

О.В. Лещенко¹; В.И. Часнык², канд. техн. наук;
А.А. Бочечка¹, д-р техн. наук; **В.Г. Полторацкий¹**, канд. техн. наук

¹ *Институт сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля НАН Украины*
04074, Киев, ул. Автозаводская, 2; E-mail: vg.poltoratsky@gmail.com; olesh@ism.kiev.ua
² *Государственное предприятие НИИ «Орион» Украина, 03057, Киев, ул. Э. Потье, 8А*

ПРИМЕНЕНИЕ КОМПОЗИЦИОННЫХ АЛМАЗОСОДЕРЖАЩИХ МАТЕРИАЛОВ, СТРУКТУРИРОВАННЫХ УГЛЕРОДНОЙ СВЯЗКОЙ, И КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ AlN В ПОГЛОТИТЕЛЯХ МИКРОВОЛНОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

Приведены результаты измерения затухания микроволнового излучения в образцах: композиционных материалов на основе микропорошка алмаза АСМ 5/3 (1) и наноалмаза (2), структурированных углеродной связкой при давлении ниже атмосферного, и керамических материалов на основе нитрида алюминия (AlN). Затухание СВЧ излучения было измерено на частотах 33.4—33.6 ГГц в цилиндрическом резонаторе на моде H₁₁₁. Показана возможность применения композиционных алмазосодержащих материалов в качестве объемных поглотителей СВЧ излучения. Проведено сравнение удельного затухания в композитах на основе АСМ 5/3, наноалмаза и в керамических материалах на основе AlN (АН-38М, АН-50КК, АН-5С). Удельное затухание СВЧ излучения в композите на основе наноалмаза в 1,3 раза меньше, чем в материале АН-50КК, но в 1,4 раза больше, чем в материале АН-38М.

***Ключевые слова:** затухание СВЧ излучения, объемный поглотитель СВЧ излучения, композит, микропорошок алмаза, наноалмаз, наноуглерод, керамика на основе AlN*

Введение

Совершенствование современных электронных приборов направлено не только на улучшение их энергетических характеристик, таких как выходная мощность и усиление СВЧ сигнала, но и одновременно на уменьшение массы и размеров как отдельных приборов СВЧ техники, так и целых комплексов радиоэлектронной аппаратуры, предназначенных для авиакосмической техники и ракет различного назначения. Именно поэтому вся аппаратура – радиоэлектронная, радиотехническая, в том числе для мобильной связи, – постоянно совершенствуется и рабочие частоты смещаются в диапазон все более и более высоких частот (10–40 ГГц). Поэтому уменьшение веса и габаритов как отдельных элементов, частей, деталей, так и аппаратуры в целом является актуальной задачей [1].

Применение керамических материалов на основе нитрида алюминия (AlN) в качестве объемных поглотителей СВЧ излучения рассмотрено в работах [1–4].

К новым материалам, поглощающим СВЧ излучение, относится композиционный алмазосодержащий материал, структурированный углеродной связкой, осажденной из газовой фазы при давлении ниже атмосферного [5–8]. Технологический процесс получения таких композиционных материалов – компактов различных форм и размеров на основе нано- и микропорошков алмаза подробно описан в [8].

Целью настоящей работы является определение возможности применения композиционных алмазосодержащих материалов в качестве объемных поглотителей СВЧ излучения разных форм и размеров (до 250 мм) – колец, цилиндров, пластин.

Материалы, оборудование, методы исследования

Композит на основе микропорошка алмаза АСМ 5/3 и композит на основе наноалмаза изготовлены по одной технологии, но различия физических свойств исходных материалов

(плотность, удельная поверхность, объем пор) приводят к тому, что плотность композиционного материала на основе АСМ 5/3 – $1,8 \text{ г/см}^3$, на основе наноалмаза – $0,73\text{--}0,82 \text{ г/см}^3$; удельная поверхность ($S_{\text{БЭТ}}$) – $1,93 \text{ м}^2/\text{г}$ и $259,4 \text{ м}^2/\text{г}$, соответственно, [6, 8–10] т.е. $S_{\text{БЭТ}}$ АСМ 5/3 и $S_{\text{БЭТ}}$ наноалмаза отличаются в 134 раза. В процессе синтеза композита (в среде углеродсодержащего газа) в наноалмазе образуется гораздо большее количество углеродной связки (нитей и глобул), чем в микропорошке алмаза. Это, скорее всего, приводит к большему затуханию микроволнового излучения в наноалмазном композите по сравнению с композитом на основе АСМ 5/3.

Микроструктура поверхности композита на основе микропорошка алмаза АСМ 5/3, структурированного углеродной связкой, показана на рис. 1 а, где крупные образования (темные) представляют собой агломераты частиц синтетического алмаза, средние (светлые) – частицы синтетического алмаза, покрытые наноуглеродом, самые мелкие образования (основной фон) – наноуглеродные глобулы. Электронно-микроскопический снимок поверхности скола композита на основе наноалмаза представлен на рис. 1 б. Материал выглядит довольно однородным: это видно по тем областям, где скол прошел по беспористым зонам.

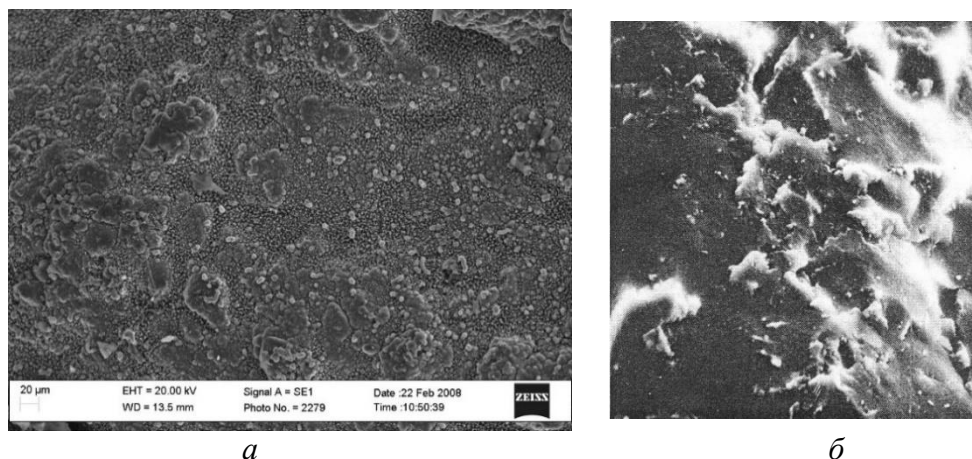


Рис. 1. Микроструктура поверхности композита, структурированного наноуглеродной связкой, на основе микропорошка алмаза АСМ 5/3, (а); морфология поверхности скола образца на основе наноалмаза (б)

Материал АН-38М изготавливается из смеси дисперсных материалов: порошка нитрида алюминия (AlN), порошка молибдена (Mo) и кристаллического оксида иттрия (Y_2O_3): AlN – 59 % (масс.), Mo – 38 % (масс.), Y_2O_3 – 3 % (масс.) Средний размер зерна AlN – $0,5\text{--}3,0 \text{ мкм}$, средний размер частиц Mo – $10,2 \text{ мкм}$, размер кристаллов Y_2O_3 – $1\text{--}4 \text{ мкм}$. Компоненты смешиваются в высокоэнергетическом планетарном активаторе в течение 6 – 10 мин, затем из полученной смеси изостатическим прессованием изготавливают компакты. Компакты спекаются в вакуумной печи при температуре $1850\text{--}1900 \text{ }^\circ\text{C}$ в атмосфере азота при нормальном давлении ($0,12 \text{ МПа}$) в течение 60 мин. [2, 3].

Материал АН-50КК изготавливается из смеси дисперсных материалов: порошка нитрида алюминия (AlN), порошка карбида кремния SiC и оксида иттрия (Y_2O_3): AlN – 44 % (масс.), SiC – 50 % (масс.), Y_2O_3 – 6 % (масс.). Компакты спекаются в вакуумной печи при температуре $1800\text{--}1850 \text{ }^\circ\text{C}$ в атмосфере азота при нормальном давлении ($0,12 \text{ МПа}$) в течение 60 мин [4].

Материал АН-5С – это керамический материал, изготовленный из смеси дисперсных материалов: порошка нитрида алюминия (AlN), углерода – ламповой сажи (С) и

кристаллического оксида иттрия (Y_2O_3). Основой смеси является порошок AlN (91 % (масс.)), к которому добавляется углерод – (5 % (масс.)) и Y_2O_3 (4 % (масс.)), средний размер кристаллов Y_2O_3 – 4 мкм. Компоненты смешивают в высокоэнергетическом планетарном активаторе в течение 6 мин, затем из полученной смеси изостатическим прессованием изготавливают компакты. Компакты спекаются в вакуумной печи при температуре 1800–1850 °С в атмосфере азота при нормальном давлении (0,12 МПа) в течение 60 мин.

Графит – чистый, чешуйки размером $\sim 1 \times 1,5$ мм, толщина – $\sim 0,1-0,2$ мм. Из порошкового графита изостатическим прессованием при давлении 40–50 МПа изготавливают компакты в форме диска диаметром 4 мм, толщиной 1 мм.

Исследование затухания СВЧ излучения для всех материалов, кроме графита, проводилось на образцах, изготовленных в форме диска: диаметр – 4,2 мм, высота – 1 мм.

Измерение ослабления (затухания) СВЧ излучения в образцах композитов и керамики проводили на панорамном измерителе КСВН* и ослабления Р2-65, работающем в диапазоне частот 25,9–37,5 ГГц, сечение высокочастотного тракта – 7,2 x 3,4 мм. Собственное затухание резонатора (т.е. без измеряемого образца) составляет 2,0 дБ на частоте 33,66 ГГц, вид колебания – H_{111} [11].

Результаты исследования

Результаты измерений и характеристики материалов – поглотителей микроволнового излучения приведены в табл. 1.

Таблица 1. Параметры и характеристики материалов – поглотителей микроволнового излучения

№ п/п	Марка материала (хим.состав)	Плотность, ρ , г/см ³	Пористость, ε , %	Затухание, $L_{обр.}$, дБ	Частота измерения, f , ГГц	Коэф-т теплопроводности, λ , Вт/(м·К)	Удельное электросопоглощение, $\sigma_{уд}$, дБ/см	Удельное затухание, $L_{обр.}$, дБ/(г/см ³)
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	АН-38М (AlN, Mo)	4,3	2	10,5	33,40	74 – 78	$1 \cdot 10^{12}$ [7]	2,40
2	АН-50КК (AlN, SiC)	2,8	8	12,0	33,20	35 – 37	$(1,8-5,9) \cdot 10^5$ [8]	4,30
3	АН-5С (AlN, Cсажа)	3,14	4 – 6	6,2	34,0	46 – 39	$(1 – 1,4) \cdot 10^{11}$	2,00
4	Композит на основе АСМ 5/3	1,8	30	4,2	33,40	45 [2]	5 – 9 [11]	2,30
5	Композит на основе наноалмаза Салмаз	$0,76 \pm 0,06$	73 ± 2	2,5	33,61	1,2 [3]	1,0 – 1,5 [3]	3,30
6	Сграфит	2,28	< 1	6,5	33,28	150 – 200	$10 \cdot 10^{-6}$ [12]	2,85

* КСВН — коэффициент стоячей волны по напряжению.

Из анализа данных табл. 1 следует, что, если поглощение СВЧ излучения представить в виде удельного поглощения, выраженного в дБ, приходящегося на 1 г массы материала-поглотителя – L , дБ/(г/см³), то удельное поглощение композита, структурированного углеродной связкой, на основе АСМ 5/3, соответствует уровню лучших материалов – объемных поглотителей СВЧ излучения. По этой величине композит на основе АСМ 5/3 уступает в 1,87 раза материалу АН-50КК на основе нитрида алюминия и карбида кремния (50 % (масс.)) и в 1,24 раза – чистому графиту. Отметим, что удельное затухание композита на основе наноалмаза (№ 5) составляет 3,3 дБ/(г/см³), что в 1,4 раза выше, чем у композита на основе микропорошка алмаза АСМ 5/3 и в 1,15 раза выше, чем у чистого графита.

В табл. 2 представлены возможные формы и размеры деталей (изделий) из композиционных материалов на основе нитрида алюминия и на основе алмаза.

Таблица 2. **Формы и размеры деталей (изделий) из композиционных материалов на основе нитрида алюминия и на основе алмаза**

Форма	Размеры, мм	Материал	
		АН-38М / АН-50КК	АСМ 5/3 / Наноалмаз
Пластина	Длина	20 – 60	250
	Ширина	16 – 48	120
	Высота	0,5 – 5,0	50 – 100
Брусok	Длина	< 100	250
	Ширина	5 – 15	120
	Высота	5 – 10	50 – 100
Цилиндр	Диаметр	4 – 30	< 120
	Высота	1 – 40	< 120
Кольцо	Диаметр наружный	5,5 – 36,0	–
	Диаметр внутренний	3,3 – 24,0	–
	Высота	1,0 – 22,0	–
Шар	Диаметр	< 50	< 120

Из данных табл. 2 видно, что размеры деталей из алмазосодержащих материалов \approx в 2–5 раз больше, чем размеры изделий из материалов на основе AlN. Большие размеры деталей (изделий) из алмазосодержащих композиционных материалов обусловлены, во-первых, технологией получения таких материалов-композитов при давлении ниже атмосферного, во-вторых, размерами реактора 250×120×120 мм.

Выводы

1. Композиционные алмазосодержащие материалы, структурированные углеродной связкой, как и керамические материалы на основе нитрида алюминия (AlN), можно использовать в качестве объемных поглотителей микроволнового излучения.

2. Проведено сравнение удельного затухания композитов на основе микропорошка АСМ 5/3 и на основе наноалмаза с керамическими материалами на основе AlN: АН-38М, АН-50КК, АН-5С. Удельное затухание СВЧ излучения в композите на основе наноалмаза в 1,3 раза меньше, чем в материале АН-50КК, но в 1,4 раза больше, чем в материале АН-38М.

3. Удельное затухание композита на основе наноалмаза в 1,4 раза выше, чем у композита на основе микропорошка алмаза АСМ 5/3, и в 1,15 раза выше, чем у чистого графита.

4. Размеры деталей из алмазосодержащих материалов в 2–5 раз больше, чем размеры изделий из керамических материалов на основе AlN, полученных свободным спеканием в атмосфере азота.

5. Достоинством исследованных композиционных алмазосодержащих материалов, структурированных углеродной связкой, как на основе микропорошка алмаза АСМ 5/3, так и на основе наноалмаза, является возможность получения и изготовления из них деталей больших размеров (до 250 мм) и сложных форм, т.к. формирование материала происходит при давлении ниже атмосферного в реакторе достаточно большого объема – 250×120×120 мм [8].

Авторы выражают благодарность д.т.н. Фесенко И.П. за измерение тепло-проводности керамики на основе нитрида алюминия (АН-38М, АН-50КК, АН-5С) и к.т.н. Осипову А.С. за предоставленные образцы графита.

Наведено результати вимірювання затухання мікрохвильового випромінювання в зразках: композиційних матеріалів на основі мікропорошку алмазу АСМ 5/3 (1) та наноалмазу (2), структурованих вуглецевою зв'язкою під тиском нижче за атмосферний, та керамічних матеріалів на основі нітриду алюмінію (AlN). Затухання НВЧ випромінювання було виміряно на частотах 33,4–33,6 ГГц в циліндричному резонаторі на моді H₁₁₁. Показано можливість застосування композиційних алмазовмістких матеріалів як об'ємних поглиначів НВЧ випромінювання. Проведено порівняння питомого затухання в композитах на основі АСМ 5/3 і на основі наноалмазу та в керамічних матеріалах на основі AlN (АН-38М, АН-50КК, АН-5С). Питоме затухання НВЧ випромінювання в композиті на основі наноалмазу в 1.3 рази менше ніж в матеріалі АН-50КК, але в 1.4 рази більше ніж в матеріалі АН-38М.

Ключові слова: затухання НВЧ випромінювання, об'ємний поглинач НВЧ випромінювання, композит, мікропорошок алмазу, наноалмаз, нановуглець, кераміка на основі AlN

O.V. Leshchenko¹, V.I. Chasnyk², O.O. Bochechka, V.G. Poltoratskiy¹

¹V.Bakul Institute of Superhard Materials of NAS of Ukraine

²State enterprise Scientific Research Institute "Orion"

USING COMPOSITE DIAMOND-CONTAINING MATERIALS STRUCTURED WITH CARBON BINDER AND CERAMIC MATERIALS BASED ON AlN IN MICROWAVE RADIATION ABSORBERS

The results of measuring the attenuation of the microwave radiation in samples: composite materials based on ASM 5/3 diamond micron powder (1) and nanodiamond (2) structured with carbon binder at a subatmospheric pressure and ceramic materials based on aluminum nitride (AlN) are presented. The attenuation of the microwave radiation is measured at frequencies of 33.4–33.6 GHz in a cylindrical resonator at the H₁₁₁ mode. The potential of using composite diamond-containing materials as microwave radiation volume absorbers is demonstrated. Comparison of specific attenuation in ACM 5/3-based and nanodiamond-based composites and in ceramic materials based on AlN (AN-38M, AN-50KK, AN-5C) is carried out. The specific attenuation of the microwave radiation in the composite based on nanodiamond is 1.3 times less than in the material AN-50KK but 1.4 times more than in the material AN-38M.

Key words: microwave attenuation, volume absorber of microwave radiation, composite, diamond micron powder, nanodiamond, nanocarbon, AlN based ceramics

Литература

1. Латыпова А.Ф., Калинин Ю.Е. Анализ перспективных радиопоглощающих материалов // Вестник ВГТУ. – 2012. – 8, № 6. – С. 70–76.
2. Часнык В.И. Поглотители СВЧ энергии на основе нитрида алюминия с высоким уровнем поглощения // Технология и конструирование в электронной аппаратуре. – 2014. – № 4. – С. 8–12.

3. Алумонітридні функціональні матеріали, одержані з нанодисперсних та мікронних порошків гарячим пресуванням та вільним спіканням / І. П. Фесенко, М. М. Прокопів, В. І. Часник та ін. – Київ. ІВЦ Алкон. – 2015. – 172 с.
4. Вплив добавки Y_2O_3 на структуроутворення та властивості композиційних матеріалів на основі $AlN-SiC$ / Т. Б. Сербенюк, Т. О. Прихна, В. Б. Свердун та ін. // *Сверхтвердые материалы*. – 2018. – № 1. – С. 12–22.
5. Гордеев С. К., Жуков С. Г., Никитин Ю. И., Полторацкий В. Г. Композиционные материалы ультрадисперсные алмазы–пироуглерод // *Неорганические материалы*. – 1995. – том 31. – № 4. – С. 470–474.
6. О пористых композитах из ультра-дисперсных алмазов, полученных компактированием при низких давлениях / Н. В. Новиков, Ю. И. Никитин, Г. П. Богатырева и др. // *Сверхтвердые материалы*. – 2005. – № 4. – С. 3–10.
7. Poltoratskiy V. G., Lavrinenko V. I., Safonova M. N., Petasyuk G. A. A novel composite diamond-containing dispersed material of natural and synthetic diamonds powders and abrasive tools made of it // *Diamond and Related Materials*. – 2016. – Vol. 68. – N 9. – P. 66–70.
8. Полторацкий В. Г. Сверхтвердые композиционные порошки абразивного назначения на основе алмаза и кубического нитрида бора с углеродной связкой. // *Порошковая металлургия*. – 2018. – № 11/12. – С. 40–52.
9. Никитин Ю. И., Уман С. М., Коберниченко Л. В., Мартынова Л. М. Порошки и пасты из синтетических алмазов / Отв. ред. П. С. Кислый. АН Украины. ИСМ им. В. Н. Бакуля. – Киев: Наук. думка, 1992. – 284 с.
10. Влияние методов извлечения алмазных нанопорошков на их физико-химические свойства / Г. П. Богатырева, М. А. Маринич, Г. С. Олейник и др. // *Сверхтвердые материалы*. – 2011. – № 3. – С. 85–95.
11. Часнык В. И., Полторацкий В. Г., Лещенко О. В. Затухание СВЧ излучения на частотах 34.09–34.19 ГГц в композиционном материале на основе микропорошка алмаза, структурированном нанокуглеродной связкой, осажденной из газовой фазы при давлении ниже атмосферного. // *Сверхтвердые материалы*. – 2017. – № 6. – С. 33–43.
12. Electrical Conductivity of the elements [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://periodictable.com/Properties/A/ElectricalConductivity.an.html>.

Поступила 03.06.19

References

1. Latypova, A. F., & Kalinin, Yu. E. (2012). Analiz perspektivnyh radiopoglo-shchaiushchih materialov [Analysis of promising radio absorbing materials]. *Vestnik VGTU – Vestnik of VSTU, Vol. 8, 6, 70–76* [in Russian].
2. Chasnyk, V. I. (2014). Poglotiteli SVCh energii na osnove nitrída aliuminiia s vysokim urovnem pogloshcheniia [Microwave energy absorbers based on aluminum nitride with a high absorption level]. *Tehnologiia i konstruirovaniie v elektronnoi apparature – Technology and design in electronic equipment, 4, 8–12* [in Russian].
3. Fesenko, I.P., Prokopiv, M.M., Chasnyk, et al. (2015). *Aliumonitrydni funktsionalni materialy, oderzhani z nanodispersnyh ta mikronnyh poroshkiv gariachym presuvanniam ta vilnym spikanniam* [Alumoni-tride functional materials obtained from nanodispersed and micron powders by hot pressing and free sintering]. Kiev: IVTs ALKON [in Ukrainian].

4. Serbenyuk, T. B., Prikhna, T. O., Sverdun, V. B., et al. (2018). Vplyv dobavky Y_2O_3 na strukturoutvorennia ta vlastyvosti kompozytsiinyh materialiv na osnovi AlN–SiC [Effect of the additive of Y_2O_3 on the structure formation and properties of composite materials based on AlN–SiC]. *Sverhtviordyie materialy – Journal of Superhard Materials*, January 2018, Vol. 40, 1, 8–15.
5. Gordeiev, S. K., Zhukov, S. G., Nikitin, Yu. I., & Poltoratskiy, V. G. (2005). Kompozitsionnyie materialy ultradispersnyie almazy-pirouglерod [Composite materials ultrafine diamonds–pyrocarbon]. *Neorganicheskie materialy – Inorganic materials*, Vol. 31, 4, 470–474 [in Russian].
6. Novikov, N. V., Nikitin, Yu. I., Bogatyreva, G. P., et al. (2005). O poristyh kompozitah iz ultradispersnyh almazov, poluchennyh kompaktirovaniem pri nizkih davleniiakh [About porous composites of ultrafine diamonds obtained by compaction at low pressures]. *Sverhtviordyie materialy – Superhard materials*, 4, 3–10 [in Russian].
7. Poltoratskiy, V. G., Lavrinenko, V. I., Safonova, M. N., & Petasyuk, G. A. (2016). A novel composite diamond-containing dispersed material of natural and synthetic diamonds powders and abrasive tools made of it. *Diamond and Related Materials*. Vol. 68, 9, 66–70.
8. Poltoratskiy, V. G. (2019). Sverhtviordyie kompozitsionnyie poroshki abrazivnogo naznacheniiia na osnove almaza i kubicheskogo nitrida bora s uglерodnoi sviazkoi [Abrasive superhard composite powders based on diamond and cubic boron nitride with a carbon binder]. *Poroshkova metalurgiiia – Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, 57, 11/12, 40–52.
9. Nikitin, Yu. I., Uman, S. M., Kobernichenko, L. V., & Martynova, L. M. (1992). *Poroshki i pasty iz sinteticheskikh almazov [Synthetic diamond powders and pastes]*. Kiev: Naukova dumka [in Russian].
10. Bogatyreva, G. P., Marinich, M. A., Oleinik, G. S., et al. (2011). Vliianiie metodov izvlecheniia almaznyh nanoporoshkov na ih fiziko-himicheskie svoistva [The effect of the methods of recovering diamond nanopowders on their physicochemical properties]. *Sverhtviordyie materialy – Journal of Superhard Materials*, June 2011, Vol. 33, 3, 208–216.
11. Chasnyk, V. ., Poltoratskiy, V. G., & Leshchenko, O. V. (2017). Zatuhaniiie SVCh izlucheniiia na chastotah 34.09–34.19 GHz v kompozitsionnom materiale na ocнове mikroporoshka almaza, strukturirovannom nanouglерodnoi sviazkoi, osazhdionnoi iz gazovoi fazy pri davlenii nizhe atmosfernogo [Attenuation of microwave radiation at 34.09–34.19 GHz in a composite material based on diamond micron powder structured by a nanocarbon binder vapor-deposited at subatmospheric pressure]. *Sverhtviordyie materialy – Journal of Superhard Materials*, November 2017, Vol. 39, 6, 397–404.
12. Electrical Conductivity of the elements. *periodictable.com*. Retrieved from <https://periodictable.com/Properties/A/ElectricalConductivity.an.html>