатами воздействия таких пучков на другие керамики (ситалл, поликор) позволит уточнить механизмы модифицирующего воздействия МИП на этот класс материалов. Цель работы — исследование изменений элементного состава и морфологии поверхности керамики AlN после различных режимов облучения МИП.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Исследуемые образцы керамики AlN имели размер $15 \times 10 \times 1$ мм. Перед облучением образцы подвергались химической очистке поверхности с использованием ультразвука и последующей термообработке в течение 1 ч при температуре 200°C для снятия механических напряжений, возникающих при резке образца. Облучение про-

водили на ускорителе “Темп” (ОмГУ им. Ф.М. Достоевского) ионным пучком со следующими параметрами: состав $30\% \text{H}^+ + 70\% \text{C}^{n+}$; энергия пучка ~ 200 кэВ; плотность тока до $150 \text{ A}/\text{cm}^2$; длительность импульса 60 нс. Морфологию поверхности и элементный состав исследовали в растровом электронном микроскопе (РЭМ) JSM-6610LV JEOL с энергодисперсионным анализатором Inca-350. На поверхность керамики, имеющей низкую проводимость, перед электронно-микроскопическим исследованием наносили тонкий слой (~ 10 нм) платины. Интерпретацию данных энергодисперсионного анализа проводили с учетом особенностей такого анализа для поликристаллических материалов [18]. Оценка пробега ионов используемого пучка в AlN дает значения ~ 0.5 мкм для ионов углерода и ~ 2.8 мкм для протонов.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

РЭМ-изображение исходной поверхности AlN показано на рис. 1а. Характерный размер кристаллитов ~ 3.5 мкм. Согласно данным энергодиспер-

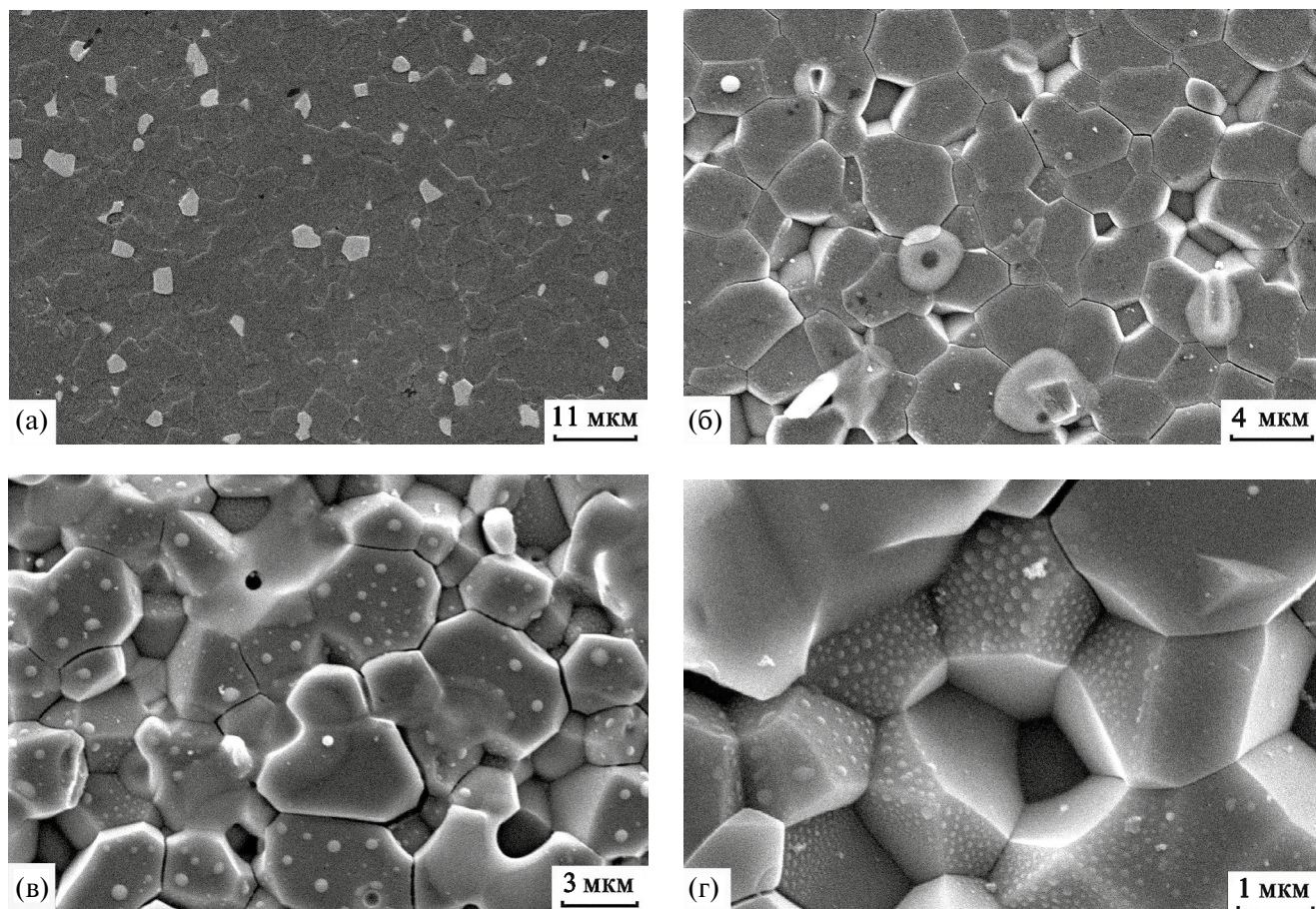


Рис. 1. РЭМ-изображение исходной поверхности керамики AlN (а) и облученной одним (б) и тремя (в, г) импульсами МИП с плотностью тока $150 \text{ A}/\text{cm}^2$.

сионного анализа, поверхностный слой в области более светлых кристаллитов наряду с алюминием и азотом содержат кислород и иттрий и, вероятно, соответствует оксиду иттрия Y_2O_3 (либо более сложным соединениям типа $Al_xY_zO_y$), добавляемому для улучшения тепловых свойств керамики. Отношение $Al : N$ в исходном поверхностном слое составляет 1.09 (табл. 1). Однократное воздействие МИП приводит к растрескиванию поверхностного слоя по границам кристаллитов с возможным удалением некоторых кристаллитов из приповерхностного слоя (рис. 1б). Области керамики, содержащие светлые включения после облучения, выглядят более оплавленными, чем сам нитрид алюминия. С учетом того, что температура плавления оксида алюминия, оксида иттрия и нитрида алюминия составляет соответственно 2040, 2410 и 2200°C, можно предположить локальное образование на поверхности в результате облучения соединения типа $Al_xY_zO_y$. На поверхности некоторых кристаллитов видны оплавленные частицы с характерным размером в диапазоне ~150–200 нм, которые пространственно локализованы преимущественно вблизи границ кристаллитов. При таком режиме облучения отношение $Al:N$ увеличивается до 1.18 (табл. 1), что свидетельствует об обеднении поверхностного слоя азотом.

Увеличение числа импульсов облучения до трех увеличивает оплавление поверхности кристаллитов (рис. 1в) и областей, из которых кристаллиты были удалены в результате предшествующего импульса облучения. В некоторых кристаллитах (реже между кристаллитами) образуются микропоры. Часть кристаллитов оказывается приподнятой на разную высоту, что приводит к увеличению шероховатости поверхности после такого режима облучения. Оплавленные частицы на поверхности кристаллитов приобретают полусферическую форму, их средний размер составляет до 500 нм. В областях керамики, из которых удалены кристаллиты, на нижележащих поверхностях также образуются частицы полусферической формы (рис. 1г). Их характерный размер составляет

~100 нм, а поверхностная плотность значительно выше, чем на основной поверхности керамики. Такие частицы могут образовываться из расплава керамики, когда он плохо смачивает нижележащий слой керамики (что маловероятно в данном случае), либо при конденсации пара испарившейся керамики. Температура плавления AlN составляет 2200°C, а кипения 2517°C. С ростом температуры поверхностного слоя (выше температуры плавления) давление насыщенного пара растет, и возможно обратное осаждение пара. Интересным является следующий факт — эти частицы формируются не на всех плоскостях кристаллитов (как видно в центральной части рис. 1г). Можно предположить, что кристаллит, который был в центральной части, удалился после последнего (третьего) импульса облучения, когда частицы уже сформировались. Для более детального изучения механизма формирования таких частиц требуются дополнительные исследования. После трехкратного облучения наблюдается дальнейшее обеднение поверхностного слоя азотом. Отношение $Al:N$ увеличивается до 1.32 (табл. 1). Существенное снижение концентрации азота в поверхностном слое при облучении МИП, вероятно, обусловлено невысокой энергией разрыва связи в AlN . Нитрид алюминия хороший пьезоэлектрик. Несмотря на высокую зарядовую компенсацию МИП, при облучении возможна некоторая зарядка поверхностного слоя кристаллитов, что может вызывать генерацию дополнительных (к термомеханическим) локальных механических напряжений в кристаллитах из-за пьезоэффекта. Это также может влиять на процессы разрушения керамики при воздействии МИП.

В отличие от ранее исследованного воздействия МИП на алюмооксидную керамику [12, 19–23], для облученного AlN характерно меньшее количество микропор, образующихся в поверхностном слое в области границ кристаллитов. Это, возможно, связано с более высокой температурой плавления AlN . При многократном облучении на поверхности AlN наблюдаются полусфериче-

Таблица. 1. Элементный состав (ат. %) керамики AlN по данным энергодисперсионного анализа

Образец	N	O	Al	Pt	Al : N
Исходный	47.4	0.4	51.5	0.7	1.09
150 А/см ² , n = 1	44.3	2.4	52.4	0.9	1.18
150 А/см ² , n = 3	41.8	1.9	55.1	1.2	1.32

ские субмикронные частицы, вероятно, сформировавшиеся из паров AlN, испарившегося при воздействии МИП. На поверхности облученной МИП алюмооксидной керамики не наблюдали таких субмикронных образований, возможно, из-за более высокой (по сравнению с AlN) температуры испарения (кипения). Характеры поверхностных разрушений (по границам кристаллитов) идентичны для обеих керамик.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследование воздействия мощного ионного пучка на керамику AlN показало, что возникающие в поверхностном слое температуры достаточны для плавления (и, вероятно, частичного испарения) поверхностного слоя керамики. Образующиеся при этом поля механических напряжений приводят к растрескиванию керамики по границам кристаллитов и частичному удалению этих кристаллитов из поверхностного слоя. При исследованных режимах облучения на поверхности кристаллитов образуются частицы полусферической формы, размер которых варьируется от 100 до 500 нм. Предполагается, что частицы образуются из паров AlN, испарившегося из поверхностного слоя при воздействии МИП. Воздействие такого пучка также приводит к существенному обеднению поверхностного слоя азотом, что связано с невысоким значением энергии разрыва связи Al–N (3.69 эВ).

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа выполнена в рамках государственного задания Омского научного центра СО РАН (номер госрегистрации проекта 124022500291-6) с использованием оборудования Омского регионального центра коллективного пользования СО РАН.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Anandkumar M., Trofimov E.* // J. Alloys Compd. 2023. V. 960. P. 170690.
<http://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.170690>
2. *Vaiani L., Boccaccio A., Uva A.E., Palumbo G., Piccininni A., Guglielmi P., Cantore S., Santacroce L., Charitos I.A., Ballini A.* // J. Funct. Biomater. 2023. V. 14. P. 146.
<http://doi.org/10.3390/jfb14030146>
3. *Nisar A., Hassan R., Agarwal A., Balani K.* // Ceram. Int. 2022. V. 48. P. 8852.
<http://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.12.199>
4. *Sokovkin S.Yu., Balezin M.E.* // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2020. V. 978. P. 164466.
<http://doi.org/10.1016/j.nima.2020.164466>
5. *Ebert J.N., Rheinheimer W.* // Open Ceram. 2022. V. 11. P. 100280.
<http://doi.org/10.1016/j.oceram.2022.100280>
6. *Lizcano M., Williams T.S., Shin E.-S.E., Santiago, D., Nguyen B.* // Materials. 2022. V. 15. P. 8121.
<http://doi.org/10.3390/ma15228121>
7. *Remnev G.E., Isakov I.F., Opekounov M.S. et al.* // Surf. Coat. Technol. 1999. V. 114. P. 206.
[http://doi.org/10.1016/S0257-8972\(99\)00058-4](http://doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00058-4)
8. *Remnev G.E., Tarbakov V.A., Pavlov S.K.* // Inorg. Mater. Appl. Res. 2022. V. 13. P. 62.
<http://doi.org/10.1134/S2075113322030327>
9. *Uglov V.V., Remnev G.E., Kuleshov A.K., Astashinski V.M., Saltymakov M.S.* // Surf. Coat. Technol. 2010. V. 204. P. 1952.
<http://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2009.09.039>
10. *Kovivchak V.S., Panova T.V., Burlakov R.B.* // J. Surf. Invest. X-Ray, Synchrotron, Neutron Tech. 2008. V. 2. P. 200.
<http://doi.org/10.1134/S1027451008020079>
11. *Kovivchak V.S., Panova T.V., Krivozubov O.V., Davletkil'deev N.A., Knyazev E.V.* // J. Surf. Invest. X-Ray, Synchrotron, Neutron Tech. 2012. V. 6. P. 244.
<http://doi.org/10.1134/S1027451012030123>
12. *Kovivchak V.S., Panova T.V.* // J. Surf. Invest. X-Ray, Synchrotron, Neutron Tech. 2019. V. 13. P. 1252.
<http://doi.org/10.1134/S1027451019060363>
13. *Liang G., Shen J., Zhang J. et al.* // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2017. V. 409. P. 277.
<http://doi.org/10.1016/j.nimb.2017.04.048>
14. *Shen J., Shahid I., Yu X. et al.* // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2017. V. 413. P. 6.
<http://doi.org/10.1016/j.nimb.2017.09.031>
15. *Romanov I.G., Tsareva I.N.* // Tech. Phys. Lett. 2001. V. 27. P. 695.
<http://doi.org/10.1134/1.1398972>
16. *Nakano H., Watari K., Hayashi H., Urabe K.* // J. Am. Ceram. Soc. 2004. V. 85. P. 3093.
<http://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2002.tb00587.x>
17. *De Faoite D., Browne D.J., Chang-Díaz F.R. et al.* // J. Mater. Sci. 2012. V. 47. P. 4211.
<http://doi.org/10.1007/s10853-011-6140-1>
18. *Goldstein J.I., Newbury D.E., Echlin P. et al.* Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis. New York: Kluwer acad. / Plenum publ., 2003. 689 p.
19. *Ghyngazov S., Pavlov S., Kostenko V., Surzhikov A.* // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2018. V. 434. P. 120.
<http://doi.org/10.1016/j.nimb.2018.08.037>
20. *Kostenko V., Pavlov S., Nikolaeva S.* // IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 2018. V. 289. P. 012019.
<http://doi.org/10.1088/1757-899X/289/1/012019>
21. *Ghyngazov S.A., Boltueva V.A.* // Ceram. Int. 2023. V. 49. P. 37061.
<http://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.09.099>
22. *Ghyngazov S., Kostenko V., Shevelev S., Lysenko E., Surzhikov A.* // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B. 2020. V. 464. P. 89.
<http://doi.org/10.1016/j.nimb.2019.12.013>
23. *Zhang S., Yu X., Zhang J. et al.* // Vacuum. 2021. V. 187. P. 110154.
<http://doi.org/10.1016/j.vacuum.2021.110154>

Action of a High-Power Ion Beam of Nanosecond Duration on Commercial AlN Ceramics

V. S. Kovivchak*

Omsk Scientific Center SB RAS, Institute of Radiophysics and Physical Electronics, Omsk, 644024 Russia

**e-mail: kvs_docent@mail.ru*

The fracture and change in elemental composition of the surface layers of aluminium nitride ceramics under the action of a high-power ion beam of nanosecond duration have been studied. The spatial characteristics of surface fracture have been determined. The destruction occurs mainly along the boundaries of particles (crystallites) from which the ceramics is sintered. Complete removal of some of these particles from the surface layer is observed both after single and multiple irradiations with a current density of 150 A/cm². The formation of hemispherical droplets of various sizes is detected both on the irradiated surface of the ceramics and on the surface after removal of the fracture fragment (after multiple irradiation). Depletion of the surface layer of the ceramics in nitrogen has been established. Possible mechanisms of the observed changes in the surface layer of the ceramics are discussed.

Keywords: high-power ion beam, aluminium nitride ceramics, surface morphology, melting, elemental composition.