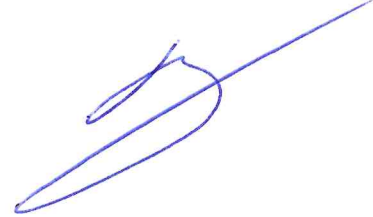


На правах рукописи



КОЛОМИН ВИТАЛИЙ МИХАЙЛОВИЧ

УДК. 666.3, 666.65

**ВЫСОКОДОБРОТНЫЕ РЕЗОНАТОРЫ В СИСТЕМЕ ОКСИДОВ
ВА-MG-ТА ДЛЯ ТВЕРДОТЕЛЬНЫХ АВТОГЕНЕРАТОРОВ
И ФИЛЬТРОВ СВЧ**

*2.2.2. Электронная компонентная база микро- и наноэлектроники,
квантовых устройств*

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Фрязино, 2025

Работа выполнена в Акционерном обществе «Научно-производственное предприятие «Исток» имени А.И. Шокина»

Научный руководитель: **Панас Андрей Иванович**,
доктор физико-математических наук, заместитель
директора по научной работе АО «НПП «Исток»
им. Шокина», г. Фрязино.

Официальные
оппоненты: **Лексиков Андрей Александрович**,
доктор технических наук, ведущий научный
сотрудник, Институт физики им. Л.В. Киренского
Сибирского отделения Российской академии наук,
г. Красноярск

Обухов Илья Андреевич,
доктор физико-математических наук, технический
директор, Акционерное общество «Научно-
производственное предприятие «Радиотехника»,
г. Москва

Ведущая организация: Акционерное общество **«Научно-
исследовательский институт «Феррит-Домен»**
(АО «НИИ «Феррит-Домен»), г. Санкт-Петербург

Защита состоится 29 мая 2025 г. в 14:00 часов на заседании
диссертационного совета 74.1.008.01 на базе АО «НПП «Исток» им. Шокина»
по адресу: 141190, Московская область, г. Фрязино, Вокзальная, д. 2а.
Большой конференц-зал.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке АО «НПП «Исток»
им. Шокина» и на сайте <https://istokmw.ru/dissertation-council/dissertants/>.

Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью
организации, отправлять по адресу: 141190, Московская обл., г. Фрязино,
Вокзальная ул., д. 2а, на имя учёного секретаря Куликовой Ирины
Владимировны (dissovet@istokmw.ru).

Автореферат разослан – 31 марта 2025 г.

Учёный секретарь
диссертационного совета,
кандидат технических наук

Куликова И.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Совершенствование радиолокационных систем (РЛС), необходимость решения задач связанных с локацией целей на малых углах над горизонтом в условиях активных помех и мешающих отражений от поверхности земли повышают требования к качеству сигналов передатчиков. Поэтому твердотельные СВЧ автогенераторы и фильтры с диэлектрическими резонаторами активно исследуются, разрабатываются и используются в РЛС. Особый практический интерес к этому классу устройств обусловлен реализуемыми возможностями существенного улучшения стабильности частоты генерируемых сигналов и уменьшения уровня фазовых шумов. Важнейшим элементом твердотельной техники СВЧ-диапазона, который позволяет реализовать высокую стабильность частоты сигнала и низкий уровень шумов, стали высокодобротные диэлектрические резонаторы (ДР). Использование диэлектрических резонаторов в твердотельной технике СВЧ-диапазона в качестве колебательной системы (пассивного стабилизирующего элемента) позволяет улучшить характеристики изделия, поэтому ДР интенсивно исследуются и разрабатываются.

Исследование, создание и производство ДР в АО «НПП «Исток» им. Шокина» активно развивается. Создан комплекс резонаторных термостабильных керамических материалов на основе оксидов Ti-Zr-Sn-La (ЦТО), на основе оксидов Ba-Zn-Zr-Ta-Nd (БЦНТ) и на основе оксидов Ba-Sm-Ti-Sr-Nd (БСТ), а также организовано их производство. ДР из материалов ЦТО с диэлектрической проницаемостью (ϵ) $\sim 38-42$, БЦНТ ($\epsilon \sim 28-32$) и БСТ ($\epsilon \sim 75-80$) используются в твердотельных приборах СВЧ, таких как автогенераторы, фильтры, комплексированные устройства, которые работают в частотном диапазоне от 3,5 до 18 ГГц. Пластины из материала БСТ с металлизационным покрытием используют в качестве согласующих устройств применяемых в СВЧ технике. Разработанные, в АО «НПП «Исток» им. Шокина», типы ДР имеют заданный уровень температурного коэффициента частоты (ТКЧ), добротности (Q), рабочий частотный диапазон от 2,5 до 20 ГГц и соответствуют мировому уровню (фирмы «Murata», «Temex Ceramics», «TransTech», INC).

Для обеспечения требований нового поколения твердотельных СВЧ автогенераторов и фильтров необходимы ДР на основе специальных керамических диэлектриков - материалов со структурой перовскита, которые удовлетворительно себя зарекомендовали для этих целей. Материалы сложных перовскитов $A^{2+}(B'_{1/3}B''_{2/3})O_3$ основываются на сложных многокомпонентных системах оксидов металлов. Одним из таких материалов является система из компонентов оксидов Ba-Mg-Ta (БМТ), отвечающая

формуле $\text{Ba}(\text{Mg}_{1/3}\text{Ta}_{2/3})\text{O}_3$, которая имеет значение диэлектрической проницаемости $\varepsilon \sim 24$. Ведущие мировые компании в Японии (Murata), Франции (Temex Ceramics), США (Trans-Tech, Inc.) производят ДР в системе оксидов Ва-Мг-Ta с добротностью не менее 20000.

В России диэлектрические резонаторы с высокой добротностью не выпускаются, что является проблемой для отечественных разработчиков твердотельных СВЧ автогенераторов и фильтров. Кроме того, ДР с высокой добротностью требуются отечественным разработчикам твердотельной СВЧ-техники для использования на частотах до 40 ГГц. Учитывая имеющихся ограничений на поставку иностранной элементной компонентой базы, практический интерес представляет создание отечественных диэлектрических резонаторов с добротностью не менее 20000.

Для достижения высокой добротности диэлектрических резонаторов используются передовые технологические процессы. Однако, исследования, представленные в зарубежных научно-технических публикациях, имеют фрагментарные данные о технологических процессах изготовления ДР с высокой добротностью. Отсутствует также целостное понимание процессов формирования структуры материала в системе оксидов Ва-Мг-Ta.

Согласно документу «Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» сообщается, что уже понятны перспективы новых образцов следующих поколений изделий ВВСТ, продукции гражданского и двойного назначения, но их создание невозможно без новых материалов и технологических решений. При этом, многолетняя отечественная и зарубежная практика показывает, что большинство инновационных разработок в ведущих областях промышленности и секторах экономики базируется на внедрении новых материалов и технологий их производства.

Таким образом, актуальными являются исследования научных и технологических основ стабильного процесса получения отечественных диэлектрических резонаторов с высокой добротностью на основе материала в системе оксидов Ва-Мг-Ta, а также расширение частотного диапазона ДР до 40 ГГц. Применение ДР с добротностью не менее 20000 обеспечат улучшение характеристик твердотельных СВЧ автогенераторов и фильтров, что является важной и актуальной задачей современной СВЧ-техники РФ.

Цель работы – исследовать условия создания отечественных диэлектрических резонаторов с добротностью не менее 20000 на основе материала в системе оксидов Ва-Мг-Ta с высоким процентом выхода годных, с возможностью обеспечения резонансной частоты до 40 ГГц для улучшения характеристик твердотельных автогенераторов и фильтров СВЧ диапазона.

Постановка задачи – для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Провести аналитический обзор результатов предшествующих научных исследований в области диэлектрических резонаторов на основе материала в системе оксидов Ва-Mg-Ta.

2. Исследовать влияние модификаторов на образование основной и промежуточных фаз материала в системе оксидов Ва-Mg-Ta для достижения добротности не менее 20000.

3. Исследовать технологический процесс изготовления диэлектрических резонаторов с добротностью не менее 20000 с высоким процентом выхода годных.

4. Исследовать технологический процесс изготовления миниатюрных ДР для обеспечения возможности регулирования частоты до 40 ГГц диэлектрических резонаторов на основе материала в системе оксидов Ва-Mg-Ta.

5. Применить диэлектрические резонаторы с высокой добротностью в твердотельных автогенераторе и фильтре СВЧ диапазона и определить улучшение их характеристик.

6. Разработать метод измерения температурного коэффициента частоты (ТКЧ) диэлектрических резонаторов с высокой производительностью.

Объектом исследования служат диэлектрические резонаторы на основе материала в системе оксидов Ва-Mg-Ta.

Предметом исследования являются технологические процессы изготовления отечественных диэлектрических резонаторов с добротностью не менее 20000 в системе оксидов Ва-Mg-Ta для улучшения характеристик изделий электронной техники СВЧ диапазона.

Научная новизна. В диссертации впервые получены следующие результаты:

1. Экспериментально установлено, что введение в систему оксидов Ва-Mg-Ta модификатора Ni_2O_3 сверх стехиометрии в концентрации 0,5...1% обеспечивает добротность ДР не менее 20000 (на частоте 10 ГГц) после спекания за счет образования основной фазы $Va(Mg_{1/3}Ta_{2/3})O_3$ и исключения образования промежуточных фаз.

2. Предложен и реализован оригинальный технологический процесс двухстадийного формования диэлектрических резонаторов на основе материала в системе оксидов Ва-Mg-Ta со средним гранулометрическим составом $3,2 \pm 0,3$ мкм, который заключается в одноосном прессовании с удельным давлением 30...40 МПа и последующем гидростатическом прессовании с удельным давлением 150...180 МПа, что обеспечивает

сокращение времени спекания с 80 ч до 30 ч при температуре 1600 °С и двукратно повышает выход годных ДР с добротностью не менее 20000.

3. Предложен и реализован технологический процесс двухстадийного формования заготовок ДР в форме цилиндрического стержня из материала в системе оксидов Ва-Mg-Ta и спеканием при температуре 1600 °С, что позволяет обрабатывать бесцентровым шлифованием заготовку ДР до диаметра величиной от 1,1 до 3 мм с резкой алмазным диском на миниатюрные резонаторы высотой от 0,5 до 2 мм, обеспечивая рабочие резонансные частоты ДР в диапазоне от 30 до 40 ГГц.

4. Предложен и реализован оригинальный метод группового нагрева ДР для последующего измерения ТКЧ, который обеспечивает увеличение производительности в 6,5 раз с сохранением точности за счет центрующих элементов в измерительной камере.

Научные положения, выносимые на защиту:

1. Введение в систему оксидов Ва-Mg-Ta сверх стехиометрии модификатора Ni_2O_3 в концентрации 0,5...1% обеспечивает добротность диэлектрических резонаторов не менее 20000.

2. Двухстадийный процесс формования ДР, включающий одноосное прессование с последующим гидростатическим уплотнением материала в системе оксидов Ва-Mg-Ta со средним размером частиц шихты $3,2 \pm 0,3$ мкм, обеспечивает сокращение времени спекания при температуре 1600 °С, в $2,5 \div 2,7$ раза и двукратно повышает выход годных ДР с добротностью 20 000.

3. Двухстадийный процесс формования заготовок ДР из материала в системе оксидов Ва-Mg-Ta в форме цилиндрического стержня, спекания при температуре 1600 °С, бесцентрового шлифования до диаметра 1,1 – 3,0 мм и резки стержня на диски высотой от 0,5 до 2 мм обеспечивает создание миниатюрных диэлектрических резонаторов с частотой 30 - 40 ГГц.

Достоверность научных результатов. Полученные результаты исследования не противоречат экспериментальным данным предшествующих исследований в области создания диэлектрических резонаторов. В ходе работы использовались общепринятые эмпирические методы исследования диэлектрических резонаторов. Большая часть экспериментальных данных обсуждалась автором на тематических научных конференциях российского и международного уровней. Результаты работы опубликованы в научных изданиях, рецензируемых ВАК. Метрологическое обеспечение, а именно измерительное оборудование и стенды, использованное для практических исследований в диссертации, поверено и имеет сертификаты соответствия и паспорта, а также внесено в ГосРеест.

Практическая ценность работы.

1. Предложенный модификатор Ni_2O_3 вводимый в систему оксидов Ва-Мg-Та обеспечивает стабильную величину добротности диэлектрических резонаторов 20000. На основании достигнутых результатов разработаны и утверждены технические условия ТУ 20.59.59.900–001–07622667-2023 на отечественный материал в системе оксидов Ва-Мg-Та.

2. Предложенный двухстадийный процесс формования заготовок ДР, обеспечивающий сокращение времени выдержки при термической обработке, может быть реализован при изготовлении других типов диэлектрических резонаторов.

3. Предложенный технологический процесс двухстадийного формования заготовок ДР в форме цилиндрического стержня позволяет реализовать механическую обработку до значений диаметра 1,1 мм и последующую резку алмазным отрезным диском по высоте до 0,5 мм, что обеспечивает создание миниатюрных диэлектрических резонаторов с частотой 30 - 40 ГГц. Одновременно с этим сокращается трудоемкость операции механической обработки ДР в 2,3 раза.

4. С помощью оригинального метода группового нагрева ДР реализовано устройство для измерения ТКЧ. Для обеспечения точности измерений в измерительную камеру устанавливаются центрующие элементы за счет чего достигается высокая точность позиционирования ДР относительно центра камеры. Использование оригинального метода группового нагрева ДР позволило увеличить производительность измерения ТКЧ в 6,5 раз по сравнению с аналогичными устройствами.

5. Благодаря применению ДР с большей добротностью из материала в системе оксидов Ва-Мg-Та улучшены характеристики твердотельных автогенератора и фильтра СВЧ.

Реализация и внедрение.

Результаты диссертационного исследования использованы в научно-исследовательской работе (НИР) «Фундамент» по созданию технологии изготовления диэлектрических резонаторов с высокой добротностью, проводимой в АО «НПП «Исток» им. Шокина». Диэлектрические резонаторы с высокой добротностью использовались в ОКР «Луна» и ОКР «Заря» по разработке твердотельных СВЧ автогенератора и фильтра. Материалы диссертации используются в образовательной программе филиала РТУ МИРЭА, г. Фрязино, что подтверждается соответствующим актом внедрения. Технологические процессы изготовления диэлектрических резонаторов успешно внедрены в производство АО «НПП «Исток» им. Шокина», что подтверждается соответствующим актом внедрения.

Апробация работы. Основные результаты диссертационного исследования докладывались и обсуждались на следующих конференциях: Международная Крымская конференция «СВЧ-техника и телекоммуникационные технологии» (г. Севастополь 2023г.); Международная научно-практическая конференция «Мировая наука: новые векторы и ориентиры» (Ростов-на-Дону, 2022 г.); Международная научно-практическая конференция «Современные мировые научные достижения в контексте глобальных вызовов» (Краснодар, 2024 г.); Всероссийская научно-техническая конференция «Электроника и микроэлектроника СВЧ» (Санкт-Петербург, 2017, 2018 гг.); Всероссийская научная конференция с международным участием «Третий байкальский материаловедческий форум» (Улан-Удэ и оз. Байкал, Горячинск, 2018 г.); Всероссийская научно-практическая конференция «Современные проблемы проектирования, производства и эксплуатации радиотехнических систем» (Ульяновск, 2019 г.); Научно-практическая конференция «Молодежные научно-инновационные проекты Московской области», (Черноголовка, 2019 г.), Научно-техническая конференция АО «НПП «Исток» им. Шокина» «СВЧ-электроника» (Фрязино, 2016, 2018, 2023 гг.), Научно-техническая конференция молодых ученых и специалистов АО «НПП «Исток» им. Шокина» (Фрязино, 2016, 2017, 2018, 2019, 2020, 2021, 2022 гг.).

Публикации. По результатам проведенных исследований опубликованы 8 статей в рецензируемых журналах из Перечня ВАК, получено 2 патента РФ, сделано 18 докладов на научно-технических конференциях с публикациями статей в материалах конференций и опубликовано одно учебное пособие.

Личный вклад автора. Все результаты, представленные в диссертационном исследовании, получены автором лично либо при его непосредственном участии.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, заключения и списка использованных источников. Общий объем диссертации составляет 160 страниц машинописного текста, включая 74 рисунка и графика, 26 таблиц и список литературы из 124 наименований.

СОДЕРЖАНИЕ И ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность работы, отмечены современные тенденции развития электронной компонентной базы для твердотельной техники СВЧ диапазона. Обоснован выбор направления исследований, определены цели и задачи исследований, показана актуальность темы диссертационной работы.

В первой главе на основе литературных данных представлен обзор и анализ выпускаемых в мире диэлектрических резонаторов с добротностью не менее 20000 на $F_0 \sim 10$ ГГц. Для достижения высоких значений добротности производители используют материал в системе оксидов Ва-Mg-Ta с модификаторами, точный химический состав которых не указывается. В таблице 1 отражены основные параметры диэлектрических резонаторов с высокой добротностью разных производителей.

Таблица 1

Производители ДР	«Murata», Япония	«EXXELIA TEMEX», Франция	Trans-Tech Ceramics and Advanced Materials», США
Параметры ДР			
Название материала	Е-серия	E7000	D/C35
Диэлектрическая проницаемость, ϵ	23-25	24	33,5-35,5
Добротность	20 тыс. на 10 ГГц	23 тыс. на 10 ГГц	38 тыс. на 2 ГГц
ТКЧ, $10^{-6} 1/^\circ\text{C}$	от 0 до +4	от 0 до +6	от -3 до +6

Выполненный анализ показал, что для достижения высоких значений добротности необходима основная фаза $\text{Ba}(\text{Mg}_{1/3}\text{Ta}_{2/3})\text{O}_3$ без промежуточных фаз. По итогу обзора литературных источников определено, что необходимо достичь размер зерна материала в пределах от 2 до 6 микрон после термической обработки, так как доля границ зерен будет мала, что положительно скажется на добротности. Одновременно с этим требуется достичь плотности керамики близкой к теоретической ($7,5 \text{ г/см}^3$), что означает малое количество пор и возникающих в них потерь.

Во второй главе приведена информация о используемых методиках измерений характеристик исходных компонентов, а также структуры материала в системе оксидов Ва-Mg-Ta и электрических параметров ДР.

В третьей главе представлены экспериментальные исследования и анализ характеристик исходных компонентов для создания материала в системе оксидов Ва-Mg-Ta. При помощи гранулометрического анализа, рентгенофазового анализа и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDS) проведены исследования исходных компонентов и материала в системе оксидов Ва-Mg-Ta. Проведено исследование влияния модификаторов на образование основной $\text{Ba}(\text{Mg}_{1/3}\text{Ta}_{2/3})\text{O}_3$ и промежуточных фаз.

Установлено, что сложность образования только основной фазы $\text{Ba}(\text{Mg}_{1/3}\text{Ta}_{2/3})\text{O}_3$ заключается в том, что промежуточные (примесные) фазы образуются при температуре 1000°C и стабильны при высоких температурах (выше 1400°C), а температура образования основной фазы на 100°C выше.

Миновать температуру 1000 °С при нагреве невозможно, поэтому исходя из известных химических реакций взаимодействия оксидов Ва-Mg-Ta промежуточные фазы обязательно будут образовываться.

Для направления химических реакций, при взаимодействии оксидов Ва-Mg-Ta, по пути образования только основной фазы используют модификаторы, вводимые в основной состав. Проведена серия экспериментов по исследованию влияния модификаторов известных из научно-технической литературы на добротность ДР рис.1.

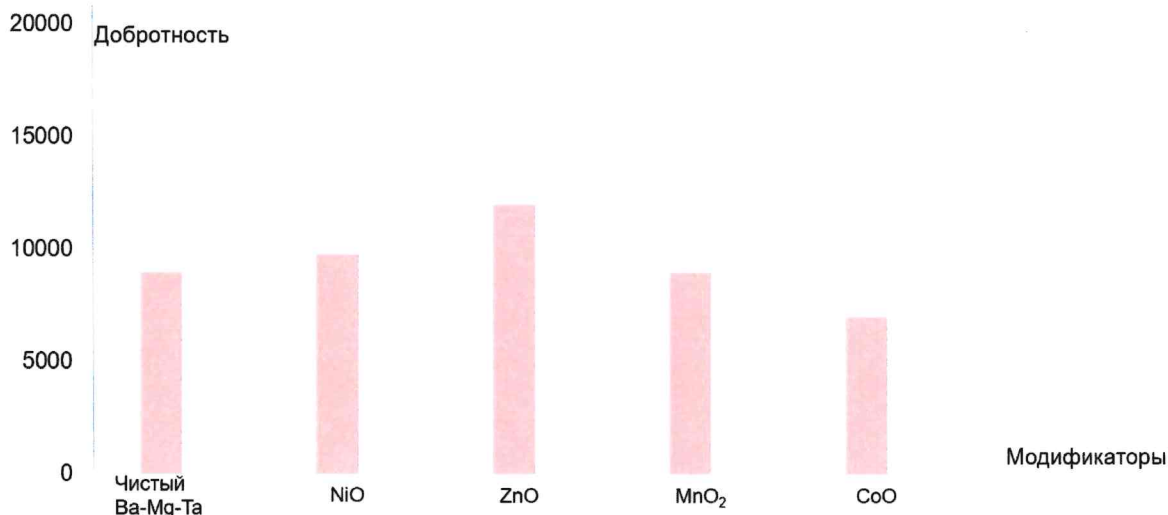


Рис. 1 Влияние модификаторов оксидов Ni, Zn, Mn, Co на величину добротности ДР в системе оксидов Ва-Mg-Ta.

Разница в результатах проведенных экспериментов и результатов, указанных в публикациях связан с качеством исходных компонентов: природой их происхождения, морфологии частиц, классом чистоты реагентов, которые значительно отличаются от отечественных компонентов, а также в методах измерений добротности ДР. В связи с этим выдвинута гипотеза о использовании модификатора Ni_2O_3 , который при температуре 600 °С разлагается на NiO и O_2 . Выделяемый O_2 будет способствовать более быстрому разложению $BaCO_3$ при температуре 800 °С и последующему формированию переходной фазы $Ba_3Ta_2O_8$, что исключит образование промежуточных фаз до достижения температуры 1000°С.

Гипотеза подтверждена экспериментом рис. 2. Установлено, что модификатор Ni_2O_3 обеспечивает добротность не менее 20000 диэлектрических резонаторов из материала в системе оксидов Ва-Mg-Ta.

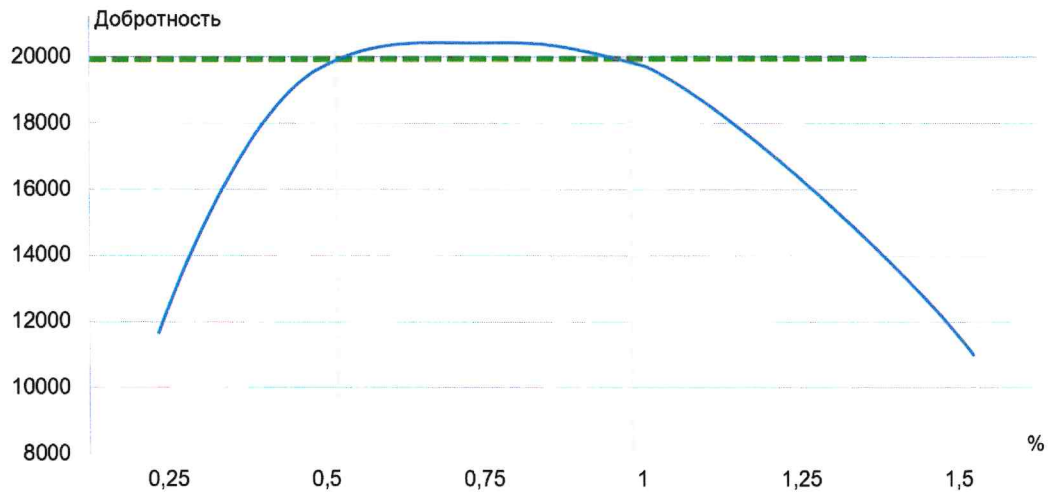


Рис. 2. Экспериментальная зависимость добротности диэлектрического резонатора из материала в системе оксидов Ва-Мг-Та от концентрации Ni_2O_3 .

При введении в систему оксидов Ва-Мг-Та модификатора Ni_2O_3 в концентрации от 0,5 до 1 % обеспечивается добротность не менее 20000. Существует закономерность в образовании промежуточных фаз в зависимости от концентрации модификатора рис.3.

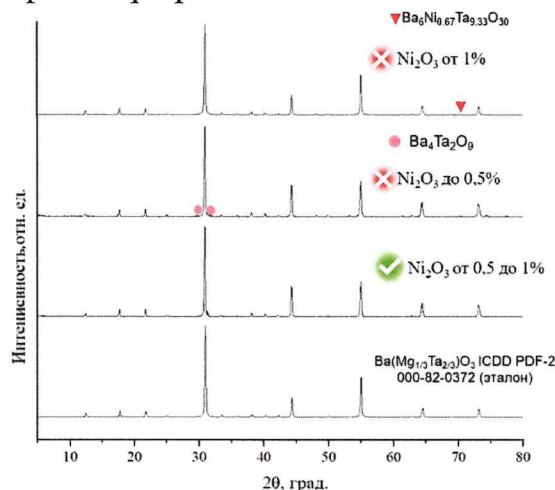


Рис. 3. Влияние концентрации модификатора Ni_2O_3 на образование основной и промежуточных фаз в системе оксидов Ва-Мг-Та.

При введении в материал в системе оксидов Ва-Мг-Та модификатора Ni_2O_3 более 1% нарушается стехиометрия и образуется примесная фаза танталата никеля $\text{Ba}_6\text{Ni}_{0,67}\text{Ta}_{9,33}\text{O}_{30}$, а при введении менее 0,5% образуется примесная фаза танталата бария $\text{Ba}_4\text{Ta}_2\text{O}_9$. Примесные фазы отрицательно влияют на добротность. Следует использовать концентрацию модификатора Ni_2O_3 от 0,5 до 1 %.

В четвертой главе экспериментально исследуются причины низкого процента выхода годных ДР по критерию качества добротность не менее 20000; представлены экспериментальные результаты влияния гранулометрического состава и температуры спекания на плотность материала в системе оксидов Ва-Мг-Та; исследуется технологический процесс двухстадийного формования заготовок ДР для сокращения времени спекания; предложен технологический процесс формования заготовок ДР в форме

цилиндрического стержня для обеспечения условий последующей механической обработки и создания миниатюрных ДР с частотой до 40 ГГц; описан оригинальный метод группового измерения температурного коэффициента частоты диэлектрического резонатора.

Создание условий для образования основной фазы $\text{Ba}(\text{Mg}_{1/3}\text{Ta}_{2/3})\text{O}_3$, без промежуточных фаз обеспечило достижение добротности ДР не менее 20000, но выход годных составлял не более 30%. Установлено, что достижение плотности материала в системе оксидов Ва-Мг-Та близкой к теоретической плотности материала равной $7,5 \text{ г/см}^3$ увеличит выход годных по критерию добротность ДР не менее 20000. Для достижения высокой плотности материала в системе оксидов Ва-Мг-Та проведены исследования его гранулометрического состава. На рис. 4 представлены результаты исследования экспериментальной зависимости гранулометрического состава материала от времени и вида помола исходных компонентов.

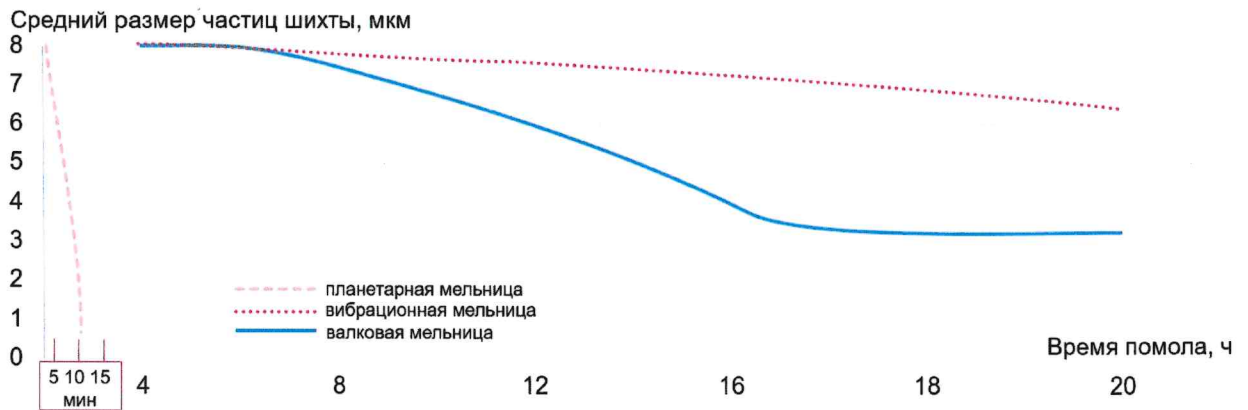


Рис. 4. Зависимость размера частиц шихты от способа и времени помола.

Технологический процесс помола на планетарной мельнице обладает высокой интенсивностью. Помол на вибрационной мельнице обладает малой интенсивностью и способствует только перемешиванию исходных компонентов. Помол на валковой мельнице обеспечивает плавное и равномерное усреднение гранулометрического состава материала в системе оксидов Ва-Мг-Та.

Установлено, что помол на планетарной мельнице формирует частицы со средним размером 1 мкм, которые в процессе добавления временного технологического связующего будут образовывать крупные конгломераты. Крупные конгломераты из отдельных мелких частиц обладают низкой реакционной способностью при спекании, что приведет к низкой плотности материала в системе оксидов Ва-Мг-Та. Грубый гранулометрический состав (размер частиц 6 мкм) полученный после помола на вибрационной мельнице не обеспечит высокие значения плотности материала в системе оксидов Ва-Мг-Та из-за малой границы контакта между крупными частицами. Помол в

валковой мельнице обеспечил бимодальное распределение гранулометрического состава с двумя фракциями – 3 мкм и 1 мкм, что положительно скажется на плотности материала в системе оксидов Ва-Мг-Та при спекании. Фракция 1 мкм будет заполнять пустоты между более крупными частицами 3 мкм, тем самым создав условия для достижения теоретической плотности.

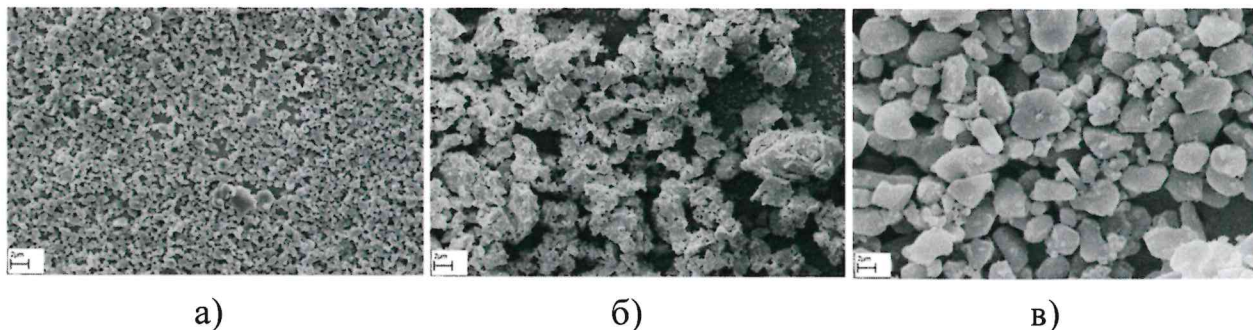


Рис. 5. Изображение структуры материала после технологического процесса помола: а) планетарная мельница, б) вибрационная мельница, в) валковая мельница. Изображения исходных компонентов после помола на разных типах мельниц, полученные с помощью СЭМ типа JEOL JSM 6390. Увеличение – 8 КХ.

Проведено исследование влияния гранулометрического состава и температуры спекания на плотность материала в системе оксидов Ва-Мг-Та. Как видно из рис.5 температуры 1550 °С недостаточно для формирования плотной структуры керамики вне зависимости от вида помола и гранулометрического состава. При температуре обжига 1600 °С и помоле на валковой мельнице плотность керамики близка к теоретической, как и при температуре 1650 °С.

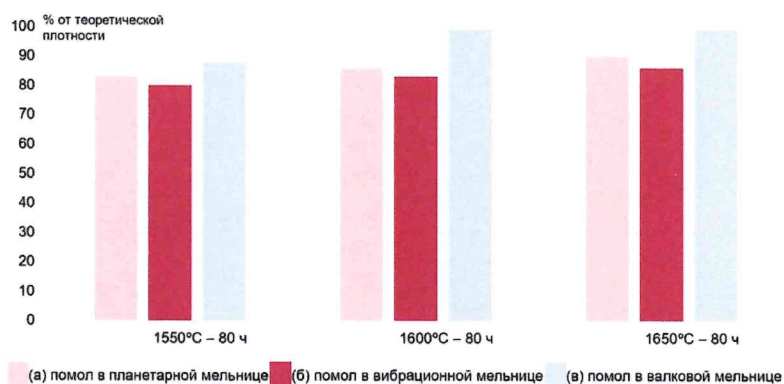


Рис. 6. Исследование влияния гранулометрического состава и температуры спекания на плотность материала в системе оксидов Ва-Мг-Та.

При этом плотность близкая к теоретической плотности достигается при времени выдержки 80 часов, что является причиной низкого процента выхода годных по критерию качества добротность не менее 20000. Время выдержки 80 часов достигается за несколько циклов термической обработки, поэтому

необходимо провести исследования по предварительному уплотнению заготовок ДР перед термической обработкой.

Предложен оригинальный способ формования ДР, который заключается в приготовлении керамического материала, приготовления прессопорошка путем смешивания шихты со связкой, предварительного формирования заготовки ДР в форме цилиндра из пресспорошка методом одноосного прессования, а затем гидростатического уплотнения заготовки ДР.

Определен интервал давления гидростатического прессования заготовок ДР для их предварительного уплотнения перед термической обработкой рис. 7.

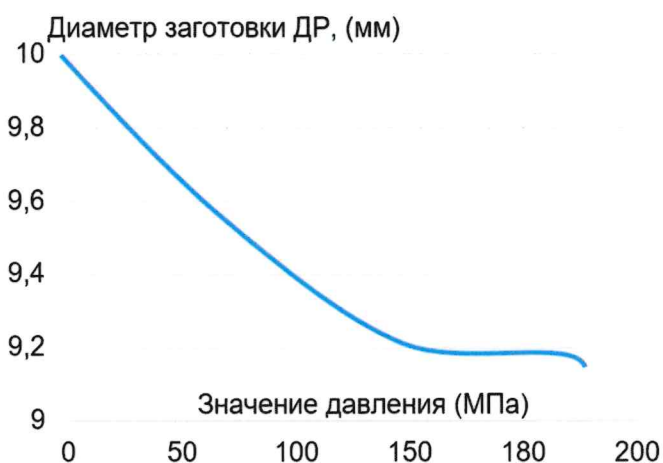


Рис. 7. Исследование влияния усилия давления гидростатического прессования на диаметр заготовки ДР.

Усилие давления гидростатического прессования заготовок ДР в пределах от 150 до 180 МПа обеспечивает уменьшение диаметра заготовки ДР на 8%. При усилении давления более 180 МПа происходит уплотнение за счет деформации и разрушения частиц материала, что отрицательно влияет на последующее спекание.

Эффективность двухстадийного уплотнения диэлектрических резонаторов перед спеканием подтверждает исследование влияния способа формования и режима термической обработки на добротность диэлектрических резонаторов рис.8.

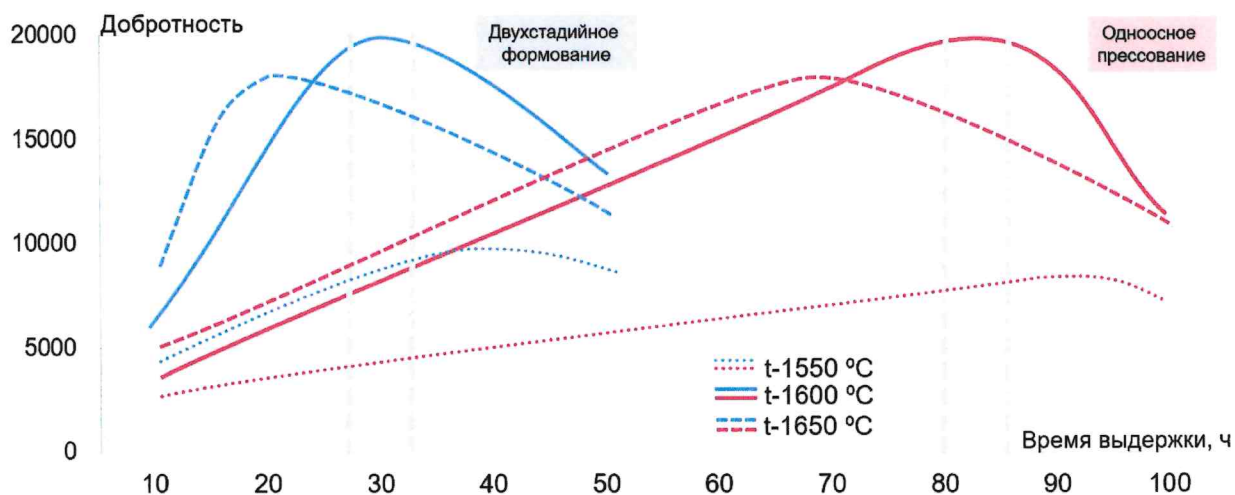


Рис. 8. Исследование влияния метода формования на режим термической обработки и добротность диэлектрических резонаторов из материала в системе оксидов Ва-Mg-Ta.

Температура спекания 1600 °C и двухстадийный процесс уплотнения заготовки ДР с бимодальным распределением гранулометрического состава с двумя фракциями – 3 мкм и 1 мкм обеспечило сокращение времени выдержки до 30 часов. Благодаря сокращению времени выдержки при спекании цикл термической обработки реализуется за одну стадию и зерна материала Ва-Mg-Ta формируют структуру с высокой плотностью с размером зерен в пределах от 2 до 6 мкм рис. 9.

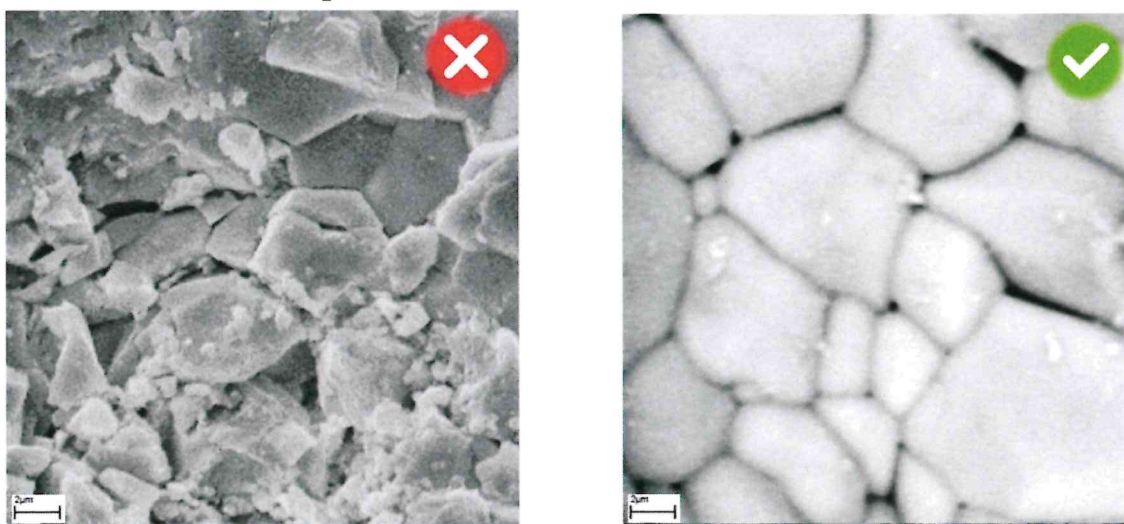


Рис. 9. Изображения структуры и размера зерна после спекания при разном способе формования заготовки ДР. Изображения структуры и размера зерна после спекания при разном способе формования заготовки ДР, полученные с помощью СЭМ типа JEOL JSM 6390. Увеличение – 12 КХ.

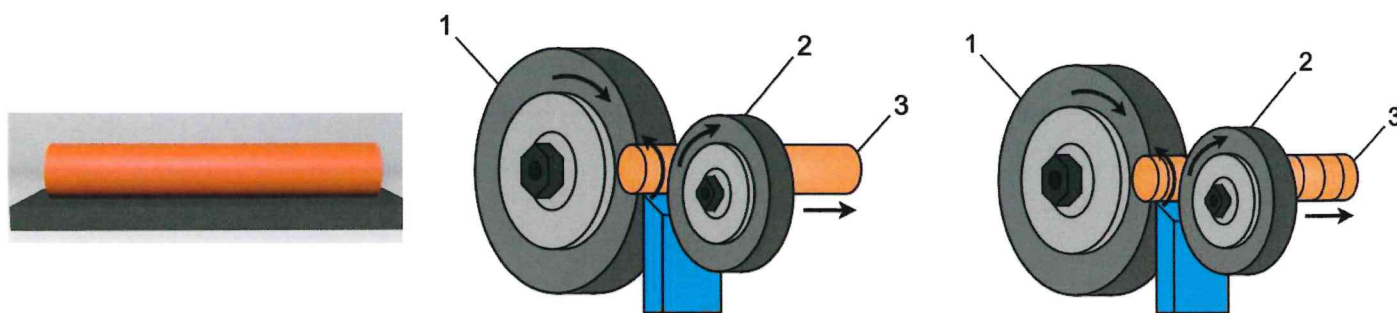
Проведено исследование и установлено, что благодаря структуре с высокой плотностью и размером зерен в пределах от 2 до 6 мкм двукратно повышается выход годных ДР по критерию качества добротность не менее 20000.

Задача снижения спектральной плотности мощности фазовых шумов (СПМФШ) твердотельных СВЧ автогенераторов остается актуальной и на частотах более 30 ГГц. Как известно, одним из способов снижения СПМФШ автогенераторов является применение высокочастотных резонаторов. Однако существует проблема изготовления ДР на частоты выше 30 ГГц, которая заключается в том, что чем выше частота, тем меньше размер диэлектрического резонатора. Резонансная частота (f) ДР зависит от диэлектрической проницаемости (ϵ) и от объема (размера) резонатора (V) по формуле:

$$f = \frac{233}{\sqrt{\epsilon} * V^{1/3}}$$

Для того, чтобы обеспечить частоту 40 ГГц диаметр ДР будет составлять 1,5 мм, а высота 0,9 мм, согласно представленной формуле. Обеспечение таких размеров ДР является проблемой для механической обработки, что связано с особенностями подготовки заготовок ДР к механической обработке. Перед шлифованием по диаметру цилиндрические ДР склеивают между собой специальной клеющей смолой. При шлифовании клеевой шов между отдельными цилиндрическими ДР испытывает нагрузки от температуры механической обработки, воздействия охлаждающей жидкости и давления алмазного круга. Из-за малой области контакта между заготовками ДР клеевой шов не выдерживает оказываемую нагрузку при шлифовании до значения диаметра меньше 3 мм и заготовки ДР разъединяются между собой.

Для обеспечения рабочего частотного диапазона от 30 до 40 ГГц предложен технологический процесс формования заготовок ДР в форме цилиндрического стержня рис.10 (а). Предложенный технологический процесс изготовления миниатюрных ДР заключается в изготовлении заготовки ДР в форме цилиндрического стержня и его гидростатическом прессовании, что обеспечивает механическую обработку до величины диаметра ДР в диапазоне от 3,06 мм до 1,106 мм. Регулируя диаметр ДР и соблюдая соотношение диаметр-высота в пределах 1,5-2, возможно обеспечить резонансные частоты в диапазоне от 30 – 40 ГГц. Одновременно с этим сокращается трудоемкость в 2,3 раза: с 7,5 ч до 3,2 ч на механическую обработку заготовок ДР при расчете на 100 шт., так как исключаются операции склейки в столб рис.10 (в), расклейки и чистки от клея. Вместо трех операций выполняется одна операция – резка стержня алмазным отрезным диском на отдельные миниатюрные дисковые ДР после шлифовки по диаметру.



а) б) в)

Рис. 10 Механическая обработка заготовки ДР: а) заготовка ДР в виде стержня; б) бесцентровое шлифование: 1. – шлифующий круг; 2. – подающий круг; 3. – заготовка ДР в виде стержня; в) 1. – шлифующий круг; 2. – подающий круг; 3. – склеенные между собой заготовки ДР.

Предложенный технологический процесс формования заготовок ДР в форме цилиндрического стержня обеспечил механическую обработку и создание миниатюрных диэлектрических резонаторов с частотой 30 - 40 ГГц.

Ориентируясь на массовое производство проведено исследование по обеспечению высокой производительности измерений температурного коэффициента частоты ДР. Предложен оригинальный метод группового нагрева ДР рис.11 и последующего измерения ТКЧ, который обеспечил измерение до нескольких десятков ДР за один цикл за 50 минут.

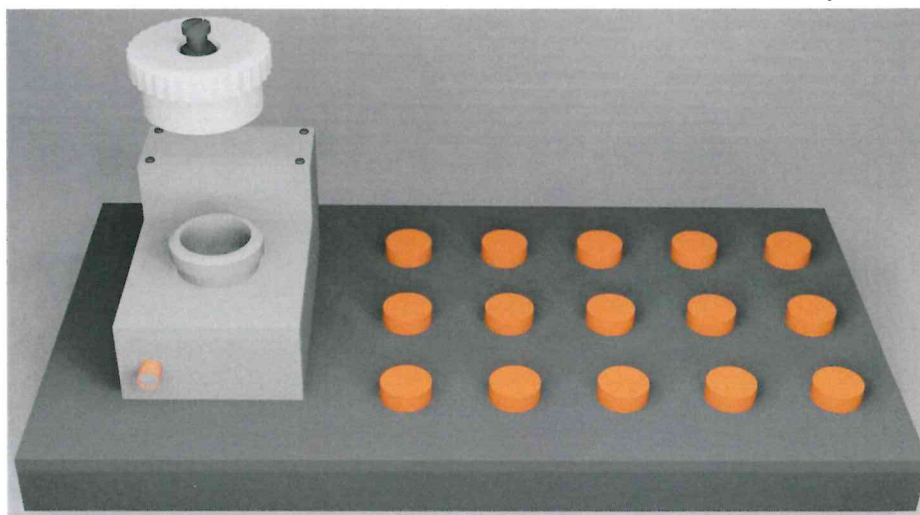


Рис. 11. Схематическое изображение метода группового нагрева ДР для измерения ТКЧ.

Ключевым моментом группового метода нагрева ДР для измерений ТКЧ является точность установки ДР в центр измерительной камеры для соблюдения точности измерений. Проведено исследование и предложена форма центрирующего элемента (ЦЭ), который устанавливается в измерительную камеру и обеспечивает необходимую точность измерений.

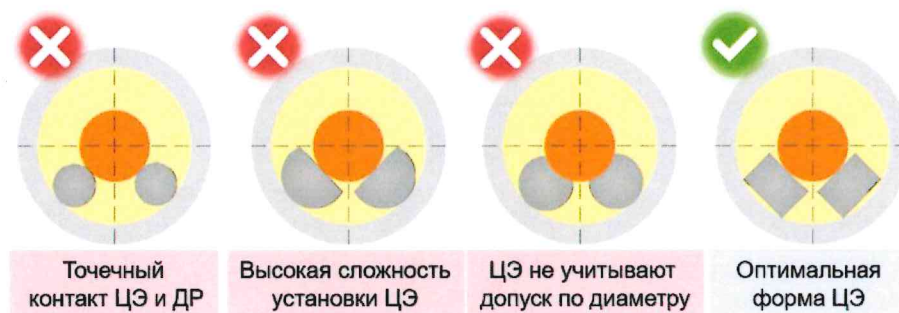


Рис. 12. Конструкция измерительной камеры для обеспечения точности при групповом методе нагрева и измерений ТКЧ ДР.

Показана возможность проведения измерений ТКЧ с производительностью в 6,5 раз большей по сравнению с аналогичными устройствами, для партии в количестве 10 шт. при сохранении точности измерений составляющую $\pm 12\%$. Уникальность разработанного устройства подтверждается патентом РФ на изобретение №2785077, опубликованный 02 декабря 2022 г.

В пятой главе рассмотрены перспективы использования ДР с высокой добротностью; представлены экспериментальные данные исследования влияния добротности ДР на основе материала в системе оксидов Ва-Мг-Та на характеристики твердотельных автогенератора и фильтра СВЧ.

Результаты экспериментальных исследований установили, что величина добротности ДР из материала в системе оксидов Ва-Мг-Та обеспечила уменьшение СПМФШ на 9 дБн/Гц в твердотельном автогенераторе СВЧ при отстройке от несущей частоты до 10 кГц по сравнению с ДР из другого материала.

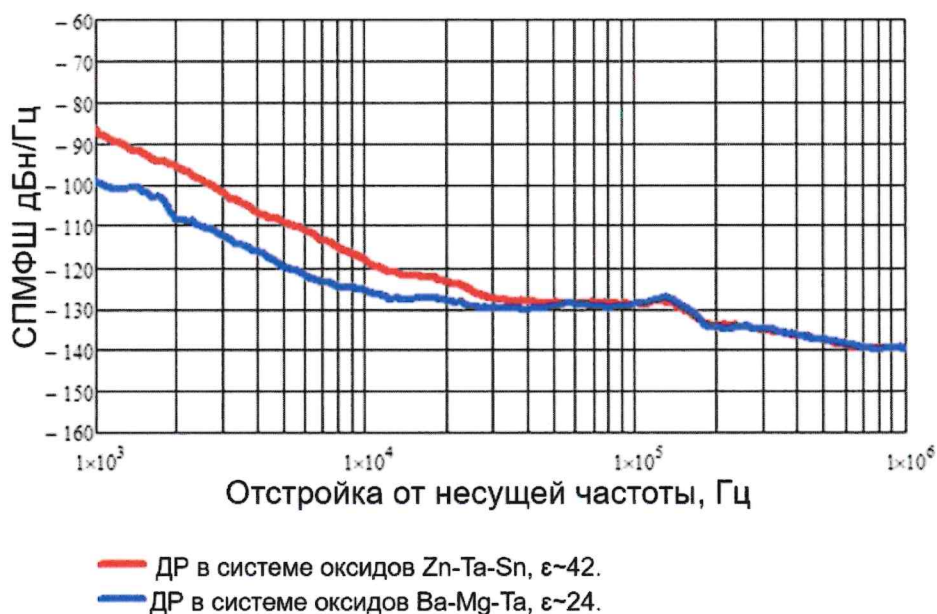


Рис. 13. Динамика изменения значений СПМФШ твердотельного автогенератора СВЧ при использовании ДР двух типов.

Таким образом представленные данные свидетельствуют о улучшении характеристик твердотельного автогенератора СВЧ с частотой 7 ГГц и мощностью 23 мВт.

Представлены результаты изменения характеристик твердотельного СВЧ фильтра при включении ДР из материала в системе оксидов Ва-Мg-Та в электрическую схему при помощи микрополосковой линии передачи, как показано на рис. 14 (а). Амплитудно-частотная характеристика (АЧХ) фильтра на частотах в диапазоне частот от 24,5 до 26,5 ГГц представлена на рис. 14 (б). Полоса пропускания фильтра составляет 137 МГц при максимальных потерях 2,3 дБ. Коэффициент прямоугольности составляет 0,36, усредненное значение крутизны скатов составляет 0,1 дБ/МГц.

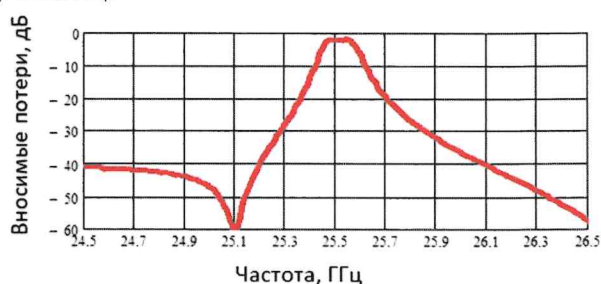
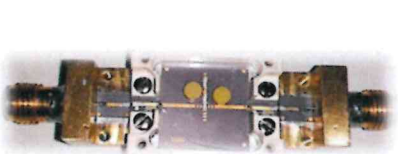


Рис. 14 (а) Внешний вид СВЧ фильтра. Рис. 14 (б) АЧХ СВЧ фильтра.

На выходе в спектре сигнала появляются паразитные гармоники. Твердотельный СВЧ фильтр, на основе диэлектрического резонатора, применяется для очистки спектра сигнала, при этом уровень подавления должен составить более 40 дБ. Для удовлетворения этого условия, фильтр должен иметь достаточно узкую полосу пропускания и большую крутизну частотной характеристики. Для решения этой задачи использовались свойства диэлектрического резонатора из материала в системе оксидов Ва-Мg-Та. Благодаря высокой добротности ДР обеспечивается необходимая крутизна АЧХ и узкая полоса пропускания.

На рис. 15 представлен результат применения диэлектрического резонатора из материала в системе оксидов Ва-Мg-Та в сравнении с другим ДР.

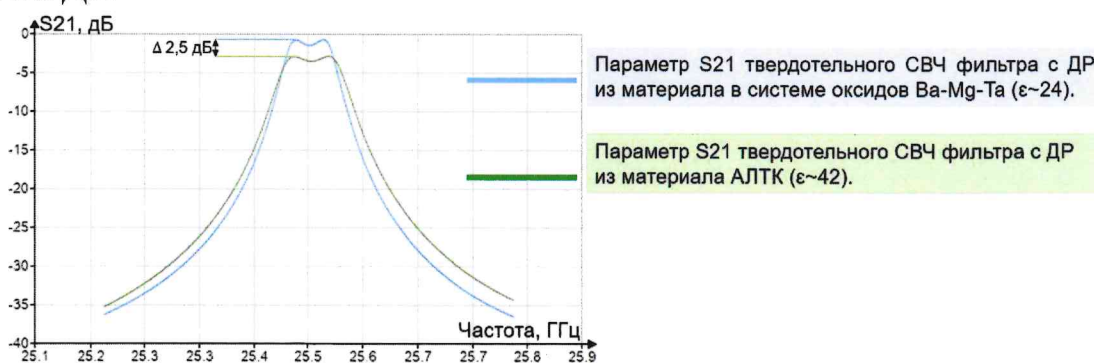


Рис. 15. Характеристика твердотельного СВЧ фильтра при использовании ДР двух типов.

Установлено, что благодаря большей добротности ДР из материала в системе оксидов Ва-Мg-Та потери твердотельного СВЧ фильтра уменьшились на 2,5 дБ в сравнении с ДР из другого материала. Полученный уровень потерь твердотельного СВЧ фильтра с ДР из материала в системе оксидов Ва-Мg-Та подтверждает актуальность проводимых работ.

В заключении представлены основные результаты:

На основе проведенного комплексного исследования в диссертационной работе достигнута поставленная научно-техническая цель по созданию диэлектрического резонатора с добротностью не менее 20000 на основе материала в системе оксидов Ва-Мg-Та, с высоким процентом выхода годных, с возможностью обеспечения резонансной частоты до 40 ГГц для улучшения характеристик твердотельных автогенераторов и фильтров СВЧ диапазона.

1) Проведен анализ существующих научных и технологических аспектов технологий изготовления керамического материала в системе оксидов Ва-Мg-Та и диэлектрических резонаторов на его основе с точки зрения роли этих процессов в формировании необходимой структуры резонатора для получения высоких значений добротности.

2) Установлено, что для достижения добротности не менее 20000 необходимо ввести в систему оксидов Ва-Мg-Та модификатор Ni_2O_3 сверхстехиометрии в концентрации 0,5...1%, что обеспечит получение основной фазы $Va(Mg_{1/3}Ta_{2/3})O_3$ и исключит образование промежуточных фаз.

3) Определено, что технологический процесс двухстадийного формования заготовок диэлектрических резонаторов на основе материала в системе оксидов Ва-Мg-Та со средним гранулометрическим составом $3,2 \pm 0,3$ мкм, заключающийся в одноосном прессовании с удельным давлением 30...40 МПа и последующим гидростатическим прессованием с удельным давлением 150...180 МПа, обеспечивает сокращение времени спекания с 80 ч до 30 ч при температуре выдержки 1600 °С и двукратно повышает выход годных ДР с добротностью не менее 20 000.

4) Выяснено, что технологический процесс изготовления ДР из материала в системе оксидов Ва-Мg-Та в форме цилиндрического стержня определенной геометрии, включающий гидростатическое прессование с удельным давлением 150...180 МПа и термическую обработку, с последующим бесцентровым шлифованием заготовки без разрушения до диаметра от 1,1 до 3 мм и резкой на миниатюрные резонаторы высотой от 0,5 до 2 мм, обеспечивает частоты ДР в диапазоне от 30 до 40 ГГц.

5) Продемонстрировано, что применение созданных ДР позволило улучшить характеристики твердотельного автогенератора СВЧ, а именно уменьшена СПМФШ на 9 дБн/Гц при отстройке от несущей частоты до 10 кГц.

Кроме этого, улучшены характеристики твердотельного фильтра СВЧ, а именно уменьшены потери на 2,5 дБ.

б) Предложен оригинальный метод группового нагрева ДР для измерения ТКЧ, который обеспечил увеличение производительности в 6,5 раз с сохранением точности измерения за счет применения центрующих элементов в измерительной камере.

СПИСОК ОСНОВНЫХ ПУБЛИКАЦИЙ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Публикации по теме диссертации в рецензируемых научных изданиях из перечня ВАК:

1. Коломин В.М. Совершенствование установки для измерения температурного коэффициента частоты диэлектрических резонаторов / Коломин В.М., Рыбкин В.Н., Иовдальский В.А., Карасёв Н.С., Смирнова А.А., Фомина Г.В. // Электронная техника, Сер. 1, СВЧ-техника. - 2022. - Вып. 1 (552). - С. 64-70.
2. Коломин В.М. Способ изготовления диэлектрических резонаторов / Коломин В.М., Рыбкин В.Н., Иовдальский В.А., Карасёв Н.С., Смирнова А.А., Фомина Г.В. // Электронная техника, Сер. 1, СВЧ-техника. - 2022. - Вып. 4 (555). - С. 23-30.
3. Коломин В.М. Улучшение характеристик фильтров на основе диэлектрических резонаторов из материала БМТ / Коломин В.М., Филиппов И.В., Карасёв Н.С., Рыбкин В.Н., Смирнова А.А., Иовдальский В.А. // Электронная техника, Сер. 1, СВЧ-техника. - 2023. - Вып. 4 (560). - С. 34-42.
4. Коломин В.М. Некоторые методики измерения свойств керамических материалов / Коломин В.М., Карасёв Н.С., Рыбкин В.Н., Смирнова А.А. // Электронная техника, Сер. 1, СВЧ-техника. - 2023. - Вып. 2 (558). - С. 43-52.
5. Коломин В.М. Улучшение характеристик генераторов на основе диэлектрических резонаторов из материала БМТ / Коломин В.М., Филиппов И.В., Карасёв Н.С., Рыбкин В.Н., Смирнова А.А., Иовдальский В.А., Марин В.П. // Научные технологии, т. 25, № 1, 2024 г., - С. 35–41.
6. Коломин В.М., Рыбкин В.Н., Карасев Н.С., Смирнова А.А., Сметюхова Т.Н. Диэлектрические резонаторы для техники сверхвысоких частот // Успехи современной радиоэлектроники. 2024. Т. 78. № 10. С. 59–69.
7. Галдецкий А.В. Особенности измерения параметров керамики с высокой диэлектрической проницаемостью в прямоугольном волноводе / Галдецкий А.В., Богомолова Е.А., Алексеенков В.И., Васильев В.И., Немогай И.К., Коломин В.М. // Электронная техника, Сер. 1, СВЧ-техника. - 2022. - Вып. 2. (553). - С. 64-71.
8. Иовдальский В.А. Новое использование коаксиального диэлектрического резонатора в ГУН СВЧ-диапазона / Иовдальский В.А., Федоров Н.А., И.В. Горюнов, Коломин В.М. Аюпов И.Н. // Электронная техника, Сер. 1, с. 48-54, СВЧ-техника, Вып. 2(562), 2024.

Патенты и свидетельства:

9. Коломин В.М., Рыбкин В.Н., Фомина Г.В. Устройство для измерения температурного коэффициента частоты диэлектрического резонатора, Патент на изобретение №2785077. Опубликовано 02 декабря 2022 г.
10. Галдецкий А.В., Богомолова Е.А., Алексеенков В.И., Васильев В.И., Коломин В.М., Немогай И.К. Способ измерения комплексных диэлектрической и магнитной проницаемости поглощающих материалов, Патент на изобретение №2744158. Опубликовано 03.03.2021 г.

Другие публикации по теме диссертации:

11. Коломин В.М. Диэлектрические резонаторы для техники. / В.М. Коломин, В.Н. Рыбкин, Г.В. Фомина // Материалы Всероссийской научно-технической конференции АО «НПП «Исток» им. Шокина» «СВЧ-электроника-2016», 18-19 мая 2016 года, г. Фрязино.
12. Коломин В.М. Усовершенствование методик измерения электропараметров СВЧ диэлектрических резонаторов. / В.М. Коломин, В.Н. Рыбкин, Г.В. Фомина // Материалы региональной научно-технической конференции молодых ученых и специалистов АО «НПП «Исток» им. Шокина», 26-27 апреля 2016 года, МО, г. Фрязино.
13. Коломин В.М. Разработка ДР в системе оксидов Ва-Mg-Ta со сверхвысокой добротностью для твердотельных СВЧ генераторов. / В.М. Коломин, В.Н. Рыбкин, Г.В. Фомина // Материалы региональной научно-технической конференции молодых ученых и специалистов АО «НПП «Исток» им. Шокина», апрель 2017 года, МО, г. Фрязино.
14. Коломин В.М. Опыт исследований по разработке диэлектрических резонаторов в системе оксидов Ва-Mg-Ta со сверхвысокой добротностью для твердотельных СВЧ генераторов. / В.М. Коломин, В.Н. Рыбкин, Г.В. Фомина // Материалы шестой Всероссийской научно-технической конференции «Электроника и микроэлектроника СВЧ», 29 мая-1 июня 2017 года, г. Санкт-Петербург.
15. Коломин В.М. Технологические аспекты создания диэлектрических резонаторов со сверхвысокой добротностью для твердотельных изделий СВЧ / В.М. Коломин // Материалы региональной научно-технической конференции молодых ученых и специалистов АО «НПП «Исток» им. Шокина», 20-21 апреля 2018 года, МО, г. Фрязино.
16. Коломин В.М. Технологические аспекты создания диэлектрических резонаторов со сверхвысокой добротностью для твердотельных СВЧ генераторов. / В.М. Коломин, В.Н. Рыбкин, Г.В. Фомина // Материалы седьмой

Всероссийской научно-технической конференции «Электроника и микроэлектроника СВЧ», 28-31 мая 2018 года, г. Санкт-Петербург.

17. Коломин В.М. Состояние и перспективы функциональных керамических материалов. / В.М. Коломин, В.Н. Рыбкин, И.К. Немогай, Г.В. Фомина, Л.В. Левашова, С.С. Монов // Материалы Всероссийской научно-технической конференции АО НПП «Исток» им. Шокина» «СВЧ-электроника-2018», 15-16 мая 2018 года, г. Фрязино.

18. Тарасовский В.П. Синтез соединений в системе MgO-Ta₂O₅ / В.П. Тарасовский, Ю.Д. Ивакин, В.В. Рыбальченко, Г.Х. Шарипзянова, С.Г. Понамарев, В.М. Коломин // Материалы Всероссийской научной конференции с международным участием «Третий байкальский материаловедческий форум», 9–15 июля 2018 г. Республике Бурятия, г. Улан-Удэ и оз. Байкал, с. Горячинск.

19. Коломин В.М. Развитие технологии производства диэлектрических резонаторов для приборов СВЧ диапазона / В.М. Коломин, В.Н. Рыбкин, В.А. Иовдальский // Материалы Всероссийской научно-практической конференции «Современные проблемы проектирования, производства и эксплуатации радиотехнических систем», 9-11 октября 2019 года, г. Ульяновск.

20. Коломин В.М. Усовершенствование технологии изготовления материала БЦНТ и ДР из него для твердотельных изделий СВЧ. / Коломин В.М. // Материалы региональной научно-технической конференции молодых ученых и специалистов АО «НПП «Исток» им. Шокина», 24-25 апреля 2019 года, МО, г. Фрязино.

21. Коломин В.М. Разработка новой технологии изготовления уникального материала с диэлектрической проницаемостью $\epsilon \sim 24$ / В.М. Коломин // Материалы четырнадцатой научно-практической конференции «Молодежные научно-инновационные проекты Московской области», 4 декабря 2019г, г.о. Черноголовка.

22. Коломин В.М. Автоматизация процесса измерения электропараметров диэлектрических резонаторов / В.М. Коломин, Смирнова А.А. // Материалы региональной научно-технической конференции молодых ученых и специалистов АО «НПП «Исток» им. Шокина», посвященная 75-летию Победы в Великой Отечественной войне, 28-29 октября 2020г. МО, г. Фрязино.

23. Коломин В.М. Усовершенствование процесса контроля основных СВЧ параметров диэлектрических резонаторов / В.М. Коломин, Н.С. Карасёв, Смирнова А.А. // Материалы региональной научно-технической конференции молодых ученых и специалистов АО «НПП «Исток» им. Шокина», 14-15 декабря 2021 г. МО, г. Фрязино.

24. Коломин В.М. Развитие технологии производства диэлектрических пластин на основе материала БСТ с $\epsilon \sim 80$ / В.М. Коломин, Н.С. Карасёв, А.А. Смирнова, Д.Н. Полозов // Материалы региональной научно-технической конференции молодых ученых и специалистов АО «НПП «Исток» им. Шокина», 20-21 октября 2022 г. МО, г. Фрязино.
25. Иовдальский В.А. Расширение применяемости коаксиального диэлектрического резонатора в ГУН СВЧ-диапазона / В.А. Иовдальский, Н.А. Федоров, П.А. Сторин, И.Н. Аюпов, В.М. Коломин // Материалы седьмой Международной научно-практической конференции, 30 сентября 2022 г., г. Ростов-на-Дону.
26. Коломин В.М. Перспективные керамические материалы: поглотительные, конденсаторные, резонаторные / В.М. Коломин, В.Н. Рыбкин, Д.А. Соколов, Н.С. Карасёв, А.Д. Соколов, Л.В. Левашова, А.А. Смирнова // Материалы Всероссийской научно-технической конференции АО НПП «Исток» им. Шокина» «СВЧ-электроника-2023», 25-26 мая 2023 года, г. Фрязино.
27. Коломин В.М. Развитие технологии производства диэлектрического материала с $\epsilon \sim 80$. / Коломин В.М., Смирнова А.А., Карасёв Н.С., Полозов Д.Н., Тодосечук Ю.И. // 33-я Международная Крымская конференция «СВЧ-техника и телекоммуникационные технологии» (КрыМиКо'2023), 10-16 сентября 2023, Севастополь.
28. Иовдальский В.А. Повышение эффективности использования коаксиального диэлектрического резонатора в ГУН СВЧ –диапазона / Иовдальский В.А., Федоров Н.А., И.В. Горюнов, В.М. Коломин, И.Н. Аюпов // Материалы II Международной научно-практической конференции, Современные мировые научные достижения в контексте глобальных вызовов, г. Краснодар, 28 февраля 2024 г.
29. Коломин В.М., Диэлектрические резонаторы для изделий СВЧ – диапазона: учебное пособие / В.М. Коломин, В.Н. Рыбкин, В.А. Иовдальский; под ред. С.В. Щербакова. – Москва: КУРС, 2021. – 150 с.