

Т. Б. Сербенюк^{1,*}, Т. О. Пріхна^{1,**}, В. Б. Свердун¹,
В. В. Олійник², В. І. Григоруk², В. В. Загородній²,
М. В. Карпець¹, С. С. Пономарьов³, А. А. Марченко¹,
Л. О. Полікарпова¹

¹Інститут надтвердих матеріалів ім. В. М. Бакуля

НАН України, м. Київ, Україна

²Київський національний університет ім. Тараса Шевченка,
м. Київ, Україна

³Інститут фізики напівпровідників ім. В. Є. Лашкарьова

НАН України, м. Київ, Україна

*serbenuk@ukr.net

**prikhna@ukr.net

Вплив зміни концентрації графітової складової у структурі композиційних матеріалів на основі AlN на їхні електродинамічні властивості

В діапазоні частот 1–10 ГГц досліджено електродинамічні властивості нових композиційних матеріалів, виготовлених методом вільного спікання на основі AlN з додаванням 1–5 % (за масою) порошку алмазу. Дослідженнями структури і фазового складу встановлено, що в процесі спікання відбувається процес графітизації порошку алмазу, а згідно з рентгенофазовим аналізом, після уточнення результатів методом Рітвельда, вміст графітової фази становив 0,8, 1,7, 3,8 % (за масою) для матеріалів, у які перед спіканням додавали відповідно 1, 3, 5 % (за масою) порошку алмазу. Дослідження електродинамічних характеристик показало зростання уявної і дійсної діелектричної проникності зі збільшенням вмісту графіту. Діелектричні втрати на частоті 10 ГГц зростали від 0,05 до 0,08 для композитів у разі збільшення кількості графітової фази від 0,8 до 3,8 % (за масою).

Ключові слова: композиційний матеріал, AlN, графіт, мікрохвильова електроніка, діелектричні втрати, електродинамічні властивості.

ВСТУП

З метою створення нових поглинаючих матеріалів для застосування в області вакуумної електроніки науковці впродовж років розробляють композити на основі нітриду алюмінію (AlN) з різними добавками, що забезпечують ефективну роботу вакуумних електронних приладів [1–10]. AlN характеризується високим рівнем діелектричних характеристик (значення $\text{tg}\delta$ у надвисокочастотному діапазоні випромінювання знаходиться в межах від $(2,1 \pm 0,1) \cdot 10^{-3}$ [11] до $1 \cdot 10^{-2}$ [12]). Для досягнення комплексу бажаних діелектричних та електромагнітних властивостей до AlN додають електропровідні або напівпровідні компоненти [1–10, 13, 14]. Додавання до AlN в якості електропровідної складової тугоплавких металів чи карбідів, наприклад Fe, Mo, W, SiC

[1–10] забезпечувало не лише досягнення необхідного рівня електродинамічних властивостей, а й підвищувало рівень механічних характеристик композиційних матеріалів. Перехід до сучасних технологій зі зменшенням розмірів приладів та їхньої ваги викликає необхідність створення нових керамічних поглинаючих матеріалів з малою питомою вагою. Задоволення цих вимог можливе за рахунок введення до алюмонітридної основи меншої кількості відомих ефективних добавок з великою питомою вагою, наприклад важких металів [13, 14], або нових добавок з низькою питомою вагою, таких як сферичний графіт, скловуглець, сажа тощо [15–18]. Тобто маємо завдання зменшити питому вагу матеріалу без зниження або з подальшим підвищенням поглинаючої здатності. Додавання до AlN невеликої (від 0 до 8 %¹) кількості сферичного графіту (СГ) дозволило підвищити значення діелектричних втрат від 0,004–0,008 до 0,46–0,59 на частотах електромагнітного випромінювання від 8,2 до 12,4 ГГц відповідно [15]. А у разі введення лише 5 % сажі спостерігали збільшення затухання на частоті ~ 35 ГГц від 3,3 дБ для основи шихти (AlN–Y₂O₃) до 7,6 дБ для композита з вмістом сажі [18]. Такі значення електродинамічних характеристик свідчать про те, що створені нові матеріали [15, 18] здатні поглинати електромагнітне випромінювання.

Тому особливий інтерес до розробки композитів, що є ефективними в мікрохвильовому діапазоні, вимагає дослідження впливу добавок графіту. Було прогнозовано, що легкий композиційний матеріал на основі нітриду алюмінію і графіту буде перспективним для використання в області вакуумної електроніки.

В даній роботі для створення нових композиційних матеріалів запропоновано як добавку використовувати порошок алмазу з різною концентрацією. Прогнозували, що за рахунок додавання порошку алмазу та рівномірного його розподілу в шихті у разі змішування під час формування структури композита в процесі спікання буде відбуватися графітизація алмазу, графітова складова буде також рівномірно розподілена у структурі матеріалу і з високим ступенем ймовірності сприятиме досягненню необхідного високого рівня комплексу фізико-механічних характеристик.

МЕТОДИКА ЕКСПЕРИМЕНТУ

Композиційні матеріали на основі AlN отримували у процесі змішування шихти, компактування зразків холодним пресуванням та подальшого спікання компактів методом вільного спікання. До складу шихти вводили порошки нітриду алюмінію, оксиду ітрію та алмазу мікронного розміру. Оксид ітрію у кількості 4–6 % вводили в шихту з метою активації процесу спікання нітриду алюмінію, для досягнення необхідного рівня електродинамічних характеристик додавали 1, 3 та 5 % шліфпорошку алмазу. Подрібнення та змішування шихти проводили протягом 2–10 хв у високоенергетичному планетарному активаторі. Методом вільного спікання за температур 1820–1950 °С отримували композиційні матеріали з попередньо спресованих компактів.

Густина матеріалів визначали за допомогою вимірювання розмірів зразків та їхнього зважування. Структуру зразків досліджували методом скануючої електронної мікроскопії (СЕМ) та Оже-спектроскопії за допомогою мікроаналізатора JAMP-9500F (фірма JEOL, Японія) з високою роздільною здатністю за методикою, описаною у [18].

Рентгенофазовий і рентгеноструктурний аналізи зразків розроблених композиційних матеріалів проводили за допомогою рентгенівського дифрактометра ДРОН-3 з подальшою обробкою результатів методом Рітвельда. Під

¹ Тут і далі склад матеріалу приведено в % (за масою).

час проведення досліджень методом рентгенівської порошкової дифракції використовували $\text{CuK}\alpha$ випромінювання ($\lambda = 1,54156 \text{ \AA}$). Як і в попередній роботі авторів [19], діапазон кутів становив $2\lambda = 18\text{--}88^\circ$, крок сканування – $0,05^\circ$, час експозиції в одній точці – 2–4 с.

Методика вимірювання основних електродинамічних характеристик розробленої кераміки базується на застосуванні сучасного векторного аналізатора мікрохвильових кіл Keysight PNA N5227A (10 МГц–67 ГГц).

Вимірювання відбиття електромагнітної хвилі від матеріалу та/або проходження крізь нього в сукупності зі знанням його фізичних розмірів дає інформацію для визначення діелектричної та магнітної проникності матеріалу. Векторний аналізатор дозволяє проводити вимірювання в процесі взаємодії високочастотного випромінювання з матеріалом в режимі автоматичної зміни частоти від 1 до 67 ГГц. Джерело електромагнітного випромінювання векторного аналізатора генерує сигнал на певній частоті, який взаємодіє зі зразком матеріалу. Приймач, налаштований на цю частоту, обробляє сигнал після взаємодії зі зразком та визначає мікрохвильові параметри розсіювання коаксіальної комірки зі зразком матеріалу, що за допомогою математичного аналізу дозволяє визначити діелектричну чи магнітну проникність досліджуваного матеріалу. Далі джерело перемикають на наступну частоту і виміри повторюють, що дозволяє отримати значення діелектричної проникності як функцію частоти випромінювання.

Перевага застосування подібної методики (хвилеводного методу вимірювання) полягає у вимірюванні дійсної та уявної частин діелектричної чи магнітної проникності в широкому діапазоні частот. Це дозволяє оперативного визначати електродинамічні характеристики матеріалу в тому чи іншому діапазоні частот. Проте необхідна максимально висока точність механічної обробки зразків для придушення можливості виникнення помилок вимірювання, пов'язаних зі збудженням вищих хвилеводних мод поблизу границь повітря–діелектрик зразка неідеальної циліндричної форми з повітряними проміжками між металевими частинами хвилеводу і матеріалом зразка. Наявність таких недоліків особливо суттєва у випадку матеріалів із високою діелектричною проникністю, що досліджують у міліметровому діапазоні довжин хвиль.

Схематично спосіб вимірювання проілюстровано на рис. 1.

Кожен із досліджуваних зразків мав довжину, меншу за довжину коаксіальної комірки векторного аналізатора, що вимірює параметри розсіювання відносно площин калібрування, яке попередньо виконували за відсутності комірки зі зразком. Далі проводили конверсію вимірюваних параметрів розсіювання в параметри зразка (комплексну діелектричну чи магнітну проникність). Програмне забезпечення векторного аналізатора використовує метод Ніколсона–Росса–Вейра для визначення проникності матеріалу. У зв'язку з тим, що алгоритм побудований у припущенні однорідного матеріалу зразка, відхилення локальної густини матеріалу, сторонні включення та інші неоднорідності можуть призводити до такого спотворення результатів вимірювання, що важко піддаються інтерпретації.

На рис. 2 наведено знімок векторного аналізатора мікрохвильових кіл із коаксіальною хвилеводною системою та виготовленими зразками кераміки.

Для отримання високої точності вимірювання необхідно мати відповідну точність виготовлення зразків розробленої кераміки. Для проведення таких досліджень за допомогою механічної обробки було виготовлено зразки циліндричної форми із зовнішнім діаметром 1,85 мм, внутрішнім діаметром 0,85 мм, з точністю $\pm 0,005$ мм (рис. 3).

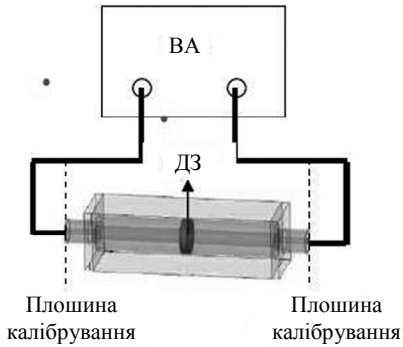


Рис. 1. Схема вимірювання електродинамічних характеристик досліджуваних зразків (ДЗ) векторним аналізатором (ВА).



Рис. 2. Знімок векторного аналізатора мікрохвильових кіл зі зразками досліджуваних матеріалів.

РЕЗУЛЬТАТИ

Для отриманих композитів на основі AlN зі щільністю 3,11–3,18 г/см³ було проведено дослідження структури та фазового складу. Результати рентгеноспектрального аналізу композитів AlN–Y₂O₃–порошок алмазу представлено на рис. 4 та в табл. 1.

За результатами аналізу рентгенограм з уточненням методом Рітвельда (див. табл. 1) видно, що фазовий склад композиційних матеріалів на основі гексагонального нітриду алюмінію після спікання містить дві модифікації нітриду алюмінію – гексагональну (*h*AlN) та кубічну (*c*AlN), останню – у незначній (2,18–3,15 %) кількості. З отриманих результатів видно, що параметри кристалічних комірок гексагональної фази *h*AlN для всіх складів композиційних матеріалів майже не змінилися і знаходяться на рівні еталонних ($a = 0,311$ нм, $c = 0,498$ нм), на відміну від композитів з добавкою SiC, де параметри кристалічної ґратки монотонно зростали зі збільшенням вмісту карбідної фази у структурі матеріалу, що свідчило про утворення твердих розчинів AlN(2H)–SiC(2H) [20].

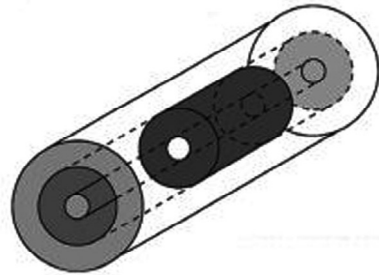


Рис. 3. Схематичне зображення коаксильної комірки зі зразком кераміки.

Як свідчать результати рентгенофазового аналізу, в структурі композитів утворюється фаза Al₉O₃N₇ внаслідок дифузійних процесів, що відбуваються на границях зерен між компонентами AlN та Y₂O₃ (див. табл. 1). Варто відмітити, що Al₉O₃N₇ присутній в усіх спечених композитах.

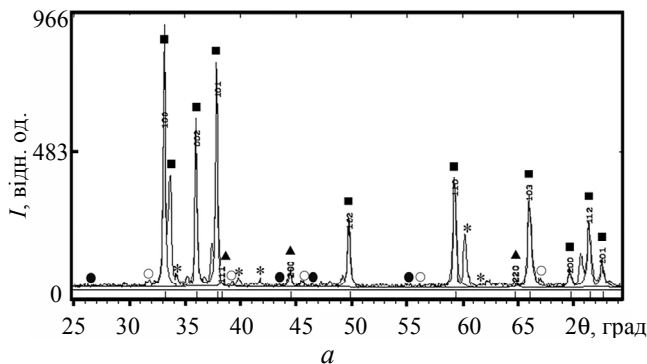


Рис. 4. Рентгенограми композиційних матеріалів на основі AlN–Y₂O₃ з вмістом порошку алмазу 1 (а), 3 (б), 5 (в) %; *h*AlN (■), *c*AlN (▲), С (●), Y₃Al₅O₁₂ (*), Al₉O₃N₇ (○).

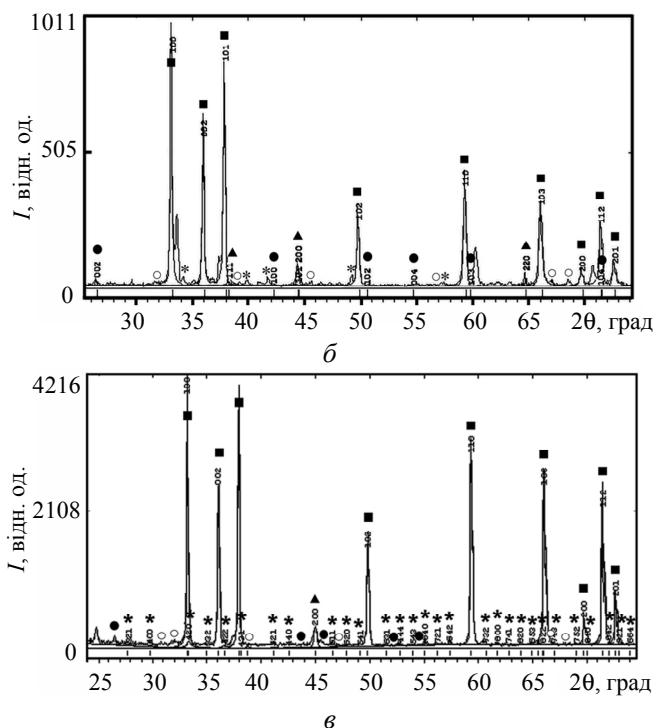


Рис. 4. (Продовження).

Також утворюється незначна кількість алюмоітрієвого гранату $Y_3Al_5O_{12}$ (див. табл. 1). Слід зазначити, що в структурі композиційних матеріалів під час спікання відбувається процес графітизації алмазу, про що свідчать параметри ґратки вуглецю, які характерні для графіту (див. табл. 1).

Таблиця 1. Склад композитів на основі AlN– Y_2O_3 –порошок алмазу та періоди ґраток його складових фаз

Зразок	Вміст порошку алмазу в шихті, %	Фаза	Вміст, %	Періоди кристалічної ґратки, нм	
				a	c
1	1	hAlN	84,39	0,311	0,498
		cAlN	2,18	0,407	–
		C	0,8	0,247	0,670
		Al ₉ O ₃ N ₇	11,0	0,306	7,205
		Y ₃ Al ₅ O ₁₂	1,63	1,201	–
2	3	hAlN	88,54	0,311	0,497
		cAlN	2,23	0,407	–
		C	1,7	0,247	0,671
		Al ₉ O ₃ N ₇	6,0	0,306	7,205
		Y ₃ Al ₅ O ₁₂	1,53	1,201	–
3	5	AlN_h	85,25	0,311	0,498
		AlN_c	3,15	0,403	–
		Al ₉ O ₃ N ₇	6,3	0,306	7,205
		Y ₃ Al ₅ O ₁₂	1,5	1,201	–
		C	3,8	0,247	0,671

Для вивчення закономірностей структуроутворення, проводили дослідження за допомогою СЕМ. Наведено мікроструктуру композиційного матеріалу, виготовленого на основі порошків $\text{AlN}-\text{Y}_2\text{O}_3-1\%$ порошку алмазу (рис. 5).

Як видно на рис. 5, структура композиційного матеріалу складається з матричної фази нітриду алюмінію (світло-сіра матрична фаза). Темно-сірі включення, що розташовані у матричній фазі – це графіт, який утворився внаслідок графітизації алмазу в процесі спікання. Середній розмір зерен графіту становить 3–5 мкм. На границях зерен AlN та графіту (див. рис. 5, точки S1–S4) міститься фаза (у вигляді зерен білого кольору) з приблизним стехіометричним складом $\text{Al}_9\text{O}_{3,6}\text{N}_{6,3}\text{C}_{1,8}$ (табл. 2), тобто з малою стехіометрією, наближеною до фази $\text{Al}_9\text{O}_3\text{N}_7$ (див. табл. 1), але з незначною кількістю графіту.

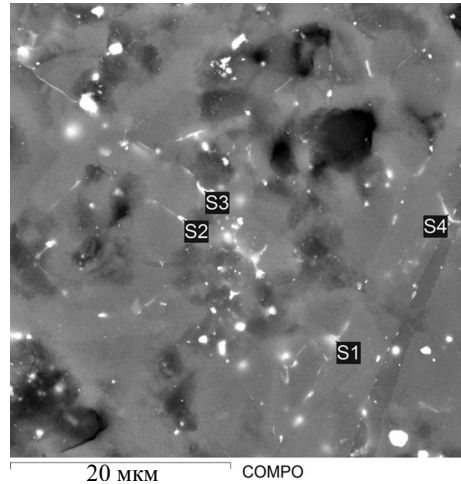


Рис. 5. Мікроструктура шліфа зразка композиційного матеріалу виготовленого на основі $\text{AlN}-\text{Y}_2\text{O}_3-1\%$ порошку алмазу.

Таблиця 2. Кількісний елементний склад в точках S1–S4 структури композиційного матеріалу на основі порошків $\text{AlN}-\text{Y}_2\text{O}_3-1\%$ порошку алмазу (див. рис. 5)

Елемент	Кількість елемента, % (ат.), у точці			
	S1	S2	S3	S4
C	7,66	17,5	19,18	7,55
N	23,7	25,85	20,63	30,27
O	24,95	12,02	15,72	18,17
Al	42,01	40,25	38,92	42,35
W	–	0,53	0,42	–
Ni	–	–	0,18	–
Cr	–	0,18	–	–
Y	1,28	0,22	0,25	1,34
Ti	0,13	0,14	0,16	0,13
Au	–	0,09	0,06	0,07
Fe	0,27	3,8	4,96	0,12
Сума	100,0	100,0	100,0	100,0
Приблизний стехіометричний склад	$\text{AlN}_{0,6}\text{O}_{0,6}\text{C}_{0,2}\text{Y}_{0,03}$	$\text{AlN}_{0,6}\text{O}_{0,3}\text{C}_{0,4}\text{Y}_{0,005}$	$\text{AlN}_{0,5}\text{O}_{0,4}\text{C}_{0,5}\text{Y}_{0,006}$	$\text{AlN}_{0,7}\text{O}_{0,4}\text{C}_{0,2}$
	$\text{Ti}_{0,003}\text{Fe}_{0,006}$	$\text{Ti}_{0,003}\text{Fe}_{0,09}\text{W}_{0,01}$	$\text{Ti}_{0,004}\text{Fe}_{0,1}\text{W}_{0,01}$	$\text{Y}_{0,03}\text{Ti}_{0,003}$
	або	$\text{Cr}_{0,004}\text{Au}_{0,002}$	$\text{Ni}_{0,005}\text{Au}_{0,001}$	$\text{Fe}_{0,003}\text{Au}_{0,002}$
	$\text{Al}_9\text{O}_{5,4}\text{N}_{5,4}\text{C}_{1,8}$	або	або	або
		$\text{Al}_9\text{O}_{2,7}\text{N}_{5,4}\text{C}_{3,6}$	$\text{Al}_9\text{O}_{4,5}\text{N}_{4,5}\text{C}_{4,5}$	$\text{Al}_9\text{O}_{3,6}\text{N}_{6,3}\text{C}_{1,8}$

Аналізуючи вміст елементів у точках S1–S4 структури композита $\text{AlN}-\text{Y}_2\text{O}_3-1\%$ порошку алмазу (див. рис. 5), можна відмітити присутність незнач-

ної кількості домішок металів: Fe, W, Ni, Cr, Ti, Au (див. табл. 2), що були внесені до структури композита під час технологічного процесу виготовлення матеріалів, Fe, W – у процесі змішування та подрібнення шихти, Ni, Cr, Ti – під час механічної обробки спечених зразків, а Au напиляли на поверхню зразків, щоб поверхня зразка з матрицею-ізолятором не заряджалась під електронним променем під час дослідження СЕМ.

На зображеннях структури та картах розподілу елементів у структурі композиційних матеріалів із вмістом 0,8 % (рис. 6, а) і 3,8 % (рис. 6, б) графіту, видно, що графіт у матричній структурі h AlN знаходиться у вигляді окремих включень, оточених матричною фазою та фазами, утвореними по границях зерен. Тобто, введення незначної кількості порошку алмазу у вихідну шихту є недостатнім, щоб утворювати контакти між зернами графіту або ланцюги, на відміну від розроблених та досліджених авторами композиційних матеріалів з високим (> 50 %) вмістом SiC [20]. Дослідження методом Оже-спектроскопії показало, що матрична фаза зразків матеріалів із вмістом 0,8 і 3,8 % графіту має приблизний стехіометричний склад $AlN_{0,96}O_{0,08}$ і $AlN_{1}O_{0,04}$ відповідно, що відповідає фазі AlN.

В дослідженнях автори обмежились діапазоном частот 1–10 ГГц. Звуження діапазону частот дозволило підвищити точність вимірів характеристик матеріалів. Збільшення вагової частки графіту у структурі матеріалу від 0,8 до 3,8 % приводить до зростання дійсної (ϵ') та уявної (ϵ'') частин діелектричної проникності в усьому досліджуваному (від 1 до 10 ГГц) діапазоні частот (рис. 7). Така поведінка ϵ' та ϵ'' обумовлена збільшенням вмісту графітової фази у структурі матеріалу. Також слід відмітити, що з підвищенням частоти з 1 до 10 ГГц

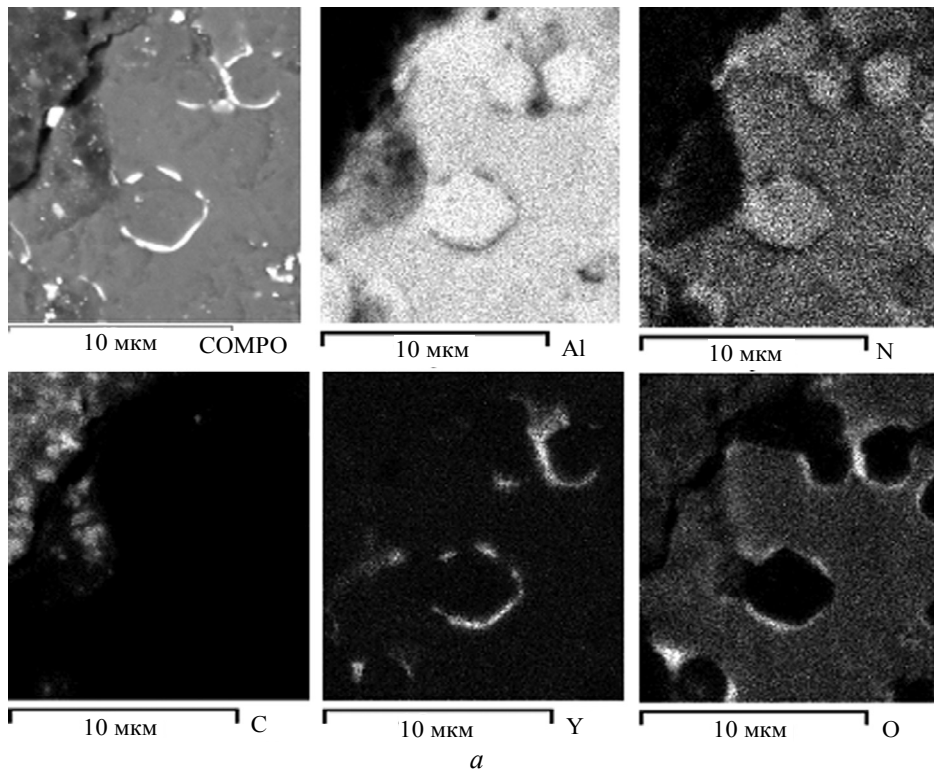


Рис. 6. Мікроструктура шліфа зразка і карти розподілу елементів, одержані за допомогою СЕМ, у структурі композиційного матеріалу, виготовленого на основі $AlN-Y_2O_3$ -порошок алмазу: 0,8 (а) і 3,8 (б) % графіту.

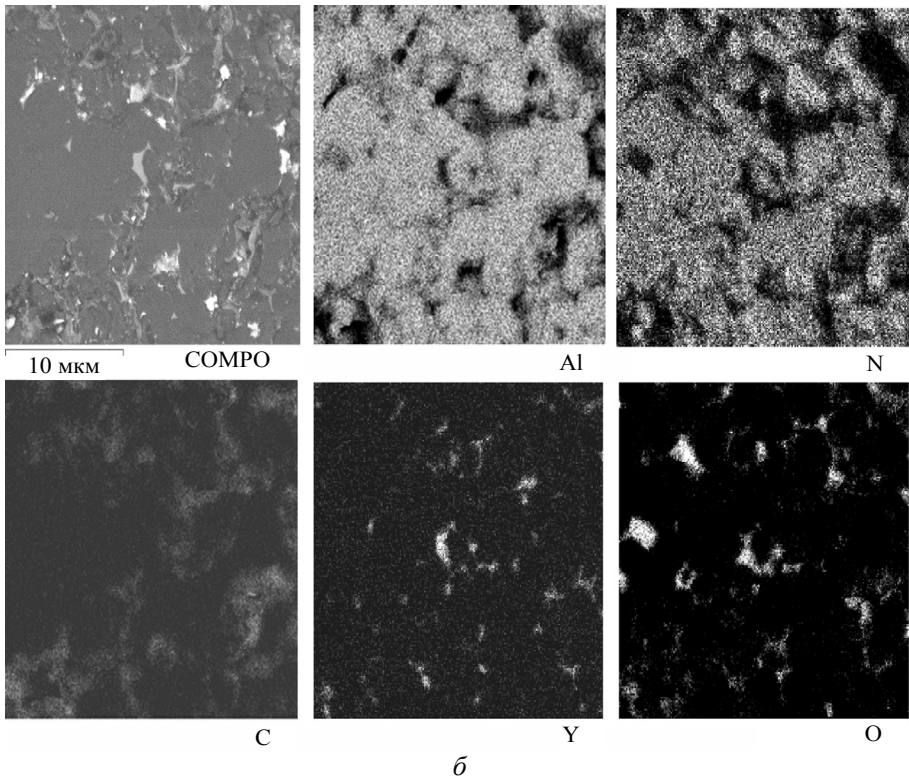


Рис. 6. (Продовження).

значення ϵ' практично не змінюються і знаходяться на рівні від 7 до 8,8 для композитів з вмістом графіту в структурі матеріалу від 0 до 3,8 %, водночас значення ϵ'' для цих матеріалів підвищуються від 0 до 0,7.

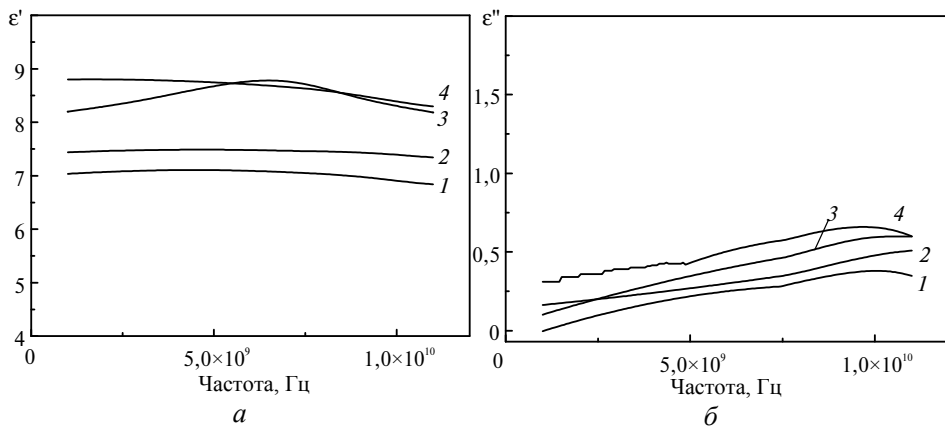


Рис. 7. Спектральні залежності (на частотах 1–10 ГГц) дійсної (а) та уявної (б) частин діелектричної проникності кераміки на основі AlN із вмістом в структурі 0 (1), 0,8 (2), 1,7 (3), 3,8 (4) % графіту.

Збільшення у структурі матеріалу з 0,8 до 3,8 % графіту приводить до зростання значення ϵ' . Слід відмітити, що дещо нижчу кількість вуглецю, визначену за рентгенограмами після уточнення методом Рітвельда, у порівнянні з кількістю алмазної добавки, можна пояснити, з одного боку, нерівномірним

розподілом алмазу, а з іншого – похибкою під час проведення рентгенофазового аналізу. Як показали результати вимірювань, присутність у структурі всього 3,8 % графітової добавки значно вплинуло на підвищення значень дійсної та уявної частин діелектричної проникності (див. рис. 7). Таке підвищення діелектричних втрат у разі введення електропровідних включень до діелектричної матриці можна відмітити і під час додавання Мо до AlN, причому цей ріст спостерігається навіть у разі незначного збільшення вмісту електропровідної складової (від 0,25 до 4 % (за об'ємом) Мо) [13].

Для порівняння даних та аналізу впливу збільшення вмісту графітової добавки у структурі композита було розраховано $\text{tg}\delta$ для композиційних матеріалів, досліджених на частоті випромінювання 10 ГГц (табл. 3).

Зростання діелектричних втрат відбувається у разі збільшення графітової фази у структурі композиційних матеріалів, про що свідчать отримані дані для $\text{tg}\delta$, що зростає від 0,03 для зразків, виготовлених з суміші AlN–Y₂O₃ без додавання вуглецю, до 0,08 для зразків із вмістом 5 % AlN у шихті (~ 3,8 % графіту згідно рентгенофазового аналізу) (див. табл. 3). Зростання діелектричних втрат спостерігали і у разі додавання скловуглецю, адже якщо чистий нітрид алюмінію характеризувався діелектричними втратами на рівні $< 10^{-4}$ [17], то вже у разі введення незначної кількості скловуглецю в шихту матеріалу значення $\text{tg}\delta$ збільшилося до майже 0,2 (на частоті 5 ГГц) [17] (див. табл. 3). У разі додавання від 2 до 8 % сферичного графіту до AlN також спостерігали ріст діелектричних втрат від 0,03 до 0,6 відповідно [15].

Таблиця 3. Електродинамічні характеристики композиційних матеріалів

Вміст добавки до AlN у шихті, %	ρ , г/см ³	$\text{tg}\delta$	Частота, ГГц
Без добавки (AlN–Y ₂ O ₃)	3,26	0,03	10
1 ПА (0,8 Г)	3,18	0,05	10
3 ПА(1,7 Г)	3,16	0,07	10
5 ПА (3,8 Г)	3,15	0,08	10
7 СВ [17]	3,0	0,2	5
2 СГ [15]	~ 3,26	~ 0,03	10
4 СГ [15]	~ 3,23	0,1	10
6 СГ [15]	~ 3,17	~ 0,15	10
7 СГ [15]	~ 3,15	~ 0,23	10
8 СГ [15]	~ 3,13	~ 0,6	10

Примітка. ПА – порошок алмазу; Г – графіт; СГ – сферичний графіт; СВ – скловуглець.

В цьому разі підвищення значення $\text{tg}\delta$ обумовлене особливостями формування структури, вірогідно, пов'язаними з процесами графітизації алмазу під час спікання, вміст якого зростає зі збільшенням кількості графітової фази у структурі композита.

Водночас варто відмітити, що збільшення кількості графітової добавки у структурі композитів призводить до зменшення їхньої густини, що пояснюється поганою здатністю до ущільнення графітової складової, як показано в табл. 3.

ВИСНОВКИ

В процесі проведених досліджень встановлено вплив зміни кількості добавки порошку алмазу у вихідній шихті, а, відповідно, і утвореної графітової фази у структурі композитів на їхні електродинамічні властивості.

На частотах випромінювання від 1 до 10 ГГц дійсна частина діелектричної проникності для композиційних матеріалів кожного складу практично не змінюється, водночас уявна дещо зростає.

Зі збільшенням вмісту фази графіту у всьому вимірюваному діапазоні частот зростають діелектричні втрати. Зокрема, на частоті випромінювання 10 ГГц більші (0,08) втрати діелектричної проникності має композит з найбільшим (3,8 %) вмістом графіту у структурі.

T. B. Serbeniuk¹, T. O. Prikhna¹, V. B. Sverdun¹, V. V. Oliynyk²,
V. I. Grygoruk², V. V. Zagorodnii², M. V. Karpets¹,
S. S. Ponomaryov³, A. A. Marchenko¹, L. O. Polikarpova¹

¹Bakul Institute for Superhard Materials,

National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine

²Taras Shevchenko National University of Kyiv, Kyiv, Ukraine

³Lashkaryov Institute of Semiconductor Physics,

National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine

The effect of changing the concentration of the graphite component in the structure of AlN-based composite materials on their electrodynamic properties

In the frequency range of 1–10 GHz, the electrodynamic properties of new composite materials made by the method of free sintering on the basis of AlN with the addition of diamond powder in the amount of 1–5 wt% were investigated. As a result of studies of the structure and phase composition, it was established that during the sintering process, the graphitization of diamond powder takes place. According to X-ray phase analysis, after Rietveld refining the content of the graphite phase was 0.8, 1.7, and 3.8 wt% for the materials in which added diamond powder before sintering in amounts of 1, 3, and 5 wt%, respectively. The study of electrodynamic characteristics showed an increase in the imaginary and real values of the dielectric constant with an increase in the graphite content. Dielectric losses at 10 GHz increase from 0.05 to 0.08 for composites as the amount of graphite phase increases from 0.8 to 3.8 wt%.

Keywords: composite material, AlN, graphite, microwave electronics, dielectric loss, electrodynamic properties.

1. Li X., Qiu T., Wu H., Shen C. Study on densification behavior and microwave attenuation characteristic sin AlN/SiC composites. *J. Mater. Sci. Forum.* 2005. Vol. 475–479. P. 1291–1294.
2. Khan A.A., Labbe J.C. Aluminum nitride-molybdenum ceramic matrix composites: influence of molybdenum addition on electrical, mechanical and thermal properties. *J. Eur. Ceram. Soc.* 1997. Vol. 17, art. 1885.
3. Shi X.M., Yang J.H., Pan Y.B., Guo J.K. Microstructure and dielectric properties of heat-treated SiC–AlN multiphase ceramics. *Key Eng. Mater.* 2006. Vol. 313. P. 13–18.
4. Serbenyuk T.B., Aleksandrova L.I., Zaika M.I., Ivzhenko V.V., Kuz'menko E.F., Loshak M.G., Marchenko A.A., Prikhna T.O., Sverdun V.B., Tkach S.V., Boryms'kii O.I., Fesenko I.P., Chasnyk V.I., Wend M. Structure, mechanical and functional properties of an aluminum nitride–silicon carbide ceramic material. *J. Superhard Mater.* 2008. Vol. 30, no. 6. P. 29–39.
5. Khan A.A., Labbe J.C. Aluminum nitride-molybdenum ceramic matrix composites: characterization of ceramics-metal interface. *J. Eur. Ceram. Soc.* 1996. Vol. 16, art. 739.
6. Calame J.P., Garven M., Lobas D., Myers R.E., Wood F., Abe D. Broadband microwave and W-band characterization of BeO–SiC and AlN-based lossy dielectric composites for vacuum electronics. *Int. Vacuum Electron Sources Held in Monterey, California*, 25–27 April, 2006. P. 37–38.
7. Calame J.P., Abe D.K. Applications of advanced materials technologies to vacuum electronic devices. *Proc. IEEE.* 1999. Vol. 87, no. 5. P. 840–864.
8. David K.B. AlN-based lossy ceramics for high power applications. *IEEE Int. Vacuum Electronics Conference*, California, USA. 2002. Vol. 2. P. 32–33.

9. Zhang Y., Yang Z., Ma H., Du J. Influence of Mo addition on dielectric properties of AlN ceramic matrix composites. *J. Phys.: Conf. Ser.* 2009. Vol. 152, art. 012063.
10. Mikijelj B., David K. A., Hutcheon R. AlN-based lossy ceramics for high average power microwave devices performance-property correlation. *J. Eur. Ceram. Soc.* 2003. Vol. 23, no. 14. P. 2705–2709.
11. Thorp J.S., Evans D., Al-Naief M., Akhtaruzzaman M. The dielectric properties of aluminium nitride substrates for microelectronics packaging. *J. Mater. Sci.* 1990. Vol. 25. P. 4965–4971.
12. Nishizono K., Oh U. Radio Wave Transmittal Substance and Production Method Thereof. Japan Kokai Tokyo Koho, Toku-Kai2001-181049, July, 3, 2001.
13. Hoff B.W., Hayden S.C., Hilario M.S., Grudt R.O., Dynys F.W., Baros A.E., Rittersdorf I.M., Ostraat M.L. Characterization of AlN-based ceramic composites for use as millimeter-wave susceptor materials at high temperature: Dielectric properties of AlN:Mo with 0.25 vol% to 4.0 vol% Mo from 25 to 550 °C. *J. Mater. Res.* 2019. Vol. 34, iss. 15. P. 2573–2581.
14. Hoff B.W., Dynys F.W., Hayden S.C., Grudt R.O., Hilario M.S., Baros A.E., Ostraat M.L. Characterization of AlN-based ceramic composites for use as millimeter wave susceptor materials at high temperature: High temperature thermal properties of AlN:Mo with 0.25% to 4.0% Mo by volume. *MRS Adv.* 2019. Vol. 4. P. 1531–1542.
15. Fang X., Jiang L., Pan L., Yin S., Qiu T., Yang J. High-thermally conductive AlN-based microwave attenuating composite ceramics with spherical graphite as attenuating agent. *J. Adv. Ceram.* 2021. Vol. 10. P. 301–319.
16. Campisi I.E., Summers L.K., Betto A., Ben H. Artificial dielectric ceramics for CEBAF's higher-order-mode loads. *Proc. Sixth Workshop on RF Superconductivity, CEBAF.* 1993. Newport News, Virginia, USA. P. 587–595.
17. Campisi K.E., Finger L.K., Summers L.K., Johnson A.M. Higher-order-mode damping and microwave absorption at 2 K. *Proc. of EPAC92.* Berlin, 24–28 March, 1992. P. 1237–1239.
18. Serbenyuk T.B., Prikhna T.O., Sverdun V.B., Sverdun N.V., Chasnyk V.I., Karpets M.V., Kovilyaev V.V. The effect of technological production conditions on the ability of AlN–Y₂O₃–C-based composite materials to absorb microwave radiation. *J. Superhard Mater.* 2020. Vol. 42, no. 2. P. 90–95.
19. Serbenyuk T.B., Prikhna T.O., Sverdun V.B., Chasnyk V.I., Kovilyaev 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.
20. Prikhna T.O., Serbenyuk T.B., Sverdun V.B., Chasnyk V.I., Karpets M.V., Basyuk T.V., Dellikh J. Formation regularities of structures of AlN–SiC-based ceramic materials. *J. Superhard Mater.* 2015. Vol 37, no. 5. P. 293–299.

Надійшла до редакції 19.05.23

Після доопрацювання 24.05.23

Прийнята до опублікування 25.05.23