

文章编号: 2095-4980(2023)10-1189-05

W 波段 TWT 用硼掺杂金刚石衰减器的热稳定性研究

化称意, 李莉莉, 潘攀, 蔡军, 冯进军

(中国电子科技集团公司第十二研究所 微波电真空器件国家级重点实验室, 北京 100015)

摘要: 针对大功率折叠波导行波管(TWT)对高导热衰减材料的迫切需求, 开展了硼掺杂金刚石膜制备和介电性能研究, 在此基础上研制出硼掺杂金刚石衰减器并探究衰减器性能的热稳定性。研究结果表明, 硼掺杂浓度为 $1.81 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ 的金刚石膜, 在 W 波段介电常数和损耗角正切平均值分别为 7.18 和 0.30; 随着环境温度从室温升高至 $90 \text{ }^\circ\text{C}$, 在 85~110 GHz 范围内, 硼掺杂金刚石衰减器的 $|S_{11}|$ 由 19.67 dB 提高至 20.94 dB, $|S_{21}|$ 由 44.03 dB 提高至 45.63 dB, 呈现出较高的热稳定性。

关键词: 硼掺杂金刚石膜; 介电性能; 衰减器; 热稳定性

中图分类号: TN62

文献标志码: A

doi: 10.11805/TKYDA2023200

The performance and thermal stability of boron-doped diamond attenuator for W-band Traveling Wave Tube

HUA Chenyi, LI Lili, PAN Pan, CAI Jun, FENG Jinjun

(National Key Laboratory of Science and Technology on Vacuum Electronics, The 12th Research Institute of China Electronics Technology Group Corporation, Beijing 100015, China)

Abstract: With the fast development of folded waveguide Traveling Wave Tube(TWT), there is an urgent need for attenuation materials with high thermal conductivity and good mechanical properties. In this study, boron-doped diamond film is prepared and the dielectric property of the film is analyzed. Meanwhile, the boron-doped diamond attenuator is fabricated and the thermal stability of the attenuator is investigated. The results show that the dielectric constant and dielectric loss tangent are 7.18 and 0.30 in W-band for the diamond film with boron concentration of $1.81 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. Moreover, the return loss and insertion loss of boron-doped diamond attenuator are 19.67 dB and 44.03 dB, respectively. With the temperature increased from room temperature to $90 \text{ }^\circ\text{C}$, the return loss and insertion loss of attenuator are increased to 20.94 dB and 45.63 dB, which demonstrates high thermal stability of the boron-doped diamond attenuator.

Keywords: boron-doped diamond film; dielectric property; attenuator; thermal stability

作为折叠波导行波管核心零部件之一的衰减器是由衰减材料加工成特定形状的微波吸收体, 其主要作用是抑制自激振荡, 消除有害的电磁模式和增强带宽等, 从而提高行波管的稳定性。性能优异的衰减器需要在工作频带内具有足够的衰减量和良好的频率匹配特性^[1-3]。随着折叠波导行波管频率的不断提升, 衰减器的局部特征尺寸降至亚毫米量级。因此, 衰减材料不仅要具有优异的机械强度, 以保证衰减器中尖劈微小结构在加工和使用过程中不被损坏; 同时要具有较高的热导率, 以有效应对高热流密度下太赫兹行波管关键区域的热管理问题^[4-5]。

基于化学气相沉积法制备的硼掺杂金刚石膜具有优异的热学、力学和可调节的介电性能, 在折叠波导行波管用衰减材料领域具有广泛的应用前景^[6-7]。硼掺杂金刚石膜的热导率范围在 $980 \sim 1\ 870 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$ 之间^[6], 是目前常用的氧化铍(BeO)基衰减材料($160 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$)和氮化铝(AlN)基衰减材料($128 \text{ W}/(\text{m} \cdot \text{K})$)热导率的数倍^[8], 良好的热导率能够及时将电磁波转化成的热量传导出, 保证行波管正常工作; 硼掺杂金刚石膜的断裂强度为 428 MPa ^[7], 高于 AlN 基衰减材料的 360 MPa ^[9], 较高的断裂强度可以保证衰减器楔形结构的完整性, 从而提高衰

减器的频率匹配特性；硼掺杂金刚石膜的介电性能可以有效调控，随着硼掺杂浓度由 0 增大至 $1.5 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ ，K 波段金刚石膜损耗角正切值从 10^{-4} 增大至 2.5^[6]。可有效调控的介电性能使得硼掺杂金刚石膜可以满足行波管对衰减器宽频吸收和良好频率匹配的要求。Hua 等基于硼掺杂金刚石膜研制出电压驻波比低于 1.10，传输系数低于 -50 dB 的硼掺杂金刚石衰减器，展现出良好的频率匹配特性和微波衰减能力^[7]。因此，综合性能优异的硼掺杂金刚石膜有望作为新型衰减材料，用于大功率折叠波导行波管中。

然而，当折叠波导行波管处于高占空比或连续波工作状态时，衰减器吸收瓦量级甚至更高的微波能量并转换成热能，大量热量的累积必然引起衰减器温度的升高。硼掺杂金刚石膜的介电性能特别是介电常数和损耗角正切受到温度变化的影响^[10]，可能会导致硼掺杂金刚石衰减器性能的恶化。因此，硼掺杂金刚石衰减器的热稳定性能成为其在太赫兹折叠波导行波管中实际应用的关键。对此，本文基于微波等离子体化学气相沉积法 (Microwave Plasma Chemical Vapor Deposition, MPCVD) 制备了硼掺杂金刚石膜，研究了其在 W 波段的介电性能，在此基础上制备了硼掺杂金刚石衰减器，并探究了温度变化对硼掺杂金刚石衰减器频率匹配特性和微波衰减能力的影响。

1 实验

采用 MPCVD 法，以 B_2H_6 、 CH_4 和 H_2 为反应气源，在直径为 40 mm 的 N(100) 型单晶硅衬底上沉积硼掺杂金刚石膜。沉积过程中各工艺参数设置如下：微波功率 1 400 W，基片温度 800 °C，反应室气体压强 12.8 kPa。沉积结束后去除 Si 衬底，经研磨、抛光后获得厚度为 0.3 mm 的硼掺杂金刚石膜，利用扫描电子显微镜观察硼掺杂金刚石膜的表面形貌；采用激光光源为 532 nm 的拉曼光谱仪分析硼掺杂金刚石膜中的金刚石相和非金刚石碳相；利用红外光谱仪研究金刚石膜中的硼掺杂浓度；利用矢量网络分析仪结合材料介电性能测试装置，测量硼掺杂金刚石膜在 75~110 GHz 范围内的介电常数和损耗角正切值。采用飞秒激光加工系统，将硼掺杂金刚石膜加工成设计的衰减器。利用矢量网络分析仪测量硼掺杂金刚石衰减器在 85~110 GHz 的频率匹配特性和微波衰减能力。为研究温度对硼掺杂金刚石衰减器性能的影响，将衰减器装配于矩形波导中并在烘箱中进行加热，设定烘箱温度分别为 30 °C、50 °C、70 °C 和 90 °C，当烘箱温度达到设定温度后保温 15 min，取出装配有衰减器的矩形波导，连接至矢量网络分析仪进行测量。

2 结果与讨论

2.1 硼掺杂金刚石膜显微结构与硼浓度分析

图 1(a) 为硼掺杂金刚石膜的表面形貌，可以看出硼掺杂金刚石膜生长致密，金刚石晶粒具有良好晶形，晶粒间的晶界清晰，部分晶粒尺寸达到了数百微米以上，这是金刚石晶粒长时间竞争性生长的典型形貌^[11]；同时在大尺寸晶粒之间存在有晶粒尺寸相对较小的晶粒，这主要由金刚石的二次形核所导致^[12]。从硼掺杂金刚石膜的拉曼光谱图可以看出，在 $1\,328.7 \text{ cm}^{-1}$ 处有尖锐的金刚石特征峰，与标准的金刚石拉曼特征峰 $1\,332.5 \text{ cm}^{-1}$ 相比，硼掺杂金刚石膜的金刚石特征峰向低波数移动，说明硼掺杂金刚石膜中存在拉应力。这主要是由于硼原子的掺杂造成金刚石晶格的膨胀，导致薄膜中产生一定的拉应力。在 $1\,350 \text{ cm}^{-1}$ 和 $1\,580 \text{ cm}^{-1}$ 附近并未发现非金刚石碳的拉曼峰，说明制备的硼掺杂金刚石膜中非金刚石碳含量较少，金刚石膜的品质相对较高。

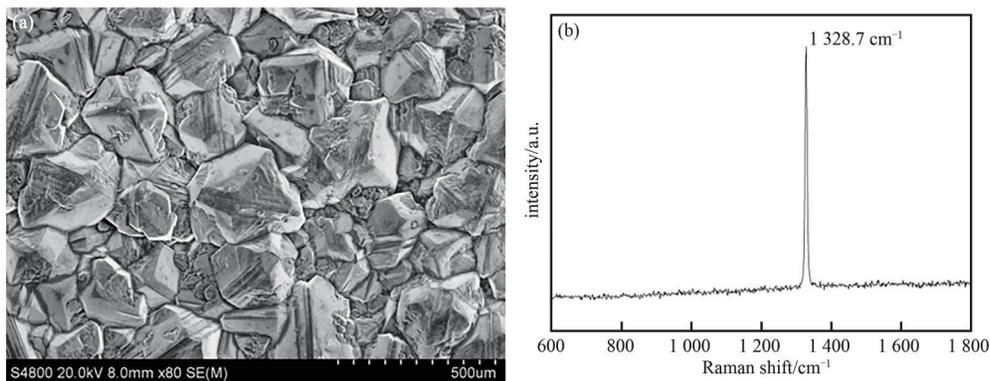


Fig.1 Surface morphology (a) and Raman spectrum (b) of the boron-doped diamond film

图 1 硼掺杂金刚石膜的表面形貌(a)和拉曼光谱图(b)

图 2 为双面抛光硼掺杂金刚石膜的红外吸收系数曲线，由于硼掺杂金刚石膜存在单声子振动吸收，因此在

1 290 cm^{-1} 处有明显的吸收峰。基于硼掺杂金刚石膜红外吸收谱中 1 290 cm^{-1} 处吸收峰的吸收系数, 可以计算硼掺杂金刚石膜中受主和施主的浓度差(N_a-N_d)^[6-7,13]:

$$N_a-N_d=2.1\times 10^{17}\times\alpha \quad (1)$$

式中 α 为硼掺杂金刚石在 1 250~1 300 cm^{-1} 的吸收系数。设受主与施主的浓度差等于金刚石膜中的硼掺杂浓度, 即可定量计算出金刚石膜中硼掺杂浓度为 $1.81\times 10^{19} \text{cm}^{-3}$ 。

2.2 硼掺杂金刚石膜介电性能

复介电常数和磁导率是评价微波衰减材料的重要指标。硼掺杂金刚石膜中并未引入磁性物质, 因而其复磁导率的实部和虚部分别为 1 和 0, 即硼掺杂金刚石膜并不会形成有效的磁损耗^[14]。因此, 复介电常数特别是损耗角正切值成为评价硼掺杂金刚石膜衰减性能的重要指标。采用矢量网络分析仪基于材料介电性能测试装置(图 3(a))测量了硼掺杂金刚石膜的介电常数和损耗角正切值。硼掺杂金刚石膜在 W 波段的介电常数和损耗角正切值随频率变化曲线如图 3(b)所示。从图中可以看出, 硼掺杂金刚石的介电常数和损耗角正切值均随频率变化呈现平稳趋势。硼掺杂金刚石膜的介电常数波动范围在 7.09~7.35 之间, 其平均值为 7.18; 损耗角正切值波动范围在 0.26~0.35 之间, 平均值为 0.30, 说明制备的硼掺杂金刚石膜呈现微波衰减性能。通常情况下, CVD 金刚石膜损耗角正切值在 10^{-4} ~ 10^{-5} 量级。由于硼原子的引入, 金刚石膜中产生了束缚电荷和自由电荷。在微波电场作用下, 束缚电荷产生跳跃极化从而引起弛豫损耗; 自由电荷产生定向漂移引起电导损耗。在弛豫损耗和电导损耗的作用下, 硼掺杂金刚石膜呈现出微波衰减性能^[6]。硼掺杂金刚石膜的损耗角正切值决定衰减器的衰减性能, 较小的损耗角正切值使得衰减器对微波的衰减能力不足; 过大的损耗角正切值可能造成衰减器对入射微波的反射。Calame 等认为损耗角正切值在 0.2~0.5 之间的衰减材料较为适宜制作衰减器^[15]。

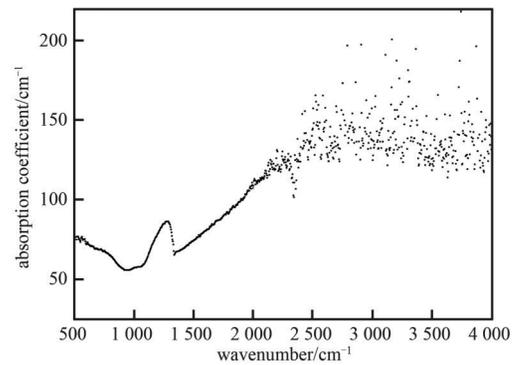


Fig.2 Infrared absorption coefficient curve of the boron-doped diamond film

图2 硼掺杂金刚石膜的红外吸收系数曲线

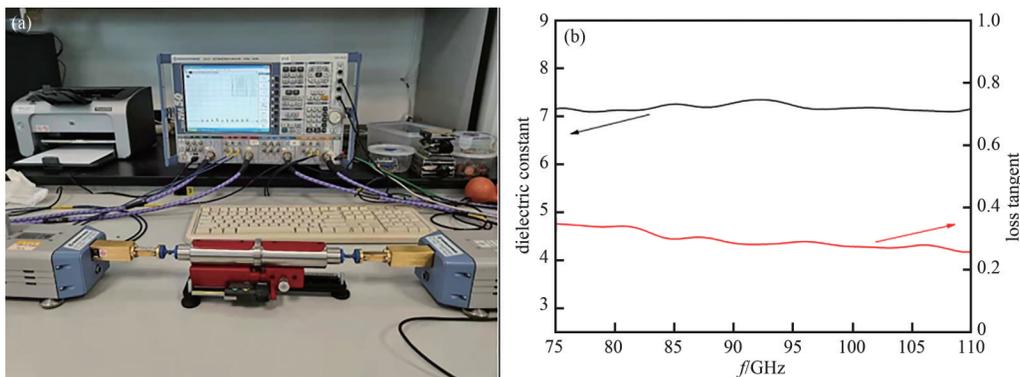


Fig.3 Picture of dielectric property test platform for attenuation materials(a) and dielectric constant and loss tangent of boron-doped diamond film measured in W-band(b)

图3 衰减材料介电性能测试装置(a)与硼掺杂金刚石膜介电性能测量结果(b)

2.3 硼掺杂金刚石衰减器性能

基于前期衰减器结构尺寸优化结果^[16], 采用飞秒激光精密加工技术研制出硼掺杂金刚石衰减器。利用矢量网络分析仪测量了硼掺杂金刚石衰减器在使用频段内的性能, 如图 4 所示。硼掺杂金刚石衰减器在 85~110 GHz 范围内 $S_{11}\leq -19.67 \text{ dB}$, $S_{21}\leq -44.03 \text{ dB}$, 说明在室温条件下硼掺杂金刚石衰减器具有良好的频率匹配特性和微波衰减性能。

实际使用过程中, 衰减器吸收电磁波能量并转换成热能, 衰减器温度不可避免地升高。但由于衰减器装配于折叠波导行波管内部, 无法对其工作过程中温度进行有效采集。因此, 采用数值有限元方法模拟了折叠波导行波管内部实际工况下硼掺杂金刚石衰减器的稳态温度分布。在衰减器楔形结构内表面上施加 3 W 的微波功率, 传热形式为热传导和热对流, 外界环境温度为 25 $^{\circ}\text{C}$, 硼掺杂金刚石衰减器的温度分布如图 5 所示, 衰减器表面最高温度为 76.5 $^{\circ}\text{C}$ 。

为进一步研究温度变化对硼掺杂金刚石衰减器的频率匹配特性和微波衰减能力的影响, 分别测量衰减器在 30 $^{\circ}\text{C}$ 、50 $^{\circ}\text{C}$ 、70 $^{\circ}\text{C}$ 和 90 $^{\circ}\text{C}$ 下的 S 参数, 如图 6 所示。随着温度从室温升高至 90 $^{\circ}\text{C}$, 硼掺杂金刚石衰减器的

S_{11} 虽然在部分频点处有一定的波动,但在85~110 GHz范围内,硼掺杂金刚石衰减器的 $|S_{11}|$ 最小值分别为19.67 dB、17.89 dB、18.95 dB、21.49 dB和20.94 dB,且在94 GHz处, $|S_{11}|$ 分别为28.35 dB、26.88 dB、27.74 dB、29.33 dB和29.47 dB,说明随着温度的升高,衰减器的频率匹配特性并未发生恶化。虽然硼掺杂金刚石膜的介电性能随着温度的升高产生一定的变化,但由于H面带凹槽楔形结构衰减器的频率匹配特性对介电常数和损耗角正切值的变化范围有较大容许空间^[7],因此,在测试频率范围内,硼掺杂金刚石衰减器的反射系数并未因温度的升高而发生剧烈变化。在85~110 GHz范围内,硼掺杂金刚石衰减器的 $|S_{21}|$ 最小值分别为44.03 dB、44.08 dB、44.67 dB、45.44 dB和45.63 dB,特别在94 GHz处, $|S_{21}|$ 分别为46.96 dB、47.32 dB、47.75 dB、48.05 dB和49.07 dB,说明随着温度的升高,硼掺杂金刚石衰减器的衰减能力稍有提高,这可能与硼掺杂金刚石膜损耗角正切值随着温度的升高而升高有关^[10]。综上所述,随着温度的升高,硼掺杂金刚石衰减器的 S_{11} 和 S_{21} 在测试频率范围内并未呈现较大的波动,表现出良好的热稳定性。

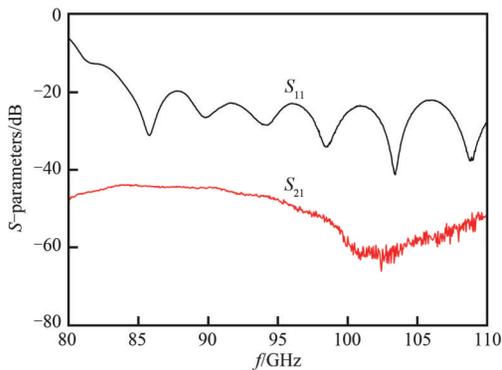


Fig.4 Measured S -parameters of boron-doped diamond attenuator at room temperature

图4 在室温下硼掺杂金刚石衰减器 S 参数测量结果

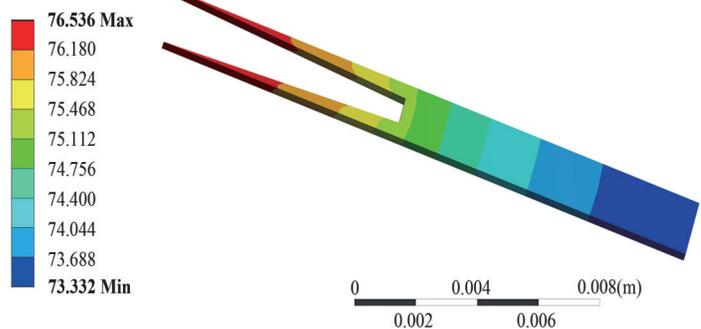


Fig.5 Simulation result of temperature field distribution of boron-doped diamond attenuator

图5 硼掺杂金刚石衰减器表面温度的模拟分析结果

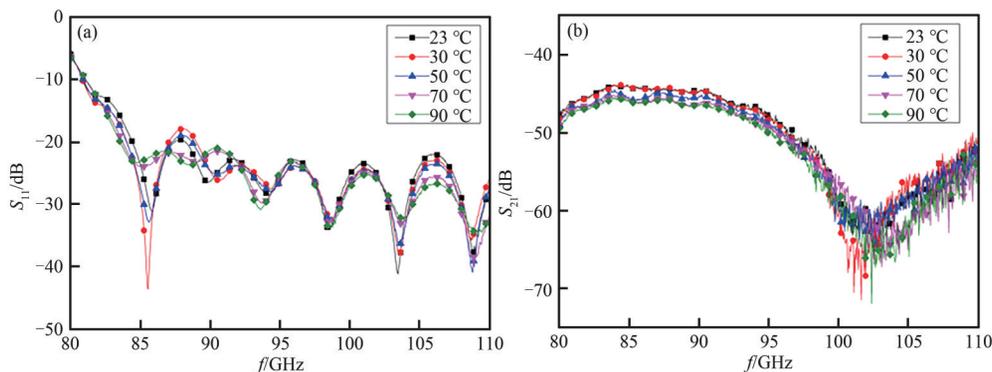


Fig.6 Measured return loss (a) and insertion loss (b) of boron-doped diamond attenuator as a function of temperature

图6 硼掺杂金刚石衰减器反射系数(a)和传输系数(b)随温度变化曲线

3 结论

采用MPCVD法制备了硼掺杂浓度为 $1.81 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ 的硼掺杂金刚石膜,其在W波段介电常数和损耗角正切平均值分别为7.18和0.30;基于有限元分析方法,模拟了在施加微波功率为3 W下硼掺杂金刚石衰减器的表面温度,最高为76.5 °C;在85~110 GHz范围内,随着温度从室温升高至90 °C,硼掺杂金刚石衰减器的 $|S_{11}|$ 自19.67 dB提高至20.94 dB, $|S_{21}|$ 自44.03 dB提高至45.63 dB,硼掺杂金刚石衰减器的频率匹配特性和衰减能力均呈现出良好的热稳定性。

参考文献:

- [1] 雷文强,蒋艺,胡林林,等. 0.14 THz 折叠波导行波管中衰减器的设计[J]. 太赫兹科学与电子信息学报, 2015,13(4):533-535, 555. (LEI Wenqiang,JIANG Yi,HU Linlin,et al. Design of an attenuator for 0.14 THz folded waveguide traveling-wave tube[J]. Journal of Terahertz Science and Electronic Information Technology, 2015,13(4):533-535,555.) doi:10.11805/TKYDA201504.0533.

- [2] CAI Jun, FENG Jinjun, WU Xianping, et al. Analysis and test preparation of attenuator for W-band folded waveguide TWT[C]// 2007 IEEE International Vacuum Electronics Conference. Kitakyushu, Japan: IEEE, 2007: 1–2. doi: 10.1109/IVELEC.2007.4283213.
- [3] 巩华荣, 宫玉彬, 唐涛, 等. 折叠波导行波管切断匹配的设计[J]. 强激光与粒子束, 2011, 23(2): 445–448. (GONG Huarong, GONG Yubin, TANG Tao, et al. Design of sever for folded waveguide traveling wave tubes[J]. High Power Laser and Particle Beams, 2011, 23(2): 445–448.) doi: 10.3788/HPLPB20112302.0445.
- [4] 赵世柯, 鲁燕萍. 真空电子陶瓷材料技术与应用[J]. 真空电子技术, 2021(5): 30–36. (ZHAO Shike, LU Yanping. Technology development and applications of vacuum electronic ceramic materials[J]. Vacuum Electronics, 2021(5): 30–36.)
- [5] 陈贵巧, 李晓云, 丘泰. 高导热 AlN 基复相微波衰减陶瓷的研究进展[J]. 材料科学与工程学报, 2007, 25(2): 321–324. (CHEN Guiqiao, LI Xiaoyun, QIU Tai. Research progress of AlN-based microwave attenuation composite ceramics with high thermal conductivity[J]. Journal of Materials Science and Engineering, 2007, 25(2): 321–324.)
- [6] DING Minghui, LIU Yanqing, LU Xinru, et al. Boron doped diamond films: a microwave attenuation material with high thermal conductivity[J]. Applied Physics Letters, 2019, 114(16): 162901. doi: 10.1063/1.5083079.
- [7] HUA Chenyi, ZHANG Xiaoqing, CAI Jun, et al. The new application of Boron-doped diamond film: attenuator for high frequency and high power vacuum electronic devices[J]. Diamond and Related Materials, 2022(124): 108944. doi: 10.1016/j.diamond.2022.108944.
- [8] 石明, 鲁燕萍, 刘征, 等. 微波管用衰减材料的研究[J]. 真空电子技术, 2007(3): 31–37, 51. (SHI Ming, LU Yanping, LIU Zheng, et al. Study of microwave attenuating materials used in MWTs[J]. Vacuum Electronics, 2007(3): 31–37, 51.) doi: 10.3969/j.issn.1002-8935.2007.03.009.
- [9] 陈昀, 梁田, 杨磊, 等. AlN 基衰减瓷的制备工艺及其性能研究[J]. 真空电子技术, 2017(5): 24–26. (CHEN Yun, LIANG Tian, YANG Lei, et al. Study on preparation and characteristics of AlN based absorbing ceramics[J]. Vacuum Electronics, 2017(5): 24–26.) doi: 10.16540/j.cnki.cn11-2485/tn.2017.05.006.
- [10] POLYAKOV V I, RUKOVISHNIKOV A I, GARIN B M, et al. Electrically active defects, conductivity, and millimeter wave dielectric loss in CVD diamonds[J]. Diamond and Related Materials, 2005, 14(3/7): 604–607. doi: 10.1016/j.diamond.2004.10.001.
- [11] LI Y F, SU J J, LIU Y Q, et al. Design of a new TM_{021} mode cavity type MPCVD reactor for diamond film deposition[J]. Diamond and Related Materials, 2014(44): 88–94. doi: 10.1016/j.diamond.2014.02.010.
- [12] LIU Y K, TSO P L, LIN I N, et al. Comparative study of nucleation processes for the growth of nanocrystalline diamond[J]. Diamond and Related Materials, 2006, 15(2/3): 234–238. doi: 10.1016/j.diamond.2005.06.020.
- [13] SEO J H, WU H, MIKAEL S, et al. Thermal diffusion Boron doping of single-crystal natural diamond[J]. Journal of Applied Physics, 2016, 119(20): 205703. doi: 10.1063/1.4949327.
- [14] 陈政伟, 范晓孟, 黄小萧, 等. 高温吸波陶瓷材料研究进展[J]. 现代技术陶瓷, 2020, 41(1/2): 1–98. (CHEN Zhengwei, FAN Xiaomeng, HUANG Xiaoxiao, et al. Research progress and prospect on high-temperature wave-absorbing ceramic materials[J]. Advanced Ceramics, 2020, 41(1/2): 1–98.) doi: 10.16253/j.cnki.37-1226/tq.2020.01.001.
- [15] CALAME J P, ABE D K. Application of advanced materials technologies to vacuum electronic devices[J]. Proceedings of the IEEE, 1999, 87(5): 840–864. doi: 10.1109/5.757257.
- [16] 化称意, 王松冕, 李莉莉, 等. W 波段折叠波导行波管用硼掺杂金刚石衰减器的设计与性能研究[J]. 真空电子技术, 2021(3): 32–35, 53. (HUA Chenyi, WANG Songmian, LI Lili, et al. Design and study of boron-doped CVD diamond attenuator for W-band folded waveguide traveling wave tube[J]. Vacuum Electronics, 2021(3): 32–35, 53.) doi: 10.16540/j.cnki.cn11-2485/tn.2021.03.06.

作者简介:

化称意(1986–), 男, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为金刚石功能材料与器件. email: hua07de@163.com.

李莉莉(1978–), 女, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为金刚石功能材料与器件.

潘攀(1986–), 男, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为太赫兹真空电子器件.

蔡军(1978–), 男, 博士, 研究员, 博士生导师, 主要研究方向为短毫米波和太赫兹真空电子器件.

冯进军(1966–), 男, 博士, 研究员, 中国电科首席科学家, 主要研究方向为短毫米波和太赫兹真空电子器件.