УДК 621.315

В. І. Часник[1], І. П. Фесенко[2], Л. М. Вовк[3], О. М. Кайдаш[2,*]
[1]Державне підприємство НДІ "Оріон", м. Київ, Україна
[2]Інститут надтвердих матеріалів ім. В.М. Бакуля
НАН України, м. Київ, Україна
[3]Український НДІ спеціальної техніки та судових експертиз
Служби безпеки України, м. Київ, Україна
**oka07@ism.kiev.ua*

Високе поглинання мікрохвильового випромінювання у вільноспеченому композиті AlN–SiC в діапазоні частот 9,5–34,2 ГГц

Для електровакуумних приладів НВЧ-діапазону високої вихідної потужності необхідні об'ємні поглиначі з високим коефіцієнтом поглинання мікрохвильового випромінювання. Для використання в них композитів AlN–SiC досліджено поглинання мікрохвильового випромінювання і встановлено, що високого поглинання в композиті AlN–50 % (за масою) SiC можна досягнути за рахунок наявності частинок SiC мікронного і субмікронного розміру, які забезпечують комплексне і неодноразове поглинання НВЧ-випромінювання. Коефіцієнт поглинання L становить 4,6 дБ/мм в дисках розміром ∅4,2×1,0 мм і 6,6 дБ/мм в кільцях ∅4,2×∅1,9×1,0 мм. Запропоновано порівнювати композити з діелектричними втратами не за значенням ε″ або tg δ, а безпосередньо за коефіцієнтом поглинання мікрохвильового випромінювання, отриманого в реальних умовах роботи об'ємного поглинача в НВЧ-приладі. Виявлено взаємозв'язок між добротністю, затуханням і коефіцієнтом поглинання випромінювання. Показано, що в діапазоні частот 1–40 ГГц ε′ і ε″ є величинами частотно-залежними, однак на частоті більше 8 ГГц їхнє співвідношення ε″/ε′ = tg δ є величиною постійною і від частоти не залежить. У дослідженому композиті експериментальні значення становлять ε′ = 32 і ε″ = 7 на частоті 3,3 ГГц, а розраховані ε′ = 19,3 і ε″ = 6,2 на частоті 34 ГГц.

Ключові слова: *композит AlN–SiC, об'ємний поглинач мікрохвильової енергії, композит з діелектричними втратами, поглинання мікрохвильового випромінювання, добротність, затухання випромінювання, коефіцієнт поглинання випромінювання, дійсна і уявна частини комплексної діелектричної проникності.*

ВСТУП

Основним напрямком розвитку техніки зв'язку, що забезпечує передачу постійно зростаючих обсягів інформації, є використання все більш високих частот випромінювання. Наразі інтенсивно вивчають діапазон міліметрових хвиль з частотами від 30 до 40 ГГц. Одночасно з цим зростають вимоги до апаратури як цивільного, так і військового застосування. Нова апаратура, яку розробляють, має забезпечувати високу вихідну потужність в широкій смузі частот за одночасного зменшення її габаритів і ваги. Тому розвитку і вдосконаленню ламп біжучої хвилі (ЛБХ) для міліметрового діапазону хвиль з високою вихідною потужністю приділяється особлива увага,

© В. І. ЧАСНИК, І. П. ФЕСЕНКО, Л. М. ВОВК, О. М. КАЙДАШ, 2022

оскільки вони багато в чому визначають рівень розвитку техніки електровакуумних приладів НВЧ [1]. Як правило, ці прилади виконують на сповільнювальних системах (СпС) типу ланцюжка зв'язаних резонаторів (ЛЗР) і їх широко використовують в передавальній апаратурі систем зв'язку, радіолокаційних станціях та в обладнанні засобів радіопротидії. Зокрема, велику частину ЛБХ, призначених для використання в апаратурі наземних станцій супутникового зв'язку в діапазоні міліметрових хвиль, виготовляють на СпС типу резонатора [1]. Однак під час їхнього виготовлення необхідно дотримуватися дуже жорстких допусків за досить малих геометричних розмірів деталей і вузлів сповільнювальних систем. Так, наприклад, діаметр резонаторів СпС для ЛБХ діапазону 30–40 ГГц становить ~ 4 мм, а аксіальний розмір резонаторів складає не більше 1,5 мм. Тому об'ємні поглиначі НВЧ енергії, які розташовані в резонаторах СпС, теж мають малі розміри – діаметр кільця поглинача – ~ 4 мм і його товщина – 1,0–1,2 мм. Разом з тим, за таких малих розмірів кільця поглиначів мають поглинати значну частину відбитої НВЧ потужності. Отже, для забезпечення стійкої роботи ЛБХ коефіцієнт поглинання НВЧ енергії і теплопровідність об'ємного поглинача повинні бути досить високими.

В останнє десятиліття проводять дослідження композитів на основі AlN з діелектричними втратами в діапазонах частот від 1 до 40 ГГц і від 75 до 110 ГГц. В основному наводять дані по ε', ε" і tg δ [2–7], оскільки за значенням ε" або tg δ оцінюють рівень поглинання мікрохвильового випромінювання в досліджених діапазонах частот. Такий посилений інтерес викликаний необхідністю заміни композитів з діелектричними втратами на основі BeO внаслідок їхньої високої токсичності під час виробництва і проблемами з навколишнім середовищем у разі утилізації його відходів. У більшості робіт досліджують композити AlN–SiC з різним вмістом і розміром частинок SiC. Проте неодноразово підтверджено: чим більше в композиті міститься частинок SiC будь-якого розміру, тим більшим є значення ε", tg δ, а, отже, і рівень поглинання електромагнітного випромінювання [3, 8]. Оскільки метою авторів є отримання високого рівня поглинання, то вміст частинок SiC в дослідженому композиті було вибрано максимальним – 50 %[1]. Більше 50 % частинок брати не варто з наступних причин: зі збільшенням вмісту SiC понад 50 % зростає залишкова пористість композита, падає його теплопровідність, різко зменшується об'ємний опір поглинача [5, 8–10], а це призводить до зменшення поглинання.

Композит з діелектричними втратами на основі AlN складається з діелектричної матриці з нітриду алюмінію та ізольованих напівпровідникових включень SiC. Після визначення складу композита, наступним кроком для отримання високого рівня поглинання є вибір розміру частинок карбіду кремнію і визначення оптимальних режимів спікання композита. Підхід авторів до вибору оптимальних розмірів частинок SiC, що забезпечують найбільше поглинання мікрохвильового випромінювання, заснований на простих міркуваннях. Не важко уявити окрему кубічну комірку поглинача, в якій знаходиться частинка сферичної форми. Виберемо сторону куба рівною одиниці. Щоб сферичні частинки не контактували одна з одною у сусідніх комірках, а, отже, і в усьому об'ємі композита, їхній діаметр має бути меншим 0,95–0,98 довжини ребра куба. Однак у восьми кутах куба ще є вільні місця для сфер з меншим діаметром, які не будуть дотикатися до великої центральної сфери.

[1] Тут і надалі по тексту склад композита наведено в % (за масою).

Отже, можливе подальше заповнення простору кубічної комірки. А звідси можна зробити висновок: в складі композита з максимальним поглинанням мають бути частинки різного розміру, причому дрібних частинок (діаметром у 4,5–5,0 разів меншим за сферу у центрі куба) має бути в декілька разів більше.

Особливістю композитів AlN–SiC, на відміну від композитів AlN–Mo (AlN–W) [11], є те, що їхні діелектричні характеристики ε', ε'' і tg δ змінюються в залежності від частоти випромінювання. Рівень поглинання в композитах з діелектричними втратами зазвичай пов'язують зі значенням діелектричних втрат ε'' = ε'tg δ, тобто з уявною частиною комплексної діелектричної проникності ε* = ε' – *j*ε''. На думку авторів, порівнювати композити з втратами слід не за ε'', а за рівнем поглинання мікрохвильового випромінювання. Поглинання випромінювання необхідно досліджувати в реальних умовах роботи об'ємного поглинача в НВЧ приладі: безпосередньо в резонаторі клістрона, коли визначають добротність резонатора на робочій частоті, яка однозначно пов'язана з поглинанням, або коли поглинач знаходиться в одному з резонаторів секції СпС ЛБХ на ЛЗР. Ще краще порівнювати композити за коефіцієнтом поглинання, оскільки досліджують поглинання в залежності від діапазону частот на зразках поглинача різної товщини і різних розмірів [2–6]. Саме тому найбільш коректним і правильним є порівняння не просто рівнів поглинання зразків, які залежать від їхньої товщини, а коефіцієнтів поглинання. Коефіцієнт поглинання – це поглинання мікрохвильового випромінювання, приведене до одиниці довжини об'ємного поглинача. Для міліметрового діапазону довжини хвиль – від 10 до 1 мм (30–300 ГГц по частоті) – найкращим є визначення коефіцієнта поглинання в дБ/мм, оскільки товщина об'ємного поглинача для НВЧ приладів в діапазоні 30–40 ГГц становить близько міліметра. Наведене вище показує, що потрібно безпосередньо вимірювати поглинання зразків композита в робочих умовах, тобто в резонаторі СпС секції ЛБХ. Один із способів визначення поглинання зразків композита з діелектричними втратами в секції СпС для ЛБХ на ЛЗР в діапазоні частот 9,5–10,5 ГГц докладно описано авторами в [12].

Мета роботи полягала у отриманні високого рівня поглинання мікрохвильового випромінювання в композитах AlN–SiC за рахунок вибору оптимальних розмірів частинок SiC.

МАТЕРІАЛИ І МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ

Для виготовлення композита використовували порошки нітриду алюмінію, оксиду ітрію і карбіду кремнію.

Порошок AlN синтезований прямим азотуванням алюмінієвого порошку в середовищі азоту (Донецький завод хімічних реактивів, Україна), його питома поверхня складає 2 м^2/г. Частинки AlN є слабкофрагментованими з азимутальним розорієнтуванням фрагментів.

Використовували порошок карбіду кремнію виробництва ТОВ "Запорізький абразивний комбінат" (Україна) з середнім розміром частинок 3,2 мкм і питомою поверхнею S = 2 м^2/г. Електронномікроскопічні дослідження, проведені за допомогою мікроскопа TESLA BS340, показали, що він складається з нерівновісних частинок у формі скалок з плоскими поверхнями огранки [13].

Подрібнення порошку карбіду кремнію проводили в високоенергетичному планетарному активаторі МПФ-1 (Гефест, Санкт-Петербург, РФ), в якому відцентрове прискорення складає (60–80)g, енергонасиченість – 100 Вт/г. Розмел здійснювали на повітрі без використання рідкого середовища. З вихі-

дного порошку за 6 хв отримали суміш з досить великих мікронних частинок SiC (середнього розміру 2,4 мкм) і субмікронної фракції дрібних частинок розміром ~ 0,3 мкм (табл. 1).

Таблиця 1. Зміна питомої поверхні і гранулометричного складу порошку SiC під час зростання тривалості розмелювання у високоенергетичному планетарному активаторі

Час розмелювання порошку SiC, хв	Вихідний порошок	0,5	0,75	6,0	10,0
Питома поверхня, $м^2/г$	2,0	2,7	16,4	17,3	17,4
Середній діаметр частинок SiC, мкм	3,2	2,9	1,3	0,8	0,7
в тому числі:					
у субмікронній фракції (0,1–0,9 мкм)	–	–	0,27	0,34	0,28
у мікронній фракції (1–8 мкм)	3,2	2,9	2,9	2,4	2,2
Кількість частинок SiC, %					
у субмікронній фракції	–	–	61	77	78
у мікронній фракції	100	100	39	23	22

Гранулометричні дослідження порошків SiC проводили на установці LMS-30 (“Seishin Enterprise”, Японія). Для диспергування проб порошку використовували ультразвуковий осцилятор. Експериментальним дисперсійним середовищем була дистильована вода. Морфологічний аналіз форми частинок як у вихідному порошку, так і в складі композита, свідчить про те, що частинки SiC мають в основному форму призм з різною кількістю сколів.

В якості активатора спікання до нітриду алюмінію додавали оксид ітрію Y_2O_3 (дисперсністю 4 мкм) виробництва Киргизького Гірсько-Металургічного комбінату (КГМК, Киргизстан).

Для приготування дисперсних систем порошок AlN мололи протягом 4 хв, після чого до нього додавали 2,3 % Y_2O_3 та 50 % SiC і проводили змішування протягом 3 хв. З одержаних порошкових сумішей холодним двовісним пресуванням у стальних прес-формах готували дві партії зразків (кільця і диски), які спікали у шахтній печі опору з вольфрамовими нагрівниками СШВ-1,25/25-11. Вільне спікання здійснювали за температури 1900 °С протягом 1 год у середовищі азоту. Відносна густина одержаних матеріалів на основі AlN досягала 97–98 %.

Електронно-мікроскопічні дослідження структури композитів проводили на скануючому електронному мікроскопі (SEM) Zeiss EVO 50 XVP. Їхній фазовий склад вивчали порівнюючи дані РФА, одержані на рентгенівському дифрактометрі ДРОН-3М у відфільтрованому Cu$K\alpha$ випромінюванні, та дані мікрорентгеноспектрального аналізу.

Мікроструктура спечених композитів (рис. 1) складається з матричної фази нітриду алюмінію (сірі зерна) з досить рівномірно розподіленими в ній світло-сірими зернами SiC та розташованими у міжзернових границях білими дрібними включеннями алюмоітрієвого гранату YAlG ($Y_3Al_5O_{12}$), який утворюється в внаслідок взаємодії Y_2O_3 з AlN та адсорбованим його поверхнею киснем. В подальшому для спрощення вільноспечений композит AlN–Y_2O_3–SiC будемо позначати як AlN–SiC.

Дослідження затухання (ослаблення) НВЧ випромінювання в зразках композита AlN–SiC проводили за допомогою Панорамного вимірювача КСХН (коефіцієнта стоячої хвилі за напругою) та ослаблення Р2-65, що працює в

діапазоні частот 25,9–37,7 ГГц, з перерізом високочастотного (ВЧ) тракту 7,2×3,4 мм. Було досліджено дві партії зразків з композита AlN–SiC: 100 шт. дисків діаметром 4,2 мм, висотою 1,0 мм і 25 шт. кілець, що мали зовнішній діаметр 4,2 мм, внутрішній отвір діаметром 1,9 мм і висоту 1,0 мм.

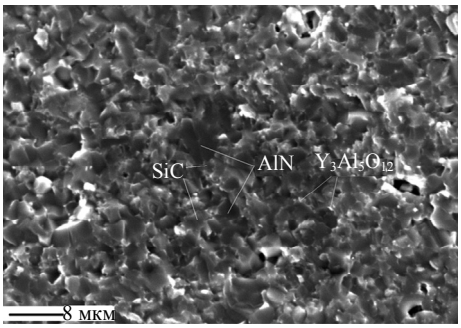

Рис. 1. Топологія поверхні злому (СЕМ) вільноспеченого композиційного матеріалу AlN–SiC.

Під час вимірювання затухання зразок (диск або кільце), розміщували в нижньому торці циліндричного об'ємного резонатора діаметром 5,5 мм і висотою 10 мм. Для входу та виходу НВЧ хвилі в резонаторі є діафрагми зв'язку – отвори, розташовані симетрично в середній частині резонатора. Впритул до цих отворів підходять відрізки хвилеводу перерізом 7,2×3,4 мм, що закінчуються стандартними фланцями 24×24 мм для приєднання до ВЧ тракту. Під час вимірювання затухання НВЧ хвилі резонатор розміщували між спрямованими відгалужувачами падаючої і відбитої хвилі Р2-65. До виходу ВЧ тракту приєднували узгоджене навантаження з КСХН ≤ 1,1 в діапазоні частот 25,9–37,7 ГГц.

Похибка вимірювання затухання на фіксованій частоті становить менше 5 %. Відношення довжини об'ємного циліндричного резонатора до його радіусу складає понад 3,6. У разі такого співвідношення розмірів резонатора основним видом коливання є H_{111}.

Для отримання достовірних результатів по затуханню НВЧ хвилі і частоті резонансу в дослідженому матеріалі об'єм зразка повинен займати невелику частину об'єму резонатора. За цією вимогою, було обрано форму і розміри зразка – диск діаметром 4,2 мм і висотою 1 мм. За таких розмірів об'єм зразка-диска складає 6 % об'єму циліндричного резонатора і не порушує структуру ВЧ поля виду H_{111} під час вимірювання затухання і частоти резонансу.

Досліджували добротність кожного зразка з композита AlN–SiC.

Нагадаємо, що добротність Q чисельно дорівнює відношенню резонансної частоти f_0 до ширини резонансної кривої Δf на рівні половинної потужності:

$$Q = f_0/\Delta f. \quad (1)$$

Добротність обернено пропорційна затуханню, тобто, чим більша ширина резонансної кривої (чим більше Δf), тим більше затухання. Отже, Q однозначно визначає рівень поглинання НВЧ випромінювання в циліндричному резонаторі, це означає, що чим більше Q, тим нижче поглинання.

Для визначення власного затухання резонатора (тобто без експериментального зразка) досліджували характеристики самого циліндричного резонатора. Власне затухання резонатора становило 1,8 дБ, добротність резонатора – 280, частота резонансу f_0 = 33,7 ГГц, власний КСХН – 1,9 на частоті 33,7 ГГц, вид коливання – H_{111}. Для дослідження КСХН ВЧ тракт панорамного підси-

лювача Р2-65 перебудували, а до вихідного фланця циліндричного резонатора під'єднали узгоджене навантаження з власним КСХН ≤ 1,1. Після такої перебудови ВЧ тракту можна визначати і КСХН зразка, помістивши його в той же циліндричний резонатор.

Розміри резонатора спеціально обрані такими, щоб досліджувати добротність дисків або кілець в діапазоні частот 33–35 ГГц. В подальшому в дисках за допомогою лазера роблять отвір ∅1,9 мм для застосування їх в ЛБХ на ЛЗР того ж діапазону частот.

Для визначення діелектричної проникності ε' і тангенса кута діелектричних втрат tg δ досліджували зразки композита AlN–50SiC діаметром від 1,2 до 1,6 мм і довжиною 13,8 мм в резонаторі діаметром 47 мм і висотою 13,8 мм на частоті 3,3 ГГц. Циліндричний резонатор заповнювали вкладишем з фторопласту Ф4, який має дуже малі діелектричні втрати. По осі вкладиша знаходиться отвір, який повністю заповнюється циліндричним зразком з композита, що досліджували. Детально цю методику описано в [11].

Поверхневий опір кілець і дисків вимірювали за напруги 1 кВ мегомметром. До мегомметру приєднували дроти, які мали фіксуючі затискачі з контактами діаметром 0,5 мм. Контакти розташовували один навпроти одного на площині диска або кільця. Опір вимірювали в трьох-чотирьох положеннях.

РЕЗУЛЬТАТИ ТА ОБГОВОРЕННЯ

Було досліджено добротність Q кожного зразка з композита AlN–SiC для партій з 25 шт. кілець і 100 шт. дисків (рис. 2). На рисунку видно, що розкид по добротності (по осі X) в кільцях (36±3) набагато (майже втричі) менший, ніж в дисках (52±8).

Одночасно з добротністю визначали затухання для всіх зразків композита AlN–SiC. Результати дослідження (рис. 3) показали, що добротність обернено пропорційна затуханню.

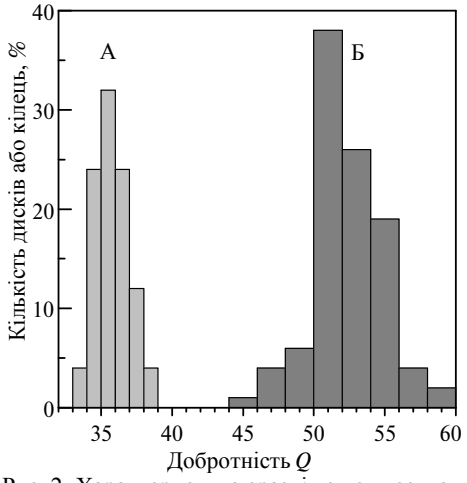

Рис. 2. Характеристика зразків з композита AlN–SiC за добротністю Q для партії: А – 25 шт. кілець розміром ∅4,2×∅1,9×1,0 мм і Б – 100 шт. дисків ∅4,2×1,0 мм.

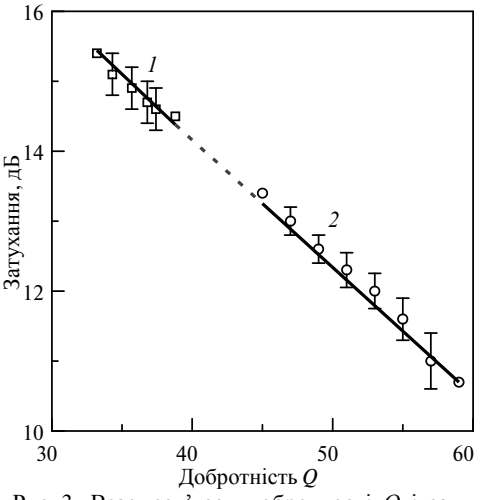

Рис. 3. Взаємозв'язок добротності Q і затухання в композиті AlN–SiC для кілець розміром ∅4,2×∅1,9×1,0 мм (*1*) і дисків ∅4,2×1,0 мм (*2*) в резонаторі ∅5,5×10 мм.

Діаметри резонаторів СпС описаної вище ЛБХ, мають майже такі ж розміри, як диски ∅4,2×1,0 мм, довжина резонаторів вздовж осі становить ~ 1,5 мм. З цього стає зрозумілим, що затухання, а отже і поглинання мікрохвильового

випромінювання, в резонаторі СпС буде іншим, ніж в окремому циліндричному резонаторі діаметром 5,5 мм і висотою 10 мм. Тому для порівняння затухання і добротності кілець або дисків, виміряних у великому резонаторі, із затуханням або коефіцієнтом поглинання L, необхідно досліджувати зразки композита в СпС ЛБХ, розрахованої для діапазону частот 33–35 ГГц.

З іншого боку відомо, що характеристики СпС на ЛЗР не зміняться, якщо її розміри (крім щілин зв'язку в діафрагмах СпС) одночасно збільшити або зменшити в одне і те ж число разів [14]. Оскільки всі основні розміри СпС на ЛЗР залежать від довжини хвилі, то така зміна її розмірів означатиме перехід в інший діапазон частот. Так, у разі збільшення розмірів СпС це означає перехід в діапазон більш довгих хвиль (низьких частот), а у разі зменшення розмірів СпС – в діапазон більш коротких хвиль (більш високих частот). Добре відома методика дослідження затухання мікрохвильового випромінювання в резонаторі секції СпС на ЛЗР в діапазоні частот 9–11 ГГц [12], тому для зіставлення затухання і добротності, визначених в діапазоні 33,5–34,5 ГГц, і затухання мікрохвильового випромінювання в діапазоні 9,5–10,5 ГГц було виготовлено кільця із зовнішнім діаметром 15,7 мм, внутрішнім діаметром 7 мм і товщиною 2,4 мм. Було виготовлено п'ять таких кілець. Коефіцієнт зміни розмірів кілець поглинача – 3,7 разів, зміна по частоті – у 3,6 разів (з 34,15 до 9,5 ГГц). Середній рівень затухання по п'яти кільцям становить 11 дБ на частоті 9,5 ГГц, що відповідає коефіцієнту поглинання 4,6 дБ/мм. Середня добротність дисків ∅4,2×1,0 мм дорівнює 52 на частоті 34,15 Ггц. Цій добротності і буде відповідати коефіцієнт поглинання 4,6 дБ/мм. Оскільки однієї точки недостатньо, щоб отримати криву взаємозв'язку коефіцієнта поглинання і добротності зразків з композита AlN–SiC, особливо за добротності більшої за 50, можна скористатися даними для дисків розміром ∅4,2×1,0 мм, виготовлених з композита AlN–3Y_2O_3–38Mo. Середній рівень добротності у разі дослідження семи дисків становить 70 на частоті 34,15 ГГц. Затухання мікрохвильового випромінювання для цього композита, отримане в діапазоні частот 9,5–10,5 ГГц в секції СпС на ЛЗР на п'яти кільцях із зовнішнім діаметром 15,8 мм, внутрішнім діаметром 7 мм і товщиною 2,7 мм, дорівнює 8,9±0,5 дБ [12]. Цьому рівню затухання відповідає коефіцієнт поглинання мікрохвильового випромінювання 3,3±0,2 дБ/мм.

Досліджено затухання мікрохвильового випромінювання в діапазоні частот 9,5–10,5 ГГц і відповідні середні рівні добротності зразків на частоті 34,15 ГГц, в також визначено коефіцієнт поглинання електромагнітної енергії L і отримано криву, яка показує взаємозв'язок L з добротністю дисків і кілець (рис. 4).

Для всього зазначеного інтервалу добротність обернено пропорційна коефіцієнту поглинання. Відзначимо, що ця крива на рис. 4 є єдиною для дисків розміром ∅4,2×1,0 мм з різних композитів і матеріалів з будь-якими значеннями діелектричної проникності в межах від 2 до 60 і тангенсом діелектричних втрат tg δ від 0,005 до 0,5.

Середня добротність 25 шт. кілець розміром ∅4,2×∅1,9×1,0 мм складає 35,7, середнє значення затухання – 14,9 дБ (див. рис. 3). Цим значенням затухання і добротності відповідає коефіцієнт поглинання L = 6,6±0,4 дБ/мм (див. рис. 4). Таке високе поглинання в кільцях, на думку авторів, обумовлене кращою усадкою під час спікання, що пов'язана з наявністю внутрішнього отвору діаметром 1,9 мм. Ширина кільця по радіусу складає тільки 1,15 мм. У зв'язку з кращою усадкою в композиті AlN–SiC зменшилася залишкова пористість в порівнянні з дисками того ж діаметра. Цей висновок підтверджується

результатами дослідження поверхневого опору кілець і дисків, наведеними в табл. 2. Значення поверхневого опору в трьох-чотирьох положеннях отримували за допомогою контактів. Поверхневий опір в кільцях на порядок менший, ніж в дисках (див. табл. 2). Затухання випромінювання в об'ємних поглиначах пропорційне об'єму поглинача. Так, об'єм кільця складає 11 мм^3, а диска – 13,85 мм^3, тобто об'єм кільця в 1,26 рази менший за об'єм диска. Тому, якби усадка матеріалу AlN–SiC в кільцях була б такою ж як в дисках, то затухання випромінювання в кільці було б меншим в 1,26 рази, тобто 9,8 дБ (12,3 : 1,26 = 9,8 дБ), а воно більше в 1,52 рази і становить 14,9 дБ внаслідок кращої усадки і зменшення опору майже на порядок. Середня добротність в кільці дорівнює лише 35,7, тобто в 1,8 рази менша, ніж була б за такої ж усадки, як і в дисках (52 : 1,26 = 65,5).

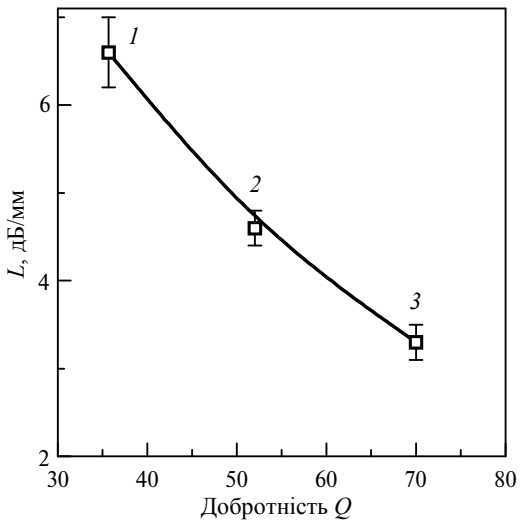

Рис. 4. Взаємозв'язок коефіцієнта поглинання електромагнітної енергії L і добротності Q в композиті AlN–SiC в кільцях розміром ∅4,2×∅1,9×1,0 мм (*1*), дисках ∅4,2×1,0 мм (*2*) і дисках такого ж розміру в композиті AlN–Mo (*3*).

Таблиця 2. Поверхневий опір кілець і дисків з композита AlN–SiC та їхня кількість по інтервалах опору

	Поверхневий опір кілець, кОм			
Кільця ∅4,2×∅1,9×1,0 мм	20–60	80–130	200–220	250–300
Кількість, %	52	32	8	8
	Поверхневий опір дисків, мОм			
Диски ∅4,2×1,0 мм	0,1–0,6	0,6–1,0	1–2	2–4
Кількість, %	50	18	20	12

Можна зробити висновок, що на затухання випромінювання в кільці поглинача з композита AlN–SiC впливає не тільки кількість напівпровідникових частинок SiC та їхні розміри, але в даному випадку внаслідок малих розмірів кільця ще й співвідношення його зовнішнього і внутрішнього діаметрів. І якщо їхнє співвідношення дорівнює ~ 2, то затухання, а, отже, і коефіцієнт поглинання, можуть бути в 1,5 рази більшими, ніж в диску з тим же зовнішнім діаметром.

На рис. 5 показано залежності дійсної ε' (*а*) та уявної ε" (*б*) частин комплексної діелектричної проникності ε* = ε' – *j*ε" від частоти для композитів AlN–SiC з різним вмістом і розмірами частинок SiC [2, 3, 5–7]. Для залежностей *1* [5], *3* [7], *5* [6] уявна частина ε" розрахована, виходячи з значень tg δ і ε' на відповідних частотах, оскільки відомо, що ε" = ε'tg δ. Найбільш інформативними є залежності ε' і ε" – це криві *2*, *4* [2, 3] і *5* [6] – в широкому діапазоні частот від 1 до 40 ГГц, який включає і міліметровий діапазон від 30 до 40 ГГц. Цей діапазон частот є особливо привабливим, оскільки всі попередні дослідження добротності, аналіз коефіцієнта поглинання, його взаємозв'язку з добротністю проведено на частотах 34,1–34,2 ГГц. Разом з тим, також інформативними є дані відносно ε' і ε" – криві *1* [5] для середнього діаметра частинок SiC, що дорівнював 0,5 мкм, за вмісту 50 % SiC, а також залежність *5* [6] – для частинок SiC із середнім розміром 2 мкм за вмісту 20 % SiC. Як видно з рис. 5, для всіх розглянутих композитів AlN–SiC [2, 3, 5–7] зі збільшенням частоти від 8 до 40 ГГц спостерігали зменшення значень як дійсної ε', так і уявної ε" частин комплексної діелектричної проникності.

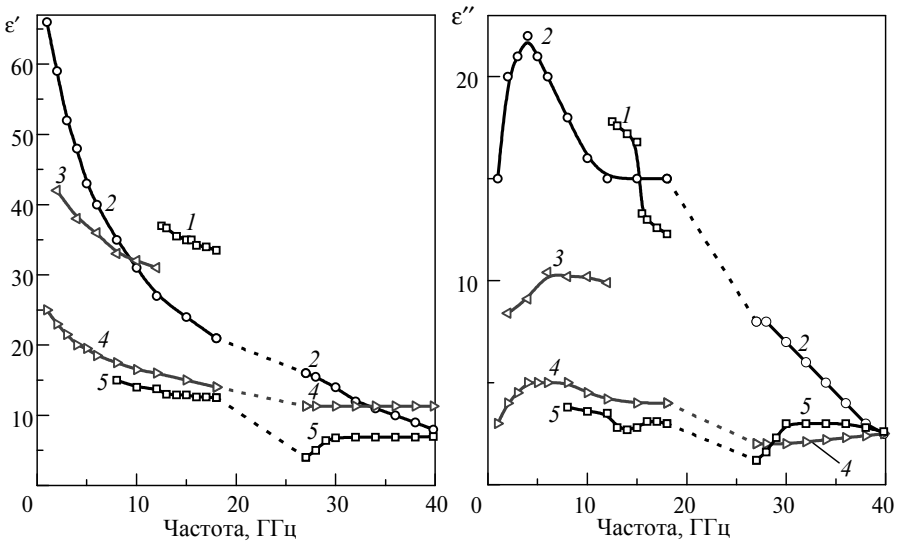

Рис. 5. Залежність дійсної ε' (*а*) та уявної ε" (*б*) частин комплексної діелектричної проникності від частоти для композитів AlN–SiC: AlN–50SiC з частинками розміром 0,5 мкм (*1*) [5], AlN–40SiC (*2*) [2], AlN–SiC (*3*) [7], AlN–20SiC (*4*) [2], AlN–20SiC з частинками розміром 2 мкм (*5*) [6].

Аналізуючи поведінку залежностей ε' і ε" в композиті AlN–40SiC слід відзначити дуже великі значення ε', що дорівнюють 71, 66 і 59 для частот 0,5, 1,0 і 2,0 ГГц відповідно, і схожі на резонанс зміни ε" на частотах менших 5 ГГц. Пояснити таку поведінку ε' і ε" на низьких частотах авторам [2, 3] не вдалося, незважаючи на застосування різних підходів і використання поліпшених методик розрахунку ε' і ε". Було відзначено, що незважаючи на застосування поліпшених моделей розрахунку, таких як Maxwell-Wagner-Sillars, чисельний аналіз поведінки композита AlN–40SiC був неможливий [2]. Відзначимо, коли для аналізу неоднозначного явища намагаються використовувати безліч погано обмежених параметрів, то непридатні ні теорія, ні розрахунки.

Якщо залежності *1* і *3* (див. рис. 5, *а*) продовжити з тим же нахилом з постійними значеннями tg δ = 0,45 і 0,32 в область частот 30–40 ГГц, то значення

ε' складуть 27–24 і 24–21 відповідно, що є наближеним до ε' = 21–17 для кривої *2*. Щодо кривої *5* [6], то значення ε' в міліметровому діапазоні явно занижені (ε' = 7), оскільки значення ε' для полікристалічного AlN на частотах до 37 ГГц становлять 8,1 [15]. Створюється таке враження, що в композиті немає 20 % напівпровідникових частинок SiC, які завжди, маючи будь-які розміри, тільки збільшують ε' композита. Різке падіння ε" за частот 12–15 ГГц не можна пояснити законами фізики, і воно ні з чим іншим, крім помилок в інтерпретації результатів вимірювання в мережевому векторному аналізаторі, не може бути пов'язане. На результати також можуть вплинути і помилки в калібруванні аналізатора, яке не завжди є однозначним [16].

У міліметровому діапазоні значення ε' не тільки близькі до ε' для композита AlN–20SiC, але починаючи з частоти 34 ГГц навіть менші них (порівняйте криві *2*, *4* на рис. 4, *а*). А такого не повинно бути в принципі, тому що завжди діелектрична проникність більша в тих композитах AlN–SiC, де поглинаючих частинок більше [3, 9]. Це є вірним, допоки не буде перевищено поріг перколяції, тобто, якщо вміст частинок SiC буде більшим 50 %. До того ж раніше не відзначали такого сильного зменшення значень ε' і ε" (криві *2* на рис. 5, *а, б*). Так, в інтервалі частот 5–40 ГГц перепад значень ε' становить 5,4, а ε" – 8,4. З наведеного вище зрозуміло, що залежності на рис. 5, *а, б* потрібно відкоригувати. По-перше, залежності ε' і ε" в діапазоні частот від 8 до 40 ГГц (і навіть до 300 ГГц) мають змінюватися тільки плавно, монотонно зі зростанням частоти, без стрибків, провалів, резонансів і т. п. неоднорідностей, по-друге, тангенс діелектричних втрат не повинен змінюватися в цьому діапазоні частот (8–40 ГГЦ). За фіксованого вмісту включень SiC tg δ є величиною постійною і від частоти випромінювання не залежить. І хоча ε' і ε" для композитів AlN–SiC є частотно-залежними, але їхнє співвідношення ε"/ε' = tg δ не змінюється в дослідженому діапазоні. З урахуванням цих зауважень було скориговано залежності, наведені на рис. 5, *а, б.* Скориговані залежності ε' і ε" від частоти для композитів AlN–SiC представлено на рис. 6, *а*, *б*.

Як видно з рис. 6, *а, б*, в діапазоні частот 5–40 ГГц перепад значень ε' і ε" для кривих *1*, *4*, *5* став значно меншим (1,8 раз) і тільки для кривих *2* (40 % SiC) він становить 2,8 рази. З урахуванням скоригованих залежностей ε' і ε" отримано розраховану залежність ε' і ε" для композита AlN–50SiC, що досліджували (див. рис. 6, *а*, *б*, крива *б*). На частоті 3,3 ГГц показано експериментальні значення ε' = 32±2 і ε" = 7±0,3 для дослідженого композита (за tg δ = 0,22±0,01).

В діапазоні частот від 18 до 26,5 ГГц залежності *2*, *4*, *5* на рис. 5, *а*, *б* і 6, *а*, *б* з'єднані штриховими лініями, оскільки для цього діапазону частот не наведено даних ні в одній з робіт [2–6]. Відсутність даних в цьому діапазоні частот швидше за все пов'язана з тим, що радіоелектронну апаратуру для цього діапазону частот не проектують і не розробляють, оскільки на частоті 22,56 Ггц в атмосфері відбувається сильне поглинання електромагнітних хвиль парами води. Коефіцієнт поглинання на частоті 22,56 Ггц становить 0,16 дБ/км, що на порядок більше, ніж в сусідніх діапазонах 12–18 ГГц і 26,5–40 ГГц.

На підставі скоригованих залежностей ε' і ε" (див. рис. 6, *а, б*) і обчислених значень tg δ у всьому діапазоні частот від 1 до 40 ГГц показано взаємозв'язок дійсної ε' і уявної ε" частин комплексної діелектричної проникності в композитах AlN–SiC (рис. 7). Прямі гілки кривих *1–6* відповідають постійним значенням tg δ, що дорівнюють: *1* – 0,45; *2* – 0,42; *3* – 0,32; *4* – 0,27; *5* – 0,25; *6* – 0,32. Спад на кривих *2*, *3*, *4*, *6* відповідає частотам від 1 до 8 ГГц. Чим менша частота, тим більший спад, оскільки меншими є як ε", так і tg δ (*2* –

0,34; *3* – 0,20; *4* – 0,12; *6* – 0,22). Криві *1*, *5* по суті є прямими, оскільки починаються з частот 12 і 8 ГГц відповідно, де tg δ – постійний. Тобто спад у них відсутній, бо ці криві знаходяться в області частот більше 8 ГГц.

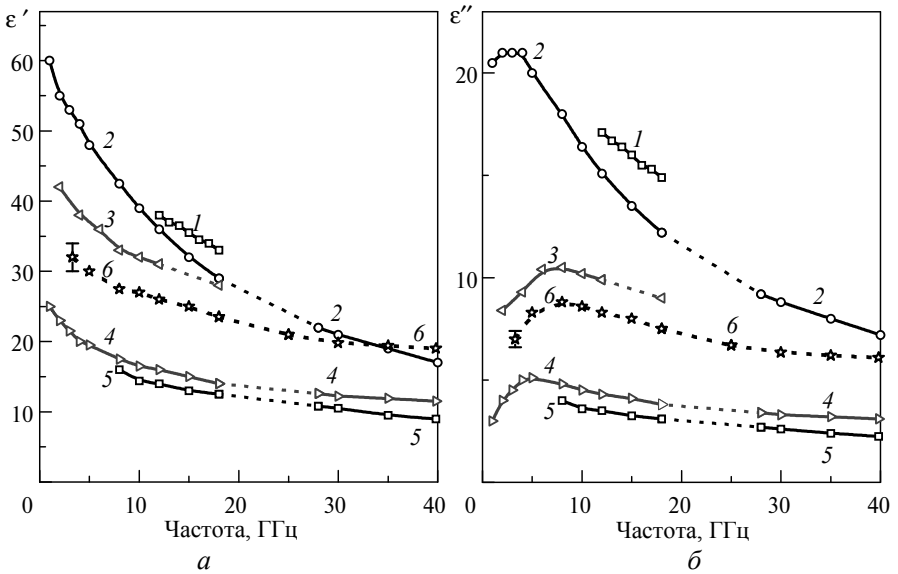

Рис. 6. Скориговані залежності дійсної ε' (*а*) та уявної ε" (*б*) частин комплексної діелектричної проникності від частоти випромінювання для композитів AlN–SiC: AlN–50SiC з частинками розміром 0,5 мкм (*1*) [5], AlN–40SiC (*2*) [2], AlN–SiC (*3*) [7], AlN–20SiC (*4*) [2], AlN–20SiC з частинками розміром 2 мкм (*5*) [6], передбачена залежність для дослідженого композита AlN–50SiC (*6*).

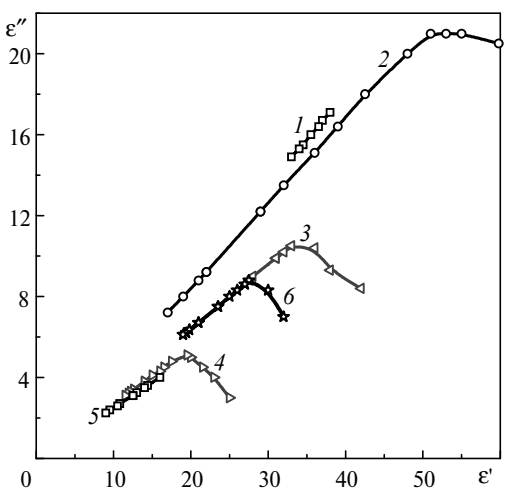

Рис. 7. Взаємозв'язок дійсної ε' і уявної ε" частин комплексної діелектричної проникності в композитах AlN–SiC; цифри відповідають складам на рис. 6; для кривих *1–5* значення tg δ = 0,45 (*1*), 0,42 (*2*), 0,32 (*3*), 0,27 (*4*), 0,25 (*5*); для дослідженого композита *6* tg δ = 0,32.

Аналіз скоригованих залежностей ε' і ε" в композитах AlN–SiC в широкому діапазоні частот 1–40 ГГц дозволив виявити кілька закономірностей в їхній поведінці. На частотах 1–8 ГГц спостерігається збільшення ε". На думку авторів, така поведінка ε" пов'язана з релаксаційним процесом дипольної поляризації, оскільки його закінчення знаходиться в області частот 10^8–

10^{10} Гц, тобто доходить до 10 ГГц [17]. З ростом частоти від 8 до 40 ГГц (а, можливо, і до 300 ГГц) значення діелектричної проникності ε' і ε" монотонно зменшуються за сталого tg δ = ε"/ε'.

Високе поглинання мікрохвильового випромінювання в композиті AlN–50SiC досягнуто за рахунок наявності частинок SiC мікронного і субмікронного розміру. Частинки субмікронного розміру внаслідок великої площі своєї поверхні взаємодіють з мікрохвильовим випромінюванням і поглинають його значну частину. Частинки мікронного розміру, особливо більші 3–4 мкм, не тільки поглинають, але забезпечують багаторазове відбивання всередині об'єму композита, а це сприяє додатковому поглинанню випромінювання ще й субмікронними частинками SiC. Можна зробити висновок, що наявність у складі композита частинок SiC різного розміру сприяє комплексному і багаторазовому поглинанню НВЧ випромінювання.

На основі всебічного аналізу і фізичного обґрунтування залежностей діелектричної проникності ε' і ε" композитів AlN–SiC від вмісту і розмірів частинок SiC виявлено чотири основні закономірності їхньої поведінки в діапазоні частот 1–40 ГГц:

1. Поділ за частотами від 1 до 8 ГГц і від 8 до 40 ГГц обґрунтовано різною поведінкою ε", що зростає від 0,5 до 8 ГГц, досягає максимуму на частоті 8–10 ГГц і зменшується зі збільшенням частоти від 10 до 40 ГГц, водночас ε' плавно зменшується у всьому діапазоні частот.

2. Хід залежностей ε' і ε" у всьому частотному діапазоні є плавний, монотонний, без стрибків, провалів, резонансів.

3. Перепад значень ε' і ε" в цих діапазонах не перевищує 1,8 рази, а в інтервалі 30–40 ГГц він навіть менший – 1,2 рази.

4. Значення ε' і ε" частотно-залежні, але за частот більших 8 ГГц їхнє співвідношення ε"/ε' = tg δ є величиною постійною і від частоти не залежить.

Дослідження ε', ε" або tg δ, проведені в окремому резонаторі, дають більш точні результати, ніж ті, що проведені у векторних аналізаторах мережі. Похибка у визначенні частоти є меншою 1 %, а добротності – меншою 3 %. Враховуючи зазначені вище закономірності залежностей ε' і ε", їх можна побудувати, маючи всього одну достовірну експериментальну точку зі значеннями ε' і ε", бажано отриману на частоті 3–5 ГГц. Потім – дотримуючись зазначених вище правил – можна побудувати залежності ε' і ε" у всьому діапазоні частот 1–40 ГГц і далі.

Представлено новий підхід у визначенні затухання і коефіцієнта поглинання випромінювання. Основою тут є середня добротність зразків композита (середнє значення Q у партії з 100 шт.), отримана на частоті 34,2 ГГц. Вимірювання затухання і коефіцієнта поглинання проведено за частот 9,5–10,5 ГГц, але попередньо всі розміри в секції СпС ЛБХ і розміри поглинача змодельовано (перераховано і збільшено пропорційно з частоти 34 ГГц на 9,5 ГГц – коефіцієнт збільшення 3,6 рази). Це можна зробити ще й тому, що поглинання НВЧ випромінювання, за постійного вмісту частинок в композиті, практично не змінюється в інтервалі частот 10–100 ГГц (це 30–3 мм), а розмір частинок SiC становить одиниці або частку мікрона, тобто на три порядки менший за довжину хвилі. Тому фізично і немає різниці в поглинанні НВЧ хвилі в діапазоні 10–100 ГГц. Менші значення ε" за низьких частот 0,5–3,0 ГГц обумовлено, на думку авторів, дуже малими розмірами частинок SiC по відношенню до довжини цих хвиль (600–100 мм), тут відмінність більша, ніж на п'ять порядків.

ВИСНОВКИ

Високого поглинання мікрохвильового випромінювання в композиті AlN–50SiC можна досягнути за рахунок додавання частинок SiC мікронного і субмікронного розміру. Це пов'язане з тим, що частинки SiC різного розміру сприяють комплексному і багаторазовому поглинанню НВЧ випромінювання. Коефіцієнт поглинання L становить 4,6 дБ/мм в дисках ∅4,2×1,0 мм і 6,6 дБ/мм в кільцях ∅4,2×∅1,9×1,0 мм.

Вперше показано взаємозв'язок між добротністю і затуханням випромінювання на частотах 34,0–34,2 ГГц і коефіцієнтом поглинання на частотах 9,5–10,5 ГГц. Визначено залежність коефіцієнта поглинання від добротності для композита AlN–50SiC в резонаторі ∅5,5×10 мм.

Дійсна ε' і уявна ε'' частини комплексної діелектричної проникності в композиті AlN–50SiC є величинами частотно-залежними в діапазоні частот 1–40 ГГц. Однак за частот більших 8 ГГц їхнє співвідношення ε''/ε' = tg δ є величиною постійною і від частоти не залежить. У дослідженому композиті AlN–50SiC експериментальні значення дійсної і уявної частин комплексної діелектричної проникності складають ε' = 32 і ε'' = 7 на частоті 3,3 ГГц, а розраховані ε' = 19,3 і ε'' = 6,2 на частоті 34 ГГц.

V. I. Chasnyk[1], I. P. Fesenko[2], L. M. Vovk[3], O. M. Kaidash[2]
[1]State Enterprise Scientific Research Institute ORION, Kyiv, Ukraine
[2]Bakul Institute for Superhard Materials,
National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine
[3]The Ukrainian scientific and research Institute of special equipment and forensic expertise of the Security Service of Ukraine (ISEE SSU), Kyiv, Ukraine

High absorption of microwave radiation in pressureless sintered AlN–SiC composite in the frequency range 9.5–34.2 GHz

For high-output power microwave range electrovacuum devices, bulk absorbers with a high microwave absorption coefficient are required. It has been established that high absorption in the AlN–50%SiC composite is achieved due to the presence of micron and submicron SiC particles, which provide complex and multiple absorption of microwave radiation. The absorption coefficient L is 4.6 dB/mm in discs ∅4.2×1.0 mm and 6.6 dB/mm in rings ∅4.2×∅1.9×1.0 mm. It is proposed to compare composites with losses not in terms of ε'' or tan δ, but directly in terms of the absorption coefficient of microwave radiation measured under real operating conditions of a bulk absorber in microwave devices. The relationship between quality factor, attenuation and absorption coefficient is revealed. It is shown that in the frequency range 1–40 GHz the real ε' and imaginary ε'' parts of the complex permittivity are frequency-dependent quantities. However, at a frequency more than 8 GHz, their ratio ε''/ε' = tan δ is a constant value and does not depend on the frequency. In the investigated composite, the measured values of the real and imaginary parts of the complex permittivity are ε' = 32 and ε'' = 7 at a frequency of 3.3 GHz and the calculated values are ε' = 19.3 and ε'' = 6.2 at a frequency of 34 GHz.

***Keywords**: AlN–SiC composite, bulk absorber of microwave energy, lossy composite, absorption of microwave radiation, quality factor, attenuation, absorption coefficient, real and imaginary parts of the complex permittivity*

1. Касаткин Л.В., Рукин В.П., Ерёменко В.Д., Науменко В.Д., Рапопорт Г.П., Мирошниченко В.С. Электровакуумные приборы диапазона миллиметровых волн. Севастополь: Вебер, 2007. 252 с.

2. Calame J.P., Abe D.K., Levush B., Danly B.G. Variable temperature measurements of the complex dielectric permittivity of lossy AlN–SiC composites from 26.5–40 GHz. *J. Appl. Phys.* 2001. 89. P. 5618–5621.
3. 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, 25–27 April 2006. P. 37–38.
4. Gao P., Jia C.C., Cao W.B., Wang C.C., Liang D., Xu G.L. Dielectric properties of spark plasma sintered AlN/SiC composite ceramics. *Int. J. Miner. Metall. Mater.* 2014. 21. P. 589–594.
5. Gu J., Sang L., Pan B., Feng Y., Yang J., Li X. Thermal conductivity and high-frequency dielectric properties of pressureless sintered SiC–AlN multiphase ceramics. *Materials.* 2018. Vol. 11, no. 6. art. 969.
6. Zang, X., Lu, Y. Preparation and dielectric properties at high frequency of AlN-based composited ceramic. *J Mater Sci: Mater Electron*. 2020. Vol. 31, is. 4. P. 2826–2832.
7. Sienna Technologies Inc. STL-100 and STL-150D AlN–SiC lossy dielectric properties. Рекламный лист 2018 г.
8. Serbenyuk T.B., Aleksandrova L.I., Zaika M.I., Ivzhenko V.V., Kuzmenko E.F., Loshak M.G., Marchenko A.A., Prikhna T.O., Sverdun V.B., Tkach S.V., Borymskii O.I., Fesenko I.P., Chasnyk V.I., Wend M. Structure, mechanical, thermal and dielectric properties of the aluminum nitride–silicon carbide ceramic material. *J. Superhard Mater.* 2008. Vol. 30, no. 6. P. 384–391.
9. Serbenyuk T.B., Prikhna T.O., Sverdun V.B., Chasnyk V.I. Kovylyaev V.V., Dellith J., Moshchil V.E., Shapovalov A.P., Marchenko A.A., Polikarpova L.O. The effect of size of the SiC inclusions in the AlN–SiC composite structure on its electrophysical properties. *J. Superhard Mater*. 2016. Vol. 38, no. 4. P. 241–250.
10. Serbenyuk T.B., Prikhna T.O., Sverdun V.B., Sverdun N.V., Moshchil' V.Ye., Ostash O.P., Vasyliv B.D., Podhurska V.Ya., Kovylyaev V.V., Chasnyk V.I. Effect of the additive of Y_2O_3 on the structure formation and properties of composite materials based on AlN–SiC. *J. Superhard Mater*. 2018. Vol. 40, no. 1. P. 8–15.
11. Chasnyk V., Chasnyk D., Fesenko I., Kaidash O., Turkevych V. Dielectric characteristics of pressureless sintered AlN-based composites in the 3–37 GHz frequency range. *J. Mater. Sci. – Mater. Electron*. 2021. Vol. 32, is. 2. P. 2524–2534.
12. Chasnyk V.I., Chasnyk D.V., Fesenko I.P., Kaidash O.M. A study of the thermal conductivity, electrical resistivity and microwave absorption of pressureless sintered AlN–Y_2O_3–Mo and AlN–Y_2O_3–TiN composites. *J. Superhard Mater*. 2020. Vol. 42, no. 3. P. 165–176.
13. Фесенко И.П. Боримский И.А., Смирнова Т.И., Стратийчук Д.А., Часнык В.И., Сербенюк Т.Б. Особенности высокоинтенсивного размола карбида кремния. *Вісник Національного технічного університету "Харківський політехнічний інститут"*. Зб. наук. праць. Тематичний випуск "Хімія, хімічна технологія та екологія". Харків: НТУ "ХПІ". 2009. № 25. С. 48–53.
14. Лошаков Л.Н., Пчельников Ю.Н., Теория и расчет усиления лампы с бегущей волной. Москва: "Советское радио", 1961. 180 с.
15. Часнык В.И., Фесенко И.П. Диэлектрические характеристики высокотеплопроводной AlN керамики в диапазоне частот 3–93 ГГц. *Технология и конструирование в электронной аппаратуре*. 2013. № 2–3. С. 11–14.
16. Hoffmann K, Škvor Z. A Novel Vector Network Analyzer. *IEEE Trans Microwave Theory Tech*. 1998. Vol. 46, no. 12. P. 2520–2523.
17. Kingery W.D. Introduction to Ceramics. New York: Wiley, 1960.

Надійшла до редакції 02.08.21
Після доопрацювання 02.08.21
Прийнята до опублікування 05.10.21