

УДК 621.372.8:621.315.61

А.А. Беляев¹, Е.Е. Беспалова¹, С.М. Паярель¹

УСТАНОВКА ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТА ПРОХОЖДЕНИЯ НА СВЕРХВЫСОКИХ ЧАСТОТАХ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ ПРИ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ ДО 1200°C

DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-12-9-9

В авиационной и космической технике широкое применение находят материалы, обеспечивающие прохождение электромагнитной энергии, – радиопрозрачные материалы. При проектировании радиопрозрачных материалов, особенно многослойных и широкополосных, очень важным моментом является определение экспериментальным путем коэффициента прохождения как отдельных слоев материалов, так и всего многослойного материала (или детали изделия) в целом в заданном диапазоне частот – от дециметровых до миллиметровых длин волн. Одним из наиболее распространенных методов является измерение диэлектрических свойств материалов с последующим расчетом коэффициента прохождения. Однако помимо того, что это не прямые измерения, таким измерениям сопутствуют погрешности, связанные с неточностью изготовления образцов под размеры волновода или резонатора. Кроме того, на частотах >10 ГГц размеры сечения волновода или резонатора становятся меньше неоднородностей гетерогенных материалов, что не позволяет проводить измерения на этих частотах. Измерения диэлектрической проницаемости проводятся только в отдельных точках диапазона частот и достаточно трудоемки. В данной статье описана установка для измерения коэффициента прохождения на сверхвысоких частотах неметаллических материалов при высоких температурах до 1200°C.

Ключевые слова: коэффициент прохождения, радиопрозрачный материал, высокая температура, измерительная установка.

In aviation and space engineering are widely used materials allowing the passage of electromagnetic energy – radio transparent materials. In the design of radio-transparent materials, especially multilayer and broadband is a very important point is the determination by experiment of the transmission coefficient (KP) as separate layers of the materials and multilayer material (or parts) in the whole specified frequency range (from decimeter to millimeter wavelengths). One of the most common methods is the measurement of dielectric properties of materials and then calculate KP. However, besides the fact that it is not direct measurement, such measurements are accompanied by errors due to inaccuracy of manufacture of the samples to the dimensions of the waveguide or resonator. In addition, at frequencies above 10 GHz, the dimensions of the waveguide or resonator section become smaller than the inhomogeneities of heterogeneous materials, which makes it impossible to carry out measurements at these frequencies. Measurements of permittivity are performed only in some points of the frequency range and quite time consuming. This article describes the setup for measuring transmission coefficient at microwave frequencies of non-metallic materials at high temperatures up to 1200°C.

Keywords: transmission coefficient of microwave frequency, radio-transparent material, high temperature, installation.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Разработка высокотемпературных материалов – одно из важных направлений развития материалов и технологии их переработки на ближайшие 20 лет [1]. В настоящее время все большее внимание уделяется композиционным [2–4] и функциональным [5–7] материалам и их применению в авиа- и ракетостроении. В процессе разработки радиопрозрачных деталей изделий (обтекателей, крышек, люков и др.) важным элементом является определение экспериментальным путем коэффициента прохождения для разрабатываемых деталей и материалов, из которых предполагается их изготовление. Для более полной оценки полученных свойств материалов необходимо их всестороннее исследование, в том числе и при высоких температурах. Работы по исследованию материалов при высоких температурах выполняются в рамках реализации комплексного научного направления 15.3. «Материалы и покрытия для защиты от ЭМИ, ударных, вибрационных, акустических и электрических воздействий» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [1].

Материалы и методы

В современных и перспективных устройствах, приборах и летательных аппаратах зачастую возникает необходимость использования радиопрозрачных материалов при достаточно высоких температурах (до 1000°C, а зачастую – до 2000°C и выше). К сожалению, большинство материалов имеют достаточно сильную зависимость радиотехнических характеристик и диэлектрической проницаемости (ДП), особенно диэлектрических потерь (рис. 1–4) от температуры [8], поэтому возникает необходимость их измерения непосредственно при предполагаемых рабочих температурах.

Однако существующие методы испытаний обычно рассчитаны на измерения в интервале температур от -60 до +250°C, например ГОСТ 22372–77 (СТ СЭВ 3164–81 и СТ СЭВ 3166–81) «Материалы диэлектрические. Метод определения диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь в диапазоне частот от 100 до $5 \cdot 10^6$ Гц» (с Изменением №1) или ГОСТ Р 8.623–2015 «Государственная система обеспечения единства измерений. Относительная диэлектрическая проницаемость и тангенс угла диэлектрических потерь твердых диэлектриков. Методики измерений в диапазоне сверхвысоких частот».

При необходимости же измерения радиотехнических характеристик и диэлектрической проницаемости при температурах ~1000°C и выше или проводятся измерения диэлектрической проницаемости [9–20] с дальнейшим расчетом коэффициента прохождения [21, 22], или применяются специальные методы измерения.

Измерения диэлектрической проницаемости при высоких температурах обычно проводят на частоте 10 ГГц или близкой к ней в цилиндрическом волноводном резонаторе с волной H_{01p} (где p : 2, 3, 4, 5 – число полуволн по длине резонатора). При этом цилиндрический волноводный резонатор стараются изготовить из материала с низким коэффициентом теплового расширения, например из молибдена, имеющего температурный коэффициент линейного расширения $6 \cdot 10^{-6}$ 1/°C. Для уменьшения возможной погрешности за счет теплового расширения цилиндрического волноводного резонатора, стенки волноводного резонатора изготавливают [10] из кварцевого стекла (имеет температурный коэффициент линейного расширения $5 \cdot 10^{-7}$ 1/°C) с платиновым покрытием. При этом значительно снижается температурный коэффициент линейного расширения стенок такого объемного резонатора, обеспечивая экспериментально измеренное изменение длины резонатора не более 0,02 мм при температурах до 1200°C. Для металлического же объемного резонатора при температурах до 1200°C увеличение длины резонатора может составлять до 0,9 мм.

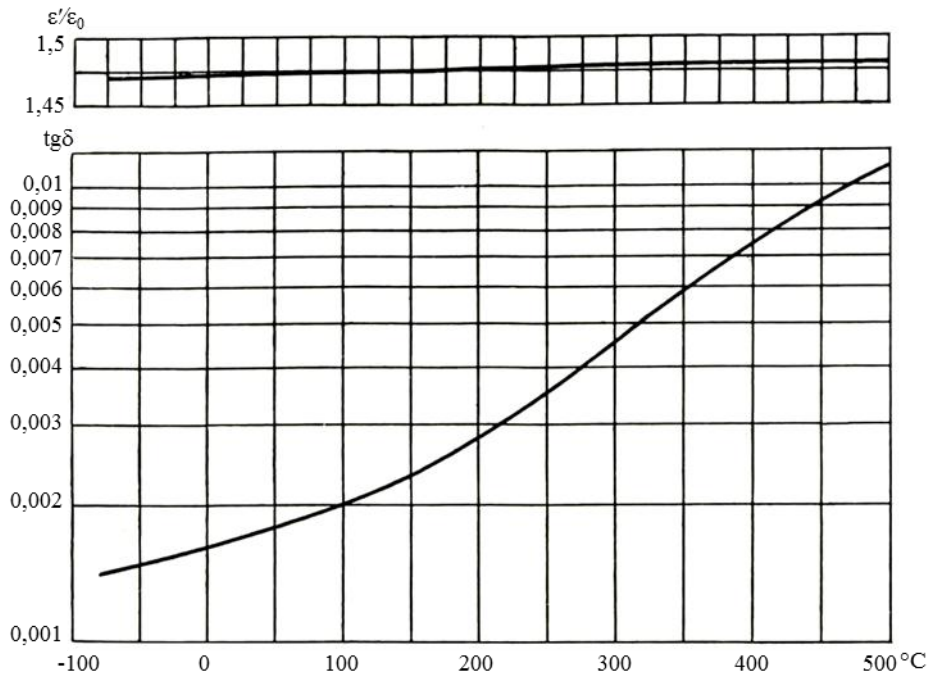


Рис. 1. Значения диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь для пористой керамики марки AF-497 при разных температурах на частоте 10 ГГц

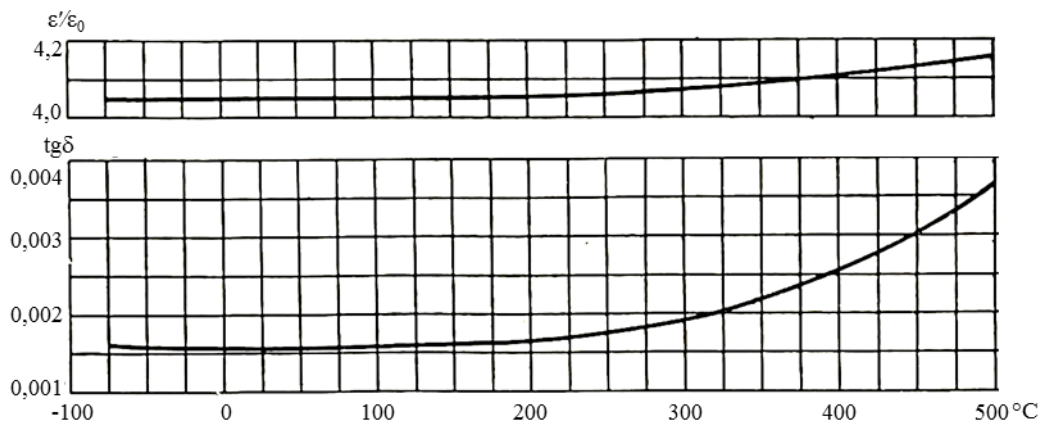


Рис. 2. Значения диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь для боросиликатного стекла (73,2% SiO_2 +24,8% B_2O_2) при разных температурах на частоте 10 ГГц

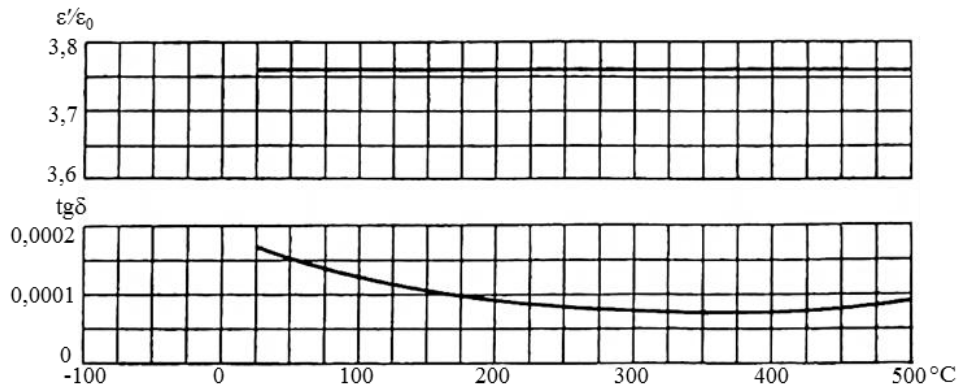


Рис. 3. Значения диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь для плавленного кварца (915°C) при разных температурах на частоте 10 ГГц

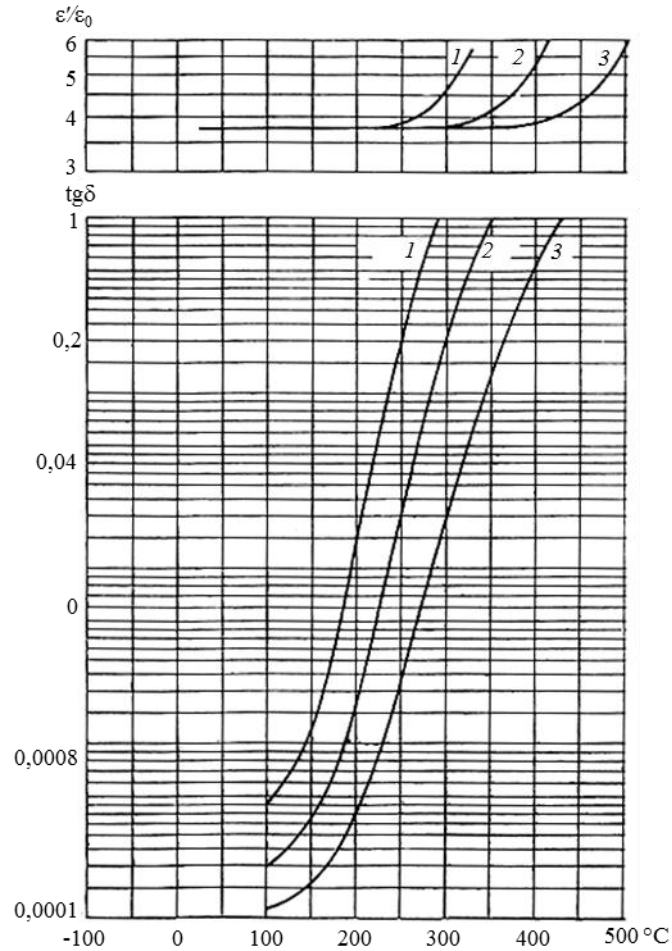


Рис. 4. Значения диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь для плавленного кварца (915°C) при разных температурах на частотах: 10^2 (1), 10^3 (2) и 10^4 (3) Гц

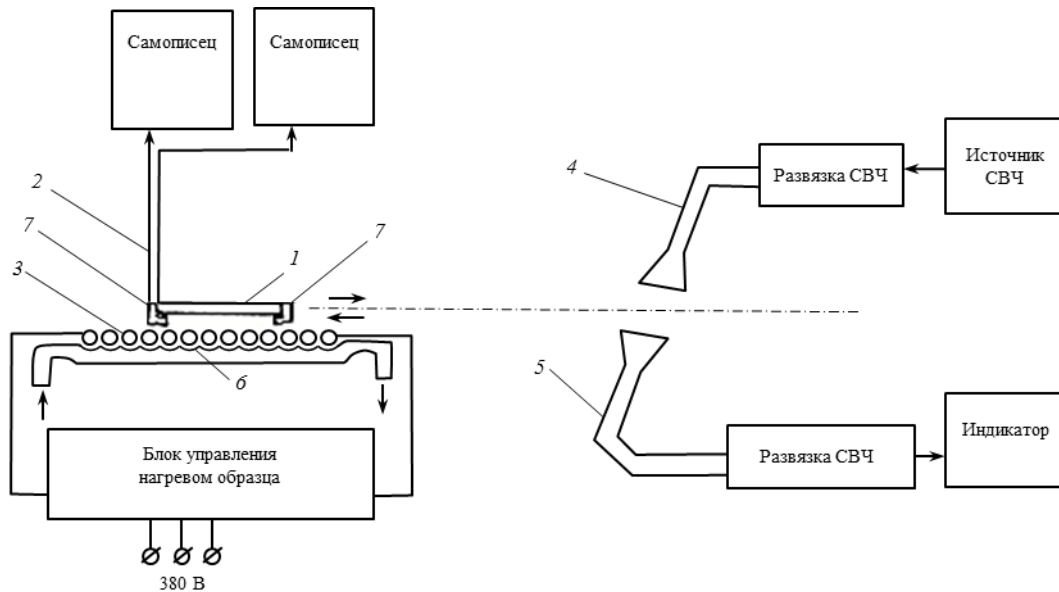


Рис. 5. Схема установки: 1 – образец; 2 – термопары; 3 – лампы КГ-220-2000-5; 4 – передающая рупорная антенна; 5 – приемная рупорная антенна; 6 – отражатель; 7 – держатели образцов

Достаточно широко используется и метод измерения действительной составляющей диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь образцов материалов в короткозамкнутой волноводной секции. Как и при измерениях в цилиндрическом волноводном резонаторе, основные сложности возникают при необходимости нагрева исследуемого образца до достаточно высокой температуры (например 1500°C) [16]. При этом для нагрева волноводной секции используют индуктор, а саму волноводную секцию изготавливают из молибдена со специальным защитным слоем, предусматривая возможность калибровки непосредственно при высокой температуре, учитывающей изменение геометрических размеров. Для защиты от теплового излучения используют футеровку и радиопрозрачные крышки из бериллиевой керамики. Нагреваемую волноводную секцию от измерительной волноводной линии отделяют водоохлаждаемым отрезком волновода с использованием для предотвращения пленочного кипения охлаждающей жидкости специальных штырей, проходящих сквозь кипящий слой и вызывающих турбулентность омывающего потока.

Однако следует отметить, что изготовление таких измерительных установок достаточно дорого и требует высокой квалификации исполнителей. Большие сложности вызывает и изготовление образца с заданными размерами под волновод или резонатор из измеряемого высокотемпературного материала.

Известны также [15] методы измерения диэлектрических параметров материалов в сверхвысокочастотном диапазоне при высокой температуре на основе сверхвысокочастотного генератора, излучающей рупорной антенны и контейнера с исследуемым материалом. В таких установках отсутствует прямой контакт сверхвысокочастотного тракта установки с исследуемым образцом материала за счет разнесения в пространстве рупорной антенны и нагреваемого контейнера с исследуемым материалом. При этом основным исследуемым параметром в такой установке является коэффициент отражения (модуль коэффициента отражения) падающей из рупорной антенны на нагреваемый образец материала сверхвысокочастотной электромагнитной волны. Исследуемый материал помещается в металлический кожух, обеспечивающий работоспособность установки при рабочих температурах исследуемого материала и помещенный в печь сопротивления. Размеры металлического кожуха при этом выбираются из условия обеспечения их минимального влияния на распространение сверхвысокочастотной электромагнитной волны в исследуемом материале с учетом размеров выходной апертуры применяющейся рупорной антенны. Например [15], размеры апертуры рупорной антенны при частоте 2450 МГц – не менее 100×100 мм, при частоте 915 МГц – не менее 300×300 мм и при частоте 433 МГц – не менее 600×600 мм. Соответственно размеры металлического кожуха должны превышать размеры апертуры рупорной антенны. При этом используются различные варианты изоляции рупорной антенны от нагреваемого образца материала: просто за счет воздушной прослойки; с дополнительным слоем термостойкого радиопрозрачного диэлектрика без футеровки; с дополнительным слоем диэлектрика с футеровкой между рупорной антенной и исследуемым образцом материала и с футеровкой между рупором и исследуемым образцом материала. Следует отметить необходимость учета защитных слоев при расчете диэлектрических характеристик исследуемого образца материала и довольно сложный математический аппарат, используемый при этом.

Одним из специальных методов измерения является метод измерения коэффициента прохождения в сверхвысокочастотном диапазоне при одностороннем

нагреве образца – обычно до 1200°C с использованием кварцевых нагревателей и до 1700°C и выше с использованием плазменных нагревателей.

Получив дисперсионную зависимость коэффициента прохождения на определенных частотах от температуры и зная диэлектрическую проницаемость при комнатной температуре (желательно в диапазоне температур – от 20 до 100°C), при необходимости можно рассчитать изменение диэлектрической проницаемости и при высоких температурах (до 1200°C и выше).

Описываемая установка имеет в этом смысле преимущество в том, что измеряемый образец материала не имеет непосредственного контакта со стенками установки и точность измерения коэффициента прохождения в сверхвысокочастотном диапазоне никак не зависит от материалов, из которых изготавливается камера нагрева установки. Скорость измерения также значительно повышается за счет возможности измерения коэффициента прохождения сразу в полосе частот работы измерительных рупорных антенн – например, от 8 до 12 ГГц при центральной частоте 10 ГГц. При измерениях же в цилиндрическом волноводном резонаторе каждое измерение можно проводить одновременно только на одной частоте, перестраивая ее в достаточно небольшом диапазоне, определяемом конструкцией резонатора.

Результаты и обсуждение

Рассмотрим краткое описание такой установки с температурой нагрева до 1200°C. Как правило, установка для измерения коэффициента прохождения в сверхвысокочастотном диапазоне при одностороннем нагреве образца состоит из трех камер – для установки образцов, нагрева и радиоизмерений (рис. 5). На двери камеры нагрева обычно имеется смотровое окно из кварцевого стекла с защитным светофильтром. Дверь камеры нагрева также должна быть снабжена электрической блокировкой, отключающей установку от электропитания при открывании двери. Внутренние стенки камеры нагрева облицовываются со стороны нагревателей теплозащитным материалом (футеровкой – огнеупорным кирпичом, например в имеющейся во ФГУП «ВИАМ» установке).

Все три камеры (для установки образцов, нагрева и радиоизмерений) имеют сзади внизу прорезь, проходящую через все камеры, в которой перемещаются опоры держателей измеряемых образцов. В имеющейся установке все камеры сверху присоединены к системе вытяжной вентиляции, оборудованной датчиком разряжения, который в соответствии с требованиями техники безопасности не позволяет включать нагреватель при недостаточном разряжении в системе вентиляции.

Нагреватель устанавливается в нижней части камеры нагрева и обычно представляет собой систему из нескольких (от 10 до 20) кварцево-галогенных ламп (например, в имеющейся установке – КГ-220-2000-5), расположенных параллельно в горизонтальной плоскости на расстоянии ~5 мм друг от друга. Под лампами на расстоянии 20–30 мм от их оси располагают плоский отражатель (в описываемой установке – из полированной нержавеющей стали), охлаждаемый водой. Предусматривается также возможность перемещения отражателя по вертикали на 30–40 мм при сохранении его положения в горизонтальной плоскости – для подстройки заданных режима и темпа нагрева образца.

В системе охлаждения в соответствии с требованиями техники безопасности необходимо устанавливать перед вентиляем слива охлаждающей жидкости (обычно воды) реле давления, которое не позволяет включать нагреватель при недостаточном давлении охлаждающей жидкости в системе.

Позади испытательного стенда устанавливается механизм перемещения образцов. Этот механизм должен позволять свободно перемещать образец через все камеры в любую сторону. Обычно он состоит из подвижной каретки и неподвижной станины. На подвижной каретке закрепляют держатели образца и клеммы подключения термопар.

В нижней части камеры радиоизмерений иногда также ставится инфракрасный пирометр, сфокусированный на середину нагретой поверхности образца в момент его нахождения между антеннами. Приемная антенна обычно располагается со стороны нагреваемой поверхности образца (снизу), передающая – с обратной стороны образца (сверху). С целью минимизации погрешности при измерениях предусматривается возможность перемещения каждой из антенн (для диапазона частот – от 8 до 12 ГГц) вдоль рабочей оси в пределах 40 мм и возможность поворота относительно плоскости образца на угол не менее 15 град, при обеспечении прохождения оси поворота антенн через центр образца.

Все данные с термопар, инфракрасного термометра (при наличии) и радиотехнического измерительного прибора (панорамного измерителя КСВН (например, типа P2-61) или анализатора цепей (векторный анализатор цепей фирмы Agilent Technologe – например, типа PNA-L N5230A/C; векторный анализатор цепей фирмы Rohde & Schwarz типа ZVA50 или другие векторные анализаторы цепей, имеющие требуемые метрологические характеристики)) при необходимости фиксации результатов измерений выводятся на самописцы или на ПЭВМ.

Задача непосредственного исследования радиотехнических характеристик и коэффициента прохождения радиопрозрачных материалов при одностороннем нагреве (обычно достаточно точно моделирующем реальные условия эксплуатации) до высоких температур, особенно с большими скоростями нагрева, с применением традиционных методов исследований зачастую практически не разрешима. Поэтому в описываемой установке для достижения поставленной цели зоны нагрева и действия СВЧ-сигнала разделены. При этом исследуемый образец совершает быстрое возвратно-поступательное движение между этими зонами.

Измерение коэффициента прохождения осуществляется в камере радиоизмерений между двумя рупорными антеннами. Исследуемый образец с вмонтированными в его поверхность (или прикрепленными каким-либо образом) термопарами устанавливается в держатель образца подвижной каретки. При этом на приемную антенну поступает или полный сигнал с передающей антенны в момент отсутствия в камере радиоизмерений образца, или же сигнал, прошедший через образец в момент его нахождения в зазоре антенн. Величины этих сигналов фиксируются самописцами самого прибора СВЧ (для анализаторов цепей) или ПЭВМ. СВЧ-тракт с помощью механизмов настройки антенн предварительно настраивается по калибровочным образцам диэлектриков.

Температура исследуемого образца непрерывно контролируется и записывается с помощью двух или четырех термопар, устанавливаемых снизу и сверху образца (соответственно по одной или по две с каждой стороны). Регулируя мощность нагрева и режим движения образца над нагревателями (образец должен иметь возможность совершать колебательные движения над нагревателем и затем в заданный момент выходить в зону действия СВЧ-сигнала или же совершать непрерывные возвратно-поступательные движения между этими двумя зонами при обеспечении контроля температуры образца в режиме реального времени), можно добиться заданного темпа нагрева и необходимой максимальной температуры поверхности образца.

В качестве нагревателя вместо кварцево-галогенных ламп можно использовать любые другие нагреватели, обеспечивающие необходимую температуру. При необходимости измерений при температурах $>1200^{\circ}\text{C}$ обычно используют плазменные нагреватели (горелки), однако с ними значительно сложнее обеспечить равномерный нагрев достаточно большого образца (более 50×50 мм) в связи с большой неравномерностью температуры факела плазменной горелки. Поэтому при использовании плазменных горелок приходится проводить измерения при более высоких частотах (например, >18 ГГц), что позволяет использовать передающий и приемный рупоры соответствующего размера с апертурами не более 50×50 мм.

Заключения

Из описания установки для измерения коэффициента прохождения на сверхвысоких частотах неметаллических материалов при высоких температурах (до 1200°C) видно, что, в отличие от предусмотренных ГОСТ 22372–77 и ГОСТ Р 8.623–2015 измерений диэлектрической проницаемости, описанная в данной статье установка позволяет измерять непосредственно коэффициент прохождения, являющийся основным контролируемым параметром радиопрозрачных материалов и деталей из них, в условиях максимально приближенных к реальным условиям одностороннего нагрева.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №S. С. 7–17.
2. Каблов Е.Н. Химия в авиационном материаловедении // *Российский химический журнал*. 2010. Т. LIV. №1. С. 3–4.
3. Каблов Е.Н. Авиакосмическое материаловедение // *Все материалы*. Энциклопедический справочник. 2008. №3. С. 2–14.
4. Каблов Е.Н. Авиационное материаловедение в XXI веке. Перспективы и задачи // *Авиационные материалы*. Избранные труды «ВИАМ» 1932–2002. М.: МИСИС–ВИАМ, 2002. С. 23–47.
5. Беляев А.А., Кондрашов С.В., Лепешкин В.В., Романов А.М. Радиопоглощающие материалы // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №S. С. 348–352.
6. Беляев А.А., Беспалова Е.Е., Романов А.М. Пожаробезопасные радиопоглощающие материалы для безэховых камер // *Авиационные материалы и технологии*. 2013. №1. С. 53–55.
7. Агафонова А.С., Беляев А.А., Кондрашов Э.К., Романов А.М. Особенности формирования монолитных конструкционных радиопоглощающих материалов на основе композитов, наполненных резистивным волокном // *Авиационные материалы и технологии*. 2013. №3. С. 56–59.
8. Хиппель А.Р. Диэлектрики и их применение. М.–Л.: Госэнергоиздат, 1959. 336 с.
9. Брандт Л.А. Исследования диэлектриков на сверхвысоких частотах. М.: Гос. изд-во физ.-мат. лит., 1963. С. 191–201.
10. 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.
11. Устройство для определения диэлектрической проницаемости образца материала при воздействии внешних факторов: пат. 2453856 Рос. Федерация; опубл. 22.02.11.
12. Крылов В.П. Определение диэлектрической проницаемости материалов при высокотемпературном нагреве в объемном волноводном резонаторе // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2016. Т. 82. №7. С. 36–39.

13. Крылов В.П., Грачев В.А., Рогов Д.А. Измерение диэлектрической проницаемости диоксида кремния при нагреве в высокотемпературном объемном волноводном резонаторе // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2016. Т. 82. №10. С. 39–43.
14. 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.
15. Архангельский Ю.С., Калганов С.Г., Тригорлый С.В. Измерение диэлектрических параметров диэлектриков в диапазоне СВЧ при высокой температуре // Вопросы электротехнологии. 2017. №2 (15). С. 102–108.
16. Гдалёв А.В., Огурцов К.Н. Измерение диэлектрических свойств материалов при высоких температурах // Вопросы электротехнологии. 2013. №1 (1). С. 27–30.
17. Аржанников А.В., Ахметов Т.Д., Калинин П.В. и др. Стенд исследований по СВЧ нагреву и превращению веществ. Новосибирск: Ин-т ядер. физики им. Г.И. Будкера СО РАН, 2004. С. 6–11.
18. Багура В.Г., Моисеев В.К., Рыбалка Н.В. Прибор для измерения параметров диэлектриков на СВЧ в интервале температур 20–1500°C // Электронная техника. Сер.: Электроника СВЧ. 1974. №1. С. 17–24.
19. Литовченко А.В. Высокоточный СВЧ-измеритель ϵ и $\text{tg}\delta$ нагреваемых образцов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2002. Т. 68. №10. С. 35–38.
20. Бреховских С.М., Демьянов В.В., Зальцман Е.Б. и др. Установка для измерения диэлектриков в сверхвысокочастотном диапазоне при температурах до 2300 К // Приборы и техника эксперимента. 1985. №4. С. 141–143.
21. Никольский В.В., Никольская Т.И. Электродинамика и распространение радиоволн. М.: URSS, 2012. С. 44–164.
22. Крылов В.П. Моделирование актуальных радиофизических задач прохождения волны через диэлектрический слой // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2014. Т. 80. №9. С. 28–32.