

УДК 537.226.621.317

ИЗМЕРЕНИЕ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПРОНИЦАЕМОСТИ ДИОКСИДА КРЕМНИЯ ПРИ НАГРЕВЕ В ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОМ ОБЪЕМНОМ ВОЛНОВОДНОМ РЕЗОНАТОРЕ

© В. П. Крылов, В. А. Грачев, Д. А. Рогов¹*Статья поступила 14 октября 2015 г.*

Для повышения точности определения диэлектрической проницаемости материала в высокотемпературном объемном резонаторе с учетом влияния неоднородного распределения температуры использовали теплофизическое моделирование температурных полей. Представлены экспериментальные результаты измерения температурной зависимости диэлектрической проницаемости $\epsilon(T)$ твердых образцов диоксида кремния (до 1668 °C) на сверхвысоких частотах. Показано, что изменение $\epsilon(T)$ во всем температурном диапазоне составило не более ± 2 % от начальной величины.

Ключевые слова: сверхвысокая частота; диэлектрические свойства; измерение диэлектрической проницаемости; волноводный резонатор; высокотемпературный нагрев; диоксид кремния.

Метод определения температурной зависимости диэлектрической проницаемости $\epsilon(T)$ твердых высокотемпературных материалов в цилиндрическом объемном волноводном резонаторе наиболее точный. Метод Друде, применяющийся для определения ϵ в резонаторе при нормальных условиях, без изменений не может использоваться при нагреве [1], поскольку неидентичные теплофизические условия измерений длин пустого резонатора и резонатора с образцом приводят с увеличением температуры к росту погрешности определения $\epsilon(T)$. В [1] предложен скорректированный алгоритм оценки $\epsilon(T)$ материалов при нагреве в цилиндрическом объемном волноводном резонаторе.

Так как основное условие при определении ϵ — выполнение равенства полного внутреннего сопротивления на передней грани образца, имеем:

$$\frac{\operatorname{tg}(L_{TE} - L_{TSE}(T) + L_{SE}(T))}{L_{SE}(T)} = \frac{\operatorname{tg}(L_{SSE}(T))}{L_{SSE}(T)}, \quad (1)$$

где L_{TE} , L_{TSE} , L_{SE} , L_{SSE} — электрические длины нагреваемой части пустого резонатора, нагреваемой пустой

части резонатора с образцом, нагреваемой части резонатора в области расположения образца, резонатора, эквивалентные образцу, соответственно.

Для учета изменений электрических параметров резонатора при нагреве запишем:

для пустого резонатора —

$$L_{TE} = \int_0^{L_T} \beta_{V1} dL,$$

для резонатора с образцом —

$$L_{TSE}(T) = \int_0^{L_{TS}} \beta_{V2} dL, \quad L_{SE}(T) = \int_0^d \beta_{S2} dL, \quad L_{SSE}(T) = \int_0^d \beta_{V\epsilon} dL,$$

где $\beta_{V1} = 2\pi/\lambda_B$, $\beta_{V2} = 2\pi/\lambda_B$, $\beta_{S2} = 2\pi/\lambda_B$, $\beta_{V\epsilon} = 2\pi/\lambda_{BE}$ — постоянные распространения в резонаторе без образца, в пустой части резонатора с образцом, в области образца резонатора с образцом, в области расположения образца резонатора с образцом соответственно.

Одним из возможных методов учета температурных изменений электрической длины пустого резонатора и резонатора с образцом может быть теплофизи-

¹ ОНПП «Технология» им. А. Г. Ромашина, г. Обнинск, Россия; e-mail: info@technology.ru

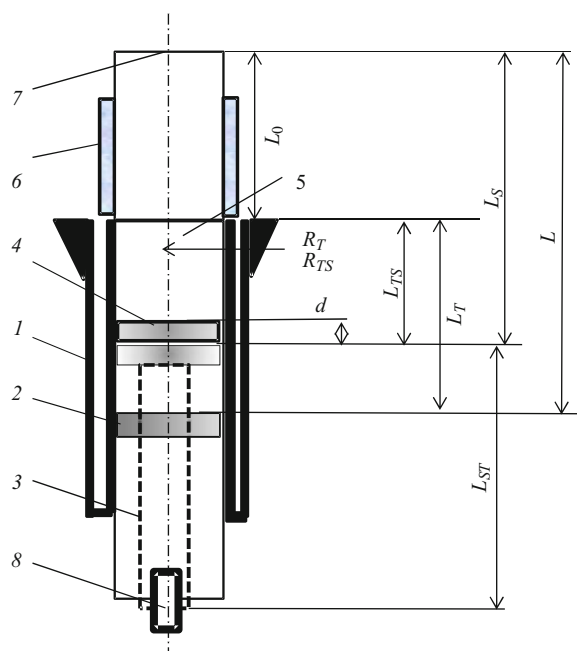


Рис. 1. Схема установки для измерения ϵ в объемном резонаторе при нагреве

ческое моделирование температурных полей высокотемпературной установки.

Из уравнения (1) видно, что в алгоритме определения ϵ при нагреве в волноводном резонаторе исключено предварительное измерение температурной зависимости изменения длины пустого резонатора и используется только априорная величина электрической длины прибора L_{TE} , рассчитанная при нормальных условиях и соответствующая геометрической длине L_T . Изменения электрических параметров при нагреве в реальной конструкции измерительной высокотемпературной ячейки определяли моделированием температурных полей. По ним с учетом коэффициента термического расширения материала стенок находили зависимость радиуса резонатора от высоты и рассчитывали изменения критической длины волны, а затем — электрических длин.

Схема экспериментальной установки для измерения диэлектрического образца в объемном цилиндрическом резонаторе при нагреве методом вариации длины прибора представлена на рис. 1 (1 — нагреватель из графита, внутренняя труба которого — часть резонатора; 2 — поршень (показан в двух положениях: при измерении пустого резонатора и резонатора с образцом); 3 — подвижная стойка крепления поршня в виде тубы из графита; 4 — образец испытуемого материала из диоксида кремния в виде диска диаметром 50 и толщиной $d = 10$ мм; 5 — дополнительная вставка из жаропрочной стали; 6 — охлаждаемая часть прибора; 7 — верхняя торцевая стенка с устройствами связи для возбуждения резонатора; 8 — оптический пирометр серии Modline 5 52-3024-000-2A для фиксации температуры на нижней стенке поршня, L_0 — дли-

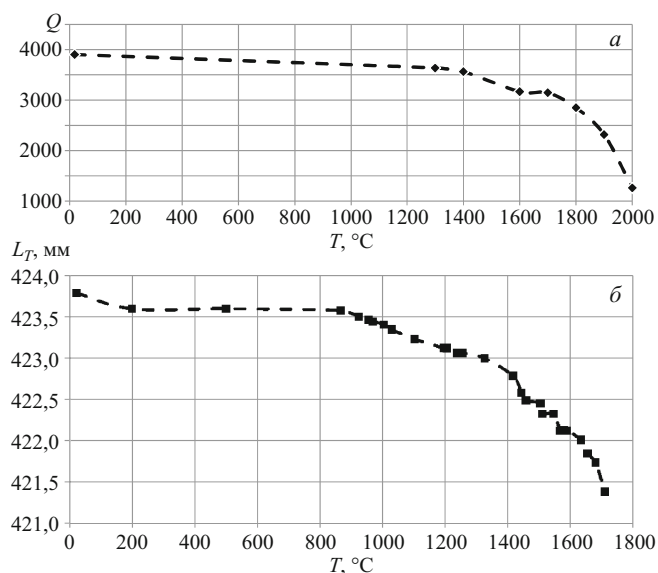


Рис. 2. Температурные зависимости добротности (а) и геометрической длины (б) резонатора (эксперимент)

на охлаждаемой части прибора; L_{ST} — длина стойки крепления поршня; далее соответственно с образцом и без, L_S и L — экспериментально измеренные полные длины резонатора, L_{TS} и L_T — геометрические длины нагреваемой части прибора, R_{TS} и R_T — радиусы резонатора по нагреваемой части). Измерения проводили на частоте 9,5 ГГц.

На рис. 2, а представлена экспериментальная температурная зависимость добротности $Q(T)$ цилиндрического волноводного резонатора с волной H_{01m} . Видно, что добротность снижается с повышением температуры.

В качестве измерителя параметров резонатора использовали анализатор цепей PNA N5222A Agilent Technologies, подключенный к информационно-управляющей процессорной системе. Механизм позиционирования поршня соединялся с серводвигателем Mitsubishi HF-KP13 через редуктор LP050-MF1-10-0B1/HF-KP13 и муфту Rodex NC-5DKØ6/Ø10 с помощью модуля линейного перемещения HIWIN KK605P-200A1-F0. Обратная связь осуществлялась посредством устройства контроля линейного перемещения Spherosyn SP-406 SHG-TS 5V-TTL. Такая схема управления обеспечивала точность позиционирования поршня в 1 мкм.

На рис. 2, б представлена температурная зависимость геометрической длины пустого высокотемпературного резонатора при перемещении поршня, которое происходило вследствие неравномерного температурного расширения стенок прибора, увеличения его радиуса, а значит, изменения критической длины волны по высоте нагреваемой части резонатора, и, как результат, электрической длины прибора.

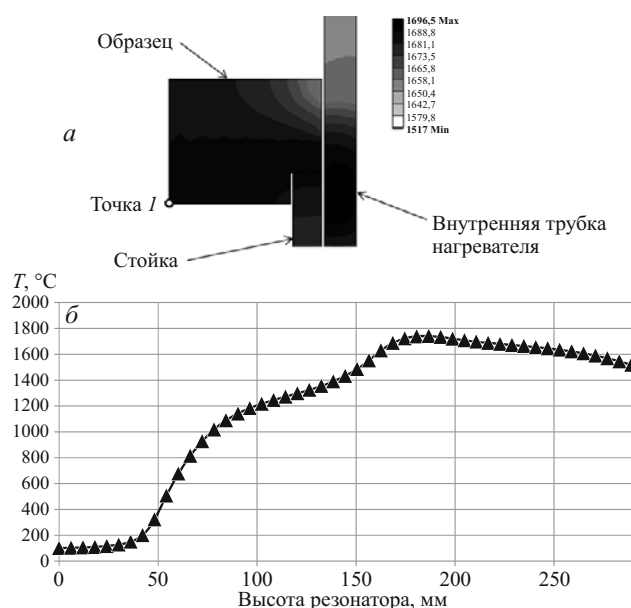


Рис. 3. Распределение температур в области образца (измеряемая в точке I температура $T = 1700$ °C) (a) и по высоте на внутренней трубе резонатора (б)

Оценку погрешности измерения диэлектрической проницаемости проводили сравнением рассчитанных с помощью теплофизического моделирования условий эксперимента электрических длин нагреваемой части L_{TE} резонатора без образца при нагреве и пустого прибора при нормальных условиях.

Так как в высокотемпературной установке объемный резонатор в силу ряда конструктивных особенностей в процессе измерения нагревается неравномерно, точный расчет изменений геометрических размеров полости прибора возможен при построении высокоточной теплофизической модели, включающей все конструктивные особенности элементов установки.

Для проверки точности воспроизведения электрической длины резонатора при нагреве расчетным путем с использованием программного комплекса ANSYS моделировали теплофизические условия нагрева в реальной экспериментальной установке.

Теплофизическая модель основывалась на конечно-элементной схеме расчета. На нагревателе задавали мощность тепловыделения на единицу площади с заданными коэффициентами теплопередачи между элементами конструкции и теплоизоляции. Коэффициенты варьировали до достижения необходимых температур в реперных точках установки.

После подбора параметров модели рассчитывали распределение тепловых полей по высоте резонатора и стойки крепления поршня до достижения температуры, измеренной пирометром 8 (см. рис. 1) на нижней стенке поршня в точке.

На рис. 3 представлено распределение температур в области образца и по высоте резонатора, где за начало отсчета принят верхний торец нагревателя. Видно, что наблюдается значительная неравномерность рас-

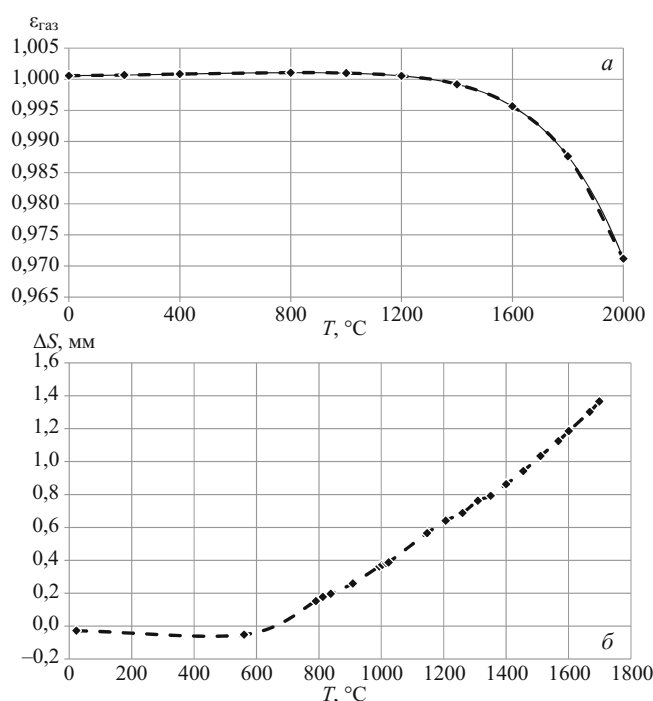


Рис. 4. Температурные зависимости диэлектрической проницаемости газа (a) и удлинения стойки резонатора с образцом (б) (расчет)

считанных тепловых полей как по образцу материала, так и по высоте прибора. Неравномерное распределение температур по высоте резонатора учитывали в дальнейшем при электродинамических расчетах параметров прибора.

При измерениях неравномерность распределения температур по образцу уменьшали стандартной процедурой — поддерживали неизменной мощность, подаваемую на нагреватель, в каждой измерительной температурной точке в течение не менее 10 мин.

Электрическая длина резонатора менялась также из-за изменения диэлектрической проницаемости газа ($\epsilon_{газ}$), заполняющего объем прибора, при нагреве. Температурная зависимость $\epsilon_{газ}$ приведена на рис. 4, а. Видно, что первоначально (до 800 °C) величина диэлектрической проницаемости увеличивается, а затем резко снижается из-за плазменных явлений [11]. Ход $\epsilon_{газ}(T)$ коррелирует с $Q(T)$ (см. рис. 2, а).

Положение поршня связано с температурным удлинением стойки крепления поршня, составляющим при высоких температурах существенную величину. На рис. 4, б представлена температурная зависимость удлинения стойки резонатора из графита

$$\Delta_S(T) = \int_0^{L_{ST}} [1 + \alpha(l(T))] dl,$$

где $\alpha(l(T))$ — температурная зависимость коэффициента термического расширения материала стойки (графита). Величину $\Delta_S(T)$ учитывали при расчете

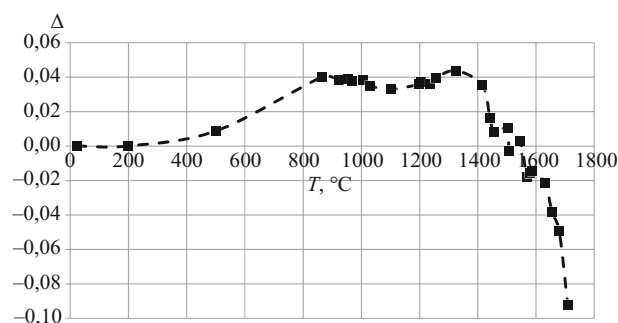


Рис. 5. Температурная зависимость электрической длины резонатора (расчет)

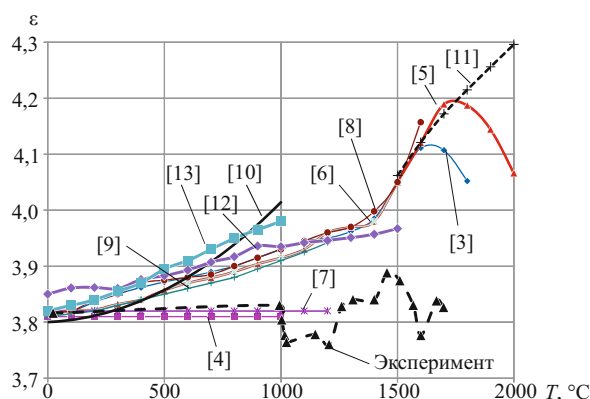


Рис. 6. Температурные зависимости диэлектрической проницаемости диоксида кремния

температурной зависимости электрической длины резонатора:

$$L_{TE}(T) = \int_0^{L_T - \Delta_S(T)} \beta_{V1}(T) dL \quad (2)$$

В электродинамических расчетах использовали экспериментальную температурную зависимость коэффициента термического расширения для графита марки МГ-1, а температурную зависимость коэффициента термического расширения жаропрочной стали, из которой выполнена вставка 5 (см. рис. 1), брали из литературных источников.

Все характерные температурные изменения удлинения стойки (см. рис. 4, б) связаны с особенностями температурной зависимости коэффициента термического расширения графита, которая, например, в области температур до 400 °C имеет отрицательный градиент.

Расчеты электрической длины резонатора проведены для заданных температур с учетом всех составляющих, приводящих при нагреве к ее изменению.

Расчетные изменения электрической длины пустого резонатора при нагреве до 1709 °C $\Delta(T) = L_{TE}(T_0 = 23 \text{ °C}) - L_{TE}(T)$ приведены на рис. 5. Видно, что, используя моделирование теплофизических условий эксперимента в высокотемпературном резонаторе

реальной установки, удалось: 1) учесть основные механизмы, приводящие к изменению геометрической длины резонатора при нагреве; 2) с высокой точностью воспроизвести условия электродинамической составляющей эксперимента.

Проверка расчета изменения электрической длины пустого резонатора при нагреве показала, что при определении температурной зависимости диэлектрической проницаемости материалов можно отказаться от операции предварительного измерения собственных температурных параметров прибора, заменив ее расчетной процедурой с использованием уравнений (1) и (2).

Температурную зависимость диэлектрической проницаемости диоксида кремния измеряли на высокотемпературной установке до температуры 1668 °C (пока образец находился в твердом состоянии).

На рис. 6 представлены результаты измерения $\epsilon(T)$ диоксида кремния в сравнении с литературными данными [3 – 13]. Приведенные результаты получены при применении волноводных измерительных систем, для которых характерно использование динамического метода измерений, а значит, и возрастание погрешности с ростом температуры нагрева из-за неидентичности теплофизических условий в пустой ячейке и ячейке с образцом [1].

При учете изменений электрической длины резонатора при нагреве, связанных с вышеуказанными причинами, отклонение $\epsilon(T)$ диоксида кремния во всем температурном диапазоне (см. рис. 6) составило не более $\pm 2 \%$ от начальной величины.

Таким образом, из сравнительного анализа результатов эксперимента следует, что полученные данные (до 1200 °C) совпадают с результатами работ [2, 4]. Падение диэлектрической проницаемости, заметное при температурах выше 1500 °C, коррелирует с уменьшением добротности резонатора и объясняется возникновением объемного электрического заряда в пространстве измерительной ячейки. Его влияние на точность измерения рассмотрено в [11].

Для неполярных твердых диэлектриков теоретический градиент температурной зависимости диэлектрической проницаемости незначителен. Если воспользоваться формулой, выведенной из уравнения Клаузиуса – Мосотти [14] для расчета температурного коэффициента изменения диэлектрической проницаемости α_ϵ диоксида кремния, получим:

$$\alpha_\epsilon = \frac{1}{\epsilon} \frac{d\epsilon}{dT} = - \frac{(\epsilon - 1)(\epsilon + 2)}{\epsilon} \alpha_L \approx -2\alpha_L,$$

где α_L — линейный коэффициент термического расширения.

Расчет показал, что для аморфного диоксида кремния ($\alpha_L = 5 \cdot 10^{-7} \text{ град}^{-1}$) температурное изменение диэлектрической проницаемости при температуре 1700 °C составляет -0,17 %. Следовательно, измеренные изменения $\epsilon(T)$ находятся в пределах экспери-

ментальной погрешности и совпадают с модельными теоретическими расчетами. Совпадение в зависимости $\varepsilon(T)$ диоксида кремния во всем диапазоне температур подтверждает отсутствие в исследуемом материале ионного механизма переноса заряда и присутствие электронного типа поляризуемости, соответствующей ковалентной связи Si–O [14, 15].

ЛИТЕРАТУРА

1. Крылов В. П. Расчет диэлектрической проницаемости на СВЧ при высокотемпературном нагреве в объемном резонаторе / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2016. Т. 82. № 7. С. 36 – 39.
2. Крылов В. П., Скряченко Л. М. Резонаторная ячейка для измерения температурных зависимостей диэлектрической проницаемости на сверхвысоких частотах до 1200 °C / Приборы и техника эксперимента. 1996. № 2. С. 81 – 82.
3. Полонский Ю. А., Корчагин К. Ф., Миловидова Т. В. Диэлектрические свойства кварцевого стекла в диапазоне сверхвысоких частот в интервале температур 20 – 1800 °C / Труды ВИО. — Л.: ВИО, 1973. С. 93 – 106.
4. Von Amrhein Eva-Maria. Das dielektrische Verhalten binärer Oxydgläser im Mikrowellengebiet zwischen — 100 und 900 °C / Glastechnische Berichte. 1963. N 11. P. 425 – 444.
5. Литовченко А. В., Бреховских С. М., Демьянов В. В. Диэлектрические свойства оксидов кремния, алюминия и нитрида бора при нагревании до 2300 K / Неорганические материалы. 1983. Т. 19. № 9. С. 1489 – 1491.
6. Батура В. Г., Гладышев Г. И., Дударенко В. С. и др. Комплект аппаратуры «Кварц» для измерения параметров диэлектриков / Электронная промышленность. 1973. № 8. С. 8 – 9.
7. Крылов В. П. Измерение диэлектрических свойств диоксида кремния на частоте 10 ГГц при нагреве до 1200 °C в цилиндрическом волноводном резонаторе / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2007. Т. 73. № 9. С. 47 – 49.
8. Ho W. W. High temperature millimeter wave dielectric characterization of radome materials / SPIE. 1982. Vol. 362. P. 190 – 195.
9. Литовченко А. В., Игнатенко Г. К. Некоторые аспекты метрологического обеспечения измерения диэлектрических свойств материалов на сверхвысокой частоте в интервале температур 20 – 1200 °C / Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2010. Т. 76. № 8. С. 66 – 69.
10. ГОСТ 15130–86. Стекло кварцевое оптическое. Общие технические условия. — М.: Изд-во стандартов, 1987.
11. Крылов В. П., Маков А. И. Проблемы измерения диэлектрических свойств материалов в высокотемпературном резонаторе / Дефектоскопия. 1991. № 7. С. 87 – 89.
12. Li E., Nie Z., Guo G., and Zhahg Q. Broadband measurements of dielectric properties of low-loss materials at high temperatures using circular cavity method / Progr. Electromagn. Res. 2009. P. 103 – 120.
13. Varadan Vasundara V., Hollinger Richard D., Ghodgaonkar Deepak R., Vagadan Vijay K. Free-Space Broadband Measurements of High-temperature, Complex Dielectric Properties at microwave Frequencies / IEEE Trans. Instr. Meas. 1991. Vol. 40. N 5.
14. Сканави Г. И. Физика диэлектриков. Область слабых полей. — М.: Техничко-техническая литература, 1949. — 500 с.
15. Прянишников В. П. Система кремнезема. — Л., 1971. — 61 с.

REFERENCES

1. Krylov V. P. Raschet dielektricheskoi pronitsaemosti na SVCh pri vysokotemperaturnom nagreve v ob'emnom rezonatore [Determination of dielectric permeability of materials upon high temperature heating in guide cavity] / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2016. Vol. 82. N 7. P. 36 – 39 [in Russian].
2. Krylov V. P., Skryuchenkov L. M. Rezonatornaya yacheika dlya izmereniya temperaturnykh zavisimostei dielektricheskoi pronitsaemosti na sverkhvysokikh chastotakh do 1200 °C [Resonator cell for dielectric permeability temperature dependence measurement at superhigh frequency up to 1200 °C] / Pribyori Tekhn. Éksper. 1996. N 2. P. 81 – 82 [in Russian].
3. Polonskii Yu. A., Korchagin K. F., Milovidova T. V. Dielektricheskie svoistva kvartseвого стекла v diapazone sverkhvysokikh chastot v intervale temperatur 20 – 1800 °C [Silica glass dielectric properties within the superhigh frequencies range and within 20 – 1800 °C] / Proc. of VIO. — Leningrad: VIO, 1973. P. 93 – 106 [in Russian].
4. Von Amrhein Eva-Maria. Das dielektrische Verhalten binärer Oxydgläser im Mikrowellengebiet zwischen — 100 und 900 °C / Glastechnische Berichte. 1963. N 11. P. 425 – 444.
5. Litovchenko A. V., Brekhovskikh S. M., Dem'yanov V. V. Dielektricheskie svoistva oksidov kremniya, alyuminiya i nitrída bora pri nagrevanii do 2300 K [Silicon oxide, aluminium and boron nitride dielectric properties unde heating up to 2300 K] / Neorg. Mater. 1983. Vol. 19. N 9. P. 1489 – 1491 [in Russian].
6. Batura V. G., Gladyshev G. I., Dudarenko V. S., et al. Komplekt apparatury «Kvarts» dlya izmereniya parametrov dielektrikov [“Quartz” equipment set for dielectric parameters management] / Élektron. Promyshl. 1973. N 8. P. 8 – 9 [in Russian].
7. Krylov V. P. Izmerenie dielektricheskikh svoistv dioksida kremniya na chastote 10 GGts pri nagreve do 1200 °C v tsilindricheskom volnovodnom rezonatore [Silicon dioxide dielectric properties change at 10 GHz under heating up to 1200 °C in cylindrical waveguide resonator] / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2007. Vol. 73. N 9. P. 47 – 49 [in Russian].
8. Ho W. W. High temperature millimeter wave dielectric characterization of radome materials / SPIE. 1982. Vol. 362. P. 190 – 195.
9. Litovchenko A. V., Ignatenko G. K. Nekotorye aspekty metrologicheskogo obespecheniya izmereniya dielektricheskikh svoistv materialov na sverkhvysokoi chastote v intervale temperatur 20 – 1200 °C [Some aspects of metrological support of measurements of dielectric properties of materials at microwave frequencies in the temperature range 20 – 1200°C] / Zavod. Lab. Diagn. Mater. 2010. Vol. 76. N 8. P. 66 – 69 [in Russian].
10. RF State Standard GOST 15130–86. Steklo kvartseвое opticheskoe. Obshchie tekhnicheskie usloviya [Glass quartz optical. General specifications]. — Moscow: Izd-vo standartov, 1987 [in Russian].
11. Krylov V. P., Makov A. I. Problemy izmereniya dielektricheskikh svoistv materialov v vysokotemperaturnom rezonatore [Problems of materials dielectric properties measurement in high-temperature resonator] / Defektoskopiya. 1991. N 7. P. 87 – 89 [in Russian].
12. Li E., Nie Z., Guo G., and Zhahg Q. Broadband measurements of dielectric properties of low-loss materials at high temperatures using circular cavity method / Progr. Electromagn. Res. 2009. P. 103 – 120.
13. Varadan Vasundara V., Hollinger Richard D., Ghodgaonkar Deepak R., Vagadan Vijay K. Free-Space Broadband Measurements of High-temperature, Complex Dielectric Properties at microwave Frequencies / IEEE Trans. Instr. Meas. 1991. Vol. 40. N 5.
14. Skanavi G. I. Fizika dielektrikov. Oblast' slabykh polei [Dielectric physics. Weak fields]. — Moscow: Tekhniko-tekhnicheskaya literatura, 1949. — 500 p. [in Russian].
15. Pryanishnikov V. P. Sistema kremnezema [Sistem of silica]. — Leningrad, 1971. — 61 p. [in Russian].