

· 工艺与实验 ·

Fe-Si-Al 薄膜超声喷涂技术研究

李佳璐, 蔡 军, 杜英华, 贾 萌, 字张雄, 潘 攀, 陈 辑

(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重点实验室, 北京 100015)

摘要:为抑制行波管振荡, 本文研究了用超声喷涂技术制备衰减材料薄膜的方法。测试结果表明, 超声喷涂法制备的衰减材料薄膜与手工涂覆相比, 驻波比降低了 16.3%, 平均成膜厚度差减小了 0.014 mm。因此采用超声喷涂技术重复性和稳定性更好, 浆料利用率高, 薄膜衰减材料表面均匀且颗粒分散性良好, 具有更小的驻波比和反射系数, 可在折叠波导中实现批量化生产。

关键词:超声喷涂; 折叠波导; 薄膜衰减材料; 振荡

中图分类号: TM924.76 文献标识码: A 文章编号: 1002-8935(2020)02-0044-04

doi:10.16540/j.cnki.cn11-2485/tn.2020.02.10

Study on Fe-Si-Al Thin Film Preparation by Ultrasonic-Spray Technology

LI Jia-lu, CAI Jun, DU Ying-hua, JIA Meng, ZI Zhang-xiong, PAN Pan, CHEN Ji

(National Key Laboratory of Science and Technology on Vacuum Electronics, Beijing Vacuum Electronics Research Institute, Beijing 100015, China)

Abstract: In order to restrain the oscillation of TWTs, an ultrasonic-spray method for thin film attenuation material preparation was proposed. The test results show that the standing wave ratio (SWR) of the attenuation material film prepared by ultrasonic-spray method is 16.3% lower than that by manual coating, and the average film thickness difference is 0.014 mm lower. The ultrasonic-spray technology has better repeatability, satisfying stability and high material utilization ratio. With homogeneous surface and well dispersed particles, the ultrasonic spraying attenuation film has lower SWR and reflection coefficient and it can be used in batching fabrication of folded waveguides.

Keywords: Ultrasonic-spray, folded waveguide, Thin film attenuation material, Oscillation

行波管这种高增益放大器件通常在电子与波相互作用时, 容易产生自激振荡, 破坏行波管的正常工作。在折叠波导行波管中, 为了抑制振荡, 有时在折叠波导内壁涂覆厚度均匀一致的衰减材料, 以增加慢波线的损耗^[1-3]。

用于微波电真空器件的衰减材料主要有碳、碳化硅、二氧化钛、康坦尔合金、铁氧体、仙达斯特 Fe-Si-Al 合金等^[4]。张永清等^[5-7]对 Fe-Si-Al 合金的衰减性能进行了研究, 结果表明该衰减材料对微波衰减损耗类型以磁衰减为主, 伴有少量电衰减的复合衰减材料; Fe-Si-Al 涂层具有优异衰减特性的实质, 在于材料本身不仅具有较强磁损耗特性, 而且还

具有很高的介电常数值, 这使得涂层的电磁波衰减常数达到了较高的数值。该衰减材料中不含易挥发物质, 有利于保持管内真空度; 烧结后与基底结合牢固, 不易脱落, 适用于折叠波导行波管。

因此, 在 W 波段和 220 GHz 折叠波导行波管中通常涂覆 Fe-Si-Al 薄膜。长期以来, Fe-Si-Al 薄膜的涂覆方法一直是手工涂覆, 而手工涂覆难以保证膜厚的一致性, 使行波管的驻波比变差, 甚至会引起管内新的振荡^[8-12]。本文利用超声喷涂技术制备 Fe-Si-Al 薄膜, 可以提高膜厚的一致性^[13]。

1 工艺流程

Fe-Si-Al 薄膜超声喷涂技术的工艺流程包括:

首先用球磨法制备 Fe-Si-Al 衰减材料粉末,然后制备分散液,将制备好的分散液放入超声喷涂设备的供料系统中实现喷涂。将喷涂好的衰减材料在湿氢的气氛中高温烧结,制备出衰减材料薄膜,最终在 W 波段标准直波导中进行电磁特性的对比。

图 1 为超声喷涂法制备薄膜衰减材料研究过程。

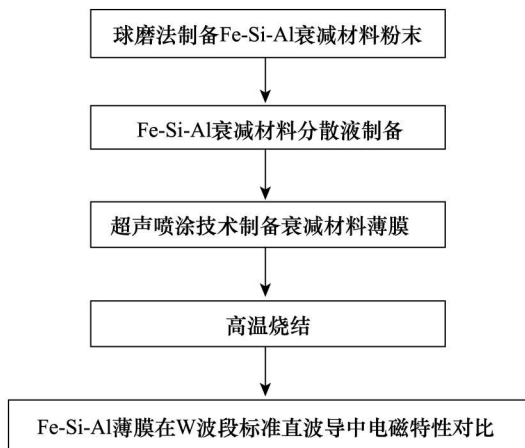


图 1 超声喷涂法制备薄膜衰减材料研究过程

1.1 球磨法制备 Fe-Si-Al 衰减材料粉末

在球磨罐中加入粒径为 $60 \sim 80 \mu\text{m}$ 的 Fe-Si-Al 合金粉末,充入液氮保护防止其氧化,将球磨罐放入球磨机中研磨。通过对该合金粉末进行研磨,得到了细化后的 Fe-Si-Al 合金粉末。采用激光粒度仪测试其粒径,过筛筛选粒径为 $5 \mu\text{m}$ 以下的粉末用于衰减材料分散液的制备。

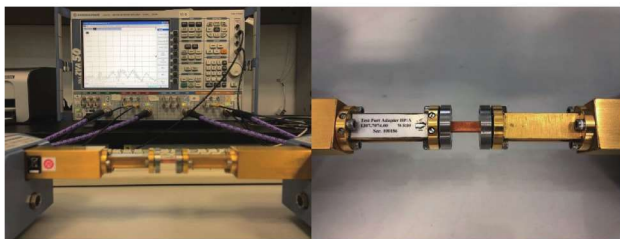


图 2 采用矢量网络分析仪测试电磁特性

2 结果对比

本文对不同工艺方法制备出的衰减材料薄膜进行了结果对比。

2.1 不同粒径的对比

手工涂覆不同粒径的衰减材料薄膜在扫描电镜 (SEM) 下的形貌如图 4 所示。

在 W 波段标准直波导中手工涂覆不同粒径的衰减材料薄膜,测量其 VSWR,其结果如图 5 所示。

手工涂覆粒径为 $60 \sim 80 \mu\text{m}$ 的衰减材料薄

1.2 Fe-Si-Al 衰减材料分散液制备

将球磨后的 Fe-Si-Al 合金粉末中加入分散剂、粘结剂、溶剂,搅拌和超声振荡 30 min,得到均匀稳定的衰减材料分散液,可保持 30 min 内不沉淀,用旋转粘度计测试其粘度范围在 $30 \sim 70 \text{ cps}$ 即可将其装入超声喷涂设备的供料系统中^[14-15]。

1.3 超声喷涂技术制备衰减材料薄膜

采用超声喷涂设备喷涂衰减材料主要包括供料系统、载物台、喷头和计算机;在供料系统中加入衰减材料分散液,通过计算机编写程序来控制喷头与载物台的距离,控制薄膜的厚度;最终采用超声喷涂技术喷涂衰减材料薄膜厚度为 0.100 mm 。

1.4 高温烧结

将喷涂好的衰减材料薄膜在湿氢的气氛中高温烧结,最终形成了衰减材料薄膜。

1.5 性能测试

为体现该衰减材料分散液在折叠波导中的应用,利用该分散液覆膜在折叠波导和 W 波段标准直波导,其中 W 波段标准直波导的电磁特性可以单一体现衰减材料对于驻波比 (VSWR) 的影响。在衰减材料的性能测试中,是在 W 波段标准直波导中镀覆衰减材料,在湿氢氛围中进行烧结,并用矢量网络分析仪测试其电磁特性,如图 2 所示。首先测试了未镀覆衰减材料的 W 波段标准直波导的 VSWR,如图 3 所示,可以看出其 VSWR 在全频带范围内是 1.05 左右。

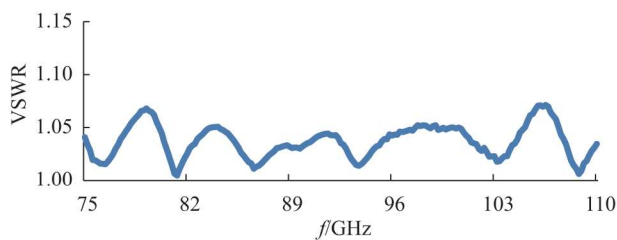


图 3 W 波段标准直波导中无镀覆衰减材料薄膜的 VSWR

膜驻波比和无镀覆衰减材料的 W 波段标准直波导相比, VSWR 明显较差;手工涂覆粒径小于 $5 \mu\text{m}$ 的衰减材料薄膜 VSWR 在全频带范围内都小于 1.2。

由此可见,在 W 波段标准直波导中手工涂覆粒径小于 $5 \mu\text{m}$ 的衰减材料所得 VSWR 较好,表面较为均匀一致,因此用粒径小于 $5 \mu\text{m}$ 的 Fe-Si-Al 粉末制备衰减材料薄膜更优。

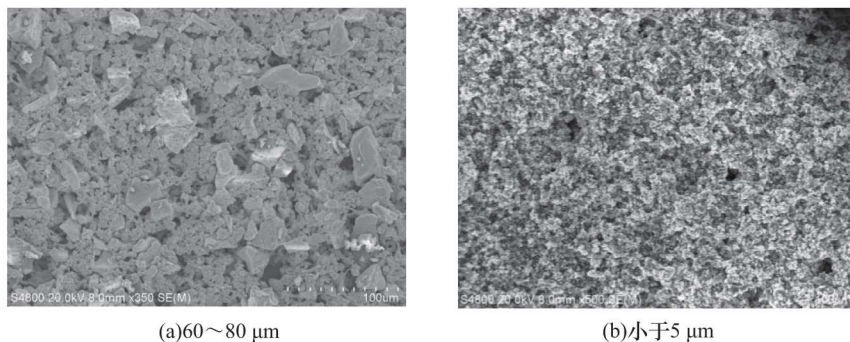


图4 不同粒径衰减材料薄膜的SEM形貌

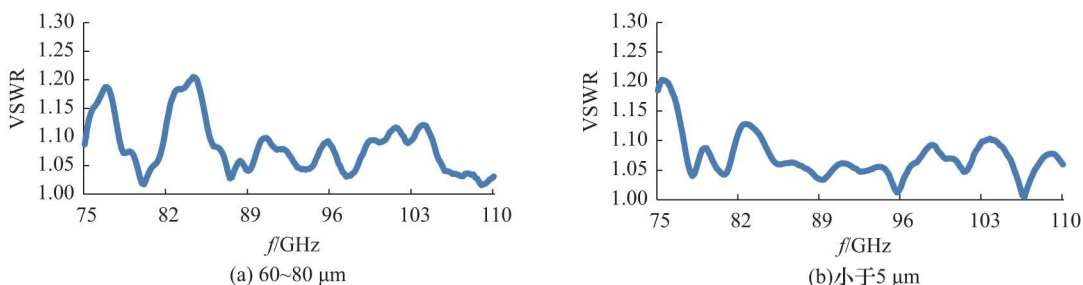


图5 不同粒径 VSWR

2.2 不同分散液的对比

用步骤工艺 1.2 衰减材料分散液配方超声喷涂制备衰减材料薄膜,分别在三个 W 波段标准直波导

中用超声喷涂设备镀膜得到相同厚度的衰减材料薄膜,测量其 VSWR,结果如图 6 所示,其 VSWR 在全频带范围内都小于 1.1。

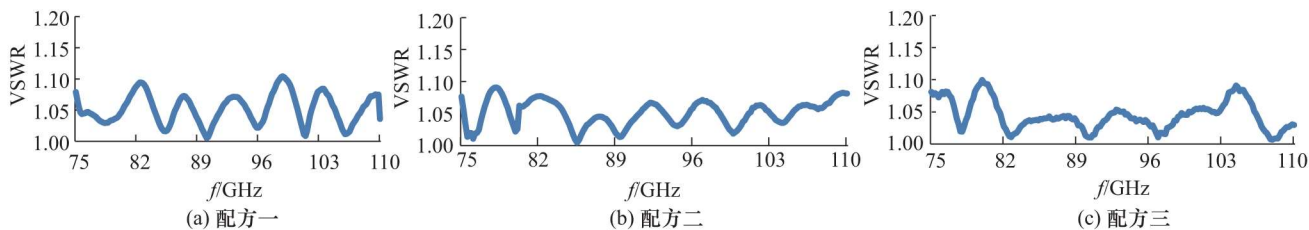


图6 超声喷涂设备不同配方制备衰减材料薄膜的 VSWR

2.3 超声喷涂与手工涂覆的对比

采用超声喷涂设备制备得到的衰减薄膜在 SEM 下的表面形貌如图 7 所示,可以发现薄膜表面更加均匀一致。

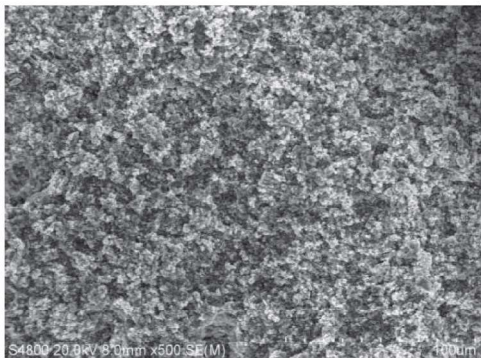


图7 超声喷涂法制备衰减材料薄膜表面形貌

图 8 是超声喷涂法和手工涂覆与未涂覆直波导的 VSWR 和衰减量的对比图;图 9 是三种不同制备衰减材料薄膜方法厚度最大值与最小值的对比,将厚度最大值与最小值的差定义为成膜厚度差。

测试结果表面,超声喷涂法制备所得衰减材料薄膜的 VSWR 最小,在长为 22 mm 的 W 波段标准直波导中测试的衰减量与手工涂覆 0.100 mm 厚的衰减材料薄膜较为一致,能够保证足够的衰减量,成膜厚度差也最小。手工涂覆小于 5 μm 衰减材料薄膜的 VSWR 在全频带内比手工涂覆 60 ~ 80 μm 衰减材料薄膜降低了 7.3%,成膜厚度差减小了 0.0075 mm,利用超声喷涂设备喷涂衰减材料薄膜 VSWR 在全频带范围内最低,比手工涂覆制备 60 ~ 80 μm 衰减材料薄膜降低了 16.3%,成膜厚度差减小了 0.014 mm。

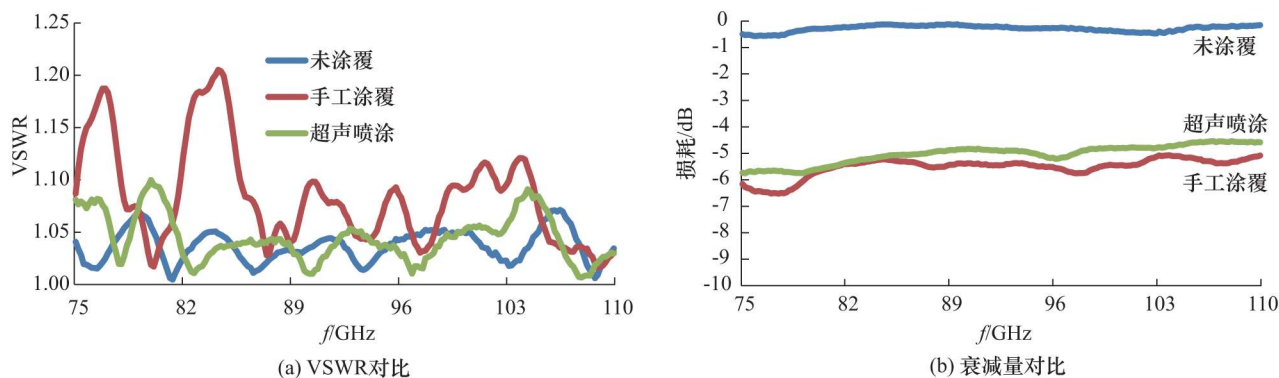


图8 超声喷涂法和手工涂覆与未涂覆直波导的 VSWR 和衰减量对比

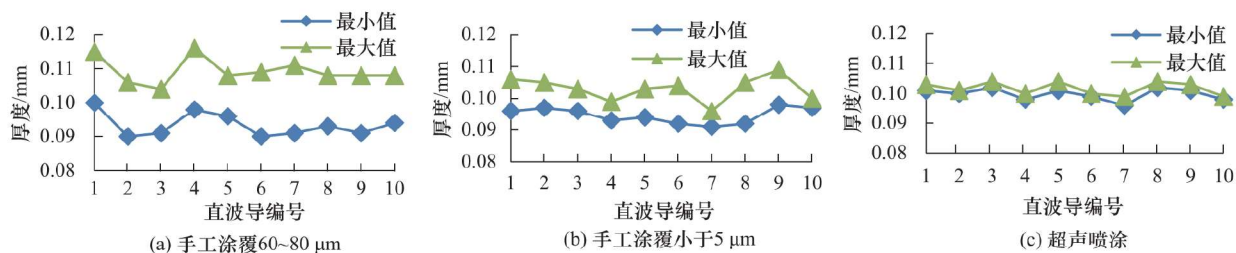


图9 三种不同制备衰减材料薄膜方法所得厚度

3 结论

综上,超声喷涂技术可以使 VSWR 在全频带内降低 16.3%,成膜厚度差减小 0.014 mm。因此,采用超声喷涂技术重复性和稳定性更好,浆料利用率高,薄膜衰减材料表面均匀且颗粒分散性良好,具有更小的 VSWR 和反射系数,超声喷涂技术能够使薄膜衰减材料分布更为均匀一致,在 W 波段标准直波导中的性能更相近,在高频段折叠波导具有很高的应用价值,更有利于批量生产。

参 考 文 献

- [1] 冯进军,蔡军,胡银富,等. 近太赫兹频段线性注真空器件的研究 [J]. 太赫兹科学与电子信息学报,2015,(5): 684-690,706.
- [2] 胡银富,冯进军. 用于雷达的新型真空电子器件 [J]. 雷达学报,2016,(4):350-360.
- [3] Pan Pan, Hu Yinfu, Li Hanyan, et al. Development of G Band Folded Waveguide TWTs [C]. Proceedings of IEEE 17th International Vacuum Electronics Conference, 2016:41-42.
- [4] 刘红军. 基于磁控溅射技术的薄膜衰减材料制备 [D]. 北京:中国科学院大学(工程管理与信息技术学院),2017.
- [5] 张永清,阴生毅,黄云平,等. FeSiAl 粉末形貌对微波衰减涂层性能的影响 [J]. 微波学报,2010,(4):690-693.
- [6] 张永清,丁耀根. 用于大功率微波器件的新型薄膜衰减材料 [J]. 真空电子技术,2004,(3):20-22,26.
- [7] 张永清,丁耀根,阴生毅,等. FeSiAl 微波衰减涂层电磁特性分析 [J]. 真空电子技术,2006,(6):39-40,44.
- [8] Cai Jun. Attenuator for W-Band Folded Waveguide TWT [C]. Proceedings of IEEE 9th International Vacuum Electronics Conference, 2008:20-21.
- [9] Cai Jun. Analysis and Test Preparation of Attenuator for W-Band Folded Waveguide TWT [C]. Proceedings of IEEE 8th International Vacuum Electronics Conference, 2007:1-2.
- [10] 张琳,唐焯,潘攀,等. 利用衰减涂层抑制 220 GHz 行波管振荡的试验研究 [J]. 真空电子技术,2017,(4):43-45.
- [11] 董芮彤,杜英华,潘攀. FeSiAl 衰减材料在 W 波段的电磁特性研究 [J]. 真空电子技术,2017,(4):43-45.
- [12] 蔡军,冯进军,胡银富,等. W 波段折叠波导行波管振荡抑制 [J]. 强激光与粒子束,2013,(5):1195-1199.
- [13] 李琳,姜东,曾蓉,等. 超声喷涂法制备 PEMFC 膜电极研究 [J]. 稀有金属,2017,(7):648-652.
- [14] 汪辉,黄欣. 玻璃纤维连续毡用粉末粘结剂的研发 [J]. 玻璃纤维,2016,(5):32-36,42.
- [15] 罗大军,邵会菊,靳进波,等. 熔融-拉伸法制备亲水聚丙烯/聚乙烯醇缩丁醛中空纤维膜 [J]. 高等学校化学学报,2018,(8):1838-1845.

(下转第 63 页)

作者简介:



黄俊杰(1981-),男,主要从事高功率有源气体放电器件与微波电真空器件的研发;E-mail:1361628506@139.com。



通讯作者:王少哲(1990-),男,核技术及应用专业博士,主要从事大功率高效率速调管的研发;E-mail:wangshaoz2011@163.com。

(上接第 32 页)

- [4] Jeon S G, Shin Y M, Jang K H, *et al.* High Order Mode Formation of Externally Coupled Hybrid Photonic-Band-Gap Cavity [J]. *Applied Physics Letters*, 2007, 90 (2):021112.
- [5] 谢家麟,赵永翔. 速调管群聚理论[M]. 北京:科学出版社,1966.
- [6] Ginzton E L, Harrison A E. Reflex-Klystron Oscillators [J]. *Proceedings of the IRE*, 1946, 34 (3):97-113.
- [7] 杜秉初,汪健如. 电子光学[M]. 北京:清华大学出版社,2002.

作者简介:



郭宏阳(1996-),本科毕业于电子科技大学,硕士学历,研究方向为电子科学与技术(物理电子学方向);E-mail:hyguo139@163.com。

收稿日期:2019-09-10

(上接第 47 页)

- [16] Drzaga M, Gierczycki A, Dzido G, *et al.* Influence of Nonionic Surfactant Addition on Drag Reduction of Water Based Nanofluid in a Small Diameter Pipe [J]. *Chinese J Chem Eng*, 2013, 21 (1):104.

作者简介:



李佳潞(1990-),女,工程师,硕士,主要从事微波电真空器件的研制;E-mail:714664700@qq.com。

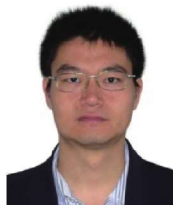
收稿日期:2019-07-23

通讯作者:蔡军(1978-),男,高级工程师(研究员级),博士,主要从事电真空器件的研制。

(上接第 50 页)

- [4] 韩勇,刘燕文,丁耀根. 镀膜组件对螺旋线慢波结构性能的影响[J]. *真空科学与技术学报*, 2009, 29 (9):25-30.
- [5] Sudarshan, T. S 编. 范玉殿译. 表面改性技术工程师指南[M]. 北京:清华大学出版社,1992:264-266.
- [6] 达道安. 真空设计手册(第3版)[M]. 北京:国防工业出版社,2004:1449-1502.

作者简介:



张吉峰(1978-),电子科技大学,硕士,研究方向为真空热处理及镀膜。

收稿日期:2019-05-28