

УДК 666.3:539.5

І. П. Фесенко, Т. Б. Сербенюк, В. І. Часник,  
В. С. Біловол, В. М. Колодніцький, М. Г. Лошак,  
А. А. Марченко, Ю. М. Туз, Ю. О. Струніна, С. В. Ткач,  
Є. І. Фесенко, І. П. Шашурін (м. Київ)

### **Фізико-технічні властивості кераміки та композитів з керамічною матрицею на основі вюртцитного AlN**

*Представлено розроблені на основі вюртцитного нітриду алюмінію керамічні матеріали, одержані методами вільного спікання та гарячого пресування. Матеріали мають високий рівень механічних та теплофізичних властивостей: конструкційна кераміка з твердістю  $HV = 16,8$  ГПа, тріщиностійкістю  $K_{Ic} = 4,7\text{—}4,9$  МПа·м<sup>1/2</sup>, міцністю на згин  $\sigma = 370\text{—}430$  МПа; функціональна кераміка для теплостоків — з теплопровідністю до 140 Вт/(м·К), для поглинання мікрохвиль — з діелектричною проникністю  $\epsilon = 23$ , тангенсом кута діелектричних втрат  $\text{tg}\delta = 0,025$ , коефіцієнтом затухання електромагнітної енергії  $L$  до 36,3 дБ/см (частота 3 ГГц). Розроблені матеріали порівняно з матеріалами світових виробників.*

**Ключові слова:** AlN, композити, мікроструктура, теплопровідність, твердість, діелектричні властивості.

#### **ВСТУП**

В даний час відомі дві структурні модифікації нітриду алюмінію (AlN) — вюртцитна та кубічна. Кубічну модифікацію AlN типу NaCl тільки починають досліджувати. Її одержують з вюртцитної при тисках вищих за 16,5 ГПа та температурі 1400 °С [1]. Спостерігали також фазовий перехід з вюртцитної в кубічну модифікацію AlN у нанорозмірних об'ємах плівок системи Ti—Al—N [2] та в масивному полікристалічному композиті AlN—TiN [3].

Вюртцитний AlN (далі AlN) є основою керамічних матеріалів, які все ширше застосовують в практиці, про що свідчить тенденція до зростання числа патентів та публікацій з кераміки із AlN. Висока теплопровідність з хорошими діелектричними властивостями, хімічна стійкість, висока термостійкість і стійкість до термоудару, відносно висока твердість, низький коефіцієнт теплового розширення, нетоксичність та відносно низька ціна кераміки та композитів з матрицею на основі AlN робить їх перспективними матеріалами для інженерних розробок [4—6].

Протягом останніх двох десятиліть інтерес до нітриду алюмінію був викликаний, в основному, його застосуванням у пасивних елементах електронної техніки для відводу тепла від напівпровідникових схем [7], а також створенням композитів на його основі, які використовують як конструкційні матеріали [8—10].

Метою даної роботи є наведення механічних, теплофізичних та діелектричних характеристик розроблених в Інституті надтвердих матеріалів

© І. П. ФЕСЕНКО, Т. Б. СЕРБЕНЮК, В. І. ЧАСНИК, В. С. БІЛОВОЛ, В. М. КОЛОДНІЦЬКИЙ, М. Г. ЛОШАК,  
А. А. МАРЧЕНКО, Ю. М. ТУЗ, Ю. О. СТРУНІНА, С. В. ТКАЧ, Є. І. ФЕСЕНКО, І. П. ШАШУРІН, 2010

ім. В. М. Бакуля НАН України керамічних матеріалів на основі вюртцитного нітриду алюмінію, прикладів їх застосування, порівняння з іншими полікристалічними діелектричними матеріалами, а також з матеріалами інших виробників.

#### **МЕХАНІЧНІ ТА ТЕПЛОФІЗИЧНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ РОЗРОБЛЕНИХ КЕРАМІЧНИХ МАТЕРІАЛІВ НА ОСНОВІ AlN**

В результаті виконання в Інституті надтвердих матеріалів досліджень по створенню керамічних матеріалів функціонального та конструкційного призначення розроблено ряд технологічних схем одержання матеріалів на основі нітриду алюмінію (рис. 1). В основі цих технологій лежить використання процесу спікання порошкових компактів до високої густини при нормальному тиску азоту. Різниця в морфології та структурі вихідних порошків, фізико-хімії додаткових фаз, а також різниця в технологічних прийомах одержання щільного матеріалу приводить до різниці в структурі одержаних матеріалів і, як наслідок, до певних відмінностей основних фізико-технічних характеристик одержаних матеріалів (див. рис. 1).

Номинально чистий матеріал одержують з нанодисперсного порошку AlN вільним спіканням завдяки високій активності порошку (див. рис. 1). Єдина небажана домішка в цьому матеріалі — кисень — відіграє певну позитивну роль у зміцненні матеріалу утвореними в структурі нітриду алюмінію політипними прошарками і видовженими зернами. За діелектричними характеристиками матеріал з нанодисперсного порошку AlN є діелектриком з найнижчим поглинанням у мікрохвильовій області спектру. Через технологічні особливості приготування порошкових заготовок-компактів з нанодисперсного порошку розмір деталей з такого матеріалу обмежений (30 мм).

Для отримання деталей розміром до 100 мм із номінально чистого нанодисперсного порошку AlN застосовують гідродинамічне пресування заготовок-компактів і наступне вільне спікання (див. рис. 1). Внаслідок фрагментації часточок порошку і додаткової активації системи при такій динамічній обробці одержують вільним спіканням матеріал вищої міцності порівняно з описаним вище за рахунок не тільки утворення багат шарових політипів та видовжених зерен, але й високої густини дислокацій у зернах AlN.

З мікронного порошку AlN без спеціальних домішок одержують щільний керамічний матеріал лише гарячим пресуванням з попереднім розмелом, тобто попередньою активацією часточок порошку ударною обробкою (див. рис. 1). Теплопровідність цього матеріалу є відносно невисокою, що обумовлено присутністю домішки кисню. Розміри одержаних деталей можуть досягати 150 мм.

Спеціально введені домішки типу сполук ітрію дозволяють підвищити теплопровідність матеріалу з мікронного порошку AlN, одержаного гарячим пресуванням, але очистка зерен полікристала від кисню не може бути повною через обмежений час перекристалізації через рідку фазу (див. рис. 1).

Вільним спіканням мікронного порошку AlN, який пройшов попередню активацію розмелом і легування сполуками ітрію, одержують керамічний діелектричний матеріал високої густини та високої теплопровідності (див. рис. 1, 2). Діелектрична проникність цього матеріалу дещо вища за матеріал з нанодисперсного порошку AlN, що пояснюється можливою присутністю домішок заліза та вуглецю, які попадають у структуру матеріалу при розмелі та спіканні. Рівень діелектричних та теплофізичних властивостей цього матеріалу задовольняє вимогам розробників мікрохвильової техніки.

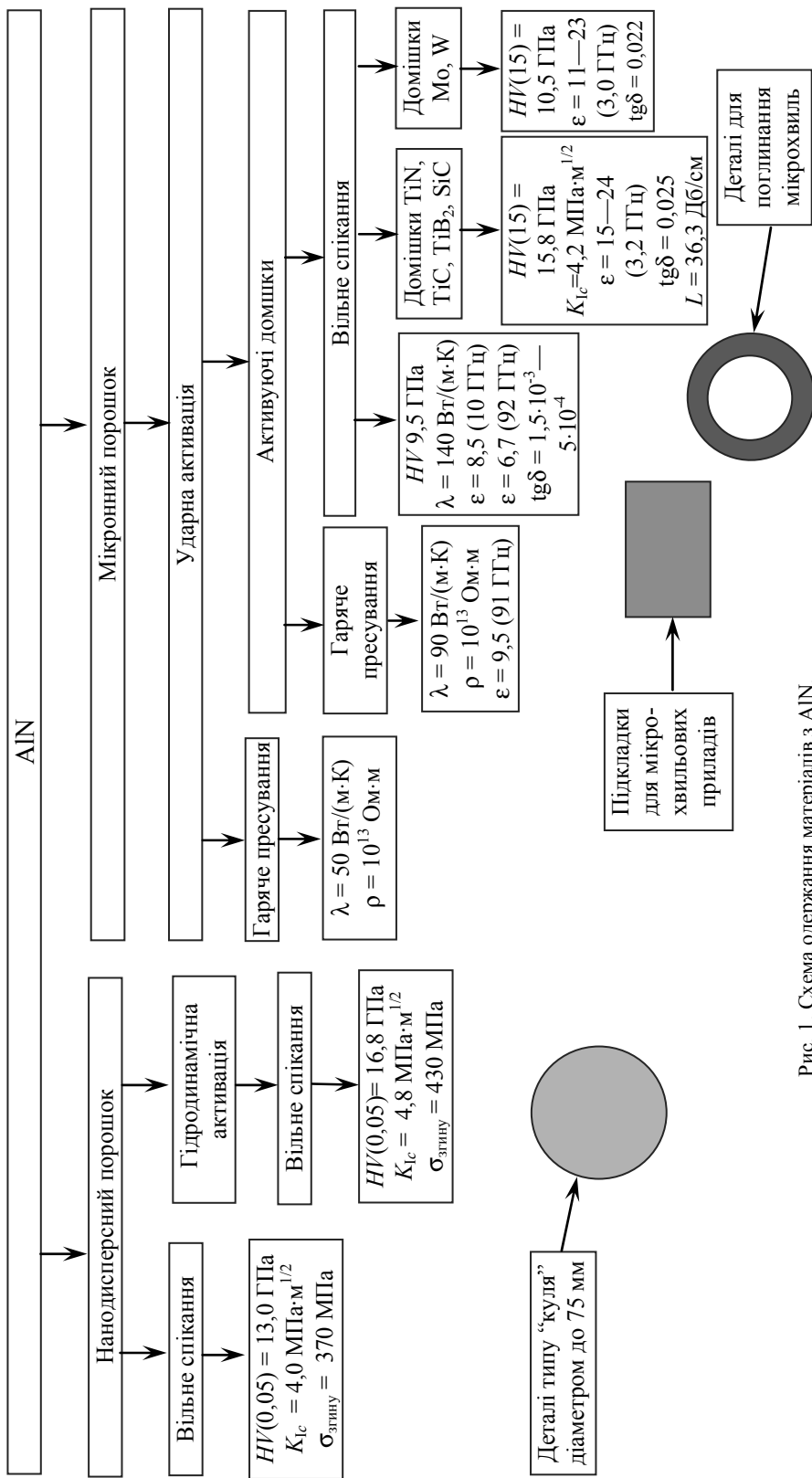


Рис. 1. Схема одержання матеріалів з AlN.

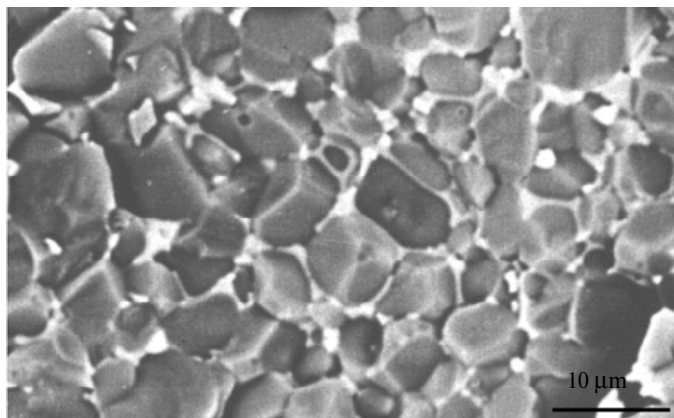


Рис. 2. Мікроструктура матеріалу, одержаного вільним спіканням AlN + 5 % (за масою)  $Y_2O_3$ ; злам, фазовий контраст (темна фаза — нітрид алюмінію, світла фаза — алюмоітрієвий гранат).

При введенні модифікуючих фаз тугоплавких металоподібних, напівпровідникових сполук та металів до складу порошкових систем мікронного порошку AlN, які пройшли активацію розмелом та леговані сполуками ітрію, вільним спіканням одержано теплопровідні композити з керамічною матрицею (рис. 3, 4), діелектричні характеристики яких можуть змінюватися в залежності від вмісту та природи модифікуючих фаз (див. рис. 1).

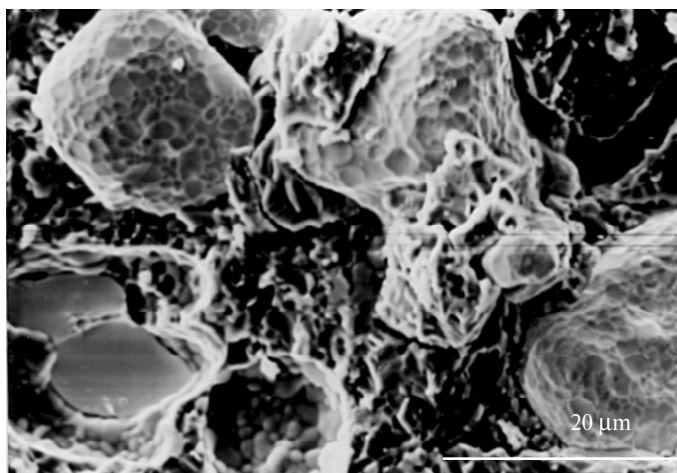


Рис. 3. Мікроструктура зразків AlN + 38 % (за масою) Mo, одержаних вільним спіканням; в матричній фазі нітриду алюмінію розташовані часточки молібдену більші за розмірами від зерен основної фази на порядок.

Діелектрична проникність одержаних композитів AlN—W та AlN—Mo на частоті 3,2 ГГц змінюється при збільшенні концентрації металу відповідно від 8,6 до 12,6 та від 14,0 до 25,0, причому тангенс кута діелектричних втрат зростає від 0,020 до 0,026 та від 0,018 до 0,024 відповідно. Композити на основі AlN, які містять металоподібні тугоплавкі сполуки TiN, TiC, TiB<sub>2</sub>, характеризуються величиною діелектричної проникності у межах 9,8—23,7 на частоті 3,0 ГГц, причому найвище значення  $\epsilon = 23,7$  на частоті 3,0 ГГц має композит AlN—25 % (за масою) TiN. Діелектричні властивості композитів на

основі AlN слабо залежать від частоти електромагнітного поля в області частот 3—37 ГГц.

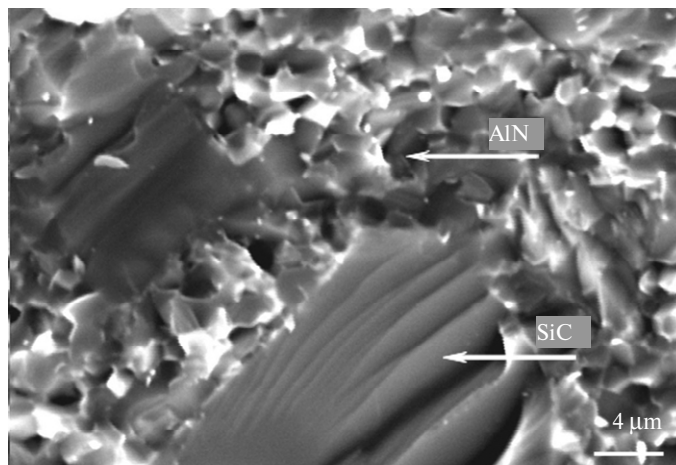


Рис. 4. Мікроструктура зламу композита AlN + 16 % (за масою) SiC, одержаного вільним спіканням.

Методом вільного спікання одержано двофазні керамічні композити типу діелектрик-напівпровідник з різним вмістом напівпровідної фази, що являють собою кераміку на основі нітриду алюмінію з однорідно розподіленими включеннями карбіду кремнію певного розміру. Одержані композити AlN—SiC мають твердість за Віккерсом  $HV$  (150 Н) 9,5—15,8 ГПа, тріщиностійкість за Палмквістом — 3,0—4,2 МПа·м<sup>0,5</sup>, міцність на згин — 132—209 МПа, теплопровідність — 37—82 Вт/(м·К), коефіцієнт затухання мікрохвильової електромагнітної енергії — до 36,3 дБ/см (рис. 5, 6).

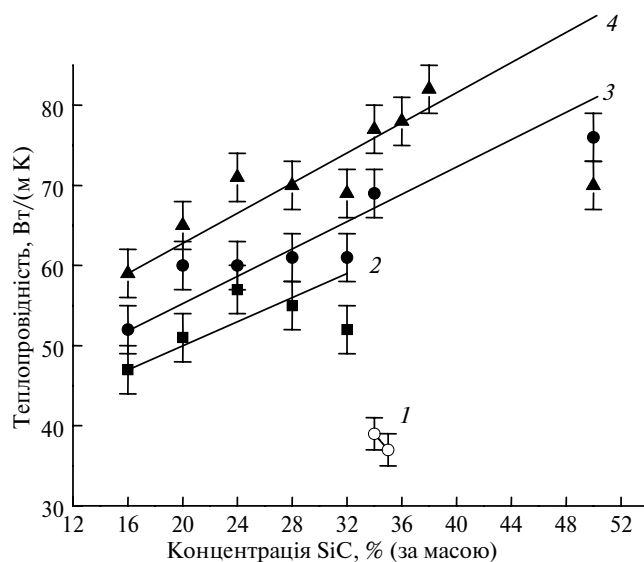


Рис. 5. Залежність теплопровідності композитів AlN—SiC від вмісту карбіду кремнію; номінальний розмір вихідних часточок SiC — 1,0 (1), 5,0 (2), 28,0 (3), 50,0 (4) мкм.

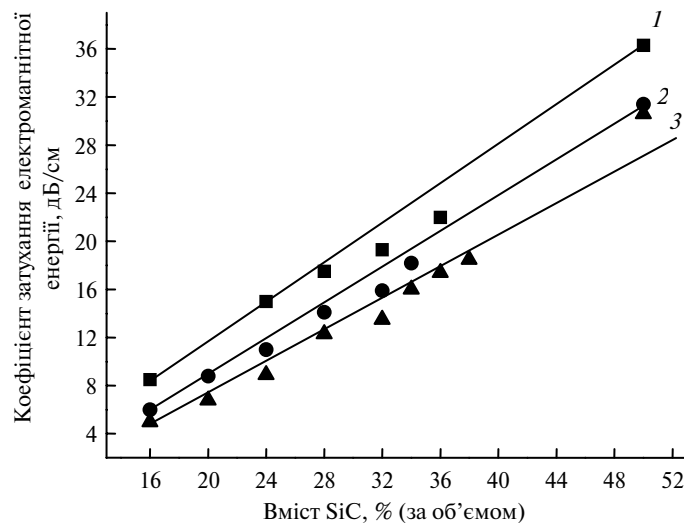


Рис. 6. Коефіцієнт затухання електромагнітної енергії в діапазоні частот 9,5—10,5 ГГц в композиті AlN—SiC в залежності від вмісту карбіду кремнію; розмір часточок вихідного порошку SiC — 5 (1), 28 (2), 50 (3) мкм.

Виходячи з практичних вимог до матеріалів на основі нітриду алюмінію, можна вибрати ту технологічну схему, яка дає можливість одержувати деталі необхідних розмірів з характеристиками матеріалу, які планується використати з функціональною або конструкційною метою.

#### ЗАСТОСУВАННЯ ЕЛЕМЕНТІВ КОМПОЗИТІВ З КЕРАМІЧНОЮ МАТРИЦЕЮ НА ОСНОВІ AlN ДЛЯ ПОГЛИНАННЯ МІКРОХВИЛЬ

Розроблені матеріали на основі AlN знаходять застосування в електронній техніці, де матеріали з необхідними теплофізичними, механічними та електрофізичними властивостями є запорукою розробки нових поколінь приладів, наприклад, у галузі вакуумної електроніки. Аналізуючи сучасний рівень середньої потужності вакуумної електронної техніки, Дж. Каламе та Д. Абе [11] показали, що середня потужність підсилювачів з лінійним пучком — прилади типу “гелікс”, лампи біжучої хвилі зі здвоєними порожнинами-резонаторами і клістриони — спадає пропорційно квадрату частоти при частотах вищих за кілька гігагерц. У цих приладах зі зростанням робочої частоти першочергової ваги набуває розсіяння тепла з поверхонь деталей, площа яких стає все меншою. За останні 15 років прогрес у збільшенні питомої потужності таких приладів у значній мірі обумовлений можливістю застосування теплопровідних матеріалів. Завдяки цьому робочі частоти приладів зросли від 1—10 ГГц у лампах біжучої хвилі до кількох сотень у гіротронах та гіроклістрионах. Деталі, які мають функцію поглиначів мікрохвильового випромінювання у вакуумних електронних приладах, відіграють важливу роль. Вони використовуються для управління добротністю в клістрионах, а також відіграють ключову роль у придушенні нестабільностей електромагнітної енергії в широкосмугових приладах (лампам біжучої хвилі) та в приладах, в яких застосовують структури вищих мод (гіротронах та гіроклістрионах). Технологія поглиначів з покращеними властивостями дозволяє розширити смугу підсилення сигналу в лампах біжучої хвилі та дасть можливість використання мод вищого ступеня у гіроклістрионах. У лампах біжучої хвилі поглиначі мікрохвиль найширше застосовують для забезпечення ізоляції між

вихідними та вхідними частинами ламп, запобігаючи виникненню зворотного зв'язку та переходу лампи в небажаний режим генерації.

У інших приладах поглиначі мікрохвиль не допускають самозбудження завдяки їх розташуванню в спеціальних неосновних резонаторах, вони придушують моди вищого порядку в основних резонаторах, зменшують вплив відбитої хвилі. Поглиначі мікрохвиль також застосовують для зменшення добротності основної моди у вхідній та вихідній камерах вакуумного приладу. І, нарешті, деталі, що поглинають мікрохвилі, часто застосовують для зменшення відбивань мод вищих порядків у портах подвоєння, для фільтрування сигналів окремих частот, а також для попередження конверсії мод.

Через те, що поглиначі мікрохвиль повинні працювати безпосередньо у вакуумному приладі, матеріали цих деталей повинні зберігати свої характеристики при високих температурах протягом часу роботи приладу і не призводити до погіршення вакууму у системі. Розроблені композиційні матеріали на основі AlN, які мають необхідні діелектричні характеристики в мікрохвильовому діапазоні спектру, задовольняють вимогам розробників нових приладів.

#### **ПОРІВНЯННЯ ВЛАСТИВОСТЕЙ РОЗРОБЛЕНОГО МАТЕРІАЛУ НА ОСНОВІ AlN ТА РОЗРОБОК СВІТОВИХ ВИРОБНИКІВ**

Іншим напрямом вдосконалення матеріалів на основі AlN є виконання вимог розробників техніки, в якій використовують інтенсивні потоки електромагнітної енергії мікрохвильового діапазону. Наприклад, такою відповідальною деталлю, яка визначає рівень потужності всього приладу або установки, є вікно для пропускання енергії електромагнітного поля. Таке радіопрозоре вікно повинно бути вакуумощільним для підтримання необхідного вакууму в системі, повинно пропускати великі потоки мікрохвильової енергії, тобто критичними властивостями цього матеріалу є діелектричні, теплофізичні та механічні, причому матеріал повинен мати хорошу здатність до металізації. Важливим діелектричним параметром є тангенс кута діелектричних втрат для запобігання дисипації енергії всередині самого вікна, а також низький коефіцієнт емісії вторинних електронів, що важливо для систем з електронними пучками. Крім того, ці матеріали повинні мати низьку діелектричну проникність для узгодження характеристик вікна і системи, а також високу діелектричну міцність на пробій. Висока теплопровідність для відводу тепла, яке виділяється в самому вікні, є критичним теплофізичним параметром. Важливою характеристикою є міцність для протистояння конструктивним навантаженням та зменшення можливості руйнування.

Полікристалічна оксидалюмінієва кераміка є зараз найбільш широко вживаною для радіопрозорих вікон, в той час як хорошими кандидатами для цього застосування є AlN, BeO, cBN та сапфір. Наприклад, кераміка з оксиду берилію була використана на прискорювачі елементарних частинок [12] в конструкції з трьох плоских дисків. Однак BeO не використовують широко для радіопрозорих вікон з міркувань безпеки та забруднення навколишнього середовища.

Дослідження можливості застосування в конструкції вихідних вікон клістронів високої потужності оксиду алюмінію, сапфіру та AlN проводили в Національній лабораторії фізики високих енергій КЕК (м. Цукуба, Японія) [13]. Хоча сапфір має нижчі діелектричні втрати, ніж оксидалюмінієва кераміка, в ньому спостерігається сильна люмінесценція. Тому вікно зі сапфіру може пропускати лише четверту частину потужності, яку пропуска-

ють вікна з оксиду алюмінію. Люмінесценція сапфіру може бути викликана появою великої кількості F-центрів, спричинених високим виходом вторинних електронів. Вікно з AlN показало нижче пропускання мікрохвильової енергії, ніж вікна з оксиду алюмінію, що могло бути викликано вищим значенням тангенса кута діелектричних втрат випробуваного матеріалу. З іншого боку, вимірний коефіцієнт вторинної електронної емісії зразка нітриду алюмінію був нижчий, ніж у оксиду алюмінію, що може забезпечити довшу тривалість роботи вікна з нітриду алюмінію.

У той же час, випробування сапфіру, BeO, нітриду бору, оксиду алюмінію марок Al300 та Al995 показали, що оксид алюмінію та оксид берилію мають найкращі якості, необхідні для виготовлення вікон, а сапфір виявився схильним до розтріскування [14]. Хоча на даний момент основним матеріалом для мікрохвильових вікон є оксид алюмінію, в світі продовжують роботи по використанню знань, здобутих при розробці високотеплопровідних матеріалів на основі нітриду алюмінію для підкладок-тепlostоків у електроніці, з метою застосування AlN при вирішенні проблеми збільшення пропускної здатності та строку служби вікон мікрохвильового випромінювання [15].

У мікрохвильових лампах розігріву, які застосовують в реакторах синтезу, керамічні вікна використовують як вакуумний бар'єр для відділення реакторного вакууму від вакууму електронної лампи. Вимоги до матеріалу вікон та екологічні вимоги при цьому є подібними до вимог при застосуванні мікрохвильових вікон у входних пристроях прискорювачів елементарних частинок [16, 17]. Вивчення строку служби керамічних вікон у реакторах синтезу показало переваги нітриду алюмінію над оксидом алюмінію при порівнянні розподілу температур, напружень і можливості руйнування вікон при пропусканні випромінювання на частоті 150 ГГц [17]. Стійкість AlN у агресивних середовищах, в тому числі в умовах жорсткого випромінювання, поєднується з хорошою здатністю його матеріалів зберігати високий рівень діелектричних та теплофізичних властивостей в ході експлуатації [18—22].

Досвід використання розробленого діелектричного матеріалу на основі AlN показав, що переваги нітриду алюмінію над основними передовими керамічними матеріалами можуть бути використані при конструюванні приладів мікрохвильового діапазону. Для порівняння характеристики розробленого матеріалу на основі AlN приведено у табл. 1.

**Таблиця 1. Властивості керамічних матеріалів для електронної техніки (за [23] та даними авторів)**

Властивості	AlN	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	BeO	SiC	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
Теплопровідність, Вт/(м·К) (20 °С)	120—160	20—36	250—270	150—250	30—70
Електричний опір, Ом·м (20 °С)	10 <sup>13</sup>	10 <sup>12</sup>	10 <sup>11</sup> —10 <sup>12</sup>	5·10 <sup>-2</sup>	10 <sup>7</sup>
Діелектрична проникність, ε (1 МГц)	7,7 (3 ГГц)	9,5	6,5—6,7	40	7,2—7,9
Тангенс кута діелектричних втрат tgδ, ×10 <sup>-3</sup> (1 МГц)	1,5 (3 ГГц)	0,2—0,3	0,2—0,4	40—50	0,1—1
Коефіцієнт термічного розши- рення, 10 <sup>-6</sup> К <sup>-1</sup> (20—100 °С)	5,0	5,5	6,5	4,4	3,1
Густина, г/см <sup>3</sup>	3,28	3,98	3,01	3,20	3,19
Міцність на згин, МПа (20 °С)	300	400—450	170—230	380—650	200—750



Величина механічних характеристик кераміки на основі AlN робить можливим її застосування в деталях, які витримують теплове, корозійне та помірне механічне навантаження. Ряд вищеописаних застосувань матеріалів на основі AlN підтверджує їх доцільність у відповідальних пристроях, заміна компонентів яких у ході експлуатації або повинна відбуватись якомога рідше, або не передбачена.

З табл. 1 видно, що кераміка з AlN має високі діелектричні характеристики. Порівняння з оксидом алюмінію ( $\epsilon = 10$ ,  $\text{tg}\delta = 3 \cdot 10^{-5}$  на частоті 10 ГГц) показує, що нітрид алюмінію при майже рівних величинах діелектричних характеристик вигідно відрізняється за величиною коефіцієнта теплопровідності. Прикладом використання високої теплопровідності AlN є підвищення точності термоелектричних перетворювачів напруги, для роботи яких характерні надзвичайно малі рівні вихідної електрорушійної сили (ЕРС), а необхідна роздільна здатність становить одиниці нановольта за рахунок вирішення задачі зведення до мінімуму рівня контактних ЕРС для зменшення чутливості цих приладів до зміни температури. Оскільки контактна ЕРС залежить від різниці температур між симетричними контактами-затискачами, важливою є мінімізація різниці температур затискачів. Використання високо-теплопровідної кераміки з AlN замість широко застосовуваної термо-реактивної пластмаси (рис. 7) дозволило зменшити рівень контактних ЕРС і розробити ряд еталонних перетворювачів напруги термоелектричних (ЕПНТЕ), які перетворюють вхідну напругу в діапазоні частот 0—30 МГц при вхідних номінальних напругах 0,5, 1,0, 2,0, 4,0, 8,0, 16,0, 32,0 В у термоелектрорушійну силу на рівні 10 мВ. Розроблені ЕПНТЕ використовують для відтворення, зберігання і передачі одиниці Вольта напруги змінного струму з високою точністю. Відносна невилучена систематична похибка ЕПНТЕ знаходиться в межах від  $5,0 \cdot 10^{-5}$  до  $1,0 \cdot 10^{-3}$  в залежності від діапазону частот і рівня напруги.

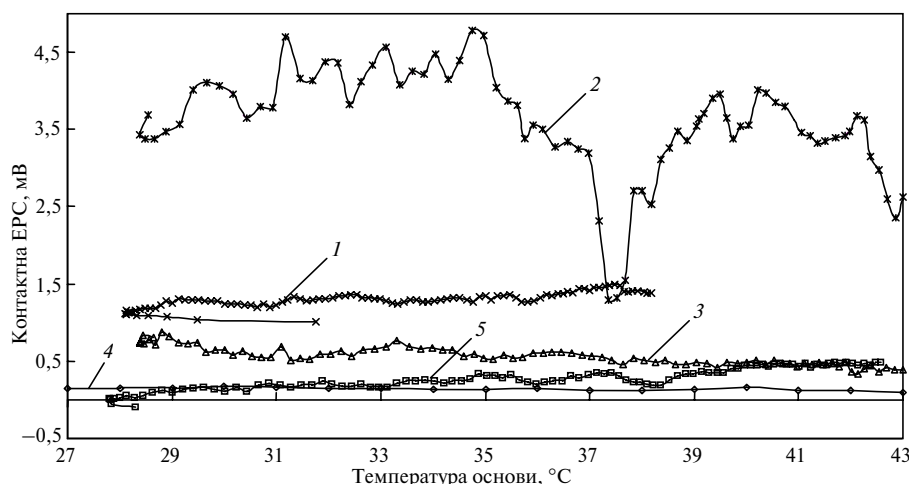


Рис. 7. Залежність контактної ЕРС затискачів перетворювача напруги від температури основи без ізолятора (1) та з ізоляторами — термореактивною пластмасою (2), стандартною теплопровідною плівкою SilPad1500 (3), AlN-керамікою товщиною 1 (4) та 3 (5) мм.

Високі діелектричні характеристики розробленого матеріалу на основі мікронного AlN були використані при виготовленні мікрохвильових вікон у радіофізичному комплексі для діагностики та лікування пухлин молочної

залози та гортані (НВО ЭЛАС, Зеленоград, РФ). Вікно мікрохвильового нагрівання розміром 48×60×1 мм прикладають безпосередньо до тіла пацієнта. При гіпертермальній терапії мікрохвильова енергія від генератора з частотою 0,915 ГГц пропускається через вікно-аплікатор і нагріває уражену тканину до 42,5—43,5 °С, що приводить до загибелі ракових клітин. Для захисту біологічної тканини від поверхневого опіку в аплікаторі застосовують розроблену теплопровідну кераміку, яка має низькі мікрохвильові втрати. Рівень діелектричних характеристик кераміки з нанодисперсного порошку AlN служить основою для подальших робіт з використання цього матеріалу для неінвазивної мікрохвильової гіпертермальної терапії.

Висока теплопровідність і низькі діелектричні втрати обумовлюють використання діелектричного матеріалу на основі мікронного AlN в підкладках-тепlostоках мікрохвильових приладів підвищеної потужності. В Науководослідному інституті автоматизації експериментальних досліджень Національного технічного університету України “Київський політехнічний інститут” з використанням діелектричного матеріалу на основі AlN був розроблений еталон напруги змінного струму (еталона Вольта). Одним із блоків цього еталону є високовольтний широкосмуговий підсилювач для діапазону частот від 0 до 50 МГц при напругах понад 30 В, причому швидкість наростання сигналу становить 9000 В за мікросекунду. Це стало можливим завдяки застосуванню деталей з AlN як несучих ізоляційних елементів і як радіаторів для відводу тепла.

Характеристики розробленого матеріалу на основі AlN для електронної та електротехнічної промисловості для порівняння з матеріалами світових виробників приведено в табл. 2, де видно, що при виробництві матеріалів технологію вільного спікання AlN застосовують найбільш широко порівняно з технологіями гарячого пресування, гарячого ізостатичного пресування, реакційного спікання [24], електророзрядного спікання [25], а також мікрохвильового спікання [27, 28].

**Таблиця 2. Основні виробники матеріалів на основі AlN та властивості їх матеріалів (за [15, 26] та даними авторів)**

Виробник	Матеріал або метод одержання	Густина, г/см <sup>3</sup>	Тепло-провідність, Вт/(м·К) (20 °С)	КТР, ×10 <sup>-6</sup> град <sup>-1</sup> (20–400 °С)	Діелектрична міцність, кВ/мм	Діелектрична проникність, ε (1 МГц)	Міцність на згин, МПа (20 °С)
ІНМ, Україна	вільне спікання						
	нано-AlN	3,26	120	—	—	6,3 (3 ГГц)	350—380
	AlN	3,28	140	5,0	—	7,7 (3 ГГц)	300
Toshiba Corp.	TAN-170	3,28	170	4,6	14	8,8	300
Японія	TAN-200	3,28	200	4,6	14	8,8	300
ESK Engineered Ceramics Waker Chemicals, США	вільне спікання	3,23	150	4,4	—	8,6	310
	реакційне спікання	2,5—2,6	—	4,0	—	—	100
New Canaan, США	гаряче ізостатичне пресування	3,26	—	4,3	—	9,0	360

**Таблица 2. (Продовження)**

Electronceramics, Канада	гаряче пресування	3,26	—	4,4	10	8,9	450
Advanced Refrac- tory Technology, США	вільне спікання А-100	—	200	3,4	10	8,9	310
Carborundum Company, США	вільне спікання	3,3	> 170	4,7	14	8,6	280
Atochem, Франція	вільне спікання PyrofineA2C	3,34	210	—	—	8,8	—
Tokyo Aluminum К.К., Японія	Toyalnite UF Toyalnite WF	3,31 3,28	200 170	4,5	14	8,8	360
Keramont Corp. США	Keramont 7R	3,28	160—190	4,3	15	8,6	250—350

## ВИСНОВКИ

Методами вільного спікання та гарячого пресування одержано керамічні матеріали на основі вюртцитного нітриду алюмінію з високим рівнем властивостей: конструкційну кераміку з твердістю  $HV = 16,8$  ГПа, тріщиностійкістю  $K_{Ic} = 4,7—4,9$  МПа·м<sup>1/2</sup>, міцністю на згин  $\sigma = 370—430$  МПа; функціональні кераміки: для теплостоків — з теплопровідністю до 140 Вт/(м·К), для поглинання мікрохвиль — з діелектричною проникністю  $\epsilon = 23$ , тангенсом кута діелектричних втрат  $\text{tg}\delta = 0,025$ , коефіцієнтом затухання електромагнітної енергії  $L$  до 36,3 дБ/см (частота 3 ГГц).

*Представлены разработанные на основе вюртцитного нитрида алюминия керамические материалы, полученные методами свободного спекания и горячего прессования. Материалы имеют высокий уровень механических и теплофизических свойств: конструкционная керамика с твердостью  $HV = 16,8$  ГПа, трещиностойкостью  $K_{Ic} = 4,7—4,9$  МПа·м<sup>1/2</sup>, прочностью на изгиб  $\sigma = 370—430$  МПа; функциональная керамика для теплостоків — с теплопроводностью до 140 Вт/(м·К), для поглощения микроволн — с диэлектрической проницаемостью  $\epsilon = 23$ , тангенсом угла диэлектрических потерь  $\text{tg}\delta = 0,025$ , коэффициентом затухания электромагнитной энергии  $L$  до 36,3 дБ/см (частота 3 ГГц). Выполнено сравнение разработанных материалов с материалами мировых производителей.*

**Ключевые слова:** AlN, композиты, микроструктура, теплопроводность, твердость, диэлектрические свойства.

*Wurtzitic aluminum nitride-based ceramic materials having the following high characteristics: structural ceramics with a Vickers hardness of  $HV = 16.8$  GPa, fracture toughness  $K_{Ic} = 4.7—4.9$  MPa·m<sup>1/2</sup>, bending strength  $\sigma = 370—430$  MPa; functional ceramics for heatsinks with a thermal conductivity of 140 W/(m·K) and for microwaves absorption with dielectric constant  $\epsilon = 23$ , dielectric loss tangent  $\text{tg}\delta = 0.025$ , coefficient of the electromagnetic energy attenuation  $L$  to 36.3 dB/cm (at a frequency of 3 GHz) have been obtained using pressureless sintering and hot pressing.*

**Key words:** AlN, composites, microstructure, thermal conductivity, hardness, dielectric properties.

1. Vollstaedt H., Ito E., Akaishi M. et al. High pressure synthesis of rocksalt type of AlN // Proc. Japan Academy. Ser. B.: Phys. Biol. Sci. — 1990. — 66, N 1. — P. 7—9.

2. *Mayrhofer P. H., Hoerling A., Karlsson L. et al.* Self-organized nanostructures in the Ti—Al—N system // *Appl. Phys. Lett.* — **83**, N 10. — 2003. — P. 2049—2052.
3. *Новіков М. В., Шведов Л. К., Кривошия Ю. М. та ін.* Вплив деформації на структурні перетворення в матеріалах системи AlN—TiN при навантаженні в алмазних ковадлах // *Сверхтв. материалы.* — 2009. — № 4. — С. 92—95.
4. *Heard H. C., Cline C. F.* Mechanical behavior of polycrystalline BeO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and AlN at high pressure. — Livermore, 1979. — 29 p. — (Prepr. / Lawrence Livermore Laboratory; UCRL-82319).
5. *Tajika M., Matsubara H.* Effect of grain contiguity on the thermal diffusivity of aluminum nitride // *J. Amer. Ceram. Soc.* — 1999. — **82**, N 6. — P. 1537—1575.
6. *Nakano H., Watari K., Hayashi H., Urabe K.* Microstructural characterization of high-thermal-conductivity aluminum nitride ceramics // *Ibid.* — 2002. — **85**, N 12. — P. 2730—2733.
7. *Иванов С. Н., Понов П. А., Егоров Г. В. и др.* Теплофизические свойства керамического нитрида алюминия // *Физика твердого тела.* — 1997. — **39**, № 1. — С. 93—96.
8. *Мельникова В. А., Казаков В. К., Кислый П. С., Сульженко В. К.* Изучение структуры и свойств керамики карбид кремния—нитрид алюминия при высоких температурах // *Сверхтв. материалы.* — 1991. — № 2. — С. 33—36.
9. *Tangen I.-L., Yu Y. D., Grande T., Hoier R., Einarsrud M.-A.* Preparation and characterization of aluminium nitride—titanium nitride composites // *J. Europ. Ceram. Soc.* — 2004. — **24**, N 7. — P. 2169—2179.
10. *Tangen I.-L., Yu Y., Grande T. et al.* Preparation and characterization of aluminum nitride—silicon carbide composites // *Ceram. Int.* — 2004. — **30**, N 6. — P. 931—938.
11. *Calame J. P., Abe D. K.* Applications of advanced materials technologies to vacuum electronic devices // *Proc. IEEE.* — 1999. — **87**, N 5. — P. 840—864.
12. *Pisharody M., Barnes P., Chojnacki E. et al.* High power tests on a 500 MHz planar waveguide window for the CESR upgrade // *Proc. 1995 IEEE Part. Accel. Conf., Dallas, Texas, USA, 1—5 May, 1995.* — Dallas, TX, USA: SAO/NASA Astrophysics Data System, 1995. — Vol. 3. — P. 1720—1722.
13. *Michizono S., Saito Y., Yamaguchi S. et al.* Dielectric materials for use as output window in high-power klystrons // *IEEE Transactions on Electrical Insulation.* — 1993. — **28**, N 4. — P. 692—699.
14. *Vlieks A. E., Allen M. A., Callin R. S. et al.* Breakdown phenomena in high power klystrons // *Ibid.* — 1989. — **24**, N 6. — P. 1023—1028.
15. *Cummings K. A., Risbud S. H.* Dielectric materials for window applications // *J. Phys. Chem. Sol.* — 2000. — **61**, N 4. — P. 551—560.
16. *Fett T., Munz D.* Lifetime evaluation of ceramic windows in microwave heating tubes // *J. Nucl. Mater.* — 1990. — **171**, N 1. — P. 172—179.
17. *Zinkle S. J., Hodgson E. R.* Radiation-induced changes in the physical properties of ceramic materials // *Ibid.* — 1992. — **191—194**, Part. 1. — P. 58—66.
18. *Shikama T., Zinkle S. J., Shiiyama K. et al.* Electrical properties of ceramics during reactor irradiation // *Ibid.* — 1998. — **258—263**, Part. 2. — P. 1867—1872.
19. *Snead L. L., Yamada R., Noda K. et al.* In situ thermal conductivity measurement of ceramics in a fast neutron environment // *Ibid.* — 2000. — **283—287**, Part. 1. — P. 545—550.
20. *Yano T., Ichikawa K., Akiyoshi M. et al.* Neutron irradiation damage in aluminum oxide and nitride ceramics up to a fluence of  $4.2 \times 10^{26}$  n/m<sup>2</sup> // *Ibid.* — 2000. — **283—287**, Part. 2. — P. 947—951.
21. *Shiiyama K., Howlader M. M. R., Izumi Y. et al.* Current-voltage characteristic of alumina and aluminum nitride with or without electron irradiation // *Ibid.* — 2000. — **283—287**, Part. 2. — P. 912—916.
22. *Howlader M. M. R., Kinoshita C., Shiiyama K. et al.* Electrical insulating potential of aluminum nitride under irradiation with fast electrons // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. Section B: Beam Interactions with Materials and Atom.* — 2000. — **166—167**, 2 May. — P. 159—164.
23. *Kerbe F., Matzke H., Himpel G. et al.* Aluminiumnitridkeramik // *Proc. VII Arbeitstagung Festkörperchemie und Keramik, Holzgau/Erzgebirge, 9—12 Nov., 1988.* — S. 184—186.
24. *Boey F. Y. C., Tok A. I. Y.* Porous AlN ceramic substrates by reaction sintering // *J. Mater. Process. Technol.* — 2003. — **140**, N 1. — P. 413—419.
25. *Khor K. A., Cheng K. H., Yu L. G., Boey F.* Thermal conductivity and dielectric constant of spark plasma sintered aluminum nitride // *Mater. Sci. Eng. A.* — 2003. — **347**, N 1—2. — P. 300—305.

26. *Sheppard L. M.* Aluminum nitride: a versatile but challenging material // Amer. Ceram. Soc. Bull. — 1990. — **60**, N 1. — P. 1801—1812.
27. *Xu G., Olorunyele T., Wilson O. C. et al.* Microwave sintering of high-density, high thermal conductivity AlN // J. Mater. Res. — 2002. — **17**, N 11. — P. 2837—2845.
28. *Yosioka T., Makino Y., Miyake S.* Low temperature sintering of aluminum nitride with millimeter-wave heating // J. Mater. Sci. — 2003. — **38**, N 1. — P. 101—106.

Ін-т надтвердих матеріалів

Надійшла 26.10.09

ім. В. М. Бакуля НАН України

НДІ автоматизації експериментальних досліджень

Національного технічного ун-ту України “КПІ”,

Державне підприємство НДІ “ОРІОН”

Національний медичний ун-т ім. О. О. Богомольця

Київський національний ун-т ім. Тараса Шевченка