

На правах рукописи



**НАЛОГИН АЛЕКСЕЙ ГРИГОРЬЕВИЧ**

**УЛУЧШЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ ПОДЛОЖЕК НА ОСНОВЕ  
ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ФЕРРОГРАНАТОВ ДЛЯ НЕВЗАИМНЫХ  
МИКРОПОЛОСКОВЫХ УСТРОЙСТВ СВЧ-ЭЛЕКТРОНИКИ**

Специальность 05.27.01:

«Твердотельная электроника, радиоэлектронные компоненты, микро- и  
наноэлектроника, приборы на квантовых эффектах»

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Фрязино – 2017

Работа выполнена в АО «НПП «Исток» имени А.И. Шокина»

Научный руководитель:

Заведующий кафедрой Технологии материалов электроники НИТУ  
«МИСиС», доктор физико-математических наук, профессор,

**Костишин Владимир Григорьевич**

Официальные оппоненты:

**Малюков Сергей Павлович**, доктор технических наук, профессор,  
член-корреспондент РАЕН, Южный федеральный университет,  
Инженерно-технологическая академия, Институт нанотехнологий, электроники и  
приборостроения

**Шавров Владимир Григорьевич** доктор физико-математических наук,  
профессор, руководитель лаборатории магнитных явлений в микроэлектронике,  
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт  
радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное учреждение  
науки Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, г.  
Москва

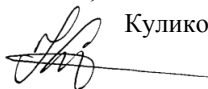
Защита диссертации состоится «20» июня 2017 г. в 14.45 на заседании диссертационного совета Д 409.001.01 по адресу: 141190, г. Фрязино, Московская обл, Вокзальная ул., д.2а, большой конференц зал .

Отзывы на автореферат и диссертацию отправлять по адресу: 141190, г. Фрязино, Московская обл, Вокзальная ул., д.2а, ученому секретарю Куликовой И.В.

С диссертацией и авторефератом можно ознакомиться в библиотеке или на сайте АО "НПП "Исток" им. Шокина" [www.istokmw.ru](http://www.istokmw.ru).

Автореферат разослан «18» мая 2017 г.

Ученый секретарь диссертационного совета,  
Кандидат технических наук,



Куликова Ирина Владимировна

## **Общая характеристика работы**

**Актуальность.** Интенсивная разработка бортовой радиоэлектронной аппаратуры на базе широкого использования микрополосковых (МП) устройств обусловлена необходимостью значительного снижения её габаритов, веса и энергоёмкости. Количество невзаимных устройств аппаратуры достигает до 35% от общего числа пассивных и активных элементов. Конструкция, надёжность и характеристики невзаимных МП устройств в значительной мере определяются свойствами материала подложки, являющейся средой, активно взаимодействующей с электромагнитными волнами.

Разработка микрополосковых ферритовых устройств (МФУ) на основе микрополосковых резонаторов развивается в двух направлениях:

- на основе микрополоскового ферритового резонатора, встраиваемого в микрополосковую структуру на диэлектрической подложке невзаимного устройства;
- микрополосковый резонатор и микрополосковая структура невзаимного устройства выполнены на единой ферритовой подложке.

Последнее направление получило наибольшее распространение при продвижении разработок в сантиметровой и миллиметровой диапазоны длин волн в связи с уменьшением резонаторов и влиянием зазоров на параметры МП устройств.

Развитие компонентной базы для СВЧ-электроники идет по двум основным направлениям. Первое связано с разработкой конструктивных решений ферритовых устройств, обеспечивающих заданные к системам технические и эксплуатационные требования. Второе с развитием технологических основ создания и методов совершенствования компонентной базы для систем СВЧ-электроники.

К подложкам микрополосковых ферритовых устройств предъявляются такие требования, как низкая пористость, плотность  $\rho > 99\%$  от рентгеновской, тангенс угла магнитных потерь  $\operatorname{tg}\delta_{\mu} \leq 4,0 \cdot 10^{-4}$  при величине диэлектрических потерь  $\operatorname{tg}\delta_{\epsilon} \leq 2,0 \cdot 10^{-4}$ . Уменьшение размеров невзаимных устройств ведет к тому, что элементы СВЧ-микросхемы становятся соизмеримы с размерами пор на подложке и происходит нарушение геометрии проводников в процессе изготовления рисунка методом фотолитографии. Снижение магнитных и диэлектрических потерь позволяет уменьшить потери на распространение СВЧ-мощности в материале подложки. Данные факторы будут определять потери в МП структурах, их надёжность и выход годных изделий.

Широкое применение в качестве подложек для МП невзаимных устройств СВЧ-электроники нашли поликристаллические иттриевые феррогранаты (ФГ) разных составов. Актуальность выполненной работы обусловлена тем, что на начало выполнения настоящей диссертационной работы поликристаллические иттриевые ФГ для подложек МП устройств изготавливали по классической керамической технологии, включающей спекание на воздухе в силитовых печах при температуре 1460-1500 °С. Данная технология не позволяла получить в подложках на основе поликристаллических ФГ значения плотности, пористости, а также уровень электромагнитных параметров, необходимые для дальнейшей миниатюризации МП устройств, а следовательно приборы с необходимыми на современном уровне характеристиками.

## **Цели и задачи работы.**

Целью настоящей работы является улучшение характеристик невзаимных МП устройств СВЧ-электроники сантиметрового диапазона длин волн за счет совер-

шенствования технологии получения подложек поликристаллических иттриевых ФГ разных составов с необходимыми значениями эксплуатационных параметров (плотность, пористость, диэлектрическая проницаемость, тангенс угла диэлектрических и магнитных потерь, термостабильность намагниченности насыщения в рабочем диапазоне температур).

Для достижения указанной цели в работе решались следующие основные задачи:

- анализ существующих технологических процессов изготовления ферритовых подложек, определение основных факторов, влияющих на вышеперечисленные параметры подложек и выбор методов решения поставленной задачи;
- разработка методик получения подложек из ФГ с высоким уровнем эксплуатационных параметров для применения в МП приборах СВЧ с использованием процесса спекания в регулируемой кислородной атмосфере и их техническая реализация;
- исследование влияния величины избытка оксида иттрия, парциального давления кислорода, температуры спекания и температуры отжига на плотность, пористость и электромагнитные параметры подложек поликристаллических иттриевых ФГ, полученных с использованием технологий, применяющих регулируемую кислородную атмосферу;
- разработка и внедрение технологий получения в регулируемой кислородной атмосфере поликристаллических ФГ разных составов для подложек микрополосковых приборов СВЧ;
- уменьшение стоимости МП приборов СВЧ-электроники за счет реализации разработанных технологий получения поликристаллических ФГ при использовании более дешевого исходного сырья;
- снижение разброса параметров СВЧ ферритовых приборов, обусловленного низким качеством и значительным отличием физико-химических свойств различных партий сырья, выпускаемого промышленностью за счет реализации разработанных технологий получения поликристаллических ФГ в регулируемой кислородной атмосфере;
- разработка на основе полученных подложек невзаимных МП устройств СВЧ-электроники сантиметрового диапазона длин волн с улучшенными характеристиками.

### **Научная новизна работы:**

1. На основе разработанных подложек получен ряд невзаимных микрополосковых устройств СВЧ-электроники сантиметрового диапазона длин волн с характеристиками на уровне мировых аналогов, с выходом годных изделий более 80%.

2. Впервые детально исследовано влияние парциального давления кислорода и температуры при спекании, отжиге и изостатическом прессовании на основные свойства и эксплуатационные характеристики поликристаллических ФГ разных составов для подложек МП устройств СВЧ-электроники [2].

3. С использованием методов планирования эксперимента разработана математическая модель процесса спекания ФГ в атмосфере кислорода, позволившая рассчитать их оптимальные технологические режимы получения в регулируемой кислородной среде [2].

4. Впервые разработаны технологии изготовления подложек для МП невзаимных устройств СВЧ-электроники с использованием двухэтапной технологии получения в регулируемой атмосфере кислорода поликристаллических ФГ разных составов с намагниченностью насыщения 140, 96, 64, 48, и 32 кА/м, состоящие в том, что на 1-м этапе проводится спекание в разреженной кислородной атмосфере  $P_{\text{сп}} = (2,6-30) \cdot 10^3 \text{ Па}$  и температуре спекания  $T_{\text{сп}} = (1250 - 1450)^\circ\text{C}$ , а на 2-м этапе – изостатическое прессование и отжиг в атмосфере кислорода при давлении значительно превышающем равновесное  $P_{\text{отж}} = (1 - 6,079) \cdot 10^5 \text{ Па}$  и температуре  $T_{\text{отж}} = (1280 - 1450)^\circ\text{C}$ .

Содержание избытка оксида иттрия в исходной шихте должно быть не менее 1,0 % и не более 1,25 %.

5. Впервые получены подложки из поликристаллических ФГ состава

$Y_3Fe_{5-x}Ga_xO_{12}$  ( $x = 0$ ;  $x = 0,38$ ;  $x = 0,63$ ;  $x = 0,75$  и  $x = 0,90$ ) с намагниченностью насыщения, соответственно, 140, 96, 64, 48 и 32 кА/м со значениями характеристик (плотность, пористость, диэлектрическая проницаемость, тангенс угла магнитных потерь и тангенс угла диэлектрических потерь) на уровне и выше лучших отечественных и мировых аналогов [7].

6. Впервые получены подложки из поликристаллических термостабильных (относительное изменение намагниченности в рабочем диапазоне температур  $-60 \dots +85^\circ\text{C}$  не превышает 0,075%/град) ФГ составов  $\{Y_{0,65}Ca_{1,0}Gd_{1,35}\}(Fe_{4,15}V_{0,5}In_{0,35})O_{12}$  и  $\{Y_{0,3}Ca_{1,54}Gd_{1,16}\}(Fe_{3,87}V_{0,77}In_{0,36})O_{12}$  с намагниченностью насыщения, соответственно, 48 и 32 кА/м и значениями других характеристик (плотность, пористость, диэлектрическая проницаемость, тангенс угла магнитных потерь и тангенс угла диэлектрических потерь) на уровне и выше лучших отечественных и мировых аналогов [8].

### **Практическая значимость работы:**

1. Налажено производство различных МП устройств СВЧ (вентили, циркуляторы) на подложках из ФГ, изготовленных с использованием внедренных двухэтапных технологий по комплексу параметров превышающих лучшие зарубежные и отечественные аналоги.

2. Разработана методика получения подложек из ФГ с высоким уровнем эксплуатационных параметров для применения в МП приборах СВЧ с использованием процесса спекания в регулируемой кислородной среде и проведена её техническая реализация [1,2].

3. Внедрены в производство технологии изготовления подложек их поликристаллических ФГ для МП невзаимных устройств СВЧ-электроники [20], включающие оригинальные двухэтапные технологии получения в регулируемой атмосфере кислорода поликристаллических ФГ разных составов, состоящие в том, что на 1-м этапе спекание проводится в разреженной кислородной атмосфере  $P_{\text{сп}} = 2,6-30 \cdot 10^3 \text{ Па}$  и температуре спекания  $T_{\text{сп}} = (1250 - 1450)^\circ\text{C}$ , а на 2-м этапе - изостатическое прессование и отжиг в атмосфере кислорода при давлении значительно превышающем равновесное  $P_{\text{отж}} = (1 - 6,079) \cdot 10^5 \text{ Па}$  и температуре  $T_{\text{отж}} = (1280 - 1450)^\circ\text{C}$ .

4. Разработана методика контроля усадки порошковых материалов при спекании в регулируемой кислородной среде, осуществлена её техническая реализация [9], что позволяет сократить число опытов при выборе оптимальных условий изготовле-

ния ферритовых материалов высокой плотности в шесть раз, экономит дорогостоящее сырье, энергетические ресурсы и повышает производительность труда.

5. Усовершенствована методика прессования порошковых материалов для изделий электронной техники и осуществлена её техническая реализация [11], что позволяет исключить неоднородную деформацию различных областей заготовки ФГ при прессовании и увеличить производительность труда в 3 раза при прессовании заготовок; при этом улучшается качество прессовок.

6. Разработан и внедрен в производство диск из алмазосодержащего материала для обработки материалов электронной техники и изделий из них, позволяющий повысить качество резки подложек на платы СВЧ интегральных устройств [10].

7. Разработанные технологии изготовления поликристаллических подложек, с использованием двухэтапных технологий получения поликристаллических ФГ различных составов в регулируемой атмосфере кислорода, позволяют использовать сырье более низкой квалификации, что приводит к уменьшению стоимости микрополосковых устройств СВЧ-электроники на 10-15 %.

#### **Основные положения, выносимые на защиту:**

1. Снижение удельных потерь СВЧ энергии до 0,06 дБ/см в подложках для микрополосковых устройств СВЧ-электроники достигается спеканием поликристаллических феррогранатов в разреженной кислородной атмосфере с последующим изостатическим прессованием и отжигом при повышенном давлении кислорода  $(2-10) \cdot 10^5$  Па.

2. Получение подложек из поликристаллических феррогранатов  $Y_3Fe_{5-x}Ga_xO_{12}$  с плотностью более 99% от рентгеновской, тангенсом угла диэлектрических и магнитных потерь менее  $2 \cdot 10^{-4}$  достигается спеканием феррогранатов при температуре 1420-1440<sup>0</sup>С в разреженной кислородной атмосфере при давлении  $(2,6-30) \cdot 10^3$  Па с участием жидкой фазы на основе вюстита, изостатического прессования и последующего отжига при повышенном давлении кислорода.

3. Получение подложек из феррогранатов составов  $\{Y_{3-x-y}Ca_xGd_y\}(Fe_{5-z-m}V_zIn_m)O_{12}$  с плотностью более 99% от рентгеновской, тангенсом угла диэлектрических потерь менее  $2 \cdot 10^{-4}$  и термостабильностью намагниченности насыщения 0,05-0,075%/град в рабочем интервале температур -60...+85<sup>0</sup>С достигается спеканием феррогранатов при температуре 1280-1300<sup>0</sup>С в разреженной кислородной атмосфере при давлении  $(1-15) \cdot 10^3$  Па с участием жидкой фазы на основе пентаоксида ванадия, изостатического прессования и последующего отжига при повышенном давлении кислорода.

4. Введение в состав иттриевых феррогранатов оксида иттрия сверх стехиометрии 1,0-1,25% при спекании в регулируемой кислородной среде обеспечивает тангенсы углов диэлектрических потерь в подложках для микрополосковых приборов менее  $2 \cdot 10^{-4}$ .

#### **Апробация работы:**

Основные результаты и положения диссертации были доложены и обсуждены на четырех российских и двух международных научно-технических конференциях по данной тематике: на юбилейной научно-технической конференции, посвященной 70-летию ФГУП «НПП «Исток» (г. Фрязино Моск. обл., 15-16 мая 2013 г.), IV-й научно-технической конференции молодых ученых и специалистов АО «НПП «Исток им. Шокина» (г. Фрязино Моск. обл., 27-28 мая 2014 г.), научно-технической конференции АО «НПП «Исток им. Шокина» (г. Фрязино Моск. обл., 13-14 мая 2014 г.), XXII-й международной конференции. Электромагнитное поле и материалы. (Национальный

исследовательский университет «МЭИ» 2014г), научно-технической конференции «СВЧ-электроника 2016» (г. Фрязино Моск. обл., 18-19 мая 2016 г.), 6-й международной конференции «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов», посвященной 90-летию со дня рождения проф. Ю.А. Скакова (г. Москва, НИТУ «МИСиС», 26-28 мая 2015 г.), XIII-й Международной конференции «Перспективные технологии, оборудование и аналитические системы для материаловедения и наноматериалов», 24-26 мая 2016 г. Юго-Западный государственный университет (г. Курск, Россия).

**Публикации:** По материалам диссертации опубликовано 19 печатная работа, из них - 6 статей в рецензируемых периодических научных изданиях, включенных в перечень ВАК, 3 авторских свидетельства СССР, 3 патента.

**Структура и объем работы:**

Диссертация состоит из введения, 5 глав, выводов и списка использованных источников. Общий объем диссертации составляет 180 страниц, включая список литературы из 189 наименований, 37 таблиц и 55 рисунков.

**Основное содержание работы**

**Во введении** обоснована актуальность проводимых исследований, сформулированы основная цель и конкретные задачи работы, отмечены научная новизна и практическая значимость полученных результатов, а также основные положения, выносимые на защиту, представлена апробация работы.

**Первая глава** представляет литературный обзор, непосредственно связанный с тематикой диссертации. В литературном обзоре определены требования к невзаимным МП устройствам СВЧ см и мм диапазона длин волн, а соответственно и к подложкам для МП устройств СВЧ и рассмотрены особенности кристаллической и магнитной структуры ФГ. Отмечено, что в настоящее время керамическая технология является основным методом получения поликристаллических ФГ для подложек МП устройств СВЧ-электроники. Показана роль технологических параметров (температуры, давления кислорода, времени выдержки) в формировании основных физических свойств и дефектности. Особое внимание уделяется вопросам, посвященным изоморфным замещениям в катионной подрешетке для формирования требуемых магнитных свойств ФГ, влиянию основных компонентов и примесей на свойства ФГ для подложек МП устройств. В конце первой главы сделаны выводы по литературному обзору и сформулирована постановка задач исследований.

**Во второй главе** представлена информация об объектах исследования, особенностях их приготовления, обработки и измерения их основных электромагнитных параметров. Описана методика получения подложек из ФГ с высоким уровнем эксплуатационных параметров для применения в МП приборах СВЧ с использованием процесса спекания ФГ в регулируемой кислородной среде и её техническая реализация. Описаны экспериментальные методы исследования электромагнитных свойств подложек из поликристаллических феррогранатов, а также дана характеристика использованного в работе контрольно-измерительного оборудования.

Разработанные технологии изготовления поликристаллических ФГ предусматривают замену дорогостоящего сырья (ОСЧ) на сырье более низкой квалификации (более дешевое), а именно: замена марок ОСЧ на марку ЧДА.

Для получения ФГ с высокой плотностью и малыми потерями в работе предложено производить спекание образцов в регулируемой кислородной атмосфере в два этапа: спекание при малом парциальном давлении кислорода (2,6 – 30  $10^3$  Па) и последующее горячее изостатическое прессование при давлении  $1 \cdot 10^6$  Па. В результате исследований была установлена количественная зависимость между равновесным парциальным давлением кислорода, температурой спекания и составом феррограната. Для реализации данного способа, в рамках выполнения настоящей диссертационной работы разработана специальная установка А550.09.

### **Основные технические характеристики установки А550.09**

Максимальная температура в рабочей камере	1450 <sup>0</sup> С
Отклонение температуры по длине рабочей камеры	± 5 <sup>0</sup> С
Точность поддержания температуры	± 3 <sup>0</sup> С
Скорость подъема и снижения температуры	10– 200 <sup>0</sup> С/ч
Давление кислорода в печи	0,0001 – 1,0 МПа
Максимальная длительность цикла	72 ч
Максимальная электрическая мощность, потребляемая печью	30 кВА
Габаритные размеры:	
печи	2130x1260x2350 мм
пульта программного управления	800x580x2000 мм
рабочей камеры	300x200x170 мм

На рис. 2 приведена газовая схема установки. Кислород от баллона 1 с давлением 15 МПа через редуктор 2, снижающий давление до 1 МПа и кран 3 поступает в корпус установки. Для создания пониженного парциального давления кислорода в установке используется вакуумная система 4.

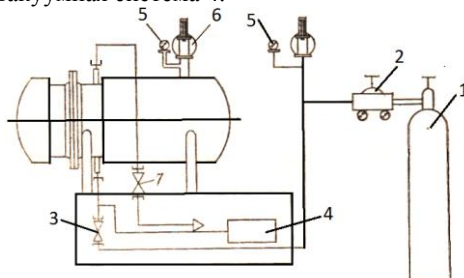


Рисунок 1 - Газовая схема печи установки А550.09 для спекания ферритов в среде кислорода

1 – баллон; 2 – редуктор; 3 – кран; 4 – вакуумная система; 5 – манометр; 6 – клапан предохранительный; 7 – вентиль запорный

Проведение термического процесса спекания обеспечивается автоматическим пультом программного управления, который позволяет производить подъем, выдержку



ку и снижение температуры в рабочей зоне по заданной программе с записью текущего значения температуры.

Отработка режимов спекания ферритов и их использования при изготовлении различных партий материала одного состава не обеспечивает необходимой повторяемости электрических и магнитных характеристик, что вызвано разбросом параметров исходных компонентов (различные кристаллографические модификации сырья, концентрация примесей, гранулометрический состав, активность и др.). В связи с этим оптимальный режим спекания различных партий материала отличается по температуре и времени.

Для контроля процесса спекания сконструировано и изготовлено dilatометрическое устройство, позволяющее одновременно со спеканием партии образцов производить непрерывный контроль их плотности и в соответствии с усадкой корректировать температуру и время спекания всей партии. Датчик перемещений устройства функционирует при температуре 500<sup>0</sup>С и давлении кислорода 1МПа. Процесс спекания заканчивается при достижении заданной плотности материала. Непрерывный контроль усадки образцов в процессе спекания позволяет существенно сократить время отработки режимов спекания и повысить повторяемость электрических и магнитных свойств ферритов. На dilatометрическую установку получено авторское свидетельство на изобретение.

Важнейшими электромагнитными параметрами ФГ для подложек невзаимных МП СВЧ устройств являются намагниченность насыщения, диэлектрическая проницаемость, тангенс угла магнитных потерь, тангенс угла диэлектрических потерь и плотность. Измерения таких магнитных характеристик феррогранатов, как коэрцитивная сила и намагниченность насыщения, в работе проводились методом вибрационного магнетометра на модифицированном вибромагнетометре ВМ-07М.

Значения коэрцитивной силы и намагниченности насыщения исследуемых образцов определялись из полученных петель их магнитного гистерезиса.

Определение тангенса угла диэлектрических потерь  $\text{tg}\delta_e$ , тангенса  $\text{tg}\delta_\mu$ , диэлектрической проницаемости  $\epsilon$  и намагниченности насыщения  $4\pi M_s$  ФГ в работе проводились резонаторным методом с использованием контрольных образцов.

Для измерений использовались образцы в форме пластин прямоугольной формы с размерами сторон  $(48^{-0,05} \times 60^{0,05})$  мм и толщиной  $1^{\pm 0,02}$  мм в интервале частот  $(9,8 \div 10,1)$  ГГц.

Электромагнитные параметры  $\epsilon'_k$ ,  $\text{tg}\delta_{\epsilon k}$ ,  $\mu'_k$ ,  $\text{tg}\delta_{\mu k}$ ,  $M'_{ak}$  и толщина  $d_k$  контрольных ферритовых пластин определяются на образцовой аппаратуре ВНИИФТРИ и указываются в протоколах аттестации этих пластин.

Погрешности измерений электромагнитных параметров не превышают следующих значений:

$$\Delta_{\epsilon'} = \pm 0,6\%; \quad \Delta_{\text{tg}\delta_e} = \pm 2,5 \cdot 10^{-5}; \quad \Delta_{\mu'} = \pm 0,75\%; \quad \Delta_{\text{tg}\delta_\mu} = \pm 6 \cdot 10^{-5}; \quad \Delta_{M'_a} = \pm 2\%; \\ \Delta_{M_s} = \pm 2\%.$$

Определение ширины линии ФМР  $\Delta H$  ФГ измеряли на сферических образцах диаметром 0,5 - 1,5 мм.

Магнитную проницаемость, температуру Кюри, индукцию и ее изменение в температуре измерения проводили баллистическим методом, обладающим относи-

тельной простотой аппаратного оформления в сочетании с достаточно высокой чувствительностью при напряженности магнитного поля 300 А/м.

Измерение плотности проводили гидростатическим способом в соответствии с ГОСТ15139-69.

Образцы ФГ подвергались рентгенографическому анализу на двухкристальном спектрометре, собранном на базе рентгеновского дифрактометра ДРОН-3М и блока монохроматора. Использовалось  $\text{CuK}_{\alpha 1}$ ,  $\text{CrK}_{\alpha}$ ,  $\text{FeK}_{\alpha}$  – излучение. В качестве кристалла – монохроматора использовали кристалл германия с симметричным отражением. Определение положения дифракционных линий проводилось по центру тяжести их профилей, полученных съемкой по точкам. Погрешность измерения параметра решетки составляла  $\pm 5 \cdot 10^{-5}$  нм.

**В третьей главе** представлены особенности технологии получения поликристаллических ФГ формульного состава  $\text{Y}_3\text{Ga}_x\text{Fe}_{5-x}\text{O}_{12}$  с  $x=0$ ; 0,38; 0,63 для подложек МП приборов СВЧ-электроники спеканием в регулируемой кислородной атмосфере.

Все многообразие факторов, влияющих на свойства ферритов, связано с химическим составом и физико-химическим состоянием шихты, технологическим процессом и режимами изготовления, а также с условиями дополнительных термохимических обработок. Трудность получения воспроизводимых по параметрам высококачественных ФГ обусловлена сильной зависимостью параметров материала к нарушениям стехиометрии. Поскольку ФГ по составу относятся к соединениям с очень узкой областью гомогенности, незначительные отклонения от стехиометрии приводят к ухудшению свойств материала. Исследования показывают, что увеличение в составе ИЖГ окиси железа менее чем на 0,1%, приводит к значительному увеличению кривой ферромагнитного резонанса ( $\Delta H$ ) и примерно на порядок увеличивает магнитные ( $\text{tg}\delta_{\mu}$ ) и диэлектрические ( $\text{tg}\delta_{\epsilon}$ ) потери. Однако, синтез нестехиометрического граната с избытком  $\text{Y}_2\text{O}_3$  до 10% не ухудшает магнитные и диэлектрические потери, что очень важно с точки зрения технологии изготовления материалов для подложек СВЧ невзаимных устройств, работающих в нерезонансных полях (рис. 3). Поэтому в процессе изготовления шихты необходимо учитывать ряд факторов, приводящих к изменению химического состава в сторону избытка  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , гигроскопичность исходного сырья, «намол» железа с шаров и барабанов помольного оборудования при размоле шихты, неточность взвешивания компонентов и др.

Подложки из ФГ для приборов в интегральном исполнении с использованием металлизации должны характеризоваться величиной общей или открытой пористости, обладать высокой плотностью, которая формируется в процессе спекания. Движущей силой спекания является избыточная свободная энергия порошкообразного материала, обусловленная наличием пор, границ раздела между кристаллитами, искажением решетки отдельных кристаллитов из-за деформации при прессовании или благодаря способу получения. В принципе, спекание может происходить по различным механизмам, включающим вязкое течение диффузии, поверхностную и объемную диффузию, по границам зерен, спекание с участием жидкой фазы. Обычно спекание ФГ на воздухе, в зависимости от состава, проводят при температурах 1400-1500<sup>0</sup>С.

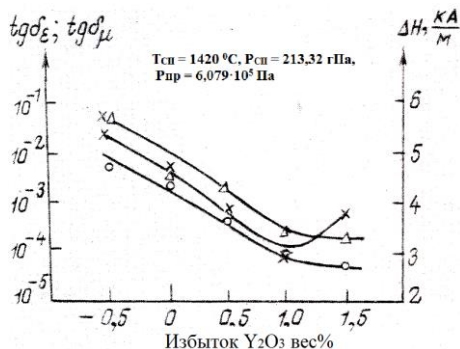
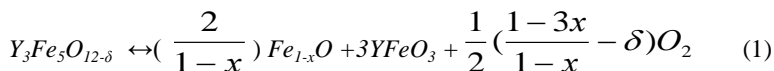


Рисунок 3 – Влияние нестехиометрии на электромагнитные свойства граната  $Y_3Fe_5O_{12}$ , ( $\Delta$  – тангенс угла магнитных потерь  $tg\delta_\mu$ ,  $O$  – тангенс угла диэлектрических потерь  $tg\delta_\epsilon$ ,  $X$  – ширина линии ферромагнитного резонанса  $\Delta H$ ).

В работе впервые для получения материала с воспроизводимыми свойствами предложено спекание проводить в регулируемой атмосфере. Суть метода заключается в следующем. Ферриты являются фазами переменного состава, содержащими кислород, и непрерывно взаимодействуют с газовой средой в процессе термообработки. Чем выше температура, тем энергичнее протекает этот обмен. Если парциальное давление кислорода в окружающей среде выше или ниже упругости диссоциации граната, то он может приобрести или потерять кислород.



Фазовые превращения при пониженном давлении кислорода, при протекании которых кристаллическая решетка становится нестабильной, использованы в данном способе для спекания ФГ при более низких температурах, чем спекание на воздухе. Кроме того, при спекании в разреженной кислородной атмосфере возможно образование жидкой фазы на основе вюстита ( $T_{пл} FeO = 1378 \text{ } ^\circ C$ ). Как известно, спекание в присутствии жидкой фазы протекает при более низких температурах и с большей скоростью, чем чисто твердофазный процесс. Действие жидкой фазы может проявиться даже в том случае, если его содержание выражается десятками долями процента.

Поскольку однофакторные эксперименты не позволяют оптимизировать режимы спекания, единственным способом достижения этой цели является построение математических моделей процесса на основе методов планирования эксперимента. По результатам предварительных опытов были выбраны основные факторы, определяющие параметры готового материала и интервалы их изменения (таблица 1). При выборе вида моделей предполагалось, что в исследуемой области факторного пространства хотя бы часть параметров феррита нелинейно зависит от варьируемых факторов и эти зависимости можно адекватно описать уравнениями:

$$y_j = b_0^j + \sum_{i=1}^7 b_i^j x_i + \sum_{i=1}^7 b_{ii}^j x_i^2 \quad (2)$$

На основе этой гипотезы был выбран экономный план проведения экспериментов, включающий 16 вариантов режимов процесса спекания, отличающихся уровнями технологических факторов. Варианты технологических режимов осуществлялись однократно, кроме нулевой точки, в которой эксперимент повторялся четыре раза, что позволило оценить дисперсию величин откликов.

Таблица 1 Варьируемые факторы математической модели процесса спекания

Наименование фактора	Обозначение фактора	Уровни фактора	
		в абсолютных единицах	в нормированных единицах
Время спекания, ч	$x_1$	2	- 1
		4	0
		6	+ 1
Температура спекания, °С	$x_2$	1400	- 1
		1420	0
		1440	+ 1
Давление кислорода в процессе спекания, Па	$x_3$	$1,6 \cdot 10^4$	- 1
		$2,1 \cdot 10^4$	0
		$2,6 \cdot 10^4$	+ 1
Время горячего прессования, ч	$x_4$	2	- 1
		5	0
		8	+ 1
Температура прессования, °С	$x_5$	1400	- 1
		1420	0
		1440	+ 1
Давление кислорода в процессе прессования, Па	$x_6$	$2 \cdot 10^5$	- 1
		$6 \cdot 10^5$	0
		$10 \cdot 10^5$	+ 1
Избыток оксида иттрия в исходной шихте, вес. %	$x_7$	0,5	- 1
		1,0	0
		1,5	+ 1

С использованием методов математического планирования эксперимента получены аналитические модели, отражающие зависимость физических свойств ферритов от параметров технологического процесса:

с намагниченностью насыщения 140 кА/м

$$\begin{aligned}
 M_S &= 140,2 + 1,1x_2x_7 - 2,9x_5x_7 - 24x_6^2 - 1,4x_4, \\
 \operatorname{tg}\delta_\epsilon &= 10^{-4} (1,14 + 0,35x_1 + 0,36x_2 + 0,27x_4 + 0,69x_2^2 + 0,43x_6^2), \\
 \operatorname{tg}\delta_\mu &= 10^{-4} (3,31 + 0,46x_4 - 0,68x_1^2 - 0,33x_2^2), \\
 \rho &= 10^3 (5,113 - 0,099x_7 - 0,6x_2x_6 + 0,115x_1x_2x_5 - 0,1x_3x_5x_7), \\
 \epsilon &= 15,0 - 0,19x_7 + 0,23x_2x_7 - 0,18x_2x_5 + 0,14x_4x_6, \\
 \alpha &= 17 - 12x_7 + 0,6x_3^2 - 4x_3x_5x_6,
 \end{aligned} \tag{3}$$

с намагниченностью насыщения 95 кА/м

$$\begin{aligned}
 M_S &= 89,8 - 1,83x_7 - 4,1 x_4^2 + 2,1x_2x_7 + 1,9x_2x_4 - 2,07x_1x_5, \\
 \operatorname{tg}\delta_\varepsilon &= 10^{-4}(1,83 + 2,7x_4 - 3,73x_3x_7 + 2,9x_2x_3), \\
 \operatorname{tg}\delta_\mu &= 10^{-4}(1,81 + 1,78x_2x_7), \\
 \varepsilon &= 14,9 + 0,2x_2 + 0,19x_4 - 0,36x_7 + 0,32x_1x_6, \\
 \rho &= 10^3(5,113 + 0,031x_2 - 0,103x_7 + 0,042 x_5^2), \\
 \alpha &= 14 + 3x_2 - 9x_7 - 4x_1x_2,
 \end{aligned} \tag{4}$$

с намагниченностью насыщения 64 кА/м

$$\begin{aligned}
 M_S &= 64,2 - 11,7x_7 - 3,1x_3 + 38 x_1^2, \\
 \operatorname{tg}\delta_\varepsilon &= 10^{-4}(1,44 + 0,5x_5x_6 + 0,49x_6x_7), \\
 \operatorname{tg}\delta_\mu &= 10^{-4}(1,7 - 1,33x_2x_3), \\
 \varepsilon &= 14,6 - 0,65x_7 + 0,22 x_4^2 + 0,32 x_6^2, \\
 \rho &= 10^3(5,181 - 0,180x_7 - 0,110x_2x_7 - 0,074x_5x_6 + 0,058x_1x_4 - 0,052x_5x_7) \tag{5}
 \end{aligned}$$

Решение оптимизационной задачи на ЭВМ проведено с использованием регрессивных уравнений 3, 4 и 5 при выборе в качестве целевой функции

$$\frac{\operatorname{tg}\delta_\varepsilon + \operatorname{tg}\delta_\mu}{\rho}$$

Задача оптимизации сведена к отысканию минимальной величины суммарных (диэлектрических и магнитных) потерь при следующих дополнительных ограничениях:  $M_S$  соответствует номинальной намагниченности для данного состава, а  $\rho$  превышает 99,0% (5120 кг/м<sup>3</sup> для Y<sub>3</sub>Fe<sub>5</sub>O<sub>12</sub>; 5160 кг/м<sup>3</sup> для YGa<sub>0,38</sub>Fe<sub>4,62</sub>O<sub>12</sub>; 5180 кг/м<sup>3</sup> для Y<sub>3</sub>Ga<sub>0,63</sub>Fe<sub>4,37</sub>O<sub>12</sub>).

Решение оптимизационной задачи позволило снизить диэлектрические ( $\operatorname{tg}\delta_\varepsilon$ ) и магнитные ( $\operatorname{tg}\delta_\mu$ ) потери феррогранатов путем выбора соответствующего соотношения компонентов и режима обжига. На рисунке 4 приведена схема технологического процесса спекания в регулируемой кислородной атмосфере.

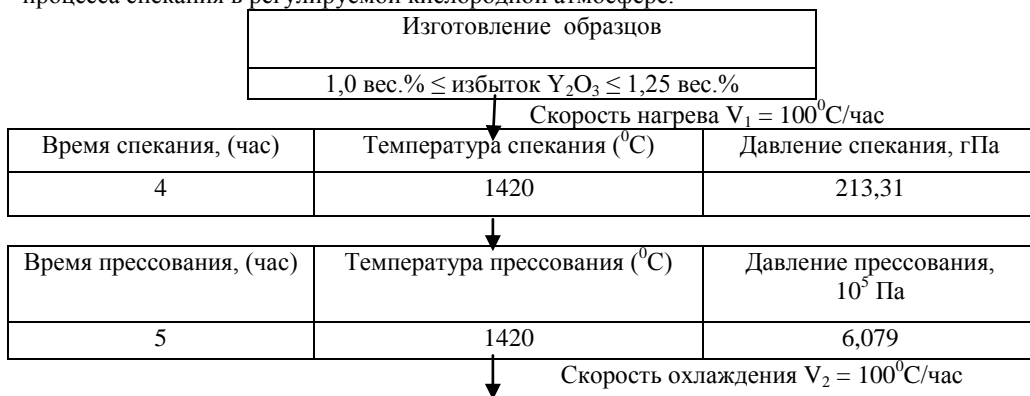


Рисунок 4 – Схема технологического процесса изготовления поликристаллических феррогранатов ФГ-140А, ФГ-96А и ФГ-64А в регулируемой кислородной атмосфере

Сравнение экспериментальных результатов действительно подтверждает, что параметры феррогранатов в предсказанных технологических режимах превосходят результаты, полученные в других опытах (таблица 2).

Таким образом, спекание феррогранатов в регулируемой атмосфере открывает большие возможности в технологии:

во-первых, использование нестабильности кристаллической решетки позволяет снизить температуру спекания гранатов на 100-150<sup>0</sup>С;

во-вторых, способствует получению материалов с малой пористостью;

в-третьих, в результате снижения температуры спекания увеличивается долговечность термического оборудования и повышается точность регулирования режима термообработки.

Таблица 2 Параметры подложек феррогранатов, предсказанные по математическим моделям (левый столбец) и полученные (правый столбец)

Исследуемый параметр	Марки феррограната					
	ФГ-140А		ФГ-96А		ФГ-64А	
Намагниченность насыщения $M_s$ , кА/м	141	141	93	92,3	67	66,9
Тангенс диэлектрических потерь $tg\delta_\epsilon \cdot 10^{-4}$	0,4	8,4	0,9	1,1	0,9	1,0
Тангенс магнитных потерь $tg\delta_\mu \cdot 10^{-4}$	2	1,5	1,8	1	1	1,1
Плотность $\rho$ , кг/м <sup>3</sup>	5127	5132	5210	5178	5312	5201

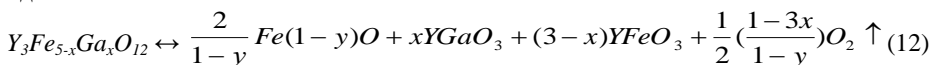
Спекание в регулируемой кислородной атмосфере позволяет не только улучшить характеристики материала подложки, но и снизить их разброс по величине, обусловленный низким качеством и значительным отличием физико-химических свойств различных партий сырья, выпускаемого промышленностью.

**В четвертой главе** приведены результаты исследований и разработка технологии получения в регулируемой кислородной среде поликристаллических гранатов иттрий-галлиевой системы и иттрий-гадолиний-кальций-ванадий-индиевой системы пониженной намагниченности с улучшенными характеристиками для подложек микрополосковых приборов СВЧ-электроники. Дан анализ процессов спекания феррогранатов в регулируемой кислородной атмосфере с участием жидкой фазы.

Разработана и внедрена в производство двухэтапная технология получения в регулируемой атмосфере кислорода поликристаллических феррогранатов  $Y_3Fe_{4,1}Ga_{0,9}O_{12}$  (ФГ-32А) и  $Y_3Fe_{4,25}Ga_{0,75}O_{12}$  (ФГ-48А) для подложек СВЧ интегральных устройств, обеспечивающая выход годных образцов не менее 60%. Особенностью данной технологии является то, что на 1-м этапе проводится спекание в течение 4-х часов в разреженной атмосфере кислорода при давлении  $P_{сн} = 2,6 \cdot 10^3$  Па и температуре  $T_{сн} = 1440$  °С и последующие изостатическое прессование и отжиг в течение 4-х часов в атмосфере кислорода при давлении значительно превышающем равновесное ( $P_{отж} = 2 \cdot 10^5$  Па) и температуре  $T_{отж} = 1440$  °С.

Для определения оптимальных параметров технологического процесса спекания (температура, длительность выдержки, давление кислорода, скорость подъема и снижения температуры), при которых получают образцы с максимальной плотностью, была исследована кинетика процессов усадки образцов феррогранатов. Кинетика процесса усадки образцов исследовалась на специальной дилатометрической установке, способной функционировать при высокой температуре и давлении окружающей среды.

На рисунке 5 приведена зависимость скорости усадки от температуры при различных давлениях кислорода. Откуда видно, что наиболее интенсивно спекание происходит при давлении кислорода  $2,6 \cdot 10^3$  Па, когда процесс диссоциации феррита идет более интенсивно:



Так, для температуры  $1380^\circ\text{C}$  при изменении давления кислорода от  $2,6 \cdot 10^3$  Па до  $5 \cdot 10^5$  Па, скорость усадки уменьшилась более чем в 5 раз. Плотность феррогранатов (рис. 6) возрастает с уменьшением давления кислорода при спекании. Так как диффузия кислорода мала в объеме образца (мала по сравнению со скоростью усадки), то чем меньше давление газа в момент образования закрытой пористости, тем плотнее материал после спекания. Изменение размеров пор будет определяться силами поверхностного натяжения, которым противодействует давление газа в поре. Когда лапласовское давление будет уравновешено давлением газа в поре при некотором равновесном радиусе, залечивание поры прекратится.

Экспериментальные исследования показали, что с увеличением времени спекания, особенно при высоких температурах, все более проявляется влияние давления кислорода на электромагнитные свойства ферритов (рис.7). С уменьшением давления кислорода на первом этапе спекания наблюдается незначительное увеличение потерь, что связано с увеличением концентрации ионов двухвалентного железа в ФГ.

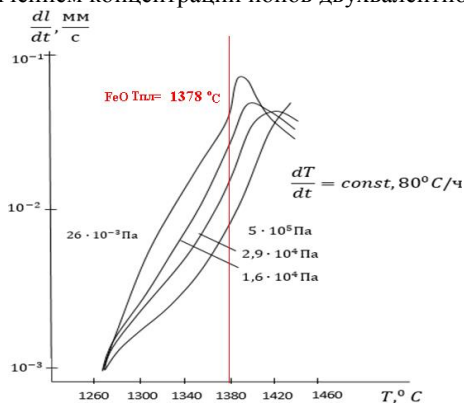


Рисунок 5 – Изменение скорости усадки образцов состава  $Y_3Fe_{4,25}Ga_{0,75}O_{12}$  от давления кислорода при спекании.

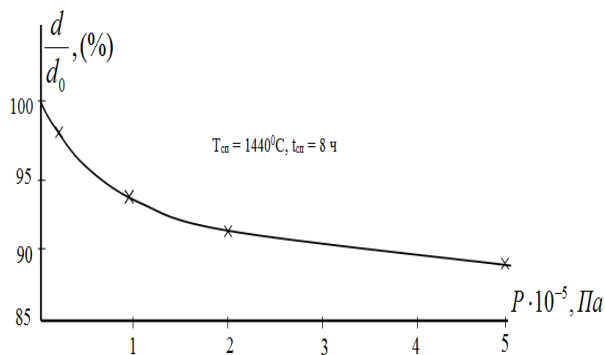


Рисунок 6 – Изменение относительной плотности образцов состава  $\text{Y}_3\text{Fe}_{4,25}\text{Ga}_{0,75}\text{O}_{12}$  от давления кислорода при спекании.

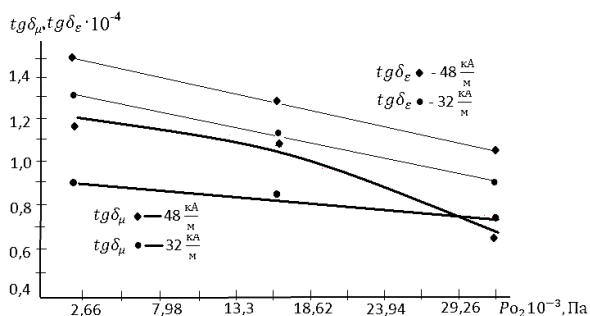


Рисунок 7 – Изменение  $tg\delta_\mu$  и  $tg\delta_\epsilon$  феррогранатов с  $M_S = 32 \text{ кА/м}$  и  $M_S = 48 \text{ кА/м}$  от давления кислорода на первом этапе спекания ( $T_{I,II \text{ эт}} = 1440^\circ\text{C}$ ,  $t_{I,II} = 4\text{ч}$ ,  $P_{II \text{ эт}} = 2 \cdot 10^5 \text{ Па}$ ).

Исследования показали, содержание избытка оксида иттрия в исходной шихте должно быть не менее 1% и не более 1,25%.

Характеристики полученных по разработанной технологии положек:

-  $\text{Y}_3\text{Fe}_{4,1}\text{Ga}_{0,9}\text{O}_{12}$ :  $M_S = (32 - 32,6) \text{ кА/м}$ ,  $\epsilon = 15,0$ ;  $tg\delta_\epsilon = 1,8 \cdot 10^{-4}$ ,  $tg\delta_\mu = 1,2 \cdot 10^{-4}$ , плотность – выше 99% от рентгеновской.

-  $\text{Y}_3\text{Fe}_{4,25}\text{Ga}_{0,75}\text{O}_{12}$ :  $M_S = (48 - 50,9) \text{ кА/м}$ ,  $\epsilon = 14,9$ ;  $tg\delta_\epsilon = 1,8 \cdot 10^{-4}$ ,  $tg\delta_\mu = 1,1 \cdot 10^{-4}$ , плотность – выше 99% от рентгеновской.

Разработанная технология позволила существенно уменьшить разброс намагниченности и уменьшить потери на распространение СВЧ энергии в МП линии, что повышает выход годных образцов с меньшими удельными потерями (рис.8).



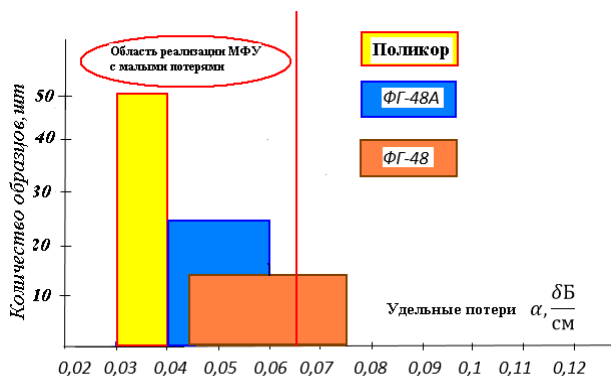


Рисунок 8 - Гистограмма удельных потерь СВЧ энергии в МПЛ изготовленных на подложках из материалов, спеченных в атмосфере кислорода ФГ-48А и на воздухе ФГ-48 (волновое сопротивление 50 Ом, центральная частота 10ГГц).

Разработана и внедрена в производство технология получения в регулируемой кислородной среде термостабильных поликристаллических ФГ иттрий-гадолиний-кальций-ванадий-индиевой системы с намагниченностями насыщения  $M_S = 32$  кА/м и  $M_S = 48$  кА/м для подложек СВЧ интегральных устройств. Особенностью данной технологии является ее реализация в два этапа. На первом этапе реализуется спекание в течение 3-х часов в разреженной атмосфере кислорода при давлении  $P_{сп} = 2,6 \cdot 10^3$  Па и температуре  $T_{сп} = 1280$  °С. На втором этапе производится изостатическое прессование и отжиг в течение 5 часов в атмосфере кислорода при давлении, значительно превышающем равновесное ( $P_{отж} = 5 \cdot 10^5$  Па) и температуре  $T_{отж} = 1280$  °С.

Изменение характеристик ферритовых СВЧ-приборов при нагревании или охлаждении в значительной степени обусловлено температурными зависимостями магнитными характеристиками ферритов. Регулированием величины давления кислорода при спекании можно изменять ход кривой намагниченности насыщения ферритов в диапазоне температур (рис. 9а). При этом в исследуемых системах ферритов создаются дополнительные условия внутрикристаллического обмена катионов по подрешеткам, при этом изменяется температура Кюри ферритов (рис.9 б).

Таким образом, намагниченность насыщения ФГ, содержащие редкие земли, создается магнитными моментами ионов, находящихся в трех различных кристаллографических координациях (окта, тетра и додекаэдрических), распределение которых по подрешеткам можно изменять при спекании в регулируемой кислородной атмосфере. Соответственно, изменяется и форма температурной зависимости намагниченности насыщения, что позволяет улучшить термостабилизацию частоты ферритовых приборов без применения специальных термостабилизирующих элементов.

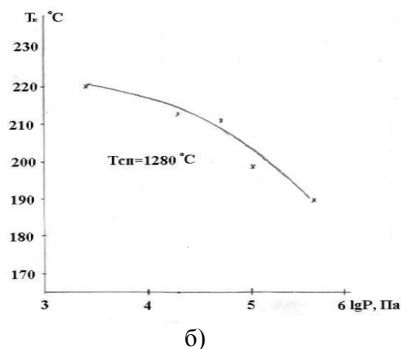
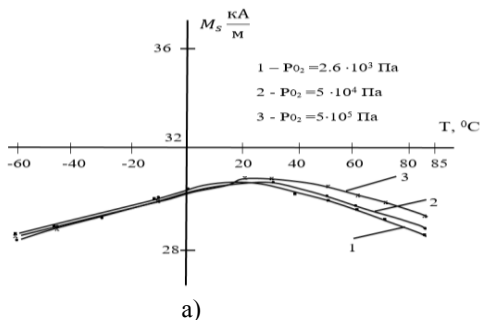
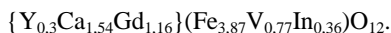


Рисунок 9 – Влияние давления кислорода в процессе спекания на ход кривой намагниченности насыщения от температуры и температуру Кюри ФГ



Проведенный рентгеноструктурный анализ показал изменение параметра решетки феррогранатов, спеченных при различных давлениях кислорода (табл. 3).

Таблица 3 Результаты рентгеноструктурного анализа термостабильных феррогранатов иттрий-гадолиний-кальций-ванадий-индиевой системы

Материал	Одноэтапное спекание			Двухэтапное спекание	
	$P_{O_2}$	Параметры решетки	Содержание второй фазы	Параметры решетки	Содержание второй фазы
	Па	Å	%	Å	%
$\{Y_{0,65}Ca_{1,0}Gd_{1,35}\}(Fe_{4,25}V_{0,5}In_{0,25})O_{12}$	$2,6 \cdot 10^3$	12,457	7	12,487	0
	$5 \cdot 10^4$	12,495	0		
	$5 \cdot 10^5$	12,481	0		
$\{Y_{0,3}Ca_{1,54}Gd_{1,16}\}(Fe_{3,87}V_{0,77}In_{0,36})O_{12}$	$2,6 \cdot 10^3$	12,512	5	12,510	0

Исследования обнаружили, что спеканием в регулируемой кислородной атмосфере можно управлять микроструктурой ФГ. При малых давлениях кислорода образуется жидкая фаза на основе оксидов ванадия и кальция. Рост зерен при наличии жидкой фазы не происходит, поэтому размеры частиц очень малы (2-3 мкм). При более высоких давлениях кислорода идет чисто твердофазный процесс диффузионного спекания и зерна растут в течение изотермической выдержки.

Характеристики полученных по разработанной технологии ФГ следующие:  
 -  $\{Y_3Ca_{1,54}Cd_{1,16}\}(Fe_{3,87}V_{0,77}In_{0,36})O_{12}$  :  $M_S = 32$  кА/м,  $\varepsilon = 14,6$ ;  $tg\delta_\varepsilon = 1,8 \cdot 10^{-4}$ ,

$\text{tg}\delta_{\mu} = 7,3 \cdot 10^{-4}$ ; плотность – выше 99% от рентгеновской.  
 -  $\{\text{Y}_{0,65}\text{Ca}_{1,0}\text{Cd}_{1,35}\}\text{(Fe}_{4,15}\text{V}_{0,5}\text{In}_{0,35})\text{O}_{12}$  :  $M_s = (48 - 49)$  кА/м;  $\varepsilon = 14,8$ ;  
 $\text{tg}\delta_{\varepsilon} = 2 \cdot 10^{-4}$ ,  $\text{tg}\delta_{\mu} = 8 \cdot 10^{-4}$ ; плотность – выше 99% от рентгеновской.

Относительное изменение намагниченности для двух приведенных составов в рабочем диапазоне температур  $-60 \dots +85^{\circ}\text{C}$  не превышает  $0,075\%/^{\circ}\text{град}$ .

Разработанные технологии используют оксиды низшей квалификации, что позволяет снизить стоимость получаемых ФГ не менее, чем на 15%.

**В пятой главе** приводятся характеристики невзаимных приборов СВЧ-электроники, изготовленных на разработанных подложках, а также приводятся сравнительные характеристики подложек из ФГ, изготовленных по предложенным технологиям, с отечественными марками ферритов (ТУ ТСО.737.016, 10СЧ6Б, ПЯ0707345 и зарубежных фирм производителей («The Harckaw chemical Company» (США), «Tom-son-CSF» (ThalesGroup Франция)). Эксплуатационные характеристики подложек на уровне и выше лучших отечественных и мировых аналогов. В таблице 4 приведены эксплуатационные характеристики подложек из ФГ, производимых на АО «НПП «ИСТОК им. Шокина» по разработанному в настоящей работе технологиям (ТУ ТСО. 737.022).

Разработанные технологии получения поликристаллических подложек из ФГ разных составов внедрены и до сих пор используются на АО «НПП «ИСТОК им. Шокина». Производимая при использовании данных технологий продукция (поликристаллические ФГ разных составов в виде изделий различной формы, МП ферритовые приборы на подложках из поликристаллических ФГ) применяются как для собственного потребления (в качестве составляющих и при изготовлении более сложных изделий), так и поставляются различным компаниям в России и за рубежом.

Таблица 4 Характеристики подложек из поликристаллических ФГ, производимых на АО «НПП «ИСТОК им. Шокина» по разработанному в настоящей работе технологиям.

Параметр	ТУ ТСО. 737.022				
	ФГ-140А	ФГ-96А	ФГ-64А	ФГ-48А	ФГ-32А
$M_s$ , кА/м	140±4	96±4	64±4	48±4	32±4
$\text{tg}\delta_{\varepsilon} \cdot 10^{-4}$	2	2	2	2	2
$\text{tg}\delta_{\mu} \cdot 10^{-4}$	≤3	≤3	≤3	≤3	≤3
$2\Delta H$ , Э	≤3,2	≤3,2	≤3,2	≤3,2	≤3,2
$\varepsilon$	15,5	15,2	15,2	15,2	15,2
$\rho$ , кг/м <sup>3</sup>	5130	5170	5200	5210	5210

На рис. 9 представлены микрополосковые ферритовые невзаимные приборы (вентили и циркуляторы), которые производятся на АО «НПП «ИСТОК им. Шокина».



Рисунок 9 - Микрополосковые ферритовые невзаимные приборы производства АО «НПП «ИСТОК им. Шокина»

Микрополосковые ферритовые невзаимные приборы производятся на подложках поликристаллических ФГ, полученных при использовании разработанных в настоящей работе технологий. Обобщенные эксплуатационные характеристики представленных на рисунке 10 МП ферритовых приборов сведены в табл. 5. Сравнение характеристик МП ферритовых приборов (вентилей, циркуляторов), изготовленных с использованием разработанных технологий, с зарубежными (**TRAK Microwave Limited** (Англия), **DORADO International** (США), **SPD Telecom Inc** (Канада), **Nedi Technology Co** (Китай) и др.) и отечественными («Фаза», «Феррит-Квazar», «Феррит-Домен») фирмами показывает, что приборы соответствуют характеристикам лучших отечественных и мировых аналогов.

Таблица 5 Обобщенные эксплуатационные характеристики микрополосковых ферритовых приборов (циркуляторов и вентилей), производимых на АО «НПП «ИСТОК им. Шокина» на подложках из ФГ, получаемых по разработанным в настоящей работе технологиям

Тип	Диапазон рабочих частот, ГГц	Рабочая полоса частот, %	Вносимые потери (не более), дБ	Развязка (обратные потери не менее), дБ	Допустимый уровень мощности, Вт	
					Импульсная	Средняя
Циркуляторы	0,8...17,5	4...20	0,4	20	3...60	2...20
Вентили	1,6...17,5	5...30	0,4...0,8	20	1...150	0,1...8

### Основные результаты и выводы

На основе комплексных исследований с использованием технологических и физических методов, а также математического моделирования в диссертационной работе решена поставленная проблема по получению поликристаллических подложек из феррогранатов различных составов для микрополосковых приборов СВЧ-электроники со значениями характеристик (плотность, пористость, диэлектрическая проницае-

мость, тангенс угла магнитных потерь и тангенс угла диэлектрических потерь) на уровне и выше лучших отечественных и мировых аналогов. В рамках решения этой проблемы в работе получены следующие важные научные и прикладные результаты.

1. На основе разработанных подложек получен ряд взаимных МП устройств СВЧ-электроники сантиметрового диапазона длин волн с характеристиками на уровне лучших отечественных и зарубежных образцов.

2. Впервые разработаны и внедрены в производство технологии изготовления подложек из ФГ для МП устройств СВЧ-электроники (ТСО.737.022 ТУ), включающие оригинальные двухэтапные технологии получения в регулируемой атмосфере кислорода поликристаллических иттрий-галлиевых ФГ с намагниченностью насыщения 140, 96, 64, 48 и 32 кА/м (а.с. СССР № 907936) и поликристаллических иттрий-гадолиний-кальций-ванадий-индиевых ФГ с намагниченностью насыщения 48 и 32 кА/м (а.с. СССР №1371771), позволяющие применение сырья более низкой квалификации и получение для МП устройств СВЧ-электроники подложек со значением эксплуатационных характеристик на уровне лучших отечественных и мировых аналогов.

3. Разработана методика получения подложек из ФГ с высоким уровнем эксплуатационных параметров для применения в МП приборах СВЧ с использованием процесса спекания в регулируемой кислородной среде и проведена её техническая реализация [1,2].

4. Разработанные технологии изготовления поликристаллических подложек, с использованием двухэтапных технологий получения поликристаллических ФГ различных составов в регулируемой атмосфере кислорода, позволяют использовать сырье более низкой квалификации, что приводит к уменьшению стоимости микрополосковых устройств СВЧ-электроники на 10-15 %.

5. Снижение температуры спекания поликристаллических ФГ разных составов благодаря применению разработанных технологий получения в регулируемой кислородной среде позволяет снизить температуру спекания по сравнению со спеканием на воздухе и за счет этого получить материалы с более мелким зерном, увеличить срок службы термического оборудования и уменьшить энергозатраты.

6. Разработанная математическая модель спекания в атмосфере кислорода поликристаллических ФГ позволяет получать близкие к реальным технологические параметры процесса и может широко использоваться для получения ФГ с заданными свойствами. Модель может быть адаптирована для получения в атмосфере кислорода ферритов других типов.

7. Разработана методика контроля усадки порошковых материалов при спекании в регулируемой кислородной среде, осуществлена её техническая реализация (а.с. СССР № 1222415), что позволяет сократить число опытов при выборе оптимальных условий изготовления ферритовых материалов высокой плотности в шесть раз, экономит дорогостоящее сырье, энергетические ресурсы и повышает производительность труда.

8. Усовершенствована методика прессования порошковых материалов для изделий электронной техники и осуществлена её техническая реализация (патент на изобретение №2604552), что позволяет исключить неоднородную деформацию различных областей заготовки ФГ при прессовании и увеличить производительность труда в 3 раза при прессовании заготовок, при этом улучшается качество прессовок.

9. Разработан, защищен авторским свидетельством (патент на изобретение № 2308118) и внедрен в производство диск из алмазосодержащего материала для обработки материалов электронной техники и изделий из них, позволяющий повысить качество обработки и, более чем в 3 раза, выход годных изделий.

10. Свойства подложек из поликристаллических феррогранатов существенно зависят от исходного состава и от режимов спекания феррогранатов в атмосфере кислорода. В частности:

- с увеличением температуры спекания растет размер зерна, но с увеличением избытка оксида иттрия в шихте эта зависимость выражена существенно меньше;

- минимальные значения тангенса угла магнитных потерь, тангенса угла диэлектрических потерь и ширины линии ФМР при оптимальных значениях технологических параметров (температура и давление спекания, температура отжига и давление изостатического прессования) наблюдаются при значениях избытка оксида иттрия в шихте  $1,0 \text{ вес. } \% \leq x \leq 1,25 \text{ вес. } \%$ .

### **Результаты диссертации опубликованы в следующих работах:**

#### **Публикации по теме диссертации в журналах из перечня ВАК.**

1. Урсуляк Н.Д., Меньшиков А.В., Белицкий А.В., Лабеецкий В.В., Налогин А.Г. Установка для спекания ферритов в регулируемой кислородной атмосфере, Электронная техника, Сер. Электроника СВЧ, вып. 5(341), 1982, с. 49-51.

2. Белицкий А.В., Налогин А.Г., Морозов С.В., Ипполитов В.М., Урсуляк Н.Д. Исследование процесса спекания феррогранатов в регулируемой газовой среде. Электронная техника, Сер. Электроника СВЧ, вып. 10 (358), 1983. – с. 59-63.

3. Семенов М.Г., Урсуляк Н.Д., Першина Л.К., Налогин А.Г., Федоров В.В., Серов Н.В., Бовть Н.В. Комплект ферритовых полосковых вентилях и циркуляторов высокого уровня мощности P-, L-, S-, C- и X-диапазонов. Электронная Техника, Сер. 1, СВЧ-Техника, 2013, вып.3 (518).-С. 245-249.

4. Налогин А.Г., Кузнецов И.С., Попов Р.Н., Совершенствование технологии изготовления поликристаллических ферритов для СВЧ - приборов. Электронная техника. Сер.1. СВЧ-Техника, вып. 3 (526), 2015 г. с 77-81.

5. Налогин А.Г., Семенов М.Г., Костишин В.Г, Иванов В.В., Семенов А.С, Бакланов А.В., Феррогранаты для подложек микрополосковых ферритовых приборов X-диапазона. Сер. 1. СВЧ-Техника, вып. 4 (531), 2016г. с 56-64.

6. Налогин А.Г, Семенов М.Г, Урсуляк Н.Д. Термостабильные ферриты для микрополосковых ферритовых приборов высокого уровня мощности. Сер.1.СВЧ-Техника, вып. 4 (531), 2016 г. с 65-71.

#### **Патенты и свидетельства**

7. Налогин А.Г., Прилепо В.М., Белицкий А.В., Урсуляк Н.Д. Способ изготовления феррогранатов. А.С. СССР. № 907936.Опубликовано 21.10.81 г.

8. Налогин А.Г., Белицкий А.В., Деркач Н.Е., Величко В.А., Урсуляк Н.Д. Способ изготовления феррогранатов. А.С. СССР № 1371771. Опубликовано 07.02.1988. Бюллетень № 5.

9. Налогин А.Г., Гипсман И.К. Устройство для измерения усадки порошковых материалов при спекании. А.С. СССР № 1222415. Опубликовано 07.04.1986 г., бюллетень № 13.

10. Налогин А.Г., Урсуляк Н.Д., Тихомиров В.Ф. Диск из алмазосодержащего материала для обработки материалов электронной техники и изделий из них. Патент на изобретение №2309118. Опубликовано 10.10.2007 г.

11. Налогин А.Г., Урсуляк Н.Д., Кузнецов И.С. Устройство для прессования порошковых материалов изделий электронной техники. Патент на изобретение №2604552. Опубликовано 17.11.2016 г.

12. Налогин А.Г., Урсуляк Н.Д., Першина Л.К. Способ изготовления изделий из ферритового материала для интегральных устройств СВЧ. Патент на изобретение №2420821. Опубликовано 10.06.2011 г.

### **Другие публикации по теме диссертации.**

13. Н.Д.Урсуляк, А.В. Белицкий, Н.Е.Деркач, В.М. Прилепо, В.С. Морозов, Налогин А.Г. Оптимизация процессов изготовления ферритовых материалов для подложек ГИС. Тезисы докладов конференций. Ферритовые СВЧ приборы и материалы, Т.1,1982 с 39.

14. Налогин А.Г., Семенов М.Г., Урсуляк Н.Д., Кузнецов И.С. Термостабильные никелевые ферриты для микрополосковых ферритовых приборов высокого уровня мощности. XXII международная конференция. Электромагнитное поле и материалы. 2014 г, С423-429.

15. Семенов М.Г., Ушаткин Е.Ф., Белицкий А.В., Налогин А.Г. Частотный метод определения показателя преломления и тангенса угла суммарных потерь ферритовых материалов в миллиметровом диапазоне. XXII международная конференция. Электромагнитное поле и материалы. 2014 г, С 430-435.

16. Урсуляк Н.Д., Налогин А.К., Костишин В.Г., Комлев А.С. Получение в атмосфере кислорода и свойства поликристаллов ЖИГ для микрополосковых СВЧ-приборов. Тезисы докладов Шестой международной конференции «Кристаллофизика и деформационное поведение перспективных материалов», посвященной 90-летию со дня рождения проф. Ю.А. Скакова. М: МИСиС, 26-28 мая 2015 г.

17. Кузнецов И.С, Матяш М.В., Паштыков В.В., Семенов М.Г., Налогин А.Г. Микрополосковые СВЧ-приборы для субмодулей АФАР: материалы, технологии, параметры. Тезисы докладов IV Научно-технической конференции молодых ученых и специалистов ОАО «НПП «Исток» им. Шокина» 27-28 мая 2014 г.

18. Семенов М.Г., Урсуляк Н.Д., Першина Л.К., Налогин А.Г.. Миниатюрные ферритовые полосковые циркуляторы и вентили высокого уровня мощности. Тезисы докладов научно-технической конференции ОАО «НПП»Исток» им. Шокина» 13-14 мая 2014 г.

19. Налогин А.Г., Костишин В.Г., Иванов В.В., Урсуляк Н.Д., Семенов М.Г, Комлев А.С., Попов Р.Н. Инновационные технологии получения поликристаллических феррогранатов для подложек микрополосковых ферритовых приборов X-диапазона длин волн. Материалы научно-технической конференции «СВЧ электроника-2016», 18-19 мая 2016 г., г. Фрязино Моск. обл.

20. Подложки для микросхем с повышенной плотностью. Технические условия ТСО.737.022 ТУ