

УДК 666.3:539.5

DOI: 10.33839/2708-731X-28-1-397-402

**В.І. Омеляненко<sup>1</sup>; І.П. Фесенко<sup>1</sup>**, д-р техн.х наук; **Л.О. Романко<sup>1</sup>, С.П. Старик<sup>1</sup>**, кандидати технічних наук, **Г.С. Олійник<sup>2</sup>**, д-р фіз.-мат. наук; **О.М. Кайдаш<sup>1</sup>**, д-р техн. наук; **А.А. Марченко<sup>1</sup>, О.П. Подоба<sup>1</sup>, Л.О. Полікарпова<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля НАН України, м. Київ

<sup>2</sup> Інститут проблем матеріалознавства ім. І.М. Францевича НАН України, м. Київ

## СТРУКТУРА, ПИТОМИЙ ЕЛЕКТРИЧНИЙ ОПІР І ТЕПЛОПРОВІДНІСТЬ МАТЕРІАЛУ З МАТРИЧНОЮ ФАЗОЮ НІТРИДУ АЛЮМІНІЮ З ДОДАВАННЯМ КАРБІДУ ТАНТАЛУ ТА АЛЮМІНІДУ ТИТАНУ

*Представлено результати вимірювань характеристик одержаного вільним спіканням композиційного керамічного матеріалу  $AlN-Y_2O_3-2,5\% TaC-7,5\% TiAl_3$ . Визначено особливості його мікроструктури, величину коефіцієнта теплопровідності за кімнатної температури, а також питомий електричний опір в інтервалі температур 300–700 К. Проаналізовано перспективність застосування одержаного матеріалу за підвищеної температури в деталях приладів екстремальної електроніки.*

**Ключові слова:** нітрид алюмінію, карбід танталу, алюмінід титану, мікроструктура, теплопровідність, електричний опір.

### Вступ

Матеріали, які частково поглинають мікрохвильове випромінювання, необхідні в електронній та електротехнічній галузі, зокрема, для забезпечення стабільної роботи вакуумних електронних приладів [1].

Нітрид алюмінію (AlN) має перспективи широкого використання як діелектрична матрична фаза для розміщення в ній електропровідних частинок і створення таким чином структури, яка розсіює і поглинає електромагнітне випромінювання мікрохвильового діапазону. Створення матеріалів на основі AlN з різними електропровідними добавками є актуальним з точки зору вибору вихідних матеріалів, оптимальних за фізико-технічними параметрами та ринковою ціною. Крім того, для визначення можливості використання поглинаючих AlN-керамічних матеріалів за підвищеної температури в умовах роботи реальних приладів необхідно дослідити електрофізичні характеристики цих матеріалів за зростаючої температури.

Метою роботи є визначення структурних та фізико-технічних характеристик одержаного щільного керамічного матеріалу з матричною фазою нітриду алюмінію (AlN) та добавками електропровідних компонентів карбиду танталу (TaC) та алюмініду титану (TiAl<sub>3</sub>).

### Методика

З міркувань загальної непровідності керамічного матеріалу з матричною фазою AlN вибрали наступні концентрації електропровідних добавок у % (за масою): 2,5% TaC та 7,5% TiAl<sub>3</sub>. Як активатор спікання застосовували до 4 % оксиду ітрію (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Значення питомого електричного опору за кімнатної температури складають для TaC – 22 мкОм·см, для TiAl<sub>3</sub> – 17–22 мкОм·см [2].

Порошки AlN та TaC виробництва Донецького заводу хімреактивів (Донецьк, Україна), Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> виробництва Киргизького гірничо-металургійного комбінату, Киргизстан, TiAl<sub>3</sub> виробництва ІНМ ім. В.М. Бакуля НАН України (Київ, Україна) були розмелені та

змішані у планетарному активаторі з питомою потужністю 100 Вт/г. З порошкових сумішей холодним пресуванням готували компакти в сталевих пресформах за тиску 300 МПа та спікали в печі опору з вольфрамовими нагрівниками за температури 1800 °С в атмосфері азоту за тиску 0,12 МПа; час витримки підбирався для одержання безпористих зразків.

Аналіз мікроструктури та елементного складу композитів проводили за допомогою скануючих електронних мікроскопів JXA 88002 та TESLA BS340 з використанням програми аналізу електронно-мікроскопічних зображень мікроструктури матеріалів System Energy Analysis V3. Теплопровідність керамічних композитів вимірювали нестационарним методом за допомогою пристрою ИТЗ-МХТИ [3].

Визначення величини питомого опору зразків проводилося методом вимірювання вольтамперних характеристик (ВАХ) на постійному струмі. Для виключення зовнішнього впливу атмосфери вимірювання електричного опору зразків та їхньої температурної залежності були проведені в вакуумній камері за тиску  $p=10^{-3}$  Па в режимі стабілізації температури в діапазоні 300–700 К.

Для визначення опору зразків використовувався стенд, електрична схема якого змонтована на базі електрометру В7Э–42, що забезпечує діапазон вимірюваних струмів  $10^{-3}$ – $10^{-13}$  А. Монтаж вимірювальної комірки був здійснений з використанням діелектричних матеріалів, які задовольняють вимогам електричних вимірювань в високоомних електричних колах. Зразки матеріалу  $\text{AlN}-\text{Y}_2\text{O}_3-2,5\% \text{TaC}-7,5\% \text{TiAl}_3$ <sup>6</sup> мали форму прямокутних паралелепіпедів. Методом магнетронного розпилення в вакуумі на протилежні поверхні зразків наносились електроди Ti–Ag.

Величина опору зразків визначалася на омичній ділянці ВАХ. Питомий опір розраховувався з врахуванням геометричних розмірів зразків за формулою:

$$\rho = \frac{U S}{I h},$$

де  $U$  – прикладена напруга,  $S$  – площа електродів,  $I$  – сила струму,  $h$  – товщина зразка.

Величина питомого опору визначалась як в напрямку зростання прикладеної напруги, так і в напрямку її спадання.

Температурні залежності струму були виміряні в діапазоні температур 300–700 К (27–427 °С) за фіксованого значення напруги в області лінійної залежності ВАХ.

### Результати та обговорення

**Мікроструктура.** Мікроструктура одержаного матеріалу  $\text{AlN}-\text{Y}_2\text{O}_3-2,5\% \text{TaC}-7,5\% \text{TiAl}_3$  представлена на

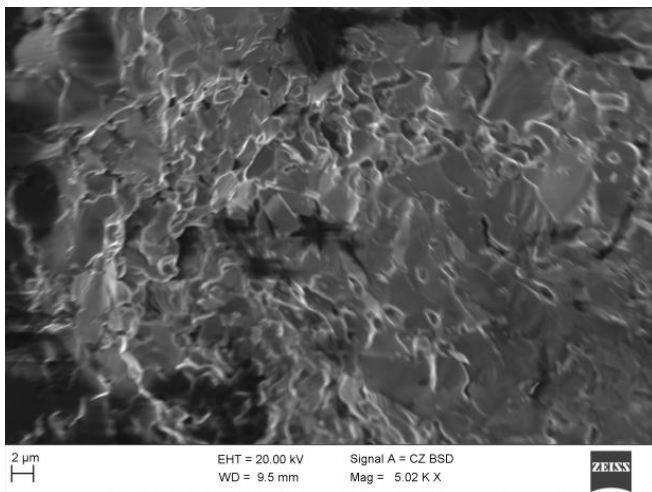


Рис. 1. Електронно-мікроскопічне зображення поверхні зламу матеріалу  $\text{AlN}-\text{Y}_2\text{O}_3-2,5\% \text{TaC}-7,5\% \text{TiAl}_3$  у режимі фазового контрасту

рис. 1 (а, б). З мікрофотографій видно, що матриця нітриду алюмінію є практично безпористою. Середній розмір зерен матричної фази нітриду алюмінію складає 4–10 мкм.

<sup>6</sup> Тут і надалі склад композитів наведено у % (за масою)

Рентгенівський мікроаналіз зразка матеріалу  $\text{AlN}-\text{Y}_2\text{O}_3-2,5\%\text{TaC}-7,5\%\text{TiAl}_3$  у характеристичному випромінюванні алюмінію, азоту та титану свідчить про відносно однорідну структуру матеріалу з матричною фазою AlN. Титан може міститись у включеннях нітриду титану розміром 5–25 мкм, які утворились в умовах високотемпературного спікання при взаємодії титану з азотом після розкладу алюмініду титану.

*Теплопровідність.* Виміряна теплопровідність одержаних вільним спіканням зразків керамічного матеріалу  $\text{AlN}-\text{Y}_2\text{O}_3-2,5\%\text{TaC}-7,5\%\text{TiAl}_3$  склала 33 Вт/(м·К). Ця величина теплопровідності відповідає структурі нітриду алюмінію з порівняно невисоким вмістом домішкової фази, яка вносить певний вклад в розсіяння фононів (таблиця). Крім того, теплопровідність карбїду танталу є нижчою за теплопровідність матричної фази і складає за довідковими даними 22 Вт/(м·К) [2].

### Електро- та теплофізичні характеристики матеріалів з матричною фазою AlN за кімнатної температури

Склад, % (за масою)	Теплопро-відність, Вт/(м·К)	Питомий електрични й опір, Ом·см	Енергія активації електропро- відності, еВ	Поси- лання
AlN	120	$10^{13}$	0,298	[4]
$\text{AlN}-\text{Y}_2\text{O}_3-2,5\%\text{TaC}-7,5\%\text{TiAl}_3$	33	$10^{11}-10^{13}$	–	Дана робота
AlN–30% TiN	79	$10^{12}$	0,30	[5]
AlN–16% SiC–C		$3,0 \cdot 10^6$	0,04	[6]
27% AlN–25% hBN– 46% $\text{TiB}_2-2\%\text{TiAl}_3$	Зусилля ГП: паралельно 60,1 перпендику-лярно 36,1	$0,48 \cdot 10^{-3}$	–	[7]

*Питомий електричний опір.* Вимірювання електричного опору композиційного матеріалу  $\text{AlN}-\text{Y}_2\text{O}_3-2,5\%\text{TaC}-7,5\%\text{TiAl}_3$  проводили на зразках товщиною 1,06 мм (1) та 8,24 мм (2). Обидва зразки мають електричний питомий опір, характерний для матричної фази нітриду алюмінію (табл. 1), який знаходиться в межах  $10^{11}-10^{13}$  Ом·см і становлять для зразка 1  $6,6 \cdot 10^{11}$  Ом·см, а для зразка 2 –  $4,3 \cdot 10^{12}$  Ом·см (див. вимірювання 1 на рис. 2, а, б). Варто відзначити, що за повторних вимірювань питомий опір зразків матеріалу дещо зростає для зразка 1 до  $1,4 \cdot 10^{12}$  Ом·см та  $2,2 \cdot 10^{12}$  Ом·см та для зразка 2 до  $5,2 \cdot 10^{12}$  Ом·см та  $7,3 \cdot 10^{12}$  Ом·см (див. вимірювання 2 і 3 на рис. 2).

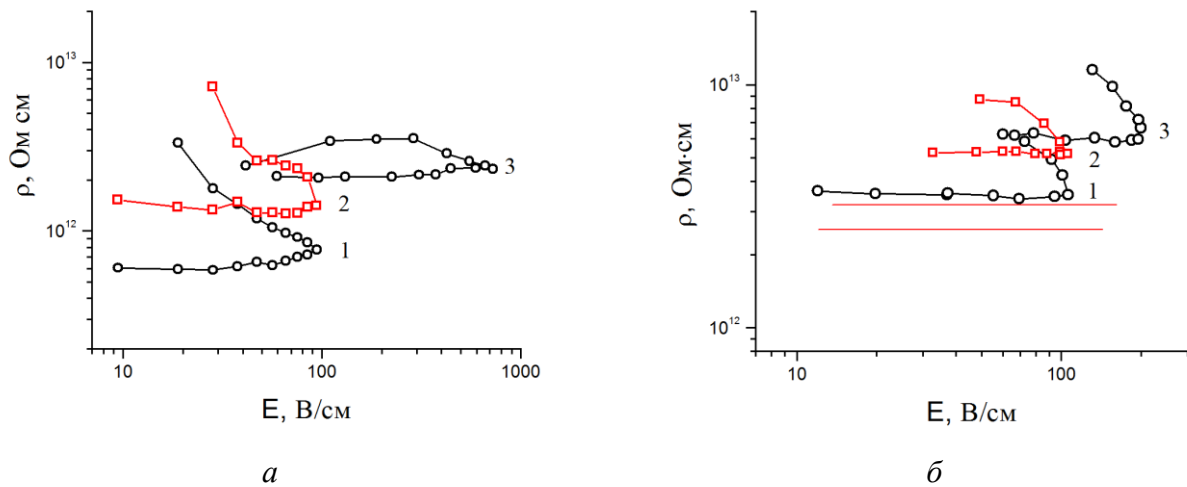


Рис. 2. Залежність питомого електричного опору композита  $AlN-Y_2O_3-2,5\% TaC-7,5\% TiAl_3$  від напруженості електричного поля для зразків 1 (а) і 2 (б), де 1 – початкові вимірювання; 2, 3 – повторні вимірювання після нагрівання зразків в діапазоні 300–700К

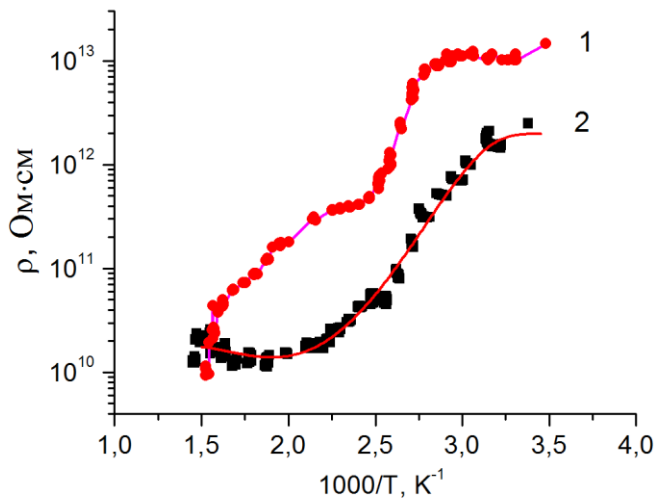


Рис. 3. Залежність питомого електричного опору композита  $AlN-Y_2O_3-2,5\% TaC-7,5\% TiAl_3$  від оберненої температури для зразків 2 (1) та 1 (2)

### Висновки

Одержано високощільний керамічний матеріал  $AlN-Y_2O_3-2,5\% TaC-7,5\% TiAl_3$  з ізотропною структурою матричної фази  $AlN$  із зернами середнього розміру 4–10 мкм. Теплопровідність композиційного матеріалу за кімнатної температури складає 33 Вт/(м·К). При нагріванні в інтервалі температур 300–700 К (27–427 °С) питомий електричний опір знижується з  $10^{11}$ – $10^{13}$  Ом·см до  $10^{10}$  Ом·см. Вміст електропровідних добавок у матричній фазі  $AlN$  не перевищує порогу перколяції. Одержаний керамічний матеріал залишається інтегрально непровідним у діапазоні температур роботи приладів екстремальної електроніки.

В інтервалі температур 300–700 К питомий електричний опір композиційного матеріалу  $AlN-Y_2O_3-2,5\% TaC-7,5\% TiAl_3$  спадає з  $10^{11}$ – $10^{13}$  Ом·см до  $10^{10}$  Ом·см (рис. 3). Варто відмітити, що на графіку температурної залежності питомого електричного опору композитів (рис. 3) відсутні прямолінійні ділянки активаційної провідності.

Одержані значення питомого електричного опору зразків композиційного матеріалу  $AlN-Y_2O_3-2,5\% TaC-7,5\% TiAl_3$  в порівнянні з іншими керамічними матеріалами, які мають алюмонітридну матричну фазу, представлені у табл. 1.

V.I. Omelianenko<sup>1</sup>, I.P. Fesenko<sup>1</sup>, L.O. Romanko<sup>1</sup>, S.P. Staryk<sup>1</sup>, H.S. Oliynyk<sup>2</sup>, O.M. Kaidash<sup>1</sup>,  
A.A. Marchenko<sup>1</sup>, O.P. Podoba<sup>1</sup>, L.O. Polikarpova<sup>1</sup>

<sup>1</sup> *Bakul Institute for Superhard Materials of the National Academy of Sciences of Ukraine*

<sup>2</sup> *Frantsevich Institute of Problems in Materials Science of the National Academy of Sciences of Ukraine,*

## STRUCTURE, ELECTRICAL RESISTIVITY AND THERMAL CONDUCTIVITY OF ALUMINUM NITRIDE MATRIX PHASE MATERIAL WITH ADDITION OF TANTALUM CARBIDE AND TITANIUM ALUMINIDE

*The AlN–Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–2.5%TaC–7.5%TiAl<sub>3</sub> ceramic composite was prepared by pressureless sintering and its properties have been examined. Microstructural characteristics, measured values of thermal conductivity at room temperature and electrical resistivity in the 300–700 K temperature range are presented. As-prepared material is proposed for making parts of high-power density electronics operated at elevated temperatures.*

**Key words:** *aluminum nitride, tantalum carbide, titanium aluminide, microstructure, thermal conductivity, electrical resistivity*

### Література

1. Calame J.P., Garven M., Lobas D., Mayers R.E., Wood F., Abe D.K. Broadband microwave and W-band characterization of BeO–SiC and AlN–based lossy composites for vacuum electronics. 2006. *IEEE Int. Vacuum Electronics Conf. held jointly with 2006 IEEE Int. Vacuum Electron Sources*, Monterey, California, April 25–27, 2006. P. 37–38.
2. Samsonov G.V., Vinitzki I.M. Handbook of Refractory Compounds. IFI/Plenum, New York, Washington, London, 1980, 556 p.
3. Фесенко І.П., Туркевич В.З., Часник В.І. та ін. Теплопровідність надтвердих матеріалів. 2-е вид. Корсунь-Шевченківський: ФОП Майдаченко І.В., 2018. 68 с.
4. Фесенко І.П., Прокопів М.М., Часник В.І., Кайдаш О.М., Олійник Г.С., Кузенкова М.О.. Алюмонітридні функціональні матеріали, одержані з нанодисперсних та мікронних порошків гарячим пресуванням та вільним спіканням. К : ІВЦ АЛКОН, 2015. 172 с.
5. Fesenko I.P., Romanko L.O., Chasnyk V.I., Vovk L.M., Tuz Yu.M., Dovhal A.V., Serbeniuk T.B., Kaidash O.M., Bochechka O.O., Rukin V.P. Electrophysical Characteristics of Pressureless Sintered Ceramic Composite AlN–TiN. *Journal of Superhard Materials*. 2022. Vol. 44, N 1. P. 70–72.
6. Фесенко І.П., Бочечка О.О., Романко Л.О., Сербенюк Т.Б., Кайдаш О.М., Ткач С.В., Кузьменко Є.Ф., Часник В.І., Гадзира М.П., Давидчук Н.К., Галямін В.Б., Стрельчук В.В., Коломис О.Ф. Електричний опір вільноспеченого композиту на основі нітриду алюмінію з додаванням нанорозмірного карбиду кремнію. *Породоразрушающий и металлообрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: сб. научн. тр. Вып. 20*. Киев: ИСМ им. В.Н. Бакуля, НАН Украины, 2017. С. 343–348.
7. Омеляненко В.І., Сергієнко Н.В., Кайдаш О.М., Фесенко І.П., Кухаренко С.А. Тепло- та електропровідність гарячепресованих матеріалів системи діелектрична матриця / електропровідні включення (AlN–hBN) / (TiB<sub>2</sub>–TiAl<sub>3</sub>). *Інструментальне матеріалознавство: зб. наук. праць*. Київ: ІНМ ім. В.М. Бакуля, НАН України, 2024. Вип. 27. С. 363–373.

*Надійшла 13.08.25*

## References

1. Calame, J.P., Garven, M., Lobas, D., et al. (2006). Broadband microwave and W-band characterization of BeO–SiC and AlN–based lossy composites for vacuum electronics. *2006. IEEE Int. Vacuum Electronics Conf. held jointly with 2006 IEEE Int. Vacuum Electron Sources*. (p. 37–38). Monterey, California.
2. Samsonov, G.V., Vinitzki, I.M. (1980). *Handbook of Refractory Compounds*. IFI/Plenum.
3. Fesenko, I. P., Turkevich, V. Z., Chasnyk, V. I. et al. (2018). *Teploprovodnist nadtverdykh materialiv [Thermal Conductivity of Superhard Materials]*. FOP Maydachenko [in Ukrainian].
4. Fesenko, I.P., Prokopiv, M. M., Chasnyk, V. I., et al. (2015). *Aliumonitrydni funktsionalni materialy, oderzhani z nanodispersnykh ta mikronnykh poroshkiv hariachym presuvanniam ta vilnym spikanniam [Aluminum nitride based functional materials prepared from nano- and micron size powders by hot pressing and pressureless sintering]*. EPC ALCON [in Ukrainian].
5. Fesenko, I. P., Romanko, L.O., Chasnyk, V.I., et al. (2022). Electrophysical Characteristics of Pressureless Sintered AlN-TiN Ceramic Composite. *J. Superhard Mater.* 44(1), 70–72.
6. Fesenko, I.P., Bochechka, O.O., Romanko, L.O., et al. (2017). Elektrychnyi opir vilnospechenoho kompozytu na osnovi nitrydu aliuminiuu z dodavanniam nanorozmirnoho karbidu kremniuu [Electrical resistivity of pressureless sintered aluminum nitride based composite with addition of nanosized silicon carbide]. *Porodorazrushaiushchii I metalloobrabatyvaiushchii instrument – tekhnika i tekhnologiiia eho izgotovleniia I primineniia – Rock Destruction and Metal-Working Tools – Techniques and Technology of the Tool Production and Applications* (20nd Issue, p. 343–348). ISM im. V.N. Bakulia, NAN Ukrainy [in Ukrainian]
7. Omelianenko V.I., Sergienko N.V., Kaidash O.M., Fesenko I.P., Kukharenko S.A. (2024). Teplo- ta elektroprovodnist hariachepresovanykh materialiv systemy dielektrychna matrytsia / elektroprovodni vkluchennia (AlN–hBN) / (TiB<sub>2</sub>–TiAl<sub>3</sub>) [Thermal and electrical conductivity of hot-pressed materials of the dielectric matrix/electroconductive inclusions system (AlN–hBN) / (TiB<sub>2</sub>–TiAl<sub>3</sub>)] *Instrumentalnoe materialovedenie – Tooling materials science*. (27nd Issue, p. 363–372) [in Ukrainian]