

УДК 66.040.2

## ОСОБЕННОСТИ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО СПЕКАНИЯ В ФОРВАКУУМЕ КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ КАРБИДА КРЕМНИЯ С ОКСИДНЫМИ ДОБАВКАМИ

<sup>1</sup>Двилис Э.С., <sup>2</sup>Бурдовицин В.А., <sup>1</sup>Хасанов А.О., <sup>2</sup>Окс Е.М.,

<sup>2</sup>Климов А.С., <sup>2</sup>Зенин А.А., <sup>1</sup>Хасанов О.Л.

<sup>1</sup>*Национальный исследовательский Томский политехнический университет,  
Томск, e-mail: khasanov@tpu.ru;*

<sup>2</sup>*Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники,  
Томск, e-mail: burdov@fet.tusur.ru*

На основе комплексного анализа экспериментальных результатов электронно-лучевого спекания (ЭЛС) керамического материала на основе SiC с добавками оксидов иттрия и алюминия показано, что потеря массы материала, возрастающая при повышении мощности электронного пучка, обусловлена локально рассредоточенным перегревом микрообластей керамики до температур в диапазоне от 2000 до 2730 °С. Перегрев сопровождается рядом последовательно протекающих процессов: химических и фазовых превращений, сублимации, плавления и испарения компонентов и соединений, однако процессы окисления основного материала (SiC) существенного влияния на потерю массы не оказывают. В объёме спекаемого материала между порами, образованными в ходе указанных процессов, наблюдается формирование плотной зёрновой структуры с совершенными границами. Такие особенности локального тепловыделения указывают на необходимость достоверного контроля температуры при оптимизации режимов и условий ЭЛС керамики на основе SiC. Для достижения высокоплотного состояния керамики, консолидируемой методом ЭЛС, необходимо минимизировать свободную поверхность спекаемых образцов, что обеспечивается на стадии предварительного прессования.

**Ключевые слова:** карбид кремния, электронно-лучевое спекание, форвакуум, плазменный электронный источник

## THE PECULIARITIES OF ELECTRON BEAM FOREVACUUM SINTERING OF CERAMIC MATERIALS BASED ON SILICON CARBIDE WITH OXIDE ADDITIONS

<sup>1</sup>Dvilis E.S., <sup>2</sup>Burdovitsin V.A., <sup>1</sup>Khasanov A.O., <sup>2</sup>Oks E.M.,

<sup>2</sup>Klimov A.S., <sup>2</sup>Zenin A.A., <sup>1</sup>Khasanov O.L.

<sup>1</sup>*National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, e-mail: khasanov@tpu.ru;*

<sup>2</sup>*Tomsk State University of Control Systems and Radioelectronics, Tomsk, e-mail: burdov@fet.tusur.ru*

The experimental results of electron beam sintering of ceramic material based on silicon carbide with additions of yttria and alumina demonstrate a weight loss of as-sintered material which increases with power of electron beam. It caused by overheating of ceramic micro-areas at temperature range from 2000 to 2730 °С. The overheating is accompanied by the step-by-step processes: chemical and phase transformations, sublimation, melting and vaporization, however the oxidation process of SiC does not have significant effect on weight loss. The formation of dense grain structure with perfect boundaries between pores was shown in volume of sintering material during described processes. These peculiarities of the local heating point to necessity of the reliable temperature measurement during electron beam sintering of SiC-based ceramics. It is necessary to minimization free surface of sintering sample to achieve high density ceramic structure by electron beam sintering method. That is provide at pre-pressing stage.

**Keywords:** silicon carbide, electron beam sintering, forevacuum, plasma electron source

Одним из перспективных конструктивных и функциональных материалов для изготовления ответственных деталей и изделий (износостойких уплотнений, нагревательных элементов, элементов бронезащиты, компонентов микро- и нанoeлектроники и др.) является керамика на основе SiC, что обусловлено сочетанием её высокой твёрдости, относительно малого удельного веса, низкого значения коэффициента термического расширения, высокой жаростойкости, теплопроводности. Изготовление из

этого материала высокоплотных объёмных изделий проводится достаточно сложными процессами спекания под давлением (различные варианты горячего прессования).

Эффективным является спекание SiC с участием жидкой фазы, для чего в порошок карбида кремния добавляют до 10 % оксидов алюминия и иттрия. В этом случае тонкий слой оксида кремния, всегда содержащийся на поверхности частиц SiC, образует с оксидными добавками легкоплавкое силикатное соединение, которое

обеспечивает зернограничное проскальзывание при жидкофазном спекании [6]. Жидкофазное спекание такого композита требует высоких температур (до 2050 °С) и длительной выдержки, что удорожает производство изделий из SiC. Повысить скорость и качество консолидации тугоплавких порошковых материалов позволяют высокоэнергетические методы внешнего воздействия, например искровое плазменное спекание, а также метод электронно-лучевого спекания (ЭЛС).

Электронно-лучевые технологии обработки материалов находят широкое применение в различных отраслях науки и техники [1], однако получение с их помощью объёмных керамических материалов до сих пор остаётся не до конца решённой, но перспективной задачей материаловедения. Ранее в работах [3, 4] нами была показана возможность успешного проведения электронно-лучевого спекания оксидных диэлектрических керамик на основе ZrO<sub>2</sub> и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Основная задача настоящего исследования состояла в установлении особенностей и перспектив применения метода электронно-лучевого спекания для высокотемпературной консолидации карбида кремния, с учетом роли спекающих оксидных добавок.

### Материалы и методы исследования

Образцы в форме таблеток диаметром до 14 мм и высотой до 3 мм из коммерческого гранулированного порошка SiC (SIKA Densitac-L, Saint-Gobain) формовали обычным одноосным статическим прессованием до плотности около 60% от теоретической. Свойства порошка представлены в табл. 1.

Эксперименты по электронно-лучевому спеканию образцов проводились в установке с форвакуумным плазменным электронным источником [6]. Спекание проводили в трех вариантах: (ЭЛС 1) под действием одного электронного пучка на образец, вращающийся с частотой 1,5–2 об/с (рис. 1, а); (ЭЛС 2) под действием двух встречных пучков на образец, неподвижно зафиксированный в вакуумной

камере и (ЭЛС 3) под действием двух встречных пучков на образец, неподвижно зафиксированный внутри графитового тигля в вакуумной камере (рис. 1, б). Спекание в графитовом тигле позволяло исключить из рассмотрения возможные радиационные эффекты. После откачки вакуумной камеры с размещённым в ней образцом до давления остаточной атмосферы 3 Па в ряде экспериментов проводилась её промывка инертными газами (гелий, аргон) в течение 5 мин. Нагрев образца осуществлялся в течение 40–45 мин путём плавного увеличения мощности электронных пучков. Контроль температуры внешней поверхности спекаемого образца или тигля осуществлялся с помощью пирометра Marathon MM (Raytec).

**Таблица 1**

Свойства порошка карбида кремния

Свойство	Значение
Удельная поверхность (м <sup>2</sup> /г)	13
Средний размер гранул (мкм)	100
Средний размер частиц (мкм)	1
Содержание Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (мас. %)	5,5
Содержание Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (мас. %)	3,5
Содержание свободного углерода (мас. %)	< 0,15

Определение состава газовой атмосферы в камере производилось газоанализатором RGA-100 (SRS).

Электронно-лучевым воздействием образец SiC нагревали до заданной температуры и выдерживали в течение определенного времени. По окончании воздействия образец выдерживали в вакууме до полного остывания. Для сравнения свойств проводили анализ образцов, спеченных из аналогичных таблеток в вакуумной печи сопротивления.

Плотность образцов определяли с точностью ±0,1% измерениями объёма (цифровым микрометром Mitutoyo ID-F150) и взвешиванием (на электронных весах ВЛТЭ-150). Структуру и состав полученных образцов исследовали на оборудовании Нано-Центра ТПУ с использованием сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) и элементного энергодисперсионного анализа (EDS) на приборе JSM-7500FA (JEOL), а также методом рентгенофазового анализа (РФА) на установке XRD-7000F (Shimadzu). Расшифровку результатов рентгеновской дифракции проводили методом Ритвельда с использованием стандартной базы данных неорганических кристаллических материалов ICSD.

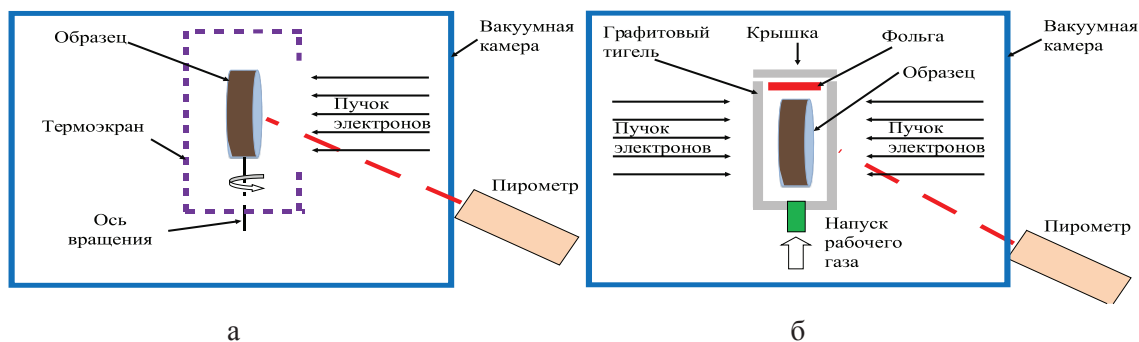


Рис. 1. Схема электронно-лучевого спекания:  
а – спекание одним пучком, б – спекание в графитовом тигле двумя пучками

Таблица 2

Результаты ЭЛС образцов SiC в различных режимах и условиях

Номер образца	Условия ЭЛС	Остаточный газ (3 Па)	Температура, °С	Время выдержки, мин	Относительная плотность до ЭЛС, %	Относительная плотность после ЭЛС, %	Потери массы, %
1	(ЭЛС 2)	воздух	1950	10	60,1	43,7	38,7
2	(ЭЛС 2)	воздух	1900	10	60,3	47,3	39,8
3	(ЭЛС 2)	воздух	1800	10	62,9	51,1	24,5
4	(ЭЛС 2)	воздух	1700	10	60,6	52,9	18,5
5	(ЭЛС 2)	воздух	1850	10	58,4	45,3	30,9
6	(ЭЛС 3)	кислород	1700	10	59,5	52,6	16,7
7	(ЭЛС 3)	гелий	1700	20	58,9	55,1	12,6
8	(ЭЛС 3)	гелий	1700	10	59,8	55,5	13,6
9	(ЭЛС 3)	аргон	1700	10	59,5	57,3	10,9
10	(ЭЛС 1)	гелий	1750	10	58,9	48,6	24,7
11	(ЭЛС 1)	гелий	1750	10	92,5 *	82,9	13,2

Примечание. \* – образец предварительно спечён в вакуумной печи.

### Результаты исследования и их обсуждение

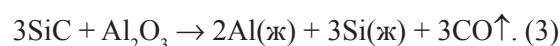
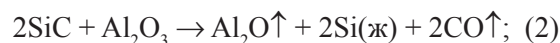
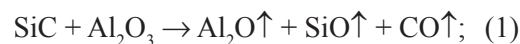
В отличие от ранее проведённых нами экспериментов по ЭЛС оксидной керамики [3, 4], анализ результатов ЭЛС SiC, представленных в табл. 2, показал существенную потерю массы образцов при всех исследованных режимах спекания. Унос вещества сопровождается деформацией образцов и снижением их плотности.

Максимальные потери массы наблюдаются в экспериментах ЭЛС в остаточной воздушной атмосфере при температурах выше 1700°С (образцы № 1–5). Однако влияние окислительных процессов исключается в эксперименте ЭЛС образца, помещённого в графитовый тигель, с прокачкой через него кислорода (образец № 6). Потери массы при этом оказались даже ниже, чем для образца, спекаемого при этой же температуре в остаточной воздушной атмосфере (образец № 4). Это указывает на определяющую роль температуры в процессе уноса вещества и на несущественное влияние процессов окисления при данном форвакуумном давлении.

Сравнение потерь массы для образцов № 3, 10 и 11 позволяет также сделать вывод о существенном влиянии состояния наружной и внутренней (вокруг пор) поверхности образцов. Образец № 11 предварительно спекался в вакуумной печи при 2000°С до плотности 92,5% от теоретической (3,21 г/см<sup>3</sup>), а затем проводилось ЭЛС при 1750°С. Потери массы образца № 11 при ЭЛС оказались почти в два раза меньше, чем для образца № 10: прессовка плотностью 58,9% спекалась

методом ЭЛС при этой же температуре 1750°С. Потери массы образцов № 3 и 10 практически равны, несмотря на несколько разные температуры ЭЛС и составы остаточной атмосферы, что также можно объяснить разницей в величинах исходной плотности: несколько более плотный образец № 3 потерял такое же количество массы при большей температуре в среде воздуха, чем менее плотный образец № 10 при меньшей температуре в среде гелия.

Значения потери массы в спеченных образцах SiC (от 11 до 40%) существенно превышают содержание оксидных добавок Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (5,5%) и Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (3,5%), что не позволяет рассматривать химические превращения в качестве единственной причины уноса вещества, однако не исключает полностью вероятность таких процессов и требует их рассмотрения. Известно [7], что в вакууме при температурах выше 1850°С оксид алюминия взаимодействует с карбидом кремния с образованием газообразных и жидких продуктов.



Также в этих условиях с образованием газообразных продуктов возможна реакция взаимодействия карбида и оксида кремния.



Изменения газовой атмосферы при ЭЛС образцов № 10 и 11 (рис. 2) качественно

соответствуют реакциям (1)–(4), а различия объясняются разницей исходной плотности образцов. Однако выделение CO в экспериментах наблюдается уже при температурах, регистрируемых пирометром, существенно меньших 1850°C.

В частности, как для пористого образца № 10, так и для предварительно спечённого (высокоплотного) образца № 11, рост содержания CO ( $m/e = 28$ ) в камере начинается при температуре около 1400°C, а по истечении нескольких минут выдержки уровень CO в масс-спектре снижается. В области высоких температур разница в характере кривых

газовыделения для этих образцов заключается в том, что для пористого образца № 10 прекращение выделения CO наступает раньше. Данный факт можно объяснить тем, что образец № 10 – пористый, с высокой свободной поверхностью. Это способствует полному реагированию добавки  $Al_2O_3$  с SiC по реакциям (1)–(3). Прекращение выделения CO при ЭЛС более плотного (предварительно спечённого) образца № 11 имеет менее резкий характер и связано с прекращением нагрева и последующим снижением температуры. В этом случае в спекаемом SiC остается непрореагировавший оксид алюминия.

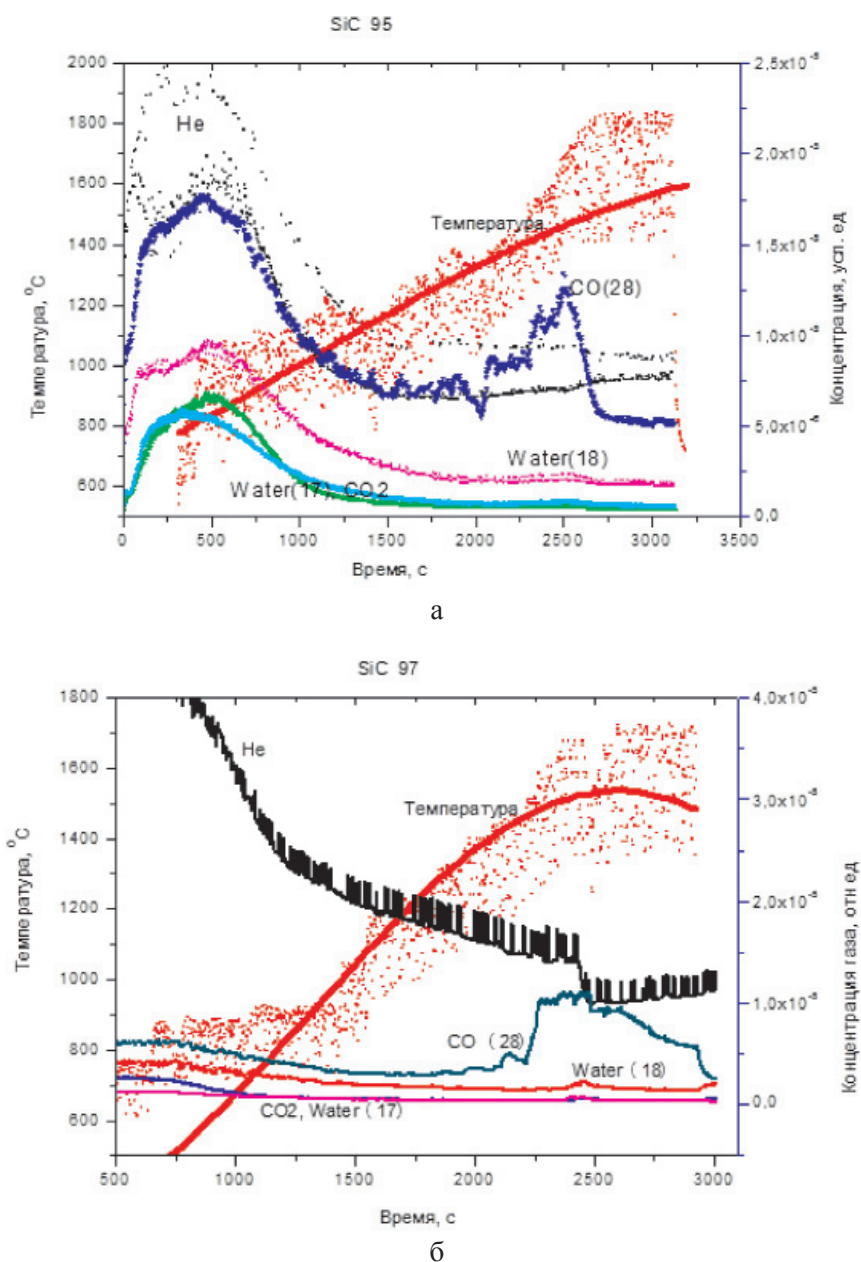


Рис. 2. Изменение состава газовой атмосферы в процессе ЭЛС образцов SiC: а – образец № 10; б – образец № 11

Рассмотренный механизм химических превращений оксидных добавок, как уже было сказано, может лишь частично объяснить потери массы. Поэтому нужно рассматривать другие механизмы, среди которых можно предположить процессы испарения и сублимации SiC и оксидных добавок. Однако и в этом случае следует учитывать, что при температурах до 1700°C содержащиеся в исследуемом материале соединения не плавятся и не сублимируют. Основной компонент материала – карбид кремния – не плавится до температуры 2730°C, но способен сублимировать при температурах выше 1700°C.

Для проверки сделанных предположений был проведён анализ продуктов сублимации и испарения. Под крышкой графитового тигля помещали пластину из ниобиевой фольги, на которой при ЭЛС конденсировались указанные продукты. После проведения ЭЛС на фольге обнаружен кристаллический осадок (рис. 3).

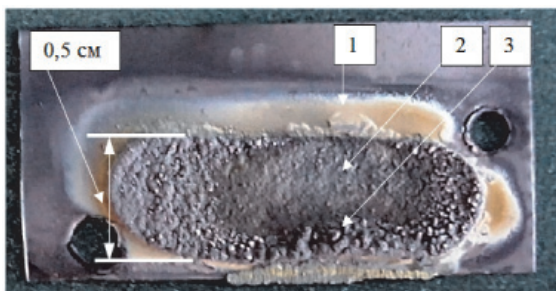


Рис. 3. Фотография ниобиевой фольги с конденсатом после ЭЛС SiC

Толщина слоя осадка составляла от 0,5 до 1 мм в зависимости от места расположения на пластине. Периферийный уча-

сток (рис. 3, область 1) представляет собой рекристаллизованные зёрна материала фольги (ниобия), покрытые тонкой плёнкой наночастиц и редкой сеткой нитевидных кристаллов (рис. 4). По данным элементного энергодисперсионного анализа (EDS) состав этого конденсата представлен поверхностно окисленным алюминием (до 70%) и кремнием (до 19%).

В средней части подложки (рис. 3, область 2) наблюдаются сплошные скопления нитевидных кристаллов алюминия толщиной 1–2 мкм и длиной до 15 мкм, а также редкие скопления более тонких субмикронных игл кремния (рис. 5).

В пограничной области 3 наблюдается наиболее плотный конденсат в виде застывших каплевидных сфер и крупных кристаллов, состоящих из тех же компонентов – алюминия и кремния (рис. 6). При этом для алюминия характерно образование крупных «капель» и нитевидных кристаллов, а кремний образует более тонкие иглы, тонкую плёнку на поверхностях и мелкие зёрна, которые могут быть обнаружены внутри крупных «капель» алюминия (рис. 7). Последнее обстоятельство указывает на очередность образования кристаллов, которая соответствует разнице в температурах конденсации (2516°C для алюминия, 2349°C для кремния) и кристаллизации (660°C для алюминия, 1415°C для кремния) этих компонентов: алюминий конденсируется раньше и быстрее кремния, но кристаллизуется позже и медленнее его. В целом результаты энергодисперсионного анализа продуктов конденсации согласуются с механизмами химических превращений по реакциям (3) и (2).

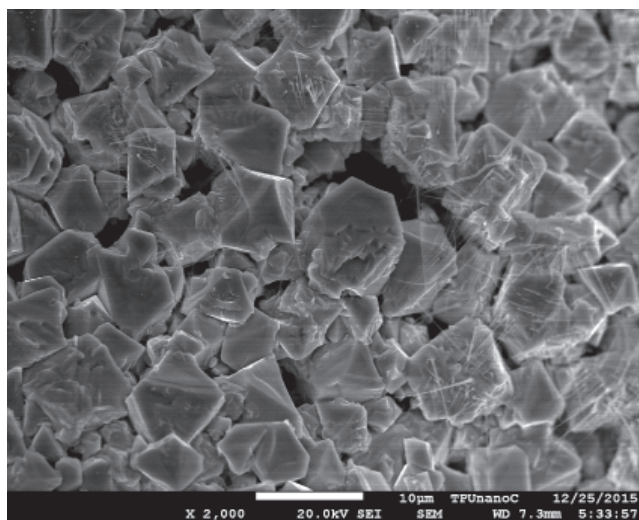


Рис. 4. СЭМ-изображение периферийной области 1 на фольге

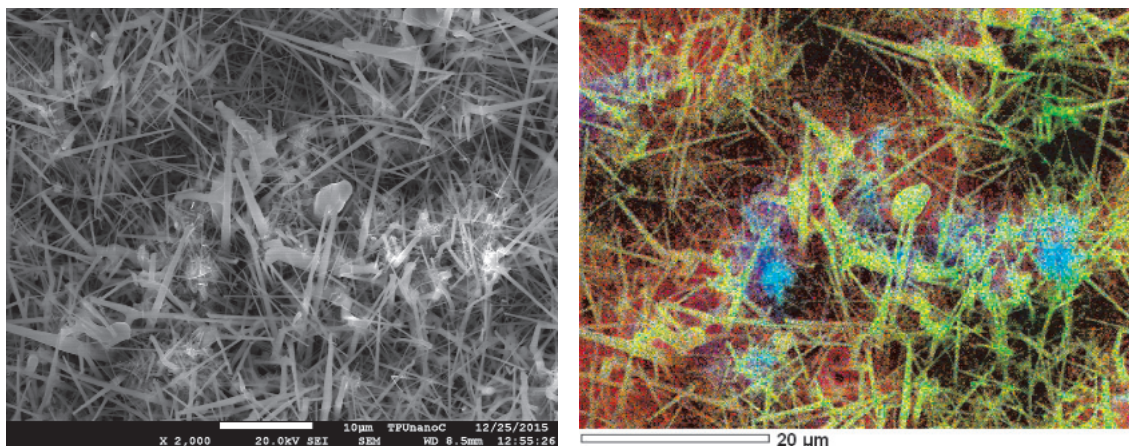


Рис. 5. СЭМ-изображение области 3 конденсата на ниобиевой фольге и соответствующее ему распределение элементов: красный цвет соответствует элементу алюминию, синий – элементу кремнию, зелёный – рельеф структуры (морфология поверхности)

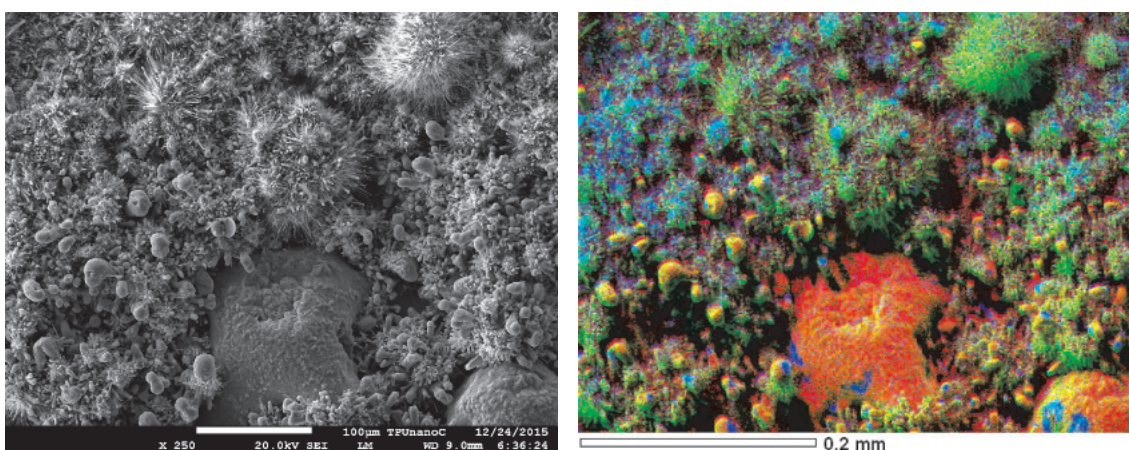


Рис. 6. СЭМ-изображение области 4 конденсата на ниобиевой фольге и соответствующее ему распределение элементов: красный цвет соответствует элементу алюминию, синий – элементу кремнию, зелёный – рельеф структуры (морфология поверхности)

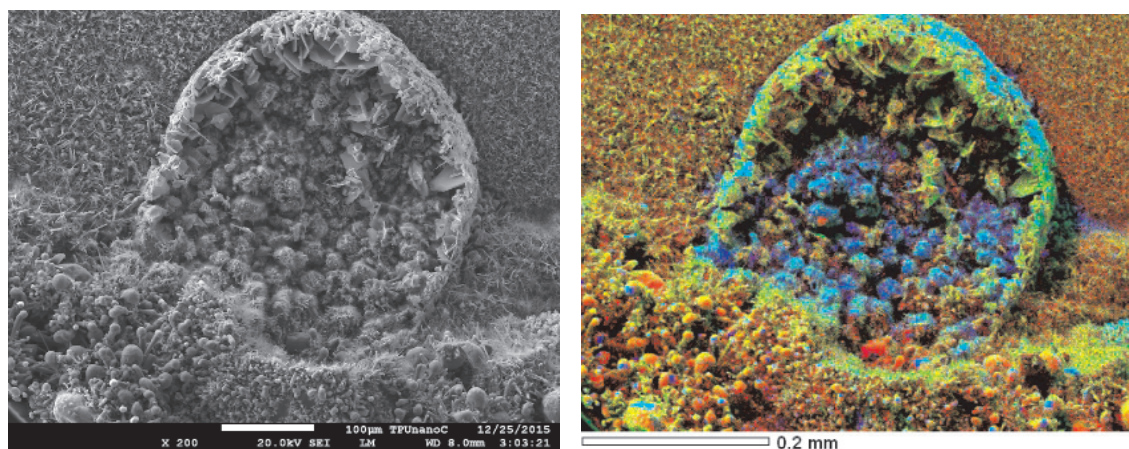


Рис. 7. СЭМ-изображение области 3 конденсата на ниобиевой фольге и соответствующее ему распределение элементов: красный цвет соответствует элементу алюминию, синий – элементу кремнию, зелёный – рельеф структуры (морфология поверхности)

Основная часть сублимированных и испарённых в процессе ЭЛС компонентов, очевидно, конденсируется за пределами негерметичного тигля. Однако обращает на себя внимание тот факт, что в осаждённых на фольге продуктах полностью отсутствуют иттрий. Объясняется это тем, что содержащийся в исследуемом материале оксид иттрия при данных температурах не сублимирует, а его температура кипения  $4300^{\circ}\text{C}$ . Таким образом, он должен оставаться в объёме спекаемого образца.

Результаты СЭМ-анализа внешних поверхностей и внутренних областей спечен-

ных образцов подтверждают сделанные предположения. В структуре объёма образца после ЭЛС наблюдается большое количество пор в системе плотно спёкшихся зёрен SiC (рис. 8, а). В отличие от образцов, изготовленных термическим спеканием в вакууме (рис. 8, б), среди зёрен SiC после ЭЛС (рис. 8, а) практически отсутствуют зёрна оксидных добавок.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  исчез из пористого образца в результате рассмотренных выше реакций, а  $\text{Y}_2\text{O}_3$  мигрировал из объёма образца на его свободные поверхности (рис. 8, а), а также в трещины (рис. 8, в, г) с образованием плотной плёнки.

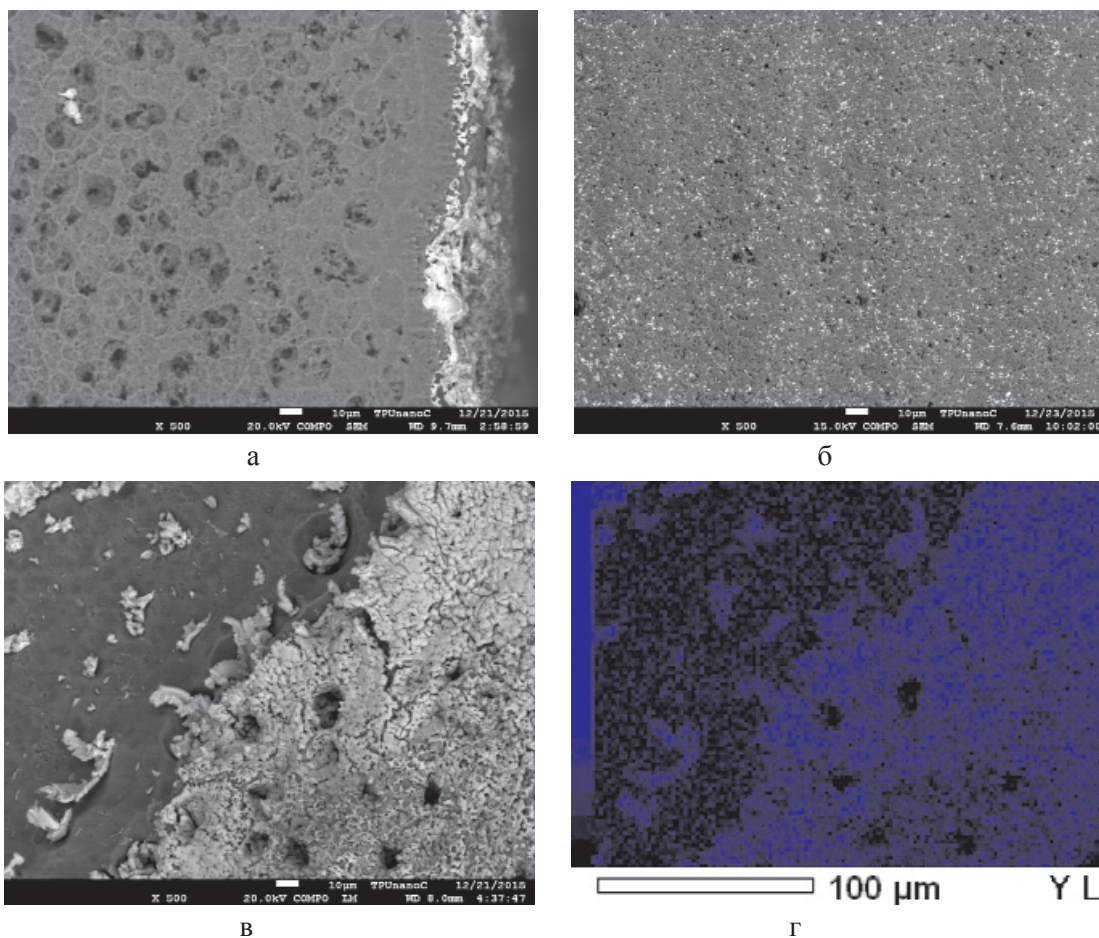


Рис. 8. СЭМ изображения образцов керамики SiC, полученные в электронах обратного рассеяния (режим фазового контраста; светлые участки – оксид иттрия):

- а – скол SiC с плёнкой оксида иттрия на поверхности трещины; б – скол образца SiC, после спекания в вакуумной печи с равномерно распределёнными зёрнами оксидов; в – поверхность трещины образца после ЭЛС с плёнкой оксида иттрия; г – соответствующая изображению «в» карта распределения иттрия

Приведённые экспериментальные данные и обсуждения в целом согласуются друг с другом, но явно указывают на несоответствие уровней температур, регистрируемых пирометром, и температур, характерных

для описанных выше процессов. Это приводит к выводу о чрезвычайно неоднородном и локальном разогреве образца в процессе его ЭЛС-консолидации, при котором температура распределённых по объёму

образца микрообластей (предположительно, в окрестностях скопления оксидных включений) достигает экстремальных значений, существенно превышающих регистрируемые при помощи пирометра значения на соответствующей поверхности.

Предположения о локально рассредоточенном разогреве материала при ЭЛС до экстремальных температур подтверждаются результатами РФА. Известно, что бета-модификация карбида кремния ( $\beta$ -SiC) с кристаллической структурой F43-m (кубическая) существует при температурах ниже 1700 °С. Более высокие температуры обработки SiC приводят к последовательному переходу его кубической бета-модификации в гексагональные (2H, 4H, 6H, 8H) [2]. Таким образом, по фазовому составу керамики из карбида кремния, изготовленной методом ЭЛС, можно с достаточной высокой достоверностью судить об уровнях температурного воздействия и его локально рассредоточенном характере в объеме образца.

Представленная на рис. 9 а дифрактограмма образца № 7, спеченного при температуре 1700 °С, показывает наличие в нём сразу двух высокотемпературных (тетрагональных) модификаций (63%) при сохранении низкотемпературной (кубической – 37%). По данным работы [5], накопление в исследуемом материале SiC высокотемпературной фазы до уровня 66% требует нагрева до температуры 1950 °С в течение не менее 5 часов. Поэтому для образования наблюдаемых в наших экспериментах (20 минут ЭЛС) высокотемпературных фаз SiC (в количестве 63%) требует существенно большей температуры, чем измеренное пирометром значение 1700 °С.

Наблюдаемое соотношение фаз также указывает на локально неравномерный характер нагрева объема керамики в процессе ЭЛС. Методом РФА анализировалась область образца диаметром около 5 мм, в которой одновременно присутствует материал, нагретый при ЭЛС до высоких температур (до образования высокотемпературных фаз 4H и 6H), и материал, температура нагрева которого не превысила 1700 °С – уровня сохранения фазы F43-m. Для сравнения на рис. 9, б приведена дифрактограмма образца, изготовленного обычным спеканием такого же материала при температуре 2000 °С в течение 2 часов в вакуумной печи. Видно, что в этом образце практически вся низкотемпературная модификация F43-m пере-

шла в высокотемпературные, и основная его часть представлена фазой 4H (62%).

Полученные результаты СЭМ, EDS, РФА и их совместный анализ приводят к необходимости достоверного контроля температуры образцов при ЭЛС. Для исключения влияния на показания пирометра радиационных эффектов в облучаемой электронами поверхности SiC были проведены эксперименты по ЭЛС, в которых параллельно пирометрии температура оценивалась платиново-родиевой термопарой.

В результате экспериментов обнаружилось, что по достижении температуры 1470 °С (по показаниям пирометра) происходит относительно резкое увеличение термо-ЭДС за пределы допустимого диапазона термопары (до 14 мВ – более 1800 °С). Дальнейшее повышение температуры приводит к расплавлению чувствительного спая термопары, что исключает вариант влияния паразитных токов из рассмотрения причин регистрации некорректных показаний.

Таким образом, комплекс полученных результатов свидетельствует о возможности локального перегрева SiC под действием электронного пучка до температур выше 1850 °С. Достоверная оценка температуры образцов SiC при ЭЛС требует применения дополнительных (контрольных) методов измерения наряду с методом радиационной пирометрии.

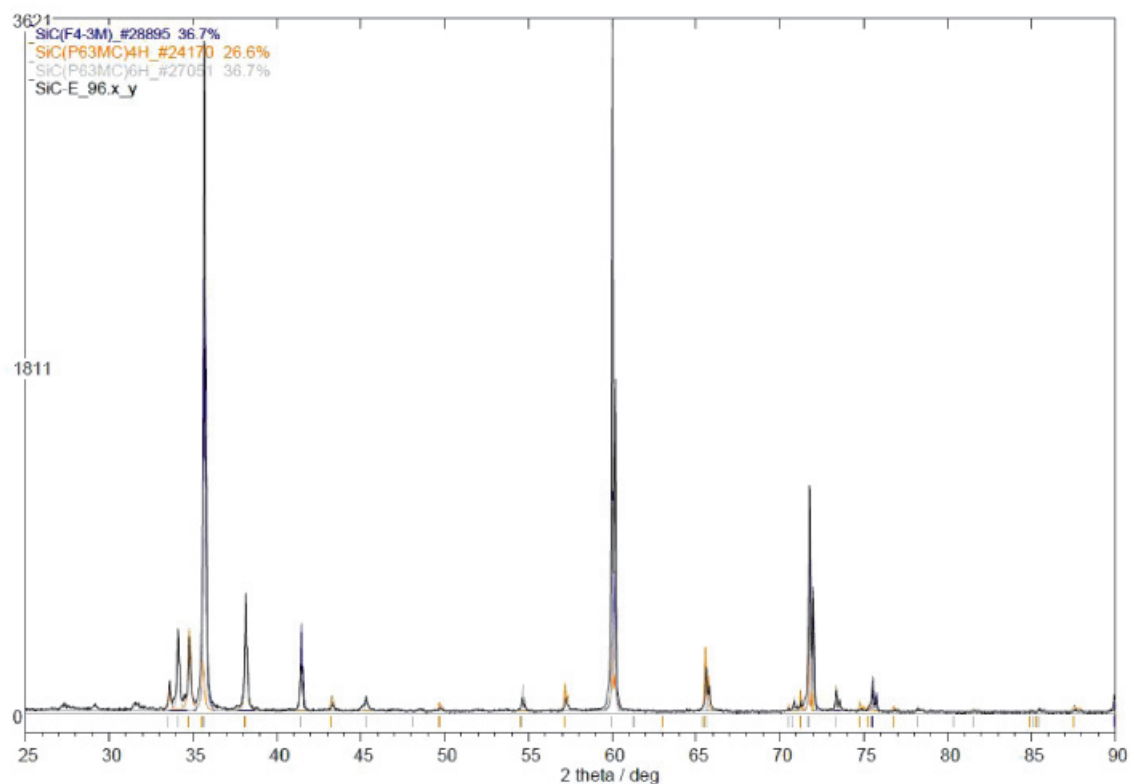
### Выводы

Выполненные исследования особенностей электронно-лучевого спекания прессовок из порошка SiC с добавками  $Al_2O_3$  и  $Y_2O_3$  показали ряд существенных отличий их поведения от оксидных керамических материалов в аналогичных условиях [3, 4].

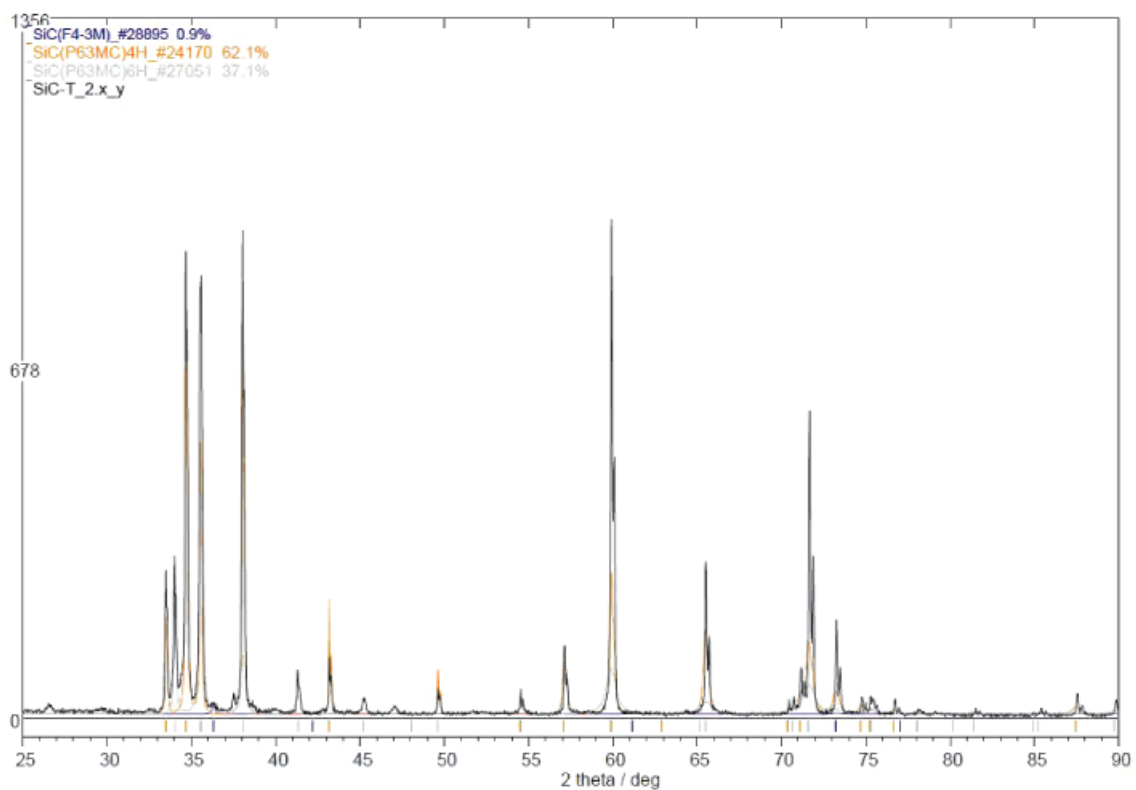
Сопоставление представленных данных позволяет заключить, что при ЭЛС образца исследуемого SiC с фиксируемой на его поверхности пирометром температурой 1700 °С в его объёме происходит локально рассредоточенный перегрев микрообластей до температур в диапазоне от 2000 до 2730 °С. При этом в различных диапазонах температур могут происходить следующие основные процессы.

- В диапазоне от 1500 до 1700 °С происходит реакция карбида кремния с парами воды и кислородом с образованием оксида кремния, углекислого газа и метана (незначительно – в пределах, ограниченных содержанием свободного углерода в материале и паров воды с кислородом в остаточной атмосфере).





а



б

Рис. 9. Результаты РФА образца № 7 после ЭЛС при температуре 1700 °С (а) и после спекания в вакуумной печи сопротивления при температуре 2000 °С (б)

● После достижения температуры 1700°C начинается превращение кубической модификации карбида кремния в тетрагональные, а со свободной поверхности образца начинается процесс сублимации карбида кремния. Эти процессы с нарастающей интенсивностью продолжаются до максимальных температур ЭЛС.

● При температуре выше 1850°C происходят реакции взаимодействия карбида кремния и оксида алюминия (2) и (3) с образованием продуктов в виде CO, паров алюминия и кремния вплоть до полного удаления оксида алюминия из объёма образца при наличии в нём сквозной пористости.

● При температуре выше 1900°C в объёме образца протекают процессы спекания зёрен карбида кремния, локальное уплотнение которых не компенсирует процесс потери массы «залечиванием» крупных пор, образованных при удалении оксидных добавок и сублимации карбида кремния.

● В диапазоне температур от 2044 до 2410°C начинается плавление оксидов иттрия и алюминия, а выше 2410°C наступает плавление и истечение оксида иттрия на свободные поверхности образца с последующей его кристаллизацией в процессе остывания. Поскольку в образцах после ЭЛС не обнаружены области рекристаллизации карбида кремния, то предельно возможная температура достигнутого локального разогрева внутренних участков керамики условно ограничена уровнем до 2730°C.

Поскольку оксидные компоненты полностью покидают внутренние области образца, а не конденсируются в более холодных его зонах, правомерно предположить, что они являются источником тепловыделения при ЭЛС-обработке материала. Физические эффекты, приводящие к такому локальному перегреву, подлежат дальнейшему изучению

### Заключение

Выполненные эксперименты показали, что спекание электронным пучком прессовок SiC позволяет создать условия для формирования плотной зёрновой структуры с совершенными границами. Однако для спекания плотной керамики требуется предотвратить удаление оксидных добавок и образование на их месте крупных пор. Достоверный контроль температуры в объёме образца позволит обеспечить оптимизацию режимов ЭЛС.

Для достижения максимальной плотности SiC методом ЭЛС в качестве остаточной атмосферы следует использовать аргон, об-

разец помещать в графитовый тигель для защиты от прямого воздействия электронов. С целью минимизации свободной поверхности образец следует предварительно компактировать до возможно большей плотности.

Использование электронно-пучкового энергетического воздействия на SiC требует подбора режимов и условий ЭЛС, однако регистрация температуры поверхности образца при помощи пирометра не обеспечивает получение данных, корректно отражающих его текущее состояние. Отмеченные особенности локального тепловыделения позволяют связывать перспективы успешного ЭЛС керамики на основе SiC с достоверным контролем её температуры.

*Работа выполнена в рамках Государственного задания «Наука» (проект № 533) и поддержана грантом РФФИ № 14-08-00775.*

### Список литературы

1. Бурдовичин В.А. Форвакуумные плазменные источники электронов / В.А. Бурдовичин, А.С. Климов, А.В. Медовник, Е.М. Окс, Ю.Г. Юшков. – Томск: Изд-во Том. ун-та, 2014. – 288 с.
2. Гнесин Г.Г. Карбидокремниевые материалы. – М.: Металлургия, 1977. – 216 с.
3. Burdovitsin V.A. Electron beam sintering of zirconia ceramics // *Advanced Materials Research*. – 2014. – Vol. 872. – P. 150–156.
4. Burdovitsin V.A. Surface structure of alumina ceramics during irradiation by a pulsed electron beam // *Technical Physics*. – 2013. – Vol. 58, № 1. – P. 111–113.
5. Izhevskiy V.A. Liquid phase sintered SiC. Processing and transformation controlled microstructure tailoring // *Mater Res*. – 2000. – Vol. 3, № 4. – P. 131–138.
6. Lee S.K. Effects of  $\alpha$ -SiC vs.  $\beta$ -SiC starting powders on microstructure and fracture toughness of SiC sintered with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> additives. / S.K. Lee; C.H. Kim // *J. Am. Ceram. Soc.* – 1994. – Vol. 77, № 6. – P. 1655–1658.
7. Mulla M.A. Pressureless sintering of  $\beta$ -SiC with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> additions / M.A. Mulla; V.D. Krstic // *J. Mater. Sci.* – 1994. – Vol. 29. – P. 934–938.

### References

1. Burdovitsin V.A. Forvakuumnye plazmennye istochniki elektronov [Forevakuum plasma electron sources]. Tomsk, Tomsk University Publ., 2014. 287 p.
2. Gnesin G.G. Karbidokremnievye materialy [Silicon carbide materials]. Moscow, Metallurgiya, 1977. 216 p.
3. Burdovitsin V.A. Electron beam sintering of zirconia ceramics // *Advanced Materials Research*. 2014. Vol. 872. pp. 150–156.
4. Burdovitsin V.A. Surface structure of alumina ceramics during irradiation by a pulsed electron beam // *Technical Physics*. 2013. Vol. 58, no. 1. pp. 111–113.
5. Izhevskiy V.A. Liquid phase sintered SiC. Processing and transformation controlled microstructure tailoring // *Mater Res*. 2000. Vol. 3, no. 4. pp. 131–138.
6. Lee S.K. Effects of  $\alpha$ -SiC vs.  $\beta$ -SiC starting powders on microstructure and fracture toughness of SiC sintered with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> additives. / S.K. Lee; C.H. Kim // *J. Am. Ceram. Soc.* 1994. Vol. 77, no. 6. pp. 1655–1658.
7. Mulla M.A. Pressureless sintering of  $\beta$ -SiC with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> additions / M.A. Mulla; V.D. Krstic // *J. Mater. Sci.* 1994. Vol. 29. pp. 934–938.