

## Изменение электрофизических параметров Mn–Zn-ферритов при облучении электронным пучком в форвакуумной области давлений

В. В. Каранский, А. С. Климов

*Продемонстрирована принципиальная возможность изменения электрофизических свойств ферритов на основе марганца и цинка путем их облучения электронным пучком с энергией электронов 10 кэВ в диапазоне давлений 10–20 Па. Для формирования электронного пучка использовался форвакуумный плазменный электронный источник, позволяющий формировать ускоренный электронный пучок в условиях повышенного давления форвакуумного диапазона 5–20 Па. Показано, что электронно-лучевое облучение малой мощности приводит к сглаживанию поверхности феррита. Определена зависимость электропроводности Mn–Zn-феррита от мощности электронно-лучевого воздействия и продолжительности облучения. Определены режимы электронно-лучевого облучения, позволяющие на несколько порядков повысить электропроводность по сравнению с ее исходным значением.*

*Ключевые слова:* марганец–цинковый феррит, электрофизические параметры ферритов, электронно-лучевое облучение, модификация поверхности, форвакуумная область давлений, плазменный источник электронов.

### Введение

Современный темп развития радиоэлектронной промышленности требует совершенствования существующих материалов радиоэлектронных компонентов либо создания новых с улучшенными свойствами. В огромном перечне материалов, используемых для создания радиоэлементной базы, особое место занимают поликристаллические ферриты. Сочетание высокой намагниченности с полупроводниковыми или диэлектрическими свойствами позволяет использовать такие материалы в электронной промышленности радиочастотного и СВЧ-диапазона в качестве пьезоэлектрических, магнитных, изоляционных материалов, а также как катализаторы различных реакций [1–3].

Mn–Zn-ферриты со структурой шпинели нестехиометрического состава представляются наиболее перспективными материалами в новом направлении развития электроники – спинтронике,

основанной на спиновом токопереносе в твердых веществах [4].

Среди всей совокупности свойств ферритов наибольший интерес представляют электрофизические параметры, такие как электропроводность, подвижность основных носителей заряда. При этом величина электропроводности важна при конструировании ферритовых СВЧ-устройств.

Электрические, магнитные и механические свойства ферритов в значительной степени зависят от микро- и наноструктуры их поверхности [5]. Одним из способов влияния на электрофизические свойства поверхности таких материалов является локальное высокоэнергетическое воздействие  $\gamma$ -лучей на поверхность. В работах [6, 7] показано, что использование определенной дозы  $\gamma$ -лучей, испускаемых источником  $^{60}\text{Co}$ , позволяет увеличить удельную проводимость, диэлектрическую проницаемость и диэлектрические потери  $\text{Mg}_x\text{Cu}_{0,5-x}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ -систем после  $\gamma$ -облучения. К тому же после облучения увеличиваются параметры решетки и пористость исследуемых образцов.

Другим методом, позволяющим изменить электрофизические свойства Mn–Zn-ферритов, может служить воздействие потоками электронов с энергиями 10–20 кэВ на их поверхность. При этом облучение осуществляется в вакууме, что позволяет снизить влияние окислительных процессов на свойства поверхности в процессе облучения. В работе [8] предварительно показано, что после облучения электронами низких энергий в диапазоне давлений 5–20 Па происходит сглажи-

---

Каранский Виталий Владиславович, аспирант.  
 Климов Александр Сергеевич, старший научный сотрудник, д.т.н.  
 Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники.  
 Россия, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 40.  
 Тел.: +7(923) 440-72-78, +7(905) 990-52-41.  
 E-mail: karanskii\_vitali@mail.ru; klimov@main.tusur.ru

Статья поступила в редакцию 8 ноября 2017 г.

вание рельефа поверхности феррита, изменение ее микро- и наноструктуры, а также электропроводности. Можно констатировать, что исследование такого метода воздействия на электрофизические свойства ферритов является перспективным с точки зрения расширения потенциальных возможностей электронно-лучевой обработки, а также в интересах создания альтернативного способа улучшения функциональных свойств материалов такого типа.

Цель настоящей работы заключалась в детальном исследовании механизма повышения электропроводности марганец–цинковых ферритов после низкоэнергетической электронной обработки в форвакуумном диапазоне давлений (5–20 Па), а также влияния параметров облучения на микро- и наноструктуру их поверхности.

### Материалы

В данной работе в качестве объекта исследования были выбраны образцы поликристаллического Mn–Zn-феррита марки HM2000 с химическим составом  $Mn_{0,6}Zn_{0,4}Fe_3O_4$ , изготовленные в виде таблеток цилиндрической формы диаметром 20 мм и толщиной 5 мм. Состав марганец–цинковых ферритов: (50–75 ат. %)  $MnFe_3O_4$  + (25–50 %)  $ZnFe_3O_4$ . Намагниченность насыщения  $M_S \approx (1,5–3) \times 10^5$  А/м, магнитная проницаемость  $\mu_{max} \approx 2000$ . Все образцы подвергались предварительной шлифовке с использованием алмазной пасты с размером зерна 10 мкм. Затем образцы полировались с использованием алмазной пасты с размером зерна 1 мкм, после чего поверхность образцов травилась в соляной кислоте для выявления микроструктуры поверхности.

### Техника и методика эксперимента

Схема эксперимента представлена на рис. 1. Электронно-лучевое облучение Mn–Zn-ферритов осуществлялось с использованием форвакуумного плазменного электронного источника 1 [9], устанавливаемого на верхнем фланце вакуумной камеры 2. Специальная конструкция плазменного электронного источника позволяла формировать электронный пучок в условиях форвакуума. В диапазоне давлений 5–20 Па источник обеспечивал генерацию непрерывного сфокусированного электронного пучка с током до 150 мА, энергией электронов 2–20 кэВ и плотностью мощности до  $10^5$  Вт/см<sup>2</sup>. Фокусировка и отклонение электронного пучка осуществлялись магнитным полем фокусирующей и отклоняющей катушек соответственно. Источник устанавливался на рабочую камеру, вакуум в которой создавался только одной ступенью откачки, обеспечиваемой механическим форвакуумным насосом VocEdwards E2M80.

Облучаемый образец 3 устанавливался на держатель таким образом, чтобы его плоскость была перпендикулярна оси электронного пучка. Расстояние от электронного источника до образца составляло 25 см. С помощью фокусирующей катушки диаметр электронного пучка 4 устанавливался на несколько миллиметров большим диаметром образца. С целью предотвращения термомеханических напряжений нагрев образца осуществлялся в течение 10–15 минут плавным увеличением плотности мощности электронного пучка. Выдержка на определенном уровне мощности облучения составляла 10 минут. Электропитание разрядного и ускоряющего промежутков электронного источника осуществлялось от стандартных блоков питания 5 мощностью 1 кВт и 6 кВт соответственно.

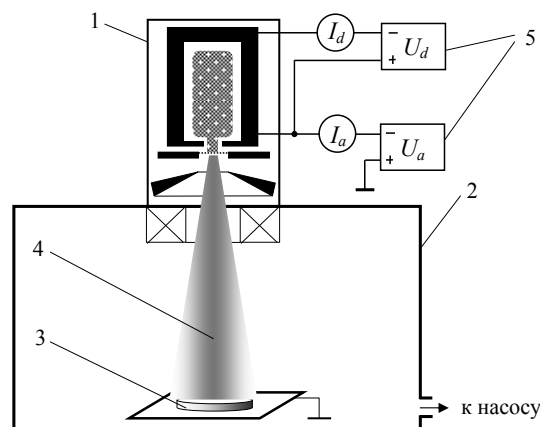


Рис. 1. Схема эксперимента по электронно-лучевому облучению ферритов: 1 – плазменный источник электронов, вакуумная камера, 3 – облучаемый образец, 4 – электронный пучок, 5 – источники электропитания разряда и источник высокого напряжения.

Исследование микроструктуры поверхности Mn–Zn-ферритов проводилось с помощью растрового электронного микроскопа Hitachi TM-1000, оснащенного системой энергодисперсионного микроанализа, разрешающая способность которой составляет 30 нм.

Электропроводность измерялась четырехзондовым методом с линейным расположением зондов, расстояние между которыми составляло 5 мм. Два внешних зонда использовались для возбуждения электрического тока, а на двух внутренних зондах измерялась разность потенциалов. Электропроводность рассчитывалась по следующей формуле для полубесконечного образца [10]:

$$\sigma = \frac{I}{2\pi s U},$$

где  $\sigma$  – электропроводность феррита;  $I$  – электрический ток, протекающей через внешние зонды;  $U$  – разность потенциалов на внутренних зондах;  $s$  – расстояние между зондами.

## Результаты эксперимента

Электронно-лучевое облучение проводилось для серии образцов. Параметры облучения представлены в таблице. Плотность мощности пучка  $P_S$  варьировалась от 200 до 900 Вт/см<sup>2</sup>, время облучения на заданной мощности – 10 минут, а доза (флюенс) электронов  $Q_e = 10^{20} - 10^{21}$  электрон/см<sup>2</sup>.

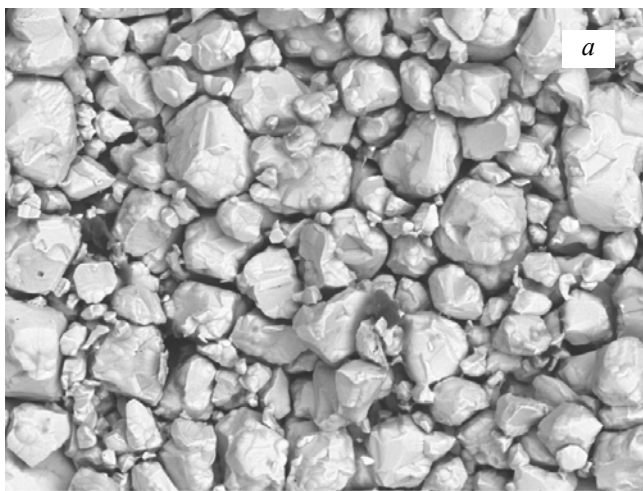
В зависимости от мощности облучения меняется микроструктура поверхности феррита по сравнению с исходной структурой. Облучение при малой мощности практически не приводит к заметным изменениям поверхности. Однако при достижении мощности облучения 450 Вт/см<sup>2</sup> и выше начинает происходить частичное, а затем при достижении плотности мощности 800 Вт/см<sup>2</sup> и полное оплавление приповерхностного слоя, что иллюстрируется рис. 2.

Таблица

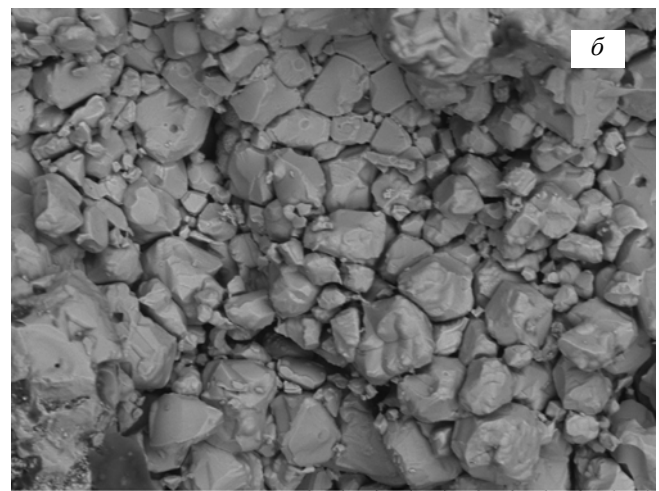
Параметры электронно-лучевой обработки

Образец	$P_S$ , Вт/см <sup>2</sup>	$Q_e$ , электрон/см <sup>2</sup>
1	200	$1,5 \times 10^{20}$
2	380	$2,9 \times 10^{20}$
3	450	$3,5 \times 10^{20}$
4	530	$4 \times 10^{20}$
5	700	$4,4 \times 10^{20}$
6	810	$5,1 \times 10^{20}$

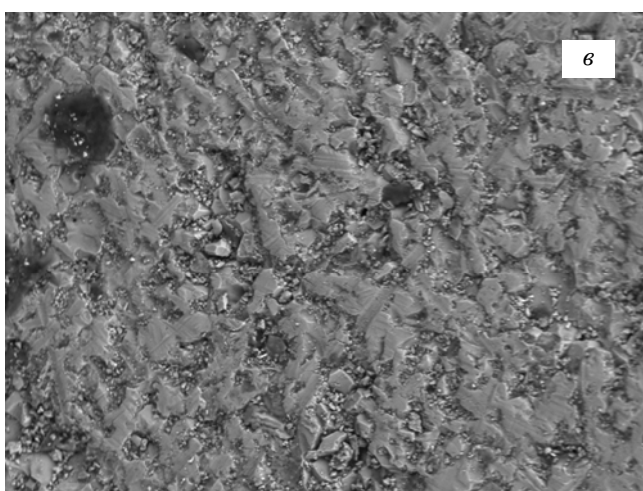
При этом в феррите происходят фазовые переходы, связанные с уменьшением концентрации кислорода и практически полным исчезновением цинка. Соответствующие данные представлены на рис. 3.



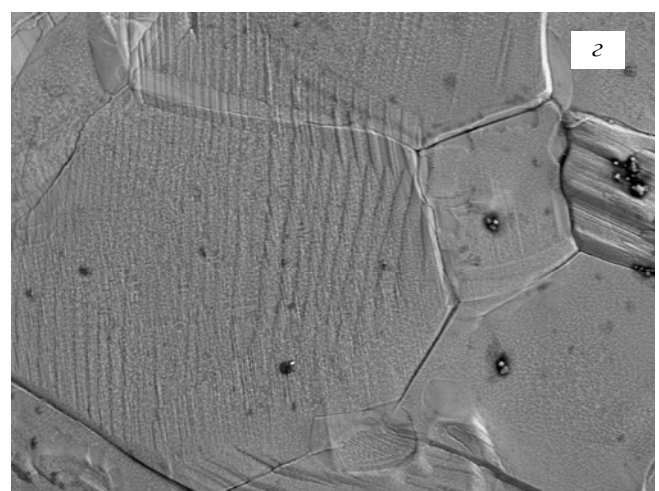
TM-1000\_0549 2016.11.24 12:55 L 100 um



TM-1000\_0861 2017.05.13 12:04 L 100 um



TM-1000\_0972 2017.06.07 12:40 L 100 um



TM-1000\_0976 2017.06.07 13:15 L 100 um

Рис. 2. Микроструктура поверхности марганец-цинковых ферритов при электронно-лучевом воздействии с различной плотностью мощности: а – поверхность исходного образца, б – 380 Вт/см<sup>2</sup>, в – 450 Вт/см<sup>2</sup>, г – 800 Вт/см<sup>2</sup>.

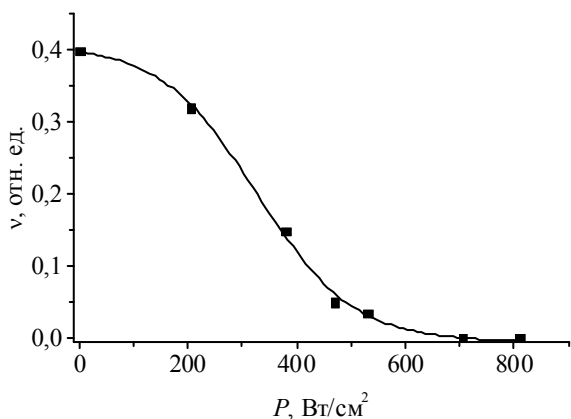


Рис. 3. Зависимость мольного содержания цинка  $v$  в феррите от плотности мощности пучка.

Помимо фазовых изменений наблюдается также изменение электропроводности. На рис. 4 представлена температурная зависимость поверхностной электропроводности марганец–цинкового феррита, обработанного при разных значениях плотности мощности электронного пучка.

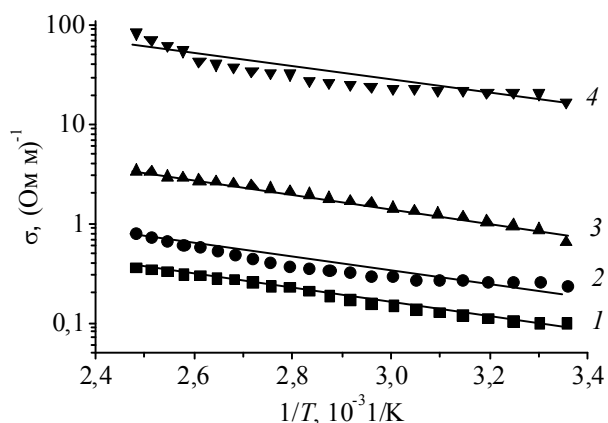


Рис. 4. Температурная зависимость электропроводности феррита после электронно-лучевой обработки с плотностью мощности: 1 – исходный феррит; 2 – 380 Вт/см<sup>2</sup>; 3 – 450 Вт/см<sup>2</sup>, 4 – 810 Вт/см<sup>2</sup>.

Линейный спад электропроводности в полупрологарифмическом масштабе от обратной температуры свойственен полупроводникам. В связи с этим марганец–цинковые ферриты можно рассматривать как полупроводники с одним типом носителей заряда, в данном случае  $n$ -типа. Значение электропроводности при комнатной температуре исходного образца соответствует паспортному значению и составляет  $0,1 \text{ (Ом м)}^{-1}$ .

Относительное изменение электропроводности в зависимости от плотности мощности пучка представлено на рис. 4. Здесь видно, что при воздействии низкоэнергетическим электронным пучком с увеличением плотности мощности электронного пучка электропроводность увеличивается. Это может быть связано с уменьшением концентрации дефектов на поверхности и, следовательно, сни-

жением количества рассеяний. Увеличение электропроводности оказалось нелинейно зависящим от плотности мощности электронно-лучевого воздействия (см. рис. 4) и носило пороговый характер. Так, обработка с плотностью мощности до 450 Вт/см<sup>2</sup> практически не влияла на электропроводность, а при превышении порогового значения в 450–500 Вт/см<sup>2</sup> электропроводность резко увеличивалась с дальнейшим ростом плотности мощности пучка.

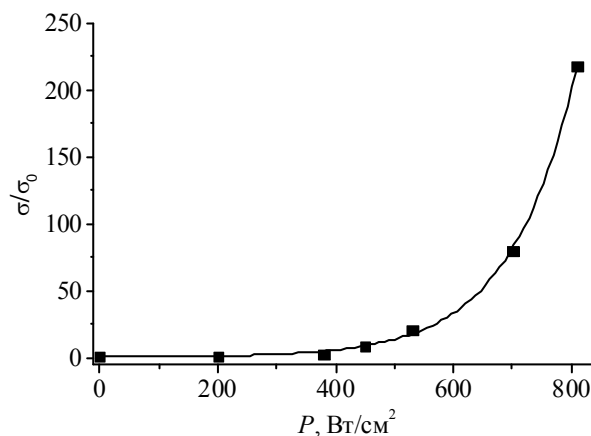


Рис. 4. Относительное изменение электропроводности в зависимости от плотности мощности пучка.

Значения электропроводности исходного образца и образца, обработанного электронным пучком при плотности мощности 810 Вт/см<sup>2</sup>, отличаются практически на три порядка. Представленные на рис. 2 фотографии поверхности феррита после облучения также свидетельствуют о пороговом характере электронно-лучевого воздействия. Поскольку электронно-лучевой обработке может быть подвергнута локальная область поверхности образца, то это открывает возможности создания областей с различной, но хорошо контролируемой величиной изменения электропроводности.

### Заключение

Электронно-лучевое воздействие в форвакуумном диапазоне давлений на Mn–Zn-ферриты марки НМ2000 (химический состав  $\text{Mn}_{0,6}\text{Zn}_{0,4}\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) приводит к изменению морфологии их поверхности, а также к повышению электропроводности. Указанные изменения оказались нелинейно зависящими от плотности мощности электронно-лучевого воздействия. Заметные изменения в морфологии и электропроводности наблюдаются при облучении с плотностью мощности более 450 Вт/см<sup>2</sup>. С помощью электронной обработки при плотности мощности пучка 800 Вт/см<sup>2</sup> удалось получить значение электропроводности до  $80 \text{ (Ом м)}^{-1}$ , что практически на три порядка превышает паспортное значение.

Полученные результаты позволяют использовать электронный пучок в качестве эффективно-го инструмента для управления электрофизическими параметрами Mn–Zn-ферритов.

*Работа поддержана Министерством образования и науки РФ в рамках базовой части проекта № 3.9605.2017/8.9.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Smit J., Verweel J. Ferrites at radio frequencies. – New York: McGraw-Hill, 1971.
2. Muralidharan S., Saraswathy V., Berchmans L. J., Thangavel K., Ann K. Y. Nickel ferrite (NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>): a possible can-

didate material as reference electrode for corrosion monitoring of steel in concrete environments – Chemical, 2010.

3. Murthy S. R. Low temperature sintering of MgCuZn ferrite and its electrical and magnetic properties – Bull. Mater. Sci., 2001.

4. Wolf S. A., Chtchelkanova A. Y., Treger D. M. Spintronics – a retrospective and perspective – 2006.

5. Каранский В. В., Саврук Е. В. / Научная сессия ТУСУР-2017. 2017. Ч. 2. С. 126–128.

6. Eltabey M. M., Hassan H. E., Ali I. A. The electrical properties of Mg–Cu–Zn ferrites irradiated by  $\gamma$ -rays of <sup>60</sup>Co source – Bull. Mater. Sci., 2014.

7. Eltabey M. M., Ali I. A., Hassan H. E., Comsan M. N. Effect of  $\gamma$ -rays irradiation on the structure and magnetic properties of Mg–Cu–Zn ferrites – Bull. Mater. Sci., 2011.

8. Саврук Е. В., Смирнов С. В., Климов А. С. / Доклады ТУСУРа. 2012. 2(26). Ч. 2. С. 172–174.

9. Зенин А. А., Бакеев И. Ю., Бурачевский Ю. А., Климов А. С., Окс Е. М. // Письма в ЖТФ. 2016. Вып. 13. С. 104.

10. Батавин В. В., Концевой Ю. А., Федорович Ю. В. Измерение параметров полупроводниковых материалов и структур. – М.: Радио и связь, 1985.

PACS: 52.59.-f, 77.84.-s

## Changing the electrophysical parameters of Mn-Zn ferrites upon its irradiation with an electron beam in the forevacuum pressure range

V. V. Karansky and A. S. Klimov

Tomsk State University of Control System and Radioelectronics  
40 Lenin av., Tomsk, 634050, Russia

E-mail: karanskii\_vitali@mail.ru; klimov@main.tusur.ru

Received November 8, 2017

***The principal possibility of changing the electrophysical properties of ferrites based on manganese and zinc by irradiating them with an electron beam with the energy of 10 keV in the pressure range 5–20 Pa is demonstrated. To form an electron beam we used the forevacuum plasma electron source, which allows to form an accelerated electron beam at the forevacuum pressure range 5–20 Pa. It is shown that electron-beam irradiation of low power leads to smoothing of the ferrite surface. The dependence of the electrical conductivity of Mn-Zn ferrite on the power of the electron-beam and the duration of irradiation has been determined. Regimes of electron-beam irradiation that allow increasing the electrical conductivity by several orders of magnitude in comparison with its initial value have been obtained.***

***Keywords:*** manganese-zinc ferrite, electrophysical parameters of ferrites, electron beam irradiation, surface modification, forevacuum pressure range, plasma electron source.

#### REFERENCES

1. J. Smit and J. Verweel, *Ferrites at radio frequencies* (McGraw-Hill – New York, 1971).
2. S. Muralidharan, V. Saraswathy, L. J. Berchmans, K. Thangavel, and K. Y. Ann, *Nickel ferrite (NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>): A possible candidate material as reference electrode for corrosion monitoring of steel in concrete environments* (Chemical, 2010).
3. S. R. Murthy, *Low temperature sintering of MgCuZn ferrite and its electrical and magnetic properties* (Bull. Mater. Sci., 2001).
4. S. A. Wolf, A. Y. Chtchelkanova, and D. M. Treger, *Spintronics – a retrospective and perspective* (Bull. Mater. Sci., 2006).
5. V. V. Karansky and E. V. Savruk, in *Proc. Scient. Session TUSUR -2017. Part 2.* (2017) P. 126–128 [in Russian].
6. M. M. Eltabey, H. E. Hassan, and I. A. Ali, *The electrical properties of Mg–Cu–Zn ferrites irradiated by  $\gamma$ -rays of <sup>60</sup>Co source* (Bull. Mater. Sci., 2014).
7. M. M. Eltabey, I. A. Ali, H. E. Hassan, and M. N. Comsan, *Effect of  $\gamma$ -rays irradiation on the structure and magnetic properties of Mg–Cu–Zn ferrites*, (Bull. Mater. Sci., 2011).
8. E. V. Savruk, S. V. Smirnov, and A. S. Klimov, *Doklady Tomskogo Gosudarstvennogo Universiteta Sistem Upravleniya i Radioelektroniki.* 2 (26). Part 2. 172–174 (2012).
9. A. A. Zenin, I. Yu. Bakeev, Yu. A. Burachevsky, A. S. Klimov, and E. M. Oks, *Technical Physics Letters* 42, 712 (2016).
10. V. V. Batavin, Yu. A. Kontsevov, and Y. V. Fedorovich, *Measurement of the parameters of semiconductor materials and structures.* (Radio Svyaz, Moscow, 1985) [in Russian].