

질화규소 재료의 고온 유전물성 평가

High Temperature Dielectric Properties of Silicon Nitride Materials

최 두 현*

Choi, Doo-Hyun

ABSTRACT

Dielectric properties of quartz glass and Si_3N_4 are investigated using the waveguide method from room temperature to 800°C . For the case of dielectric constant, Si_3N_4 showed similar increase with quartz glass up to 300°C , but less increase from 300°C to 800°C . For the case of loss tangent, those showed gradual increase with temperature except of some temperature points. The loss tangent of Si_3N_4 and quartz glass increased up to 18.2% and 12.5% respectively. Through these researches, high temperature dielectric properties of silicon nitride materials are characterized.

주요기술용어(주제어) : High Temperature Dielectric Properties(고온 유전물성), Quartz Glass(석영 유리), Silicon Nitride(질화규소), Waveguide(도파관), Jarvis Method(Jarvis 방법), Dielectric Constant(유전율), Loss Tangent(손실율)

1. 머리말

비행기와 유도무기의 속도가 더 높은 마하 영역으로 증가함에 따라 공력 가열, 기계적 응력, 빗방울 침식 등이 더 증가하고 있다. 레이돔은 비행기와 유도무기에서 위와 같은 현상에 가장 노출된 부위에 있고, 따라서 질화규소와 같은 세라믹 계열의 레이돔 재료가 필요하다. 새로운 레이돔 재료를 개발하기 위해서는 레이돔을 사용하는 주파수 영역에서 유전물성과 온도에 따른 유전물성 변화를 정밀하게 평가하는 것이 필수적이다.

재료의 고온 유전물성 측정에 관해 여러 가지 방법

을 이용한 시도들이 있었다. ASTM(The American Society for Testing and Materials)에서는 도파관을 이용한 방법과 공동 섭동을 이용한 방법을 제안하였다^[1]. 미국의 Naval Weapon Center의 Gagnon 등은 측정 재료가 부분적으로 채워진 공동을 이용한 방법과 자유공간법을 이용한 방법을 제안하였다^[2]. 미국 Army Materials and Mechanics Research Center의 W. W. Ho는 또한 공동 섭동을 이용한 방법으로 여러 가지 레이돔 재료의 유전물성을 측정하였다^[3]. 이와 같이 재료의 고온 유전물성을 측정하는 방법은 공동 섭동법, 도파관을 이용한 방법, 자유공간법의 세 가지로 분류할 수 있다. 이 중 도파관을 이용한 방법은 공동 섭동법에 비해 측정 재료 준비가 수월하고 넓은 주파수 영역에서 측정할 수 있는 장점이 있다. 또한 자유공간법에 비해 교정하는 방법이 수월하며 Horn Lens Antenna 등의 부수 장비가 필요하

† 2007년 3월 19일 접수~2007년 6월 15일 게재승인

* 국방과학연구소(ADD)

주저자 이메일 : cooldoo@add.re.kr

지 않다.

본 논문에서는 마이크로파 영역에서 도파관을 이용하여 두 가지 종류의 레이돔 재료에 대해 고온 유전물성을 측정하였다. 측정에 사용한 재료는 석영유리(Quartz Glass)와 질화규소(Silicon Nitride)이었다. 온도 변화영역은 상온에서 800℃까지로 하였으며, 100℃ 온도 변화에 따라 각 재료의 유전율과 손실율을 측정하였다.

2. 도파관을 이용한 측정 알고리즘

도파관을 이용한 측정 알고리즘은 Nicolson-Ross 방법과 Jarvis 방법이 있다. 본 연구에는 Jarvis 방법을 사용하였다. 이 방법은 Nicolson-Ross 방법에서 발생하는 기준 평면 위치보상 문제가 없다. 이 방법은 산란계수 방정식들을 조합하여 여러 가지 방정식을 유도하고 반복계산법(Numerically Iterative Method)을 이용하여 유전율을 구한다.

가. 복소 유전율 측정

그림 1은 유전율 측정용 시편 홀더와 시편의 위치를 나타내는데, Port 1과 Port 2는 네트워크 어날라이저의 보정 기준평면의 위치를 나타낸다. 그림에서 보듯이 산란계수 방정식은 다음과 같다.

$$S_{11} = R_1^{2f} \left[\frac{\Gamma(1-z^2)}{1-\Gamma^2 z^2} \right] \quad (1)$$

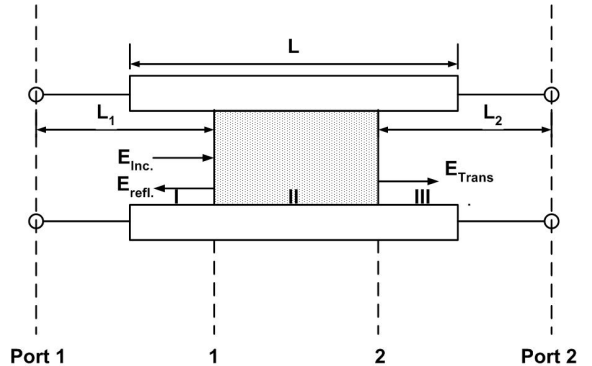
$$S_{22} = R_2^{2f} \left[\frac{\Gamma(1-z^2)}{1-\Gamma^2 z^2} \right] \quad (2)$$

$$S_{21} = S_{12} = R_1 R_2 \left[\frac{z(1-\Gamma^2)}{1-\Gamma^2 z^2} \right] \quad (3)$$

여기서

$$R_1 = \exp(-j\gamma_0 L_1) \quad (4)$$

$$R_2 = \exp(-j\gamma_0 L_2) \quad (5)$$



[그림 1] 전송선로에 삽입된 유전체 시편과 영역 I, II, III에서의 입사 및 반사 전기장 분포. port 1과 port 2는 보정 기준 평면의 위치.

식 (4)와 (5)에서 L_1 과 L_2 는 보정 기준 평면(calibration reference planes)에서 시편 끝까지의 거리이고, R_1 과 R_2 는 기준평면 변환표현식이다. 투과계수 T 에 대한 표현식은 다음과 같다.

$$T = \exp(-j\gamma L) \quad (6)$$

여기서 L 은 시편 길이이다. 만약 시편 홀더 길이를 알고 있다면, 시편 홀더 길이 L_{air} 는 $L + L_1 + L_2$ 이고, 빈 시편 홀더에 대해 산란계수 S_{21}^0 은 다음과 같다.

$$S_{21}^0 = R_1 R_2 \exp(-j\gamma_0 L_{air}) \quad (7)$$

비자성 재료에 대해 식 (1), (2), (3)은 미지의 변수로서 ϵ_r , ϵ_r' , L 과 기준평면변환 R_1 과 R_2 를 포함한다. S_{12} 와 S_{21} 에 대한 방정식은 등방성 재료에 대해 동일하다. 결국 4개의 복소 방정식 (1), (2), (3), (7)과 시편 홀더 길이에 대한 방정식, 다시 말해 5개의 알려지지 않은 변수에 대해 9개의 실수 방정식을 갖는다. 변수보다 방정식의 개수가 많으므로 다양한 조합으로 해를 얻는 것이 가능하다. 기준평면에 무관한 많은 방정식들의 조합 중에 가장 유용한 조합은 다음과 같다.

$$|S_{21}| = \left| \frac{z(1-\Gamma^2)}{1-z^2\Gamma^2} \right| \quad (8)$$

$$|S_{11}| = \left| \frac{\Gamma(1-z^2)}{1-z^2\Gamma^2} \right| \quad (9)$$

$$\frac{S_{11}S_{22}}{S_{12}S_{21}} = \frac{(1 - \frac{\epsilon_R^*}{\mu_R^*})^2}{\frac{4\epsilon_R^*}{\mu_R^*}} \sinh^2 \gamma L \quad (10)$$

$$\frac{S_{21}}{S_{21}^0} = \exp(\gamma_0 L) \frac{z[1-\Gamma^2]}{1-z^2\Gamma^2} \quad (11)$$

$$S_{21}S_{12} - S_{11}S_{22} = \exp[(-2\gamma_0)(L_{air} - L)] \frac{z^2 - \Gamma^2}{1 - z^2\Gamma^2} \quad (12)$$

위의 수식에서 수직바는 복소 방정식의 크기를 나타내며, 식 (10)은 동축선로에 대해서만 유효하다.

Nicolson-Ross 방법은 산란계수 S_{11} 과 S_{21} 만을 측정하여 복소 유전율과 투자율을 구했다. 그런데 이 측정법은 기준 평면위치를 알기 어려우며, 시편 길이가 반파장의 정수배에 해당하는 주파수에서는 큰 오차가 발생하는 단점이 있다. 저손실 시편에 대해 반파장의 정수배에 해당하는 주파수에서는 산란계수 $|S_{11}|$ 은 아주 작다. 방정식은 S_{11} 이 0에 근접함에 따라 기하학적으로 불안정해진다. 또한 작은 $|S_{11}|$ 에 대해 네트워크 어날라이저 측정의 위상 불확실성이 커진다. 이러한 문제를 피하기 위해서는 길이가 짧은 시편을 사용해야 한다. 그러나 짧은 시편의 사용은 측정 민감도를 떨어뜨리는 모순이 있다. 따라서 최근에는 Jarvis 방법이 많이 사용되는 추세이다.

식 (8)~(12)의 조합으로 계산한 유전물성은 측정주파수에 대해 안정한 값을 가진다. 식 (8)~(12)의 조합을 사용함으로써 시편 길이와 시편 홀더 길이는 방정식에서 제거할 수 있다. 이러한 방정식들의 해는 기준 평면위치, 시편 홀더 길이와 시편 길이에 무관하다.

비자성 재료이고 시편 홀더와 시편 길이를 알고 있다면 식 (12)를 이용하여 유전율을 구한다. 시편 길이를 모르는 경우에는 식 (11)과 (12)를 이용하여 유전율 및 길이를 계산한다. 시편 길이를 모르는 경우에는 식 (8)~(10) 중 한 식과 식 (11), (12)를 이용하

여 유전율, 투자율 및 길이를 계산한다. 이때, 해를 구하기 위한 수치해석은 Newton-Raphson의 반복계산법(Numerically Iterative Method)을 이용하며, 초기조건은 Nicolson-Ross 방법의 해를 사용한다.

3. 질화규소 재료의 고온 유전물성 측정 및 결과 분석

가. 측정 재료 준비

실험에 사용한 재료는 석영유리와 질화규소이었다. 석영유리는 GE Quartz사의 GE-124 제품을 사용하였다. 석영유리의 밀도는 2.2g/cm^3 이었다. 질화규소는 Cold Isostatic Pressing(CIP) 방법으로 성형한 후 1800°C 에서 98 kPa 의 질소압으로 2시간 열처리하여 제조하였으며, 밀도는 3.1g/cm^3 이었다. $8.2\sim 12.4\text{GHz}$ (X-Band) 주파수 영역에서 고온 유전물성을 측정하기 위해 각각의 재료를 단면이 $22.86 \times 10.16\text{mm}$ 인 직육면체로 가공하였다. 이 때 석영유리, 질화규소의 두께는 각각 $7.91, 5.44\text{mm}$ 이었다.

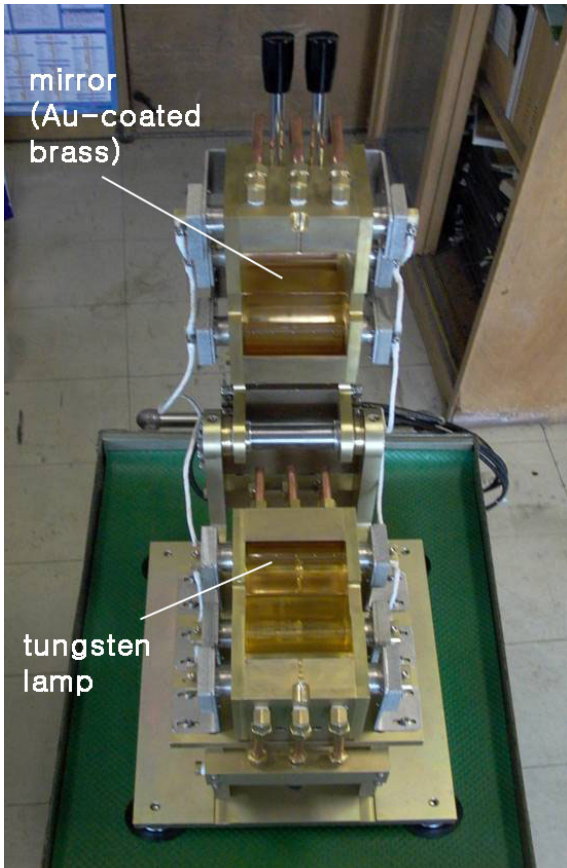
나. 고온 유전물성 측정 장치

고온에서 레이돔 재료의 유전물성을 평가하기 위해 도파관 방법을 사용하였다. 상온에서 측정하는 일반적인 도파관 방법과는 달리 고온 유전물성 측정을 위해서는 별도의 장치가 필요하다.

우선 측정 시편을 고온으로 가열하고 가열부의 열이 도파관에 연결되어 있는 동축선에 전달되지 않도록 하는 시편 가열장치가 필요하다. 이를 위해 그림 2와 같은 장치를 제작하였다.

시편 가열을 위해 장치의 상부면과 하부면에 각각 3개의 텅스텐 램프를 설치하였다. 가열로 내부는 brass를 이용하여 제작하였으며 가열 효율을 높이기 위해 도파관이 설치되는 내부면은 금으로 코팅하였다. 또한 가열하는 도중에 장치 외부로 방출되는 열을 차단하기 위해 수냉 장치를 부착하였다.

상온에서 유전물성 측정을 위해 사용하는 도파관은 일반적으로 알루미늄 합금으로 제작한다. 하지만 800°C 까지 유전물성을 측정할 때 알루미늄 도파관은 사용할 수 없다. 따라서 800°C 까지 측정할 수 있도록



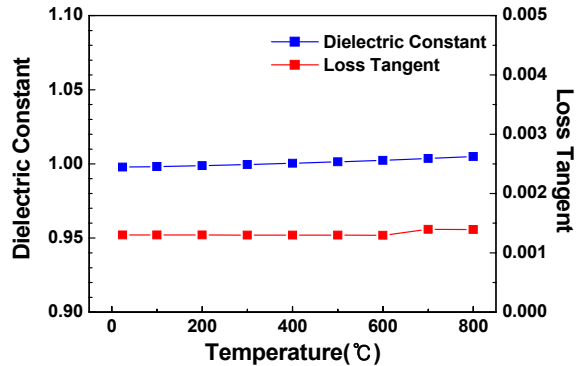
[그림 2] 도파관 고온 유전물성 측정을 위한 시편 가열장치.

Inconel을 사용하여 X-band 주파수용 도파관을 제작하였으며 열을 차단하기 위해 도파관 양쪽 끝에 수냉장치를 부착하였다.

이와 같은 장치를 이용하여 레이돔 재료의 온도별 산란계수를 HP 8510C 네트워크 어날라이저를 사용하여 측정하였다. 측정된 산란계수를 Jarvis 방법을 이용하여 유전율과 손실율로 계산하였다.

다. 질화규소 재료의 고온 유전물성 측정

상온에서 800℃까지 온도를 증가시키면서 측정할 때 Inconel 도파관은 열팽창을 겪게 된다. 이는 유전물성 측정오차를 유발할 수 있다. 열팽창에 따른 도파관의 크기 변화가 유전물성 측정에 미치는 영향을 조사하기 위해 빈 도파관의 유전물성을 상온에서 800

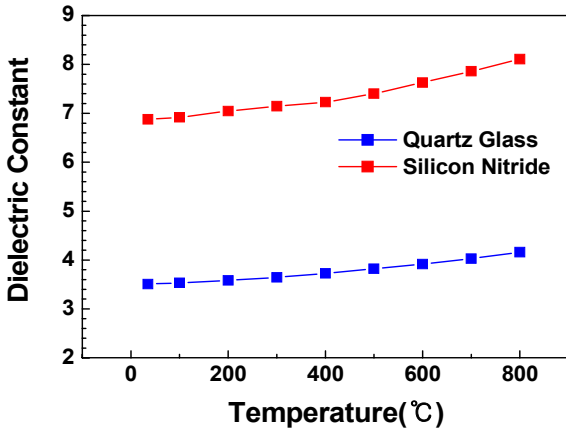


[그림 3] 상온에서 800℃까지 10GHz 주파수의 공기 유전율과 손실을 측정결과.

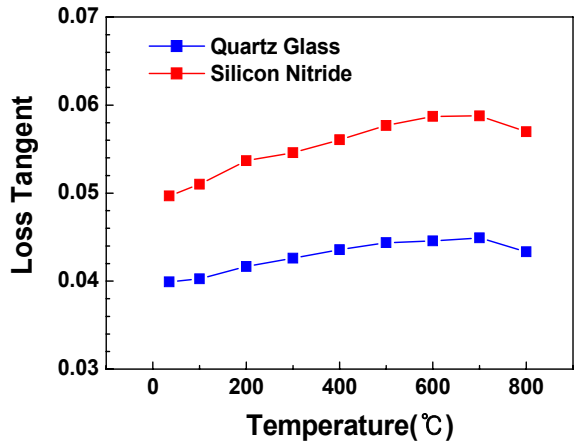
℃까지 100℃ 간격으로 측정하였다. 그림 3에 그 결과를 나타내었다. 공기의 유전율은 이 온도영역에서 0.9979에서 1.0050으로 변화하였고, 1.001±0.002의 값을 나타내었다. 즉 유전율의 미치는 영향은 미미한 것으로 판단된다. 손실율의 경우는 상온에서 0.0013인 것이 800℃에서 0.0014로 변화하였다. 도파관을 사용한 측정의 경우 저손실 재료에 대해 손실율을 10⁻⁴영역까지 정확하게 측정하는 것이 사실상 불가능하다. 따라서 손실율이 0.0013에서 0.0014로 변한 경우에는 사실상 손실율이 변화가 없다고 볼 수 있다. 이상의 결과에서 알 수 있듯이 상온에서 800℃까지 측정할 때 도파관의 열팽창에 의한 오차는 무시할 만한 수준이다.

석영유리와 질화규소에 대해 상온에서 800℃까지 유전율 측정결과를 그림 4에 나타내었다. 상온에서의 유전율이 석영유리와 질화규소가 각각 3.50, 6.88의 값이 나왔는데, 이는 일반적으로 알려져 있는 값보다 작게 나왔다^[4]. 하지만 온도에 따른 유전율의 변화를 판단하는 데에는 문제가 없을 것이다. 강유전체와 같이 상전이가 일어나는 재료를 제외하면, 일반적으로 다결정체 세라믹 재료는 온도가 증가할 때 마이크로파 주파수 영역의 유전율은 증가한다^[5]. 이는 그림 4의 두 가지 재료에서 온도가 증가함에 따라 유전율이 증가하는 경향과 일치한다.

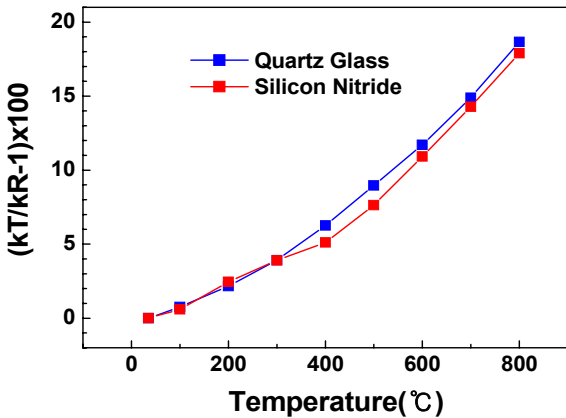
각 재료에 대해 온도에 따른 유전율의 상대적인 증가율을 그림 5에 나타내었다. 여기서 상대적인 증가율이란 각 재료의 해당 온도 유전율(kT)을 상온 유



[그림 4] 상온에서 800℃까지 10 GHz에서 석영유리와 질화규소의 유전율 측정결과.



[그림 6] 상온에서 800℃까지 10GHz에서 석영유리와 질화규소의 손실율 측정결과.



[그림 5] 상온에서 800℃까지 석영유리와 질화규소 유전율의 상대적인 증가율.

전율(kR)로 나눈 후 1을 빼고 100을 곱한 값이다. 300℃까지는 질화규소와 석영유리의 유전율 증가 양상이 유사하지만 300℃ 이상에서는 질화규소의 증가율이 다소 떨어지는 양상을 보인다. 300℃ 이상에서 두 재료의 증가율이 달라지는 원인에 대해서는 차후 연구가 필요하다. 최종적으로 800℃까지 가열하였을 때, 석영유리와 질화규소의 유전율은 상온에서의 유전율에 비해 각각 18.8%, 17.9% 증가하였다.

석영유리와 질화규소에 대해 상온에서 800℃까지 손실율 측정결과를 그림 6에 나타내었다. 석영유리, 질화규소의 손실율이 상온에서 각각 0.040, 0.050의

값을 보였다. 석영유리와 질화규소 모두 700℃까지 손실율이 완만하게 증가하다가 700℃ 이후에는 감소하는 경향을 보였다. 다결정체 세라믹 재료의 경우 마이크로파 주파수 영역에서 온도가 증가할 때 일반적으로 손실율 또한 증가한다^[5]. 그림 6에서도 일부 온도 구간을 제외하면 전반적으로 온도가 증가할 때 손실율이 증가하는 경향을 보였다. 온도 증가에 따른 손실율 증가를 보면 석영유리와 질화규소 각각 최소값 대비 12.5%, 18.2% 증가하였다.

4. 결론

마이크로파 주파수 영역에서 도파관을 이용하여 석영유리와 질화규소에 대해 고온 유전물성을 측정하였다. 측정 온도 영역은 상온에서 800℃까지였다. 유전율의 경우 온도 증가에 따라 증가하는 경향을 보였다. 질화규소의 경우 석영유리와 절대적인 유전율 증가값은 다르지만 상대적인 유전율 증가율은 300℃까지는 유사했고, 300℃ 이후에는 증가율이 다소 감소했다. 손실율의 경우도 일부 온도 구간을 제외하면 온도 증가에 따라 손실율이 증가하는 경향을 보였다. 온도 증가에 따른 손실율 최대 증가는 700℃에서 측정되었으며, 그 때 질화규소와 석영유리의 손실율은 각각 18.2%, 12.5% 증가하였다.

참 고 문 헌

- [1] “Standard test methods for complex permittivity (dielectric constant) of solid electrical insulating materials at microwave frequencies and temperatures to 1650°C”, ASTM Designation : D2520-86.
- [2] D. R. Gagnon, D. J. White, G. E. Everett and D. J. Bank, “Techniques for microwave dielectric measurements”, Final Rep. NWC TP 6643, Naval Weapons Center, China Lake, CA, pp. 39~50, 1986.
- [3] W. W. Ho, “High temperature millimeter wave characterization of the dielectric properties of advanced window materials”, Final Rep. AMMRC TR 82-28, 1981.
- [4] Dennis J. Kozakoff, “Radome Dielectric Materials” in Analysis of Radome-Enclosed Antennas : Artech House, 1997.
- [5] W. W. Ho, “High-temperature dielectric properties of polycrystalline ceramics”, in Proc. Mater. Res. Soc. Symp., Vol. 124, pp. 137~148, 1988.