

УДК 621.318.1

## СИНТЕЗ ФЕРРИТОВЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ СОГЛАСУЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫХ УСТРОЙСТВ СВЧ ДИАПАЗОНА

А.В. Новиков<sup>1</sup>, Р.И. Ашурбейли<sup>1</sup>, А.И. Механников<sup>2</sup>

ОАО «Конструкторское бюро – 1»<sup>1</sup>

ФГУП «ВНИИФТРИ»<sup>2</sup>

*Содержанием статьи является описание особенностей синтеза ферритовых материалов для применения в функциональных узлах, работающих в СВЧ диапазоне, и описание методов измерения их параметров.*

Многие ферритовые устройства СВЧ диапазона (фазовращатели, коммутаторы, циркуляторы, модуляторы, вентили) содержат согласующие диэлектрические элементы, изготовленные из керамики и ситаллов. Для иллюстрации на рис. 1 представлена упрощенная схема волноводного фазовращателя с управлением сдвига фаз магнитным полем  $H$ , которое формируется с помощью магнитопровода. Подобные фазовращатели применяются в фазированных антенных решётках для управления диаграммой радиолокатора.

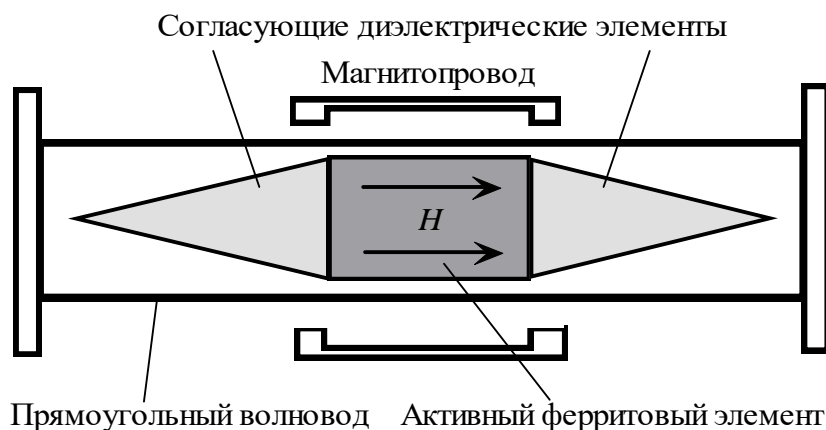


Рис. 1

Керамические материалы используются как согласующие элементы на протяжении нескольких десятилетий, но имеют ряд технологических ограничений, не позволяющих расширить диапазон значений основного параметра – действительной части относительной диэлектрической

проницаемости  $\varepsilon$ , уменьшить разброс его номинальных значений и снизить тангенс угла потерь  $tg\delta$ .

Учитывая необходимость многофункционального использования диэлектрических материалов с широким спектром технологически управляемых параметров, возникла необходимость замены керамических материалов для согласующих элементов на парамагнитные ферритовые материалы, которые должны иметь такие же электрофизические параметры, как и применяемые диэлектрики, но отличаться более доступной технологией их производства. Кроме того, ферриты должны иметь температуру Кюри  $T_k$  ниже рабочего диапазона температур функциональных узлов, в которые они встраиваются. Выполнение этих условий обеспечит эффективное применение ферритов в качестве диэлектрических согласующих устройств в волноведущих линиях СВЧ диапазона. Дополнительным обоснованием такого подхода является применение некоторых общих элементов технологии производства активных ферритов и согласующих ферритов.

Определяющими электрофизическими свойствами согласующих ферритов являются действительная часть относительной диэлектрической проницаемости  $\varepsilon$  и тангенс угла диэлектрических потерь  $tg\delta$ .

Проблема регулирования значений  $T_k$  решается легированием: введением в состав ферритового материала определённых количеств немагнитных ионов, снижающих степень обменного взаимодействия в магнитных подрешётках. Имеется достаточная справочная информация относительно концентрационных зависимостей, помогающих рассчитать состав феррита с заданным значением  $T_k$  [1, 2].

Значительно сложнее задача синтеза ферритового материала с заданным значением диэлектрической проницаемости, малым их разбросом при производстве и с весьма малым уровнем диэлектрических потерь ( $tg\delta < 0,0004$ ).

Известно, что общий подход к синтезу гетерогенных сред основывается на расчёте электрофизических свойств смеси по электрофизическим свойствам компонент и по известным их объёмным содержаниям в синтезированном образце. Однако эта теория предполагает, что компоненты не вступают в химические реакции при их смешивании и не образуют новые вещества, свойства которых неизвестны. Это условие исключает применение теории синтеза гетерогенных смесей в нашем случае, т. к. обязательное требование отжига «сырых» образцов практически гарантирует химические реакции между компонентами и выжигание клеевых материалов.

В конечном итоге наши исследования по синтезу ферритов с заданными свойствами основывались на эмпирическом подходе с

использованием многолетнего опыта авторов в части разработки и изготовления ферритовых материалов с различными свойствами и с внедрением их в промышленное производство.

Отметим, что дополнительно к изложенным требованиям разрабатываемые материалы должны иметь высокую плотность и мелкозернистую структуру, что требуется для высокой прочности, малых диэлектрических потерь, защиты от влагопоглощения и способности сохранять свойства параметров до миллиметрового диапазона длин волн.

В [3] содержатся оценки максимального интервала возможных значений  $\varepsilon$  ферритовых материалов, работающих в диапазоне СВЧ. В соответствии с этими оценками значения  $\varepsilon$  находятся в интервале (7 ... 20). Из нашего опыта разработки и производства ферритовых материалов установлена зависимость значений  $\varepsilon$  от составов шпинелей (феррошпинелей). Соответствующие данные приведены ниже в таблице.

Шпинель	Диапазон $\varepsilon$
Ni-Zn	10 ... 13
Mg-Mn	11 ... 14
Li-Zn	15 ... 18
V-Fe	14 ... 16

В соответствии с приведенной грубой градацией ферритовых материалов по  $\varepsilon$  можно выбрать перспективную систему смесей для получения заданного значения  $\varepsilon$  при уточнённой модификации химического состава. Конкретно перед разработчиками стояла задача создания материала с величиной  $\varepsilon = 16,8$  с допуском  $\pm 0,3$ , с потерями  $tg\delta < 0,0004$  и рабочим интервалом температур  $(-85 \dots +100)^\circ \text{C}$ . Выполнение этих требований определяет выбор феррошпинели Li-Zn-Ti в качестве базового состава.

Характерный разброс значений  $\varepsilon$  значительно превосходит заданный допуск, поэтому стоит задача нахождения такой комбинации легирующих ионов, которая может обеспечить стабильное выполнение сформулированного требования при массовом производстве ферритовых изделий.

Опыт разработки составов ферритовых материалов свидетельствует, что при увеличении содержания ионов  $Ti^{4+}$  в составе феррошпинели Li-Zn-Ti происходит возрастание значения  $\varepsilon$ , а увеличение содержания ионов  $Al^{3+}$  приводит к снижению значения  $\varepsilon$ . Принимая это во внимание, дальнейшая работа была сосредоточена в направлении исследований конкретных зависимостей  $T_k$  и  $\varepsilon$  от содержания ионов  $Ti^{4+}$  и  $Al^{3+}$  в феррошпинели Li-Zn при условии получения высокоплотных образцов.

Оба выбранных для легирования иона ( $Ti^{4+}$  и  $Al^{3+}$ ) являются немагнитными, поэтому, как отмечалось, повышение их содержания будет приводить к снижению значения  $T_k$ , что и требуется в части температурного ограничения этого параметра. Что касается эксплуатационных условий, то с учётом производственного запаса и гарантированного обеспечения существования парамагнитного состояния феррита требование к  $T_k$  ужесточается до  $-100^\circ C$ . Учёт этого условия при использовании известных концентрационных зависимостей для содержания  $Ti^{4+}$  в шпинели  $Li-Zn-Ti$  [2] приводит к концентрации ионов  $Ti^{4+}$ , в формульных единицах  $\sim 0,9$ , т. е. расчёт приводит к составу:  $Li_{0,875}Zn_{0,15}Ti_{0,9}Mn_{0,05}Fe_{1,025}$ . Содержание  $Zn^{2+}$  и  $Mn^{3+}$  способствует снижению величины  $tg\delta$ . Для достижения высокой плотности в пресспорошок вносится легкоплавкая добавка – окись висмута  $Bi_2O_3$  в весовой концентрации 0,5 %.

Синтез материала по изложенному алгоритму приводит к следующим параметрам:

- $T_k \sim -100^\circ C$ ;
- плотность  $\sim 4,5 \text{ г/см}^3$ ;
- пористость  $< 0,05 \%$ ;
- $\varepsilon \sim 17,8 \dots 18,0$ .

Значение  $\varepsilon$  необходимо снизить до 16,8. Для этой цели необходимо использовать дополнительное легирование ионами  $Al^{3+}$ . Установлено, что состав  $Li_{0,865}Zn_{0,15}Ti_{0,88}Al_{0,27}Mn_{0,05}Fe_{0,785}$  обеспечивает следующие значения параметров:

- $\varepsilon = 16,8 \pm 0,3$ ;
- $tg\delta \sim 2,5 \cdot 10^{-4}$ ;
- $T_k = -110^\circ C$ .

Использование составов с отношениями  $Ti^{4+}/Al^{3+}$  от 3,2 до 3,6 позволяет получить однофазную кристаллическую структуру. При отношении 3,2 реализуется  $\varepsilon = 16,6$ ; далее с повышением этого отношения до 3,6 значение  $\varepsilon$  монотонно возрастает до 17,1. На этот ряд составов получен патент [4].

Дальнейшая оптимизация технологического процесса позволила добиться стабильного изготовления ферритовых материалов со значениями  $\varepsilon$  от 16,6 до 17,0 с разбросом от номинала, определяемым химическим составом,  $\pm 0,05$  (или  $\pm 0,3 \%$ ). Такой допуск при массовом производстве изделий необходим при изготовлении современных фазированных антенных решёток.

Гарантированное соблюдение подобных требований может обеспечиваться применением высокоточной техники измерений электрофизических параметров ферритовых изделий в диапазоне СВЧ.

В процессе производства и выпуска ферритов с заданными свойствами применялись два метода измерений их параметров. При грубом подборе концентраций компонент и оценке их влияния на значение  $\varepsilon$  в процессе отладки использовался экспресс-метод, основанный на применении датчика в виде открытого коаксиального среза (рис. 2).

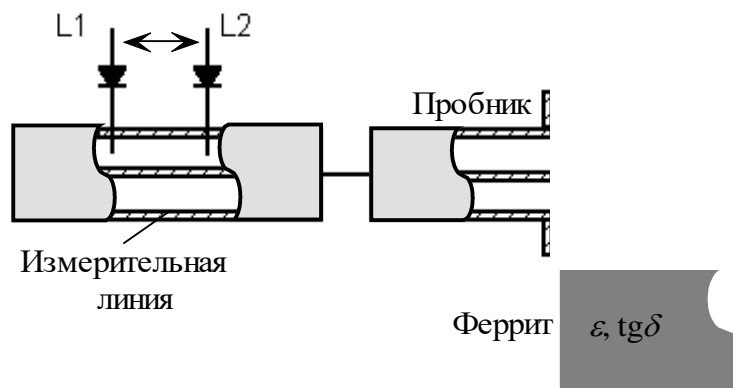


Рис. 2

Методика заключается в измерении импеданса пробника без образца (положение минимума в измерительной линии - L1) и с образцом (положение минимума в измерительной линии - L2), прислонённым к открытому срезу коаксиальной линии. Смещение узла стоячей волны в измерительной линии (L1-L2) и значения сигналов в узлах являются достаточной информацией для расчёта  $\varepsilon$  и  $tg\delta$ . Компьютерная программа и методика измерений содержатся в [5]. Метод отличается оперативностью, но не пригоден для измерений параметров диэлектриков с малыми потерями ( $tg\delta < 0,001$ ) и для компарирования образцов с высокой разрешающей способностью ( $\sim 0,3\%$ ). Поэтому для гарантированной информации о параметрах ферритов при выпуске их из производства применялся резонансный метод измерения  $\varepsilon$  и  $tg\delta$  - наиболее точный метод измерения электрофизических параметров веществ на СВЧ, лежащий в основе многих национальных эталонов.

Резонансный метод основан на измерении собственных частот объёмного резонатора (рис. 3) и полосы пропускания его без образца и с цилиндрическим образцом. Методика измерений и алгоритм работы управляющей компьютерной программы описаны в [6].

Кроме высокой точности ( $\sim 1,5\%$  по  $\varepsilon$ ) и высокой разрешающей способности по  $tg\delta$  ( $\sim 0,0002$ ), измерительно-вычислительный комплекс обеспечивает высокую точность компарирования образцов между собой ( $\sim 0,3\%$  по  $\varepsilon$ ), что важно для контроля стабильности технологического

процесса при выпуске изделий с требованием весьма малого разброса по  $\epsilon$ . Высокая точность измерений обеспечивается применением стандартных образцов, аттестованных на Государственном эталоне комплексной диэлектрической проницаемости [7].

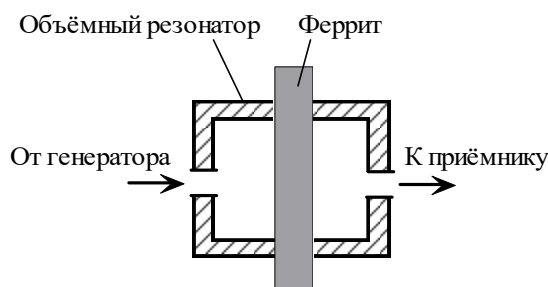


Рис. 3

Вывод. Разработанная методика синтеза согласующих ферритовых образцов с жёстко заданными требованиями к параметрам и условиям эксплуатации, а также применяемые методы измерений этих параметров позволили разработать новый класс ферритов, используемых в функциональных узлах СВЧ диапазона, и существенно сократить технологический процесс их производства.

#### Литература

1. Смит Я., Вестн Х., Ферриты.- М.: Изд-во иностранной литературы.- 1963.
2. Сильвестрович И.И., СВЧ – ферриты в малых магнитных полях// Электронная техника, серия «Ферритовая техника».- М.- 1970.
3. Крупичка С. Физика ферритов и родственных им магнитных окислов.- М.: Изд-во «Мир».- 1976.
4. Афанасьев Ю.Н., Кашин В.А., Новиков А.В. Ферритовый материал. Патент на изобретение №2339105.
5. Механников А. И. Метрология в радиоэлектронике, ВНИИФТРИ, 2009.
6. Механников А. И., Новиков А. В. Установка для измерения комплексной диэлектрической проницаемости ферритов и диэлектриков в микроволновом диапазоне, ст. в настоящем сборнике.
7. Егоров В.Н. Государственный первичный эталон единиц комплексной диэлектрической проницаемости в диапазоне частот от 1 до 78,33 ГГц.- В книге «Радиотехнические эталоны для приоритетных научно-технических направлений и новейших технологий».- Менделеево: ФГУП «ВНИИФТРИ».- 2012.- С. 95-117.