

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации  
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования  
**«Уральский федеральный университет  
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»**

*На правах рукописи*

Малкин Александр Иванович

**ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК  
ТВЕРДЫХ И СЫПУЧИХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ В  
X-ДИАПАЗОНЕ ЧАСТОТ**

Специальность 1.3.13 – Электрофизика, электрофизические установки

**ДИССЕРТАЦИЯ**

на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель: доктор технических наук, доцент,  
Князев Сергей Тихонович

Екатеринбург

2023

## СОДЕРЖАНИЕ

1	МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЯ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ МАТЕРИАЛОВ, В ТОМ ЧИСЛЕ ПРИМЕНИТЕЛЬНО К СЫПУЧИМ МАТЕРИАЛАМ.....	15
1.1	Электрофизические параметры материалов .....	15
1.1.1	Комплексная природа диэлектрической проницаемости .....	16
1.1.2	Механизмы поляризации в диэлектриках .....	17
1.1.3	Соотношение Крамерса-Кронига .....	18
1.2	Распространенные методики измерения электрофизических параметров материалов .....	18
1.2.1	Емкостной метод.....	19
1.2.2	Резонансный метод .....	22
1.2.3	Метод линии передачи .....	25
1.2.4	Метод открытого коаксиального пробника .....	32
2	ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ СИСТЕМА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ТВЕРДЫХ И СЫПУЧИХ МАТЕРИАЛОВ.....	35
2.1	Особенности реализации метода линии передачи с использованием волновода и векторного анализатора цепей.....	37
2.2	Учет погрешности изготовления волноводной оснастки .....	39
2.3	Измерение электрофизических параметров сыпучих материалов ...	42
2.3.1	Фиксация образца в держателе.....	44
2.4	Определение систематической погрешности реализованной измерительной системы. ....	48
2.4.1	Теоретический расчет коэффициентов матрицы рассеяния.....	50

2.4.2	Зависимость систематической погрешности от значения мнимой части диэлектрической проницаемости .....	53
2.4.3	Зависимость систематической погрешности от толщины исследуемого образца .....	54
2.4.4	Расчет систематической погрешности измерения относительной диэлектрической проницаемости .....	56
3	<b>ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ВЕО .....</b>	<b>58</b>
3.1	Электрофизические характеристики микро и наноразмерного порошка диоксида титана (TiO <sub>2</sub> ) .....	61
3.2	Керамика на основе ВеО с добавлением микроразмерного порошка TiO <sub>2</sub> 65	
3.3	Керамика на основе ВеО с добавлением микро и наноразмерного порошка TiO <sub>2</sub> .....	68
3.4	Дополнительная температурная обработка керамики на основе ВеО с добавлением микро и наноразмерного порошка TiO <sub>2</sub> .....	78
3.5	Выводы.....	82

4	ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ШЕЕЛИТ ПОДОБНЫХ СТРУКТУР $ABO_4$ .....	84
5	МОДИФИКАЦИЯ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ МАТРИЦЫ ИЗ СОПОЛИМЕРА АКРИЛОНИТРИЛА С БУТАДИЕНОМ И СТИРОЛОМ (АБС ПЛАСТИК) ПУТЕМ ДОБАВЛЕНИЯ В СОСТАВ МАТРИЦЫ ЧАСТИЦ МАГНЕТИТА И УГЛЕРОДНОГО ВОЛОКНА .....	93
	ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	103
	СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ .....	106

## ВВЕДЕНИЕ

### Актуальность темы исследования

Разработка устройств, использующих в процессе работы энергию электромагнитных волн, требует наличия специализированных материалов, специфический набор электрофизических характеристик которых позволяет воздействовать на распространяющуюся электромагнитную волну заданным образом. Современные тенденции к миниатюризации устройств накладывают еще более жесткие требования к используемым в их основе материалам, в связи с чем возможность точно определять электрофизические характеристики используемых материалов в широком диапазоне частот приобретает все большую важность.

К электрофизическим характеристикам материала следует отнести в первую очередь такие параметры, как комплексную относительную диэлектрическую и магнитную проницаемости. Все электрофизические характеристики материалов на физическом уровне находятся в прямой зависимости от обозначенных параметров и могут быть найдены расчётным путем.

Знание частотных зависимостей комплексных относительных диэлектрической и магнитной проницаемостей позволяют с высокой точностью провести моделирование частотных характеристик как синтезируемых материалов [1,2], так и разрабатываемых изделий и конструктивных элементов на основе диэлектриков [3–6]. Одним из основных недостатков существующих подходов к измерению значений диэлектрической и магнитной проницаемостей, применяемых для моделирования и верификации полученных результатов, является использование низкочастотных методов измерения, рабочий диапазон которых не охватывает предполагаемый частотный диапазон синтезируемого материала или разрабатываемого изделия [7] либо использование только определенных частотных точек без наличия информации о характере частотной зависимости проницаемостей [8,9].

Теоретический расчет диэлектрической проницаемости возможно произвести с использованием приближения эффективной среды [10,11], что позволяет нам

предсказать значение электрофизических параметров композита обладая информацией о значениях проницаемостей исходных компонентов разрабатываемого материала. Одним из основных недостатков данного подхода является то, что в существующих моделях [12–18] рассматривается только сферическая форма наполнителя. Существуют модели позволяющие добавить коэффициент, учитывающий форму частиц [19–21], но пока сведений об успешности применения данного подхода недостаточно. В связи с этим наиболее простой путь определения комплексных значений относительных диэлектрической и магнитной проницаемости разрабатываемых материалов является измерение этих параметров в широком диапазоне частот.

В России ведущей организацией в области исследования электрофизических характеристик композитных материалов, в том числе функционально наноструктурированных, а также метаматериалов с новыми электрофизическими, оптическими и радиофизическими свойствами является Институт теоретической и прикладной электродинамики (ИТПЭ) РАН. В ИТПЭ РАН используют метод свободного пространства для проведения экспериментальных исследований электрофизических свойств композитных материалов, в том числе и с наноразмерными наполнителями [22,23]. Этот метод позволяет проводить измерения в широком диапазоне частот, но накладывает существенные ограничения по минимальному размеру образца, что является существенным недостатком. ИТПЭ РАН в своих работах по этому направлению экспериментального исследования композиционных материалов указывает на важность исследования СВЧ свойств, для точного определения электрофизических характеристик тестируемых образцов [24].

Предложенный в данной работе подход измерения электрофизических характеристик материалов в волноводной линии передачи позволяет использовать образцы с малыми геометрическими размерами, а также проводить измерения сыпучих материалов, что значительно расширяет диапазон возможных применений предлагаемой методики.

В зарубежной науке ведущей организацией в области исследования параметров материалов в линии передачи является Институт стандартизации и метрологии США (NIST). Этот институт является разработчиком методик измерения электрофизических характеристик материалов методом линии передачи с использованием векторного анализатора цепей [25–27]. На основе этих методик такие зарубежные компании как Keysight, Damaskos, Speag, Swissto12 выпускают законченные измерительные системы, позволяющие измерять характеристики материалов в широком диапазоне частот, но данные измерительные системы работают только с одним типом материала – твердым или сыпучим, в зависимости от типа используемой измерительной оснастки, что существенно ограничивает возможности применения этих систем.

В большом количестве научных работ рассматриваются разнообразные вариации применения метода линии передачи для исследования электрофизических характеристик материала с использованием волноводной оснастки [28–33]. Основным недостатком используемой в этих работах методики измерения электрофизических характеристик является отсутствие комплексного подхода к решению вопроса вычисления комплексных значений относительных диэлектрической и магнитной проницаемостей, что не дает возможности всесторонне оценить полученный результат и сделать вывод о возможности использования измеренных значений проницаемостей.

Основным направлением применения описанного подхода исследования электрофизических характеристик материалов является разработка новых материалов со сложной структурой. Все возрастающее количество разнообразных приемо-передающих устройств как бытового, так и специального назначения, одновременно работающих в близких частотных диапазонах требуют создания новых композиционных материалов для эффективного экранирования электромагнитного излучения.

В настоящее время для обеспечения требований экранирования электромагнитного излучения различных электрофизических устройств используют широкий перечень разнообразных материалов [34]. Наиболее часто

экранирование электромагнитного излучения осуществляется с использованием разнообразных металлов, основным принципом экранирования которых в СВЧ диапазоне длин волн является отражение падающей электромагнитной волны от поверхности экрана [35].

Основными ограничениями при использовании металлических материалов является не только большой вес таких конструкций, но и низкая коррозионная стойкость, большая трудоемкость изготовления экранов сложной формы, невозможность устранить воздействие помехи как внутри экрана, так и через гальваническую связь экрана с заземлением [36].

Учитывая приведенные ограничения при использовании металлических экранов, распространение получили композиционные экранирующие материалы, на основе как различных органических полимерных материалов [35–38], так и с использованием керамической матрицы [39]. Использование непроводящих диэлектрических матриц при создании экранов позволяет перейти от механизма отражения электромагнитной волны к поглощению энергии в объеме материала за счет использования различного вида наполнителей.

На основании вышеизложенного была сформулирована **цель диссертационного исследования**: исследовать возможность применения методов определения электрофизических параметров твердых и сыпучих материалов в X-диапазоне частот при разработке новых экранирующих материалов, используемых в разнообразных электрофизических установках для обеспечения требуемого уровня электромагнитной совместимости. Разработать программно-аппаратный комплекс экспериментального исследования электрофизических характеристик материалов, пригодный для использования в том числе и при организации выпуска новых материалов в промышленном масштабе. Продемонстрировать на практике важность исследования электрофизических характеристик как разрабатываемого композитного материала, так и всех входящих в его состав компонентов, что будет способствовать учету всех нюансов технологического процесса получения новых

материалов и повышению стабильности эксплуатационных характеристик новых материалов и изделий из них.

Для достижения указанной цели были поставлены и решены следующие **задачи:**

1. Проведен анализ существующих подходов и решений для исследования частотных зависимостей электрофизических характеристик твердых и сыпучих материалов. Сформулированы предложения по модернизации и улучшению существующих методик для расширения их сферы применения при исследовании свойств перспективных материалов.

2. Проведена разработка программно-аппаратного комплекса для экспериментального исследования электрофизических параметров твердых и сыпучих материалов в диапазоне частот 8-12 ГГц (X-диапазон частот);

3. С использованием разработанного программно-аппаратного комплекса определения электрофизических характеристик материалов проведена отработка технологического процесса получения и изменения электрофизических свойств поглощающей СВЧ излучение керамики на основе  $\text{BeO}$  с добавлением микро и нанопорошков  $\text{TiO}_2$ ;

4. С использованием разработанного программно-аппаратного комплекса определения электрофизических характеристик материалов проведено исследование влияния концентрации добавки  $\text{Bi}$  и температуры спекания на электрофизические характеристики керамики на основе  $\text{SrMoO}_4$ , которая может быть использована в частотно-зависимых структурах, предназначенных для обеспечения требований ЭМС;

5. С использованием разработанного программно-аппаратного комплекса получены требования к технологическому процессу, составу и параметрам наполнителей нового экранирующего материала на основе диэлектрической матрицы с добавлением углеродного волокна и магнетита.

#### **Научная новизна:**

1. Разработана оснастка для расширения возможностей существующих методов экспериментального определения электрофизических параметров

сыпучих материалов, с целью минимизации временных и трудовых затрат на проведения измерений и повышения точности измерений за счет учета параметров пластин, фиксирующих исследуемый материал;

2. Показана зависимость электрофизических характеристик и экранирующей способности керамики на основе  $\text{BeO}$  с добавлением микропорошка  $\text{TiO}_2$  от температуры спекания, концентрации нанопорошка  $\text{TiO}_2$ . Исследованы факторы, влияющие на стабильность электрофизических характеристик экранирующего материала на основе  $\text{BeO}$  в  $X$ -диапазоне частот;

3. Показана взаимосвязь между резонансной характеристикой относительной диэлектрической проницаемости исследуемой низкотемпературной керамики на основе  $\text{SrMoO}_4$  и концентрацией добавки  $\text{Bi}$ . Исследовано влияние температуры спекания низкотемпературной керамики на основе  $\text{SrMoO}_4$  с добавлением  $\text{Bi}$  на частотную характеристику относительной диэлектрической проницаемости;

4. Впервые получены экспериментально данные по электрофизическим свойствам нового композиционного материала на основе диэлектрической матрицы с добавлением извлеченного углеродного волокна и магнетита.

#### **Теоретическая и практическая значимость:**

1. Выдвигаемая работа способствует обобщению имеющихся наработок в области измерения электрофизических параметров твердых и сыпучих материалов в  $X$  диапазоне частот, что позволяет существенно сократить временные и трудовые затраты на разработку и производство новых композитных материалов, в том числе и с наноразмерными наполнителями;

2. Создана компьютерная программа на языке MATLAB для расчета комплексных относительных диэлектрической и магнитной проницаемостей твердых и сыпучих материалов с возможностью последующей обработки полученных результатов с целью фильтрации паразитных составляющих и расчета необходимых значений;

3. На основе разработанного программно-аппаратного комплекса подготовлены методические рекомендации по выбору линий передачи и

измерительной оснастки для построения соответствующих измерительных систем;

4. Выявлено влияние повышения температуры спекания поглощающей керамики на основе  $\text{BeO}$  с добавлением микро и нанопорошков  $\text{TiO}_2$  на стабильность электрофизических характеристик материала после воздействия повышенных температур;

5. Выявлено влияние температуры спекания на параметры резонансов на частотной характеристике электрофизических параметров низкотемпературной керамики на основе  $\text{SrMoO}_4$  с добавлением  $\text{Bi}$ ;

6. Исследованы закономерности изменения электрофизических свойств экранирующих композитов на основе диэлектрической матрицы с добавлением углеродного волокна и магнетита, позволяющие использовать значения электрофизических характеристик для формирования эффективных радиопоглощающих материалов.

#### **Методология и методы исследования**

Для экспериментального определения коэффициентов матрицы рассеяния исследуемых твердых и сыпучих материалов применялся векторный анализатор цепей Rohde&Schwarz ZVA50 с соответствующей измерительной оснасткой, состоящей из коаксиально-волноводных переходов и отрезков волноводной линии передачи. Для учета систематической погрешности используемого анализатора выполнялась процедура векторной коррекции систематической ошибки измерения (калибровка) с использованием TRL техники [40]. Для расчета комплексных диэлектрической и магнитной проницаемостей из измеренных коэффициентов матрицы рассеяния использовался математический аппарат Nicolson – Ross – Weir [41,42].

Автоматизация измерительного процесса и последующая обработка полученных данных выполнялась с применением пакета прикладных программ MATLAB.

Корректность теоретической оценки систематической погрешности измерительной системы подтверждается результатами проведенных измерений с

использованием эталонного образца и периодическим измерением образцов с известными значениями комплексных диэлектрической и магнитной проницаемостей.

#### **Основные положения, выносимые на защиту:**

1. Реализован программно-аппаратный комплекс для экспериментального исследования электрофизических параметров твердых и сыпучих материалов в  $X$  – диапазоне частот, являющийся составной частью технологического процесса получения радиотехнических материалов;

2. Выявлена зависимость электрофизических характеристик получаемых керамических соединений на основе  $\text{BeO}$  с добавлением микропорошка  $\text{TiO}_2$  от изменения температуры спекания керамики и доли нанопорошка  $\text{TiO}_2$  с применением реализованного программно-аппаратного комплекса;

3. Выявлены наличие резонансов на частотной характеристике электрофизических параметров керамики на основе  $\text{SrMO}_4$  с добавлением  $\text{Bi}$  в  $X$ -диапазоне частот и факторы, позволяющие изменять частотные параметры резонансов и форму резонансной характеристики, что позволяет использовать такой материал для целей обеспечения электромагнитной совместимости электрофизических устройств;

4. Впервые получены экспериментально данные по электрофизическим свойствам нового композиционного материала на основе диэлектрической матрицы с добавлением извлеченного углеродного волокна и магнетита.

#### **Достоверность защищаемых положений**

Достоверность результатов обусловлена исследованием относительной погрешности измерения электрофизических характеристик материалов с использованием разработанного программно-аппаратного комплекса, положительными рецензиями при апробации и опубликования основных результатов работы. Точность экспериментальных результатов обеспечивается использованием поверенного измерительного оборудования и стандартных методов измерений. Дополнительно достоверность основных результатов работы

аргументируется их апробацией на конференциях и публикациями в рецензируемых журналах.

### **Внедрение результатов работы**

Использование разработанного программно-аппаратного комплекса в ходе выполнения проекта грант РНФ №21-79-10394 «Синтез новых магнитных нанокompозитов и экспериментально-теоретическое исследование их взаимодействия с электромагнитным микроволновым излучением», поддержанного Российским Научным Фондом, и работ в рамках проекта постановления Правительства РФ № 218, 2019-218-11-8415, Создание высокотехнологичного производства высокочастотного радара, предназначенного для использования в составе интеллектуальных систем помощи водителю, систем автоматического управления беспилотных транспортных средств и систем интеллектуального земледелия, 2019-2021.

### **Личный вклад**

В диссертации представлены те результаты работы, в которых автору принадлежит определяющая роль. Постановка задач исследований осуществлялась научным руководителем д.т.н., доцентом Князевым Сергеем Тихоновичем. Основная часть работ опубликована с научным руководителем. В совместных работах диссертант принимал участие в разработке математических моделей, выполнении расчётов и экспериментов, при обсуждении работы осуществлял объяснение и интерпретацию результатов исследований.

### **Апробация результатов и публикации**

По теме диссертации опубликовано 25 работ, среди которых 8 статей в рецензируемых научных журналах, включенных в перечень ВАК. Материалы 16 докладов проиндексированы международной базой цитирования SCOPUS, 7 из которых также отражены в Web of Science.

Основные результаты работы были представлены диссертантом на следующих конференциях: 2018 Ural Symposium on Biomedical Engineering, Radioelectronics and Information Technology, Метрология в радиоэлектронике. Материалы XI Всероссийской научно-технической

конференции 2018, 2019 Ural Symposium on Biomedical Engineering, Radioelectronics and Information Technology, 2021 29th Telecommunications Forum, TELFOR 2021.

### **Структура и объем работы**

Диссертация состоит из введения, 5 глав, заключения, списка литературы. Она изложена на 118 страницах, содержит 79 рисунков, список литературы из 130 названий.

# 1 МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЯ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ МАТЕРИАЛОВ, В ТОМ ЧИСЛЕ ПРИМЕНИТЕЛЬНО К СЫПУЧИМ МАТЕРИАЛАМ

## 1.1 Электрофизические параметры материалов

Поведение материалов, не проводящих электрический ток, помещенных во внешнее электромагнитное поле, можно описать используя значения комплексных диэлектрической ( $\epsilon$ ) и магнитной ( $\mu$ ) проницаемостей, проводимости ( $\sigma$ ). Уравнения Максвелла, совместно с уравнениями, связывающими параметры поля со свойствами материала, полностью описывают распространение электромагнитной волны и ее поведение в исследуемой среде.

Для линейного, однородного и изотропного материала уравнения, связывающие параметры поля с параметрами материала запишутся, как:

$$\vec{B} = \mu \vec{H}, \quad (1.1)$$

$$\vec{J} = \sigma \vec{E}, \quad (1.2)$$

$$\vec{D} = \epsilon \vec{E} \quad (1.3)$$

Любое отклонение от линейности выражается в появлении зависимости  $\epsilon$ ,  $\mu$  или  $\sigma$  от параметров воздействующего поля. В случае рассмотрения неоднородного материала  $\epsilon$ ,  $\mu$  или  $\sigma$  также приобретают зависимость от координат.

При помещении диэлектрика во внешнее электрическое поле  $\vec{E}$  происходят поляризация материала и поле в диэлектрике запишется как:

$$\vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} + \vec{P}, \quad (1.4)$$

где  $\vec{P}$  определяет электрическую поляризацию материала

$$\vec{P} = \epsilon_0 \chi \vec{E}, \quad (1.5)$$

где  $\chi$  – диэлектрическая восприимчивость,  $\varepsilon_0$ - диэлектрическая постоянная ( $8.854 \cdot 10^{-12}$  Ф/м)

$$\vec{D} = \varepsilon_0(1 + \chi)\vec{E} = \varepsilon_0\varepsilon\vec{E}, \quad (1.6)$$

где  $\varepsilon$  - относительная диэлектрическая проницаемость.

### 1.1.1 Комплексная природа диэлектрической проницаемости

Первое уравнение Максвелла, при учете комплексного характера векторов электрического и магнитного поля, можно записать в следующем виде:

$$\text{rot}\dot{\vec{H}} = j\omega\varepsilon_a\dot{\vec{E}} + \dot{\vec{J}}_{\text{ст}}, \quad (1.7)$$

Где значение комплексной абсолютной диэлектрической проницаемости запишется как:

$$\varepsilon_a = \left( \varepsilon_a - j \frac{\sigma}{\omega} \right), \quad (1.8)$$

Форма записи комплексной относительной диэлектрической проницаемости будет иметь вид:

$$\dot{\varepsilon} = \left( \varepsilon - j \frac{\sigma}{\omega\varepsilon_0} \right) = \varepsilon' - j\varepsilon'' \quad (1.9)$$

Где  $\varepsilon'$ - действительная часть относительной диэлектрической проницаемости,  $\varepsilon''$  - мнимая часть относительной диэлектрической проницаемости

Значение действительной диэлектрической проницаемости является характеристикой интенсивности процесса поляризации в рассматриваемом материале. Мнимая часть диэлектрической проницаемости является показателем того, какая часть электромагнитной энергии будет рассеиваться в виде тепла при протекании токов проводимости в рассматриваемом материале.

### 1.1.2 Механизмы поляризации в диэлектриках

Величина действительной части диэлектрической проницаемости материала находится в прямой зависимости от типа поляризации исследуемой среды. Существуют несколько типов поляризации, каждая из которых имеет собственную характеристическую частоту релаксации, близи которой наблюдается частотная дисперсия диэлектрических свойств материалов. На частоте релаксации наблюдается максимум диэлектрических потерь материала.

На частотах ниже  $10^5$  Гц все существующие типы поляризации могут быть описаны эффектом Максвелла-Вагнера [43,44], который описывает механизм поляризации, связанный с накоплением заряда на границах раздела фаз в диэлектрике. В данной работе рассматривается сантиметровый диапазон длин волн, определяющим типом поляризации в котором является дипольная (ориентационная) поляризация. На частоте  $\omega = 1/\tau$  происходит уменьшение действительной части диэлектрической проницаемости, так как диполи не успевают ориентироваться по направлению внешнего приложенного поля. Время релаксации  $\tau$  время необходимое для возвращения диполей в исходное состояние со случайной ориентацией. Такой процесс изменения комплексной диэлектрической проницаемости называется релаксацией и графически может быть представлен следующим способом:

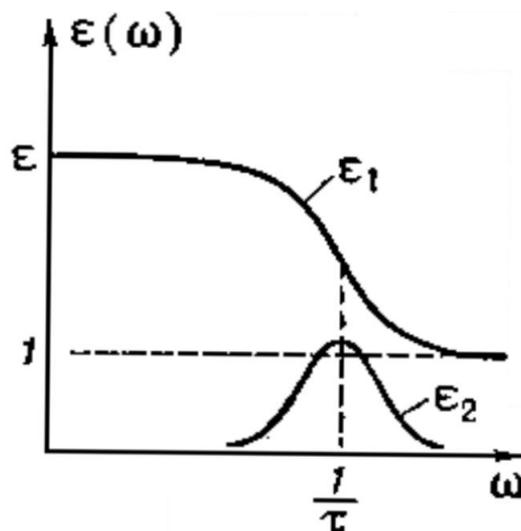


Рис. 1.1 Релаксационный процесс изменения комплексной диэлектрической проницаемости.

### 1.1.3 Соотношение Крамерса-Кронига

Действительная и мнимая части комплексной функции связаны дисперсионным соотношением. Частотная зависимость комплексной диэлектрической проницаемости – функция, действительные и мнимые компоненты которой связаны соотношением Крамерса-Кронига [45,46].

$$\varepsilon'(\omega) = 1 + \frac{1}{\pi} P \int_{-\infty}^{\infty} \frac{\theta \varepsilon''(\theta)}{\theta - \omega} d\theta \quad (1.10)$$

$$\varepsilon''(\omega) = -\frac{1}{\pi} P \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\varepsilon'(\theta) - 1}{\theta - \omega} d\theta \quad (1.11)$$

Символ P перед знаками интегралов в выражениях ( 1.10) и ( 1.11) означает, что соответствующий интеграл понимается в смысле главного значения. Таким образом действительная и мнимая части диэлектрической проницаемости взаимосвязаны друг с другом и, следовательно, имеется возможность по спектру одной величины вычислять другую, что используется для верификации измеренных спектров комплексной диэлектрической проницаемости.

## 1.2 Распространенные методики измерения электрофизических параметров материалов

В настоящее время, при больших темпах разработки новых материалов в радиотехнике, знание электрофизических параметров разрабатываемого материала и используемых компонентов на всех этапах разработки и производства является большим преимуществом. Существует большое количество разнообразных методов и методик определения значений диэлектрической и магнитной проницаемостей материала. Все они отличаются как по типу используемых для расчета данных, так и по параметрам

анализируемых образцов (размеры, агрегатное состояние и т.д.). Часто используемые методики можно разделить на четыре основных группы:

1. Емкостной метод
2. Резонансный метод
3. Метод линии передачи
4. Метод открытого коаксиального пробника

### **1.2.1 Емкостной метод**

Одним из самых распространенных и самых изученных методов определения диэлектрической проницаемости является емкостной. Его несомненные достоинства заключаются в простоте аппаратной реализации и отсутствии необходимости в использовании сложного измерительного оборудования.

Научные статьи с описанием емкостной методики определения проницаемости можно найти, начиная с 30-х годов прошлого столетия. Первые измерительные установки состояли из колебательного контура, позволявшего генерировать сигнал с частотой от 10 кГц до 10 МГц, измерительной части и вольтметра, используемого для определения резонансных характеристик измеряемого образца [47]. Основным источником погрешности измерительной установки являлась краевая емкость, наличие которой приводила к ошибке определения емкости системы образец-держатель, а также к искривлению силовых линий электрического поля вблизи границ держателя. При этом, в случае использования емкостного метода делалось допущение, что поле в образце распределено однородно [48] в случае если размеры держателя значительно меньше длины волны.

Для минимизации влияния эффекта краевой емкости и для обеспечения однородности поля в объеме измеряемого материала используются специальные защитные электроды [49]. Таким образом, если предположить, что поле в образце однородно, то значение диэлектрической проницаемости может быть найдено, как:

$$\varepsilon = \frac{C_x}{C_0}, \quad (1.12)$$

где  $C_x$  – емкость конденсатора, в котором пространство между электродами полностью заполнено испытуемым диэлектрическим материалов,

$C_0$  – емкость конденсатора с воздушным заполнением.

Тангенс угла диэлектрических потерь исследуемого материала вычисляют как:

$$tg\delta = \frac{C_1}{C_x} (tg\delta_1 - tg\delta_2), \quad (1.13)$$

где  $tg\delta_1$  – тангенс угла диэлектрических потерь конденсатора с образцом,

$tg\delta_2$  – тангенс угла диэлектрических потерь конденсатора без образца,

$C_1$  – полная емкость конденсатора с образцом, пФ,

$C_x$  – емкость образца, пФ, определяемая по формуле:

$$C_x = 0,0695 \frac{d^2}{t''}, \quad (1.14)$$

где  $d$  – диаметр электрода

$t''$  – расстояние между электродами.

Второй значительной составляющей погрешности измерения является неплотное прилегание электродов к поверхности образца, в результате чего возникает паразитный воздушный зазор, уменьшается измеренное значение емкости конденсатора с образцом и искажается распределение электрического поля в объеме исследуемого материала. Самым распространенным способом учета шероховатости поверхности образца является введение дополнительного воздушного зазора между одним из электродов и образцом с последующим учетом его вклада в измеренное значение емкости [50].

В случае введение воздушного зазора одна из поверхностей образца продолжает соприкасаться непосредственно с поверхностью используемых электродов, что не позволяет нам полностью учесть наличие паразитных емкостей. Существуют методики, где вместо воздуха образец помещается в жидкость, которая полностью заполняет пространство между электродами, в этом случае обеспечивается полное заполнение всех неоднородностей на поверхности

исследуемого материала. Для полного учета описанных неоднородностей возможно использование поочередно двух жидкостей с различными проницаемостями [51]. В результате формула для вычисления диэлектрических параметров образца примет вид:

$$\varepsilon'_x = \varepsilon'_1 \left( \frac{\left( \frac{C_3}{C_1} - 1 \right) C_2 C_4 - C_3 (C_4 - C_2)}{C_2 C_3 - C_1 C_4} \right), \quad (1.15)$$

где  $\varepsilon'_x$  – диэлектрическая проницаемость образца,

$\varepsilon'_1$  – диэлектрическая проницаемость первой жидкости,

$C_1$  – емкость измерительной ячейки с первой жидкостью,

$C_2$  – емкость измерительной ячейки с первой жидкостью и образцом,

$C_3$  – емкость измерительной ячейки со второй жидкостью,

$C_4$  – емкость измерительной ячейки со второй жидкостью и образцом.

В России емкостной метод также активно используется для определения диэлектрических параметров образца как в научных трудах, так и в производственном процессе. Для этих целей методика определения диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь в диапазоне частот от 100 Гц до 5 МГц описана в ГОСТ 22372-77 [52]. В данном документе описывает как непосредственно сам процесс измерений, так и возможные конфигурации используемой системы электродов для минимизации получаемой погрешности измерений. Так, например, при использовании трехэлектродной системы уменьшается искажение силовых линий на границе образца и влияние краевого эффекта.



Рис. 1.2 Трехэлектродная система по ГОСТ 22372-77

где 1 – потенциальный электрод, 2 – измерительный электрод, 3 – охранный электрод, 4 – измеряемый образец.

### 1.2.2 Резонансный метод

Самым точным способом определения характеристик материала является резонансный метод. Существует большое количество публикаций на тему использования различных по конструкции резонаторов для измерения диэлектрической проницаемости материала [53–58]. В России измерения электрофизических параметров с использованием резонаторов регламентируются ГОСТ Р 8.623-2015. Большую работу в этом направлении ведет Восточно-Сибирский филиал ФГУП «ВНИИФТРИ» [59–63]. Основными методами измерения характеристик материалов с использованием резонаторов [64] являются:

1. Метод объемного резонатора при фиксированной резонансной частоте.

Данный метод применяют для измерения на частотах от 6 до 20 ГГц, диапазон измерения действительной части диэлектрической проницаемости от 1.2 до 200, тангенса угла диэлектрических потерь от  $5 \cdot 10^{-5}$  до  $10^{-2}$ . Для обеспечения фиксированной частоты резонанса при выполнении измерений в данном методе предусмотрен механизм изменения геометрических размеров резонатора;

2. Метод объемного резонатора при фиксированной резонансной длине.

В отличие от метода объемного резонатора при фиксированной частоте в этом методе отсутствует необходимость изменения объема измерительного резонатора для подстройки резонансной частоты, что значительно упрощает измерительную установку, но делает невозможным проведение измерений на фиксированных частотах;

### 3. Метод щелевого резонатора.

Данный метод применяют для измерения на частотах от 4 до 20 ГГц, диапазон измерения действительной части диэлектрической проницаемости от 1.2 до 20, тангенса угла диэлектрических потерь от  $3 \cdot 10^{-5}$  до  $10^{-2}$ . Толщина измеряемых образцов должна находиться в пределах от 0.5 до 2.5 мм;

### 4. Метод металлодиэлектрического резонатора.

Данный метод применяют для измерения на частотах от 1 до 20 ГГц, диапазон измерения действительной части диэлектрической проницаемости от 2 до 500, тангенса угла диэлектрических потерь от  $1 \cdot 10^{-5}$  до  $5 \cdot 10^{-3}$ . Важным преимуществом данного метода является возможность измерения температурных зависимостей как действительной части диэлектрической проницаемости, так и тангенса угла диэлектрических потерь;

### 5. Метод объемного резонатора в закритическом режиме.

Данный метод применяют для измерения на частотах от 4 до 20 ГГц, диапазон измерения действительной части диэлектрической проницаемости от 1.2 до 100, тангенса угла диэлектрических потерь от  $3 \cdot 10^{-5}$  до  $10^{-3}$ ;

### 6. Метод объемного резонатора для стержневых образцов.

Данный метод применяют для измерения на частотах от 7 до 15 ГГц, диапазон измерения действительной части диэлектрической проницаемости от 1.2 до 20, тангенса угла диэлектрических потерь от  $3 \cdot 10^{-5}$  до  $10^{-2}$ .

Аппаратная реализация измерительной установки для всех описанных методов схожа и подразумевает использование векторного или скалярного анализатора цепей и измерительной оснастки в виде резонатора, соответствующего выбранному методу измерения. Расчет действительной части диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь

осуществляется, чаще всего, с использованием внешней системы обработки данных согласно математической модели выбранного метода измерения.

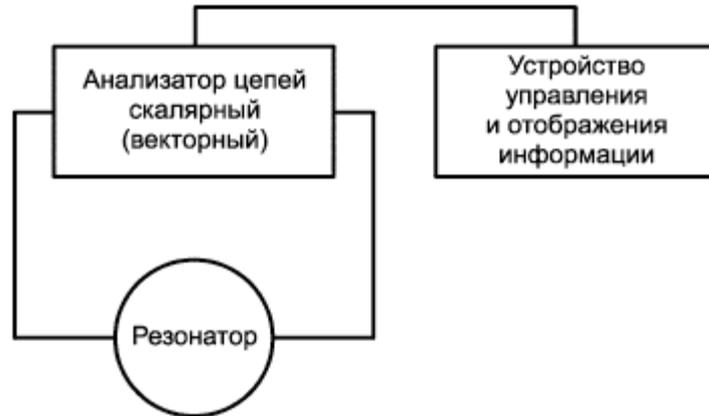


Рис. 1.3 Структурная схема измерительной установки для резонансных методов измерений диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь

Рассмотрим математический аппарат на примере объемного цилиндрического резонатора с фиксированной резонансной частотой.

Диэлектрическую проницаемость образца относительно вакуума определяют по формуле:

$$\varepsilon = \left( \frac{c}{2\pi f_0} \right)^2 \left[ \left( \frac{x}{t} \right)^2 + \left( \frac{v_{11}}{a} \right)^2 \right], \quad (1.16)$$

где  $c$  – скорость света в вакууме,  $f_0$  – резонансная частота,  $v_{11}$  – первый корень функции Бесселя,  $a$  – радиус резонатора,  $t$  – толщина образца.

Безразмерная величина  $x$  определяется из уравнения:

$$\frac{tgx}{x} - \frac{tg[h_2(\Delta L + t)]}{h_2 t} = 0, \quad (1.17)$$

где  $h_2$  – фазовая постоянная в резонаторе без образца и в пустой части резонатора с образцом,  $\Delta L$  – перемещение поршня, необходимое для восстановления резонансной частоты после помещения в резонатор образца.

Тангенс угла диэлектрических потерь образца определяют по формуле:

$$tg\delta = K_{1E}^{-1} \left( \frac{1}{Q_{0\varepsilon}} - \frac{1}{Q_{00}} \right), \quad (1.18)$$

где  $K_{1E}$  – коэффициент заполнения резонатора с образцом,  $Q_{00}$  – собственная добротность образца,  $Q_{0\varepsilon}$  – собственная добротность резонатора с образцом.

### 1.2.3 Метод линии передачи

Метод линии передачи является самым распространенным подходом к измерению электрофизических параметров материалов. Он объединяет в себе такие распространенные типы линий передачи, как коаксиальная линия с воздушным заполнением, волноводная линия передачи [25,65]. Каждая из линий в отдельности обладает своими преимуществами и недостатками, но возможность использовать несколько типов линий с одним математическим аппаратом делает данный метод измерения одним из самых универсальных, как в плане габаритных характеристик исследуемого образца, так и возможности измерения материалов в различных агрегатных состояниях.

При измерениях с использованием метода линии передачи образец помещается внутрь используемого отрезка линии – держателя образца. Для пояснения принципа вычисления электрофизических характеристик исследуемого материала рассмотрим прохождение электромагнитной волны в линии передачи с установленным в нее образцом (рис.1.4).

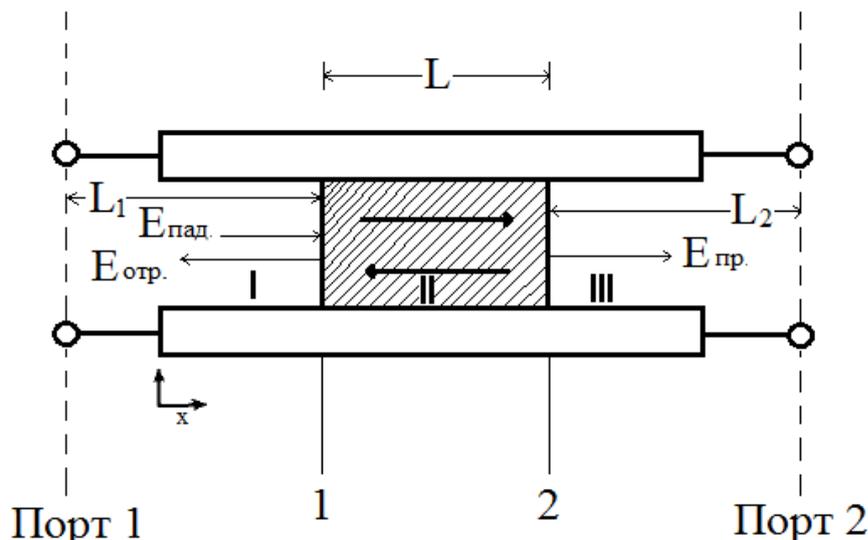


Рис. 1.4 Измеряемый образец в линии передачи

Анализ распространения электромагнитной волны в измеряемом образце, а также отражения волны от границы раздела сред, позволяет нам получить выражения для вычисления коэффициентов отражения  $\Gamma$  и затухания  $z$ . Пусть электрическое поле в областях I, II и III принимает значение соответственно  $E_I$ ,  $E_{II}$  и  $E_{III}$  (с временной зависимостью  $e^{j\omega t}$ ) в этом случае пространственное распределение электрического поля в соответствующих областях мы можем записать как:

$$E_I = e^{(-\gamma_0 x)} + C_1 e^{\gamma_0 x} \quad (1.19)$$

$$E_{II} = C_2 e^{(-\gamma x)} + C_3 e^{\gamma x} \quad (1.20)$$

$$E_{III} = C_4 e^{(-\gamma_0 x)} + C_5 e^{\gamma_0 x} \quad (1.21)$$

где:

$$\gamma = j \sqrt{\frac{\omega^2 \mu \epsilon}{c_{vac}^2} - \left(\frac{2\pi}{\lambda_c}\right)^2} \quad (1.22)$$

$$\gamma_0 = j \sqrt{\left(\frac{\omega}{c_{lab}}\right)^2 - \left(\frac{2\pi}{\lambda_c}\right)^2} \quad (1.23)$$

постоянная распространения в линии передачи с тестируемым образцом и без него соответственно. Где  $c_{vac}$  – скорость света в вакууме,  $c_{lab}$  – скорость света в среде, заполняющей линию передач,  $\omega$  – угловая частота,  $\lambda_c$  – критическая частота волновода ( $\lambda_c = 2a$ , где  $a$  ширина используемого волновода).  $\mu$  и  $\epsilon$  – комплексные относительные магнитная и диэлектрическая проницаемости, записываемые как:

$$\epsilon = \epsilon' - j\epsilon'' \quad (1.24)$$

$$\mu = \mu' - j\mu'' \quad (1.25)$$

Константа  $C_i$  определяется граничными условиями. Граничные условия для электрической составляющей поля – это непрерывность тангенциальной составляющей на границе двух сред, для магнитного поля – это отсутствие поверхностных токов.

Для непосредственного вычисления значений коэффициента отражения  $\Gamma$  и коэффициента затухания  $z$  используются измеренные коэффициенты матрицы рассеяния – S-параметры [25]. Для объяснения принципа пересчета значений  $z$  и  $\Gamma$  рассмотрим схематическое распространение волны через измеряемый образец с точки зрения волновых величин:

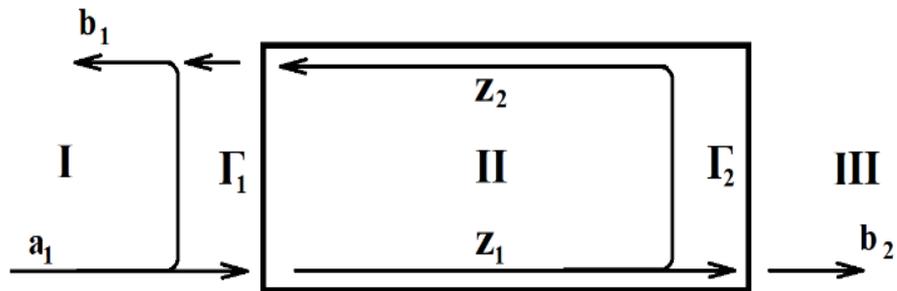


Рис. 1.5 Распространение электромагнитной волны через образец

где  $\Gamma_1$  - коэффициент отражения от границы I-II,  $\Gamma_2$  - коэффициент отражения от границы II-III,  $z_1$  – коэффициент затухания в прямом направлении распространения СВЧ волны внутри образца,  $z_2$  – коэффициент затухания в обратном направлении распространения СВЧ волны внутри образца,  $a_1$  – падающая мощность,  $b_2$  – прошедшая мощность,  $b_1$  – мощность, отраженная от поверхности образца.

Пусть рассматриваемый образец является изотропным, границы раздела сред  $\Gamma_1$  и  $\Gamma_2$  идентичным, а импеданс областей I и III является одинаковым. В связи с этим получаем, что:

$$\Gamma_1 = \Gamma_2 = \Gamma \quad (1.26)$$

$$z_1 = z_2 = z \quad (1.27)$$

Представив рассматриваемую систему как четырехполюсник и следуя определению коэффициентов матрицы рассеяния запишем:

$$S_{11} = \frac{b_1}{a_1} \quad (1.28)$$

$$S_{21} = \frac{b_2}{a_1} \quad (1.29)$$

где  $S_{11}$  – коэффициент отражения от поверхности исследуемого образца,  $S_{21}$  – коэффициент передачи СВЧ волны, прошедшей через образец,

Используя рис.1.6 и учитывая переотражения первого и третьего порядков внутри исследуемого образца, волновые величины  $b_1$  и  $b_2$  можно записать в виде:

$$b_1 = \Gamma a_1 + (1 - \Gamma)^2 a_1 z^2 \Gamma \quad (1.30)$$

$$b_2 = (1 - \Gamma)^2 a_1 z \quad (1.31)$$

В этом случае выражения для параметров  $S_{11}$  и  $S_{21}$  запишутся в виде:

$$S_{11} = \Gamma + (1 - \Gamma)^2 z^2 \Gamma \quad (1.32)$$

$$S_{21} = (1 - \Gamma)^2 z \quad (1.33)$$

В случае учета переотражений более высоких порядков исследуемого образца выражения для вычисления коэффициентов матрицы рассеяния получаются в виде:

$$S_{11} = R_1^2 \left[ \frac{\Gamma(1 - z^2)}{1 - \Gamma^2 z^2} \right] \quad (1.34)$$

$$S_{22} = R_2^2 \left[ \frac{\Gamma(1 - z^2)}{1 - \Gamma^2 z^2} \right] \quad (1.35)$$

$$S_{21} = R_1 R_2 \left[ \frac{z(1 - \Gamma^2)}{1 - \Gamma^2 z^2} \right] \quad (1.36)$$

где:

$$R_1 = \exp(-\gamma_0 L_1) \quad (1.37)$$

$$R_2 = \exp(-\gamma_0 L_2) \quad (1.38)$$

где  $L_1$  и  $L_2$  расстояния между опорными плоскостями измерения и соответствующими поверхностями образца, а  $R_1$  и  $R_2$  – выражения для сдвига опорной плоскости к поверхности образца. Коэффициент отражения определяется как:

$$\Gamma = \frac{\frac{\gamma_0}{\mu_0} - \frac{\gamma}{\mu_a}}{\frac{\gamma_0}{\mu_0} + \frac{\gamma}{\mu_a}} \quad (1.39)$$

Где  $\mu_a = \mu_0 \mu$ . Постоянные распространения для линии передачи с воздушным заполнением  $\gamma_0$  и заполненной исследуемым материалом  $\gamma$  определяются как:

$$\gamma_0 = j \sqrt{\left(\frac{\omega}{c}\right)^2 - \left(\frac{2\pi}{\lambda_c}\right)^2} \quad (1.40)$$

$$\gamma = j \sqrt{\frac{\omega^2 \epsilon}{c^2} - \left(\frac{2\pi}{\lambda_c}\right)^2} \quad (1.41)$$

Для коаксиальной линии, где критическая частота распространения стремится к нулю, выражение для коэффициента отражения примет вид:

$$\Gamma = \frac{\frac{c_{vac}}{c_{lab}} \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon} - 1}}{\frac{c_{vac}}{c_{lab}} \sqrt{\frac{\mu}{\epsilon} + 1}} \quad (1.42)$$

Также нам известно выражение для  $z$ , коэффициента затухания:

$$z = \exp(-\gamma L) \quad (1.43)$$

где  $L$  – длина измеряемого образца.

Общая длина измерительной системы:

$$L_{air} = L + L_1 + L_2 \quad (1.44)$$

Дополнительно для пустого держателя образца формула для коэффициента передачи будет иметь вид:

$$S_{21} = R_1 R_2 \exp(-\gamma_0 L) \quad (1.45)$$

Используя приведенный выше математический аппарат Nicholson, Ross и Weir [41,42] вывели уравнения для расчета коэффициентов отражения  $\Gamma$  и затухания  $z$ , и последующего их преобразования в значения диэлектрической и магнитной проницаемости. Согласно математической модели NRW коэффициент отражения может быть записан как:

$$\Gamma = X \pm \sqrt{X^2 - 1} \quad (1.46)$$

где параметр  $X$ :

$$X = \frac{S_{11}^2 - S_{21}^2 + 1}{2S_{11}} \quad (1.47)$$

Знак перед корнем в выражении для коэффициента отражения выбирается таким образом, чтобы  $|\Gamma| < 1$ .

Коэффициент передачи может быть записан как:

$$T = \frac{S_{11} + S_{21}\Gamma}{1 - (S_{11} + S_{21})\Gamma} \quad (1.48)$$

Магнитная проницаемость находится по формуле:

$$\mu = \frac{1 + \Gamma}{\Lambda(1 - \Gamma) \sqrt{\frac{1}{\lambda_0^2} - \frac{1}{\lambda_c^2}}} \quad (1.49)$$

где  $\lambda_0$  длина волны в свободном пространстве,  $\lambda_c$  – граничная длина волны в волноводе

$$\frac{1}{\Lambda^2} = \left( \frac{\varepsilon\mu}{\lambda_0^2} - \frac{1}{\lambda_c^2} \right) = - \left( \frac{1}{2\pi L} \ln \left( \frac{1}{T} \right) \right)^2 \quad (1.50)$$

Диэлектрическая проницаемость вычисляется по формуле:

$$\varepsilon = \frac{\lambda_0^2}{\mu_r} \left( \frac{1}{\lambda_c^2} - \left[ \frac{1}{2\pi L} \ln \left( \frac{1}{T} \right) \right]^2 \right) \quad (1.51)$$

Выражение ( 1.50) имеет бесконечное число корней при условии, что мнимая часть выражения  $\ln\left(\frac{1}{T}\right)$  равна  $j(\theta + 2\pi n)$ , где  $n=0, \pm 1, \pm 2 \dots$ . Значение  $n$  может быть определено двумя методами:

- Путем анализа времени группового запаздывания. Выражение ( 1.50) определено неоднозначно, так как фаза коэффициента передачи не меняется, когда длина образца кратна длине волны. Неопределенность фазы может быть снята, если принять, что измеренное время групповой задержки должно быть равно расчетному.
  - ┆ Измеренное время группового запаздывания:

$$\tau_{meas} = - \frac{1}{2\pi} \frac{d\varphi}{df} \quad (1.52)$$

- ┆ расчетное:

$$\tau_{cal} = L \frac{d}{df} \sqrt{\frac{\epsilon\mu f^2}{c^2} - \frac{1}{\lambda_c^2}} = \frac{1}{c^2} \frac{f\epsilon\mu + f^2 \frac{1}{2} \frac{d(\epsilon\mu)}{df}}{\sqrt{\frac{\epsilon\mu f^2}{c^2} - \frac{1}{\lambda_c^2}}} \quad (1.53)$$

- Расчет с использованием длины образца, выраженной в длинах волн  $\lambda_g$  и примерных ожидаемых значений диэлектрической и магнитной проницаемостями:

$$\frac{1}{\Lambda} = j \left( \frac{\gamma}{2\pi} \right) \quad (1.54)$$

• где

$$\gamma = i \frac{2\pi}{\lambda_0} \sqrt{\epsilon\mu - \left( \frac{\lambda_0}{\lambda_c} \right)^2} \quad (1.55)$$

$$Re \left( \frac{1}{\Lambda} \right) = \frac{1}{\lambda_g} \quad (1.56)$$

#### 1.2.4 Метод открытого коаксиального пробника

В случае необходимости провести исследование параметров диэлектрического материала на готовом изделии, или в случае невозможности изготовления образца возможно применение коаксиального пробника с открытым входом.

Для вычисления комплексной диэлектрической проницаемости используется коэффициент отражения, который измеряется на открытом конце пробника, совмещенном с исследуемым материалом, с применением в качестве измерителя векторного анализатора цепей. Для сдвига опорной плоскости измерения из порта векторного анализатора цепей к открытому концу коаксиального пробника выполняется полная однопортовая калибровка.

Открытый коаксиальный пробник совместно с измеряемым образцом можно представить как систему из двух последовательно соединенных конденсаторов [66]. Для модели с сосредоточенными параметрами комплексная

проводимость измерительной системы коаксиальный пробник – образец можно представить в виде:

$$Y(f, \varepsilon) = j2\pi f(C_1 + C_2\varepsilon) \quad (1.57)$$

где  $\varepsilon = \varepsilon' - j\varepsilon''$ , а  $C_1$  и  $C_2$  представляют собой емкость измерительной системы и емкость перехода без измеряемого образца соответственно. Данные константы находятся путем измерения образца с известной диэлектрической проницаемостью.

Выражения для мнимой и действительной части диэлектрической проницаемости в этом случае примут вид:

$$Re(Y) = 2\pi f C_2 \varepsilon'' \quad (1.58)$$

$$Im(Y) = 2\pi f(C_1 + C_2 \varepsilon') \quad (1.59)$$

Рассмотрим случай измерения коаксиальным пробником, с внутренней вставкой из диэлектрика  $\varepsilon$ , с радиусом внешнего проводника –  $a$ , внутреннего –  $b$ , образца диэлектрической проницаемостью  $\varepsilon$  и магнитной проницаемостью равной единице. В этом случае выражение для проводимости примет вид:

$$Y(f, \varepsilon) = \frac{v\varepsilon}{c\sqrt{\varepsilon_d} \ln(b/a)} (I_{0,0} + \sum_{n=1}^{\infty} \Lambda_n I_{0,n}) \quad (1.60)$$

где  $\Lambda_n$  – решения бесконечной системы линейных уравнений

$$-I_{m,0} = \sum_{n=1}^{\infty} A_{m,n} \Lambda_n \quad (1.61)$$

коэффициент  $A_{m,n}$  определяется как:

$$A_{m,n} = I_{m,n} + \frac{2\pi\varepsilon_d c \delta_{m,n}}{\varepsilon \sqrt{c^2 k_n^2 - 4\pi^2 f^2 \varepsilon_d}} \quad (1.62)$$

где  $k_n$  последовательность положительных корней уравнения  $J_0(ax)N_0(bx) = N_0(ax)J_0(bx)$ ,  $\delta_{m,n} = 1$  если  $n=m=1$ , в остальных случаях:

$$I_{m,n} \quad (1.63)$$

$$= \int_a^b \int_a^b \int_0^{2\pi} \frac{\rho_1 \rho_2 R_m(\rho_1) R_n(\rho_2) \cos(\varphi) e^{-jk_0 r \sqrt{\varepsilon_d}} d\varphi d\rho_1 d\rho_2}{r}$$

где  $r^2 = \rho_1^2 + \rho_2^2 - \rho_1 \rho_2 \cos(\varphi)$ , а функция  $R_n(\rho)$  определяется как:

$$R_0(\rho) = \frac{1}{\rho \sqrt{\ln\left(\frac{b}{a}\right)}} \quad (1.64)$$

$$R_n(\rho) = \frac{\pi k_n J_0(bk_n) (J_1(pk_n) N_0(ak_n) - N_1(pk_n) J_0(ak_n))}{\sqrt{2 (J_0^2(ak_n) - J_0^2(bk_n))}} \quad (1.65)$$

Исходя из вышеприведенных выражений для нахождения комплексной проводимости нам необходимо решить бесконечную систему линейных уравнений. Основная проблема данного метода – это выбор конечного количества значений  $\Lambda_n$ , причем точность определения зависит от выбранного количества. На выбор определенного числа значений  $\Lambda_n$  оказывают большое влияние разнообразные факторы (характеристики пробника, частота, диэлектрическая проницаемость).

Для повышения точности выполняемых измерений возможно использование оконных функций во временной области, которые позволяют локализовать нежелательные неоднородности в линии передачи до пробника, а также исключить их влияние на результат измерения.

Преимущества данного метода заключаются в возможности проведения полной однопортовой калибровки, после которой возможно проведение измерений с использованием любых образцов в жидком, твердом или сыпучем состоянии. Недостатки – измерение только коэффициента отражения, а также существенное влияние воздушного зазора между пробником и измеряемым образцом на точность измерений.

## **2 ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ СИСТЕМА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ТВЕРДЫХ И СЫПУЧИХ МАТЕРИАЛОВ**

Исследование электрофизических характеристик различных материалов включает в себя большой объем работ по подготовке к измерениям, проведению измерений и последующей обработке полученных результатов. Каждый из этапов исследования является источником погрешности измерений, тем самым автоматизация измерительного процесса – необходимый шаг для достижения максимальной точности измерения.

Важной задачей, решаемой созданием программно-вычислительно комплекса, является автоматизация повторяющихся операций, занимающих большой промежуток по времени. Созданный программно-аппаратный комплекс позволяет в автоматическом режиме получать измеренные значения коэффициентов матрицы рассеяния с измерительного оборудования. При этом обеспечивается синхронизация по времени с остальной частью измерительного комплекса. Так выполнение измерений частотной зависимости комплексной относительной диэлектрической проницаемости в диапазоне температур синхронизируется с показаниями термопар внутри нагревающей установки и внутри используемой линии передачи. Это позволяет в полностью автоматическом режиме проводить измерения, занимающие несколько часов, ввиду инертности нагрева используемой измерительной оснастки.

В качестве основы измерительной системы был выбран метод линии передачи [67]. Основными условиями выбора этого метода послужили следующие моменты:

1. Универсальность методики измерения применительно к возможности использования различного типа линий передачи (воздушная коаксиальная линия, волновод, свободное пространство);
2. Возможность измерения как комплексной диэлектрической, так и комплексной магнитной проницаемостей;

3. Возможность измерения частотной зависимости электрофизических характеристик с произвольным шагом по частоте;
4. Возможность измерения электрофизических характеристик как твердых, так и сыпучих материалов.

Основой измерительной системы служит векторный анализатор цепей, который позволяет измерить коэффициенты матрицы рассеяния образца. Связь с анализатором цепей осуществляется с использованием стандартного набора SCPI команд, что позволяет использовать измерительное оборудование различных производителей без внесения изменений в код программы. Программная оболочка написана в среде Matlab, подключение измерительного оборудования осуществлено с использованием стандартной библиотеки visa.dll.

Коэффициенты матрицы рассеяния позволяют уже на первоначальном этапе оценить электрофизические характеристики образца по косвенным признакам. Так измеренный коэффициент отражения  $S_{11}$  представляет собой меру отражения от слоя конечной толщины и учитывает не только отражение непосредственно от поверхности образца, но и переотражения в его объеме. Используя математический подход для многослойных материалов [68] можно рассчитать теоретическое значение  $S_{11}$  для заданной комплексной диэлектрической проницаемости и производить сравнение с измеренным значением коэффициента отражения, что дает косвенную оценку электрофизических характеристик исследуемого образца.

Благодаря особенностям реализации векторного анализатора цепей, он позволяет проводить полную векторную коррекцию систематической ошибки измерительной системы, что дает возможность учесть влияние на результат измерения всей используемой вспомогательной измерительной оснастки.

Также использование анализатора цепей позволяет смещать плоскость калибровки непосредственно к поверхности исследуемого образца, что делает возможным проведение измерений в случае, если толщина исследуемого образца меньше толщины используемого держателя.

Управление анализатором цепей осуществляется непосредственно через интерфейс разработанного программного обеспечения. Это позволяет значительно увеличить скорость проведения измерений, а также ускорить и упростить процесс обработки полученных данных и формирования конечного файла.

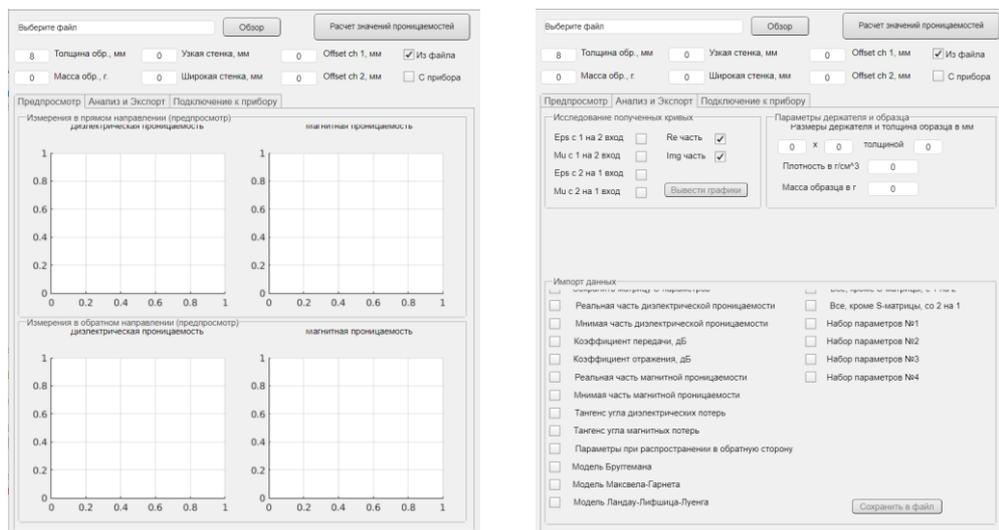


Рис. 2.1 Программный интерфейс

## 2.1 Особенности реализации метода линии передачи с использованием волновода и векторного анализатора цепей.

При измерении образцов со значением диэлектрической проницаемости, больших 2, на полученных частотных зависимостях комплексных диэлектрической и магнитной проницаемостей можно наблюдать наличие пульсаций.

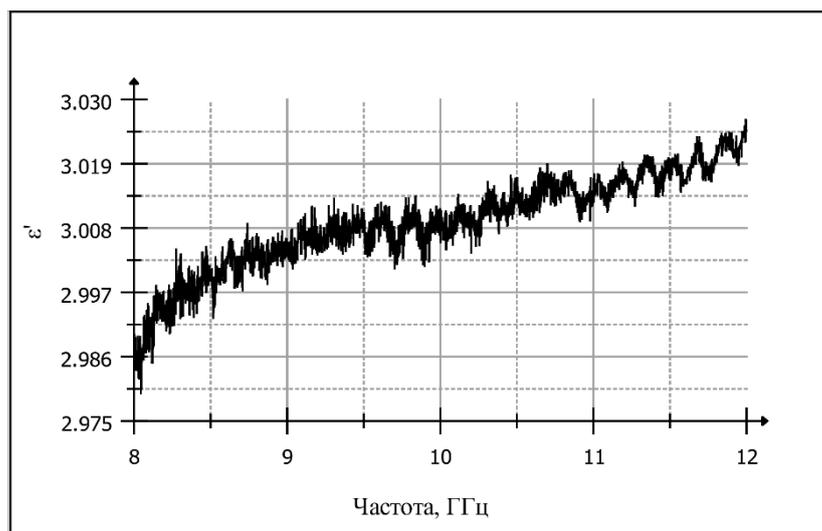


Рис. 2.2 Пульсации на графике диэлектрической проницаемости

Наличие данных искажений в спектральной характеристике образца обусловлено конечным (неидеальным) согласованием измерительного порта векторного анализатора цепей. При помещении в измерительную линию объекта с большим коэффициентом отражения, в измерительной системе возникают множественные переотражения между поверхностью исследуемого образца и неоднородностями в линии (измерительный порт векторного анализатора цепей, коаксиально-волноводный переход). В случае, если удвоенное расстояние между образцом и неоднородностью становится эквивалентно фазовому набегу  $360^\circ$  мы получаем сложение амплитуды синфазных колебаний результатом чего является появление выброса на графике исследуемого параметра.

Для устранения данного эффекта возможно использовать фильтрацию измеренных данных с использованием прямого и обратного преобразования Фурье с прямоугольным окном с селекцией полосы частот, соответствующих частоте появления возникших пульсаций. Использование усреднения или сглаживания (скользящее среднее) уберет не только пульсации, но и сгладит все выбросы на полученных спектральных характеристиках, что может привести к искажению полученных результатов. В разработанном программном обеспечении отдельно реализована возможность фильтрации полученных данных, что позволяет устранить пульсации непосредственно в процессе исследования образца. Следует отметить, что применение такого подхода приводит к сужению

исследуемого частотного диапазона, в связи с появлением пульсаций на крайних частотах.

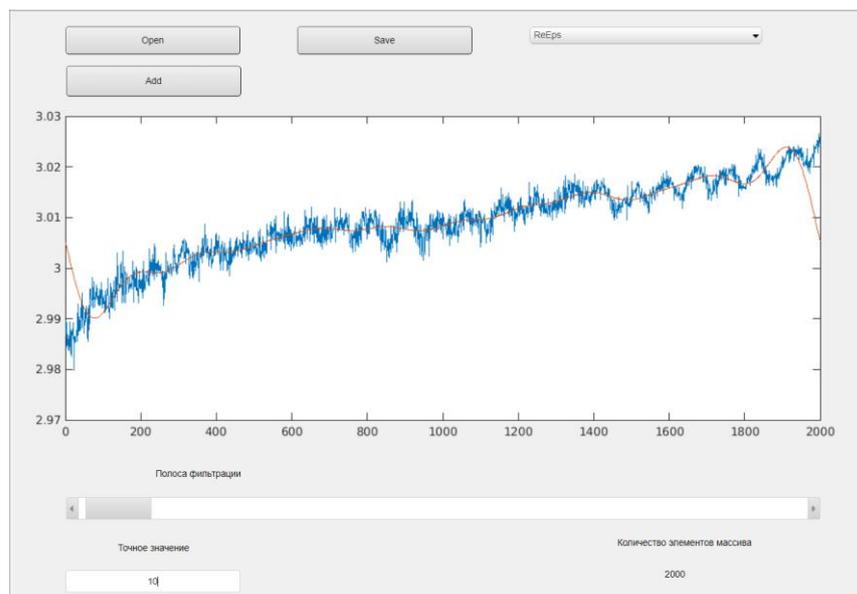


Рис. 2.3 Программный интерфейс приложения для фильтрации данных

## 2.2 Учет погрешности изготовления волноводной оснастки

Использование волноводной линии передачи в качестве измерительной оснастки вносит свои особенности в процедуру измерения электрофизических параметров материалов.

Волноводы представляют собой линии передачи, в которых существуют как продольные, так и поперечные компоненты электромагнитной волны, которые описывают модель распространения электромагнитной волны. Основным тип волны, на котором работает прямоугольный волновод является магнитная волна  $H_{10}$ , у которой  $H_z \neq 0, E_z = 0$ . В таком волноводе будут распространяться волны, длина волны которых, больше критической длины волны для  $H_{10}$

$$\lambda_{кр}^{10} = 2a$$

где  $a$  – длина широкой стенки волновода.

Критическая длина волны также непосредственно входит в выражения для фазового коэффициента постоянной распространения.

$$\beta^{10} = \frac{2\pi \cdot \sqrt{1 - \left(\frac{\lambda}{\lambda_{кр}^{10}}\right)^2}}{\lambda} \quad (2.1)$$

Тем самым получается, что фазовая характеристика волноводной линии передачи, заполненной измеряемым образцом, будет зависеть не только от параметров исследуемого материала, но и от погрешности изготовления и измерения сечения используемого волновода, так как длина широкой стенки волновода непосредственно входит в формулу вычисления фазового набега.

Существуют математические модели, позволяющие учесть погрешность изготовления держателей образца [69]. Данная модель позволяет учесть зависимость фазового набега от погрешности изготовления волноводного держателя в рабочем диапазоне частот.

При изготовлении волноводной оснастки невозможно получить идеальной прямоугольной формы волноводного сечения, в местах перехода от широкой стенки волновода к узкой всегда будут присутствовать скругления различного радиуса, что вызвано конечной точностью обработки таких поверхностей на специализированном оборудовании. Для учета наличия таких скруглений, а как следствие уменьшения эффективной длины широкой стенки волновода, производится измерение комплексного коэффициента передачи  $S_{21}$  пустого держателя образца. Фаза  $S_{21}$  запишется как:

$$\arg(S_{21}) - 2\pi n = -\beta l_{\text{держателя}} \quad (2.2)$$

где  $l_{\text{держателя}}$  – толщина используемого волноводного держателя, а фазовый коэффициент постоянной распространения  $\beta$  можно записать в виде:

$$\beta = \sqrt{\left(\frac{2\pi f}{c_0}\right)^2 - \left(\frac{\pi}{a_{\text{эфф}}}\right)^2} \quad (2.3)$$

где  $c_0$  – скорость света в вакууме. Решая уравнение ( 2.3) относительно переменной  $a_{\text{эфф}}$  мы находим частотную зависимость эффективной ширины

выбранного волноводного держателя. Так на рис.2.4 приведена частотная зависимость эффективного размера широкой стенки волновода для держателя толщиной 1.5 мм, используемого в процессе измерений.

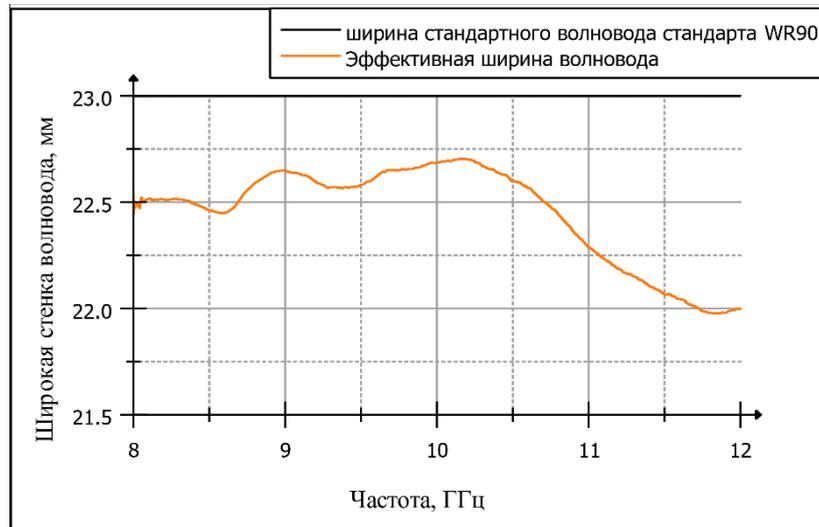


Рис. 2.4 Сравнение рассчитанного значения  $a_{эфф}$  длины широкой стенки используемого волноводного держателя сечения 23 x 10 мм с табличным значением

Используя рассчитанное значение эффективной длины широкой стенки используемого волноводного держателя были измерены действительная и мнимая части диэлектрической проницаемости для образца фторопласта с паспортным значением действительной части диэлектрической проницаемости 3.01. Для сравнения также приведены данные для случая использования табличного значения длины широкой стенки волноводного держателя для используемого сечения волновода.

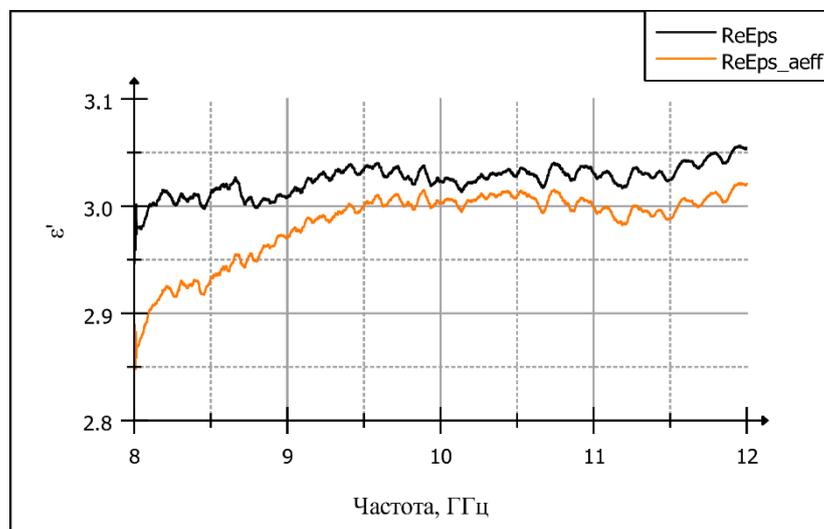


Рис. 2.5 Действительная часть диэлектрической проницаемости образца фторопласта для табличного значения длины широкой стенки волновода ( $\text{Re}\epsilon_{\text{ps}}$ ) и с использованием рассчитанного эффективного значения длины широкой стенки ( $\text{Re}\epsilon_{\text{ps\_aeff}}$ )

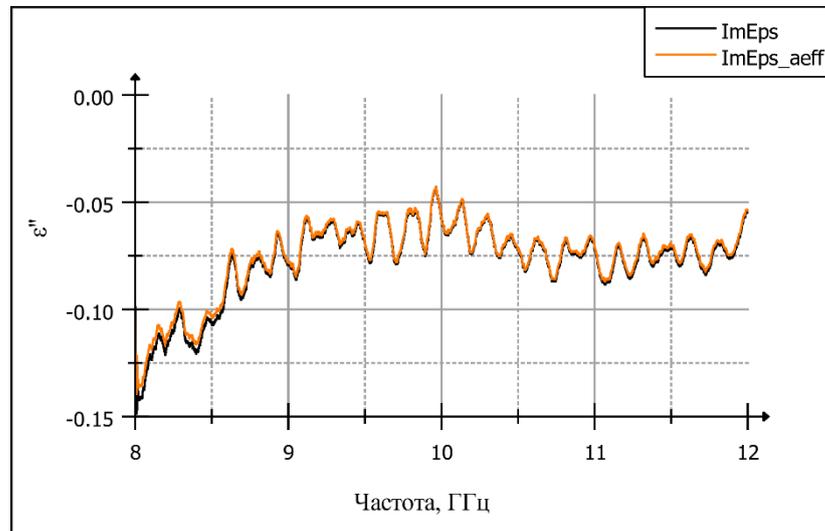


Рис. 2.6 Мнимая часть диэлектрической проницаемости образца фторопласта для табличного значения длины широкой стенки волновода ( $\text{Im}\epsilon_{\text{ps}}$ ) и с использованием рассчитанного эффективного значения длины широкой стенки ( $\text{Im}\epsilon_{\text{ps\_aeff}}$ )

### 2.3 Измерение электрофизических параметров сыпучих материалов

Наибольшее распространение в вопросе измерения электрофизических параметров порошков получил метод на основе использования емкостной измерительной ячейки [70], но основным ограничением данного метода является верхняя граничная частота, которая не превышает 3 ГГц, при этом задачи при разработке новых диэлектрических материалов уже давно перешагнули рубеж в несколько десятков ГГц [71].

Немаловажную роль в вопросе исследования порошков играют резонансные методы измерения электрофизических свойств материалов, достоинством которых является высокая точность определения диэлектрической проницаемости [63]. Основным ограничением данного метода является дискретная сетка рабочих частот, параметры которой зависят от типа используемого резонатора. При пересчете измеренных величин в значения электрофизических параметров

реальная часть магнитной проницаемости принимается равной единице, а магнитные потери приравниваются к нулю [72].

При реализации широкополосной измерительной системы для исследования электрофизических параметров сыпучих материалов могут использоваться различные варианты линии передачи: волновод [73,74], свободное пространство [75] или микрополосковая линия [76]. В большом количестве работ, посвященных данной проблематике, не поднимается вопрос о необходимости рассмотрения измеряемого образца не как гомогенной структуры, а как смеси растворителя, в качестве которого выступает воздух, и исследуемого порошкообразного материала [29]. Данный момент является очень важным при исследовании порошков, так как если используется не мелкодисперсный материал, то исследуемый образец будет содержать воздух, что приведет к занижению значений рассчитанных комплексных проницаемостей, а также невозможности получения повторимых результатов, в случае отсутствия контроля параметров засыпки порошка в держатель. В работах [77–79], где авторы используют математические модели пересчета проницаемостей из эффективных значений, в качестве опорного значения, для верификации полученного результата, они используют справочные величины, что не всегда корректно, так как чаще всего в качестве справочных данных выступает диэлектрическая проницаемость твердого материала, имеющего четкую кристаллическую структуру.

В связи с этим необходимо отметить следующий момент – процедура измерения электрофизических параметров сыпучих материалов не может быть использована для получения абсолютных значений диэлектрической проницаемости, результаты таких измерений могут быть использованы для исследования воздействия на электрофизические параметры порошков внешних воздействий (изменение температуры, старение и т.п.), то есть для проведения относительных измерений.

### 2.3.1 Фиксация образца в держателе

Важным этапом измерения порошкообразных материалов является фиксация измеряемого образца в держателе. Существуют примеры использования для этих целей вставок из гладкого диэлектрического материала, чаще всего фторопласта, помещенных непосредственно в держатель образца [74]. Для учета влияния на результат измерения используемых вставок возможно использование функции исключения цепей (de-embedding) современных векторных анализаторов цепей, но это приводит к необходимости дополнительно измерить матрицы S-параметров вставок, что значительно усложняет измерительный процесс.

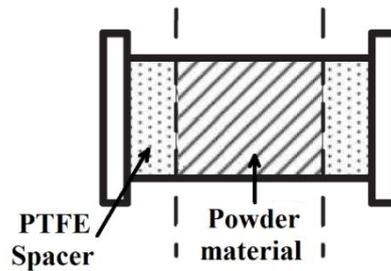


Рис. 2.7 Вариант размещения фиксирующих пластинок в используемом держателе образца, после опорной плоскости измерения

Важно учитывать, что при установке пластинок в держатель, изменение их местоположения в процессе измерения приведет к наличию дополнительного вклада в погрешность измерения комплексных диэлектрической и магнитной проницаемостей из-за некорректно измеренного значения фазового набега в образце. Более подходящим вариантом является установка пластинок не в держатель, а непосредственно в линию передачи [29,80]. В этом случае мы сможем учесть их влияние на измеряемые параметры уже непосредственно на этапе коррекции систематической ошибки измерительной системы.

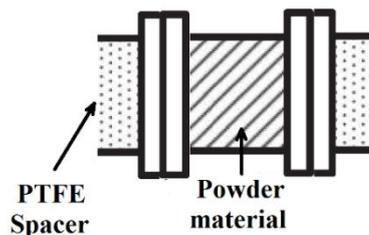


Рис. 2.8 Вариант размещения фиксирующих пластинок в используемой линии передачи, до опорной плоскости измерения

Для практической реализации измерительной установки в качестве линии передачи был выбран волновод. Наиболее рациональным методом фиксации измеряемого образца в волноводе является размещение фиксирующих пластин непосредственно в линии, перед держателем образца. В качестве материала фиксирующих пластин использовался экструдированный пенополистирол, значение диэлектрической проницаемости которого близко к значению относительной диэлектрической проницаемости воздуха, что позволит уменьшить отражение от пластинки и тем самым улучшить согласование и уменьшить пульсации на частотной характеристике измеренных S-параметров. Пример реализации волновода с подобными вставками представлен на Рис. 2.9

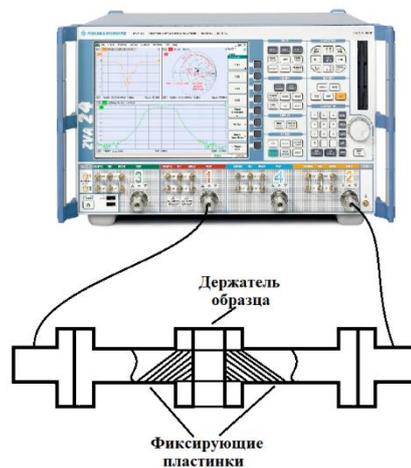


Рис. 2.9 Реализация измерительной системы для исследования электрофизических параметров сыпучих материалов

Для определения значения диэлектрической проницаемости экструдированного пенополистирола, из которого планировалось изготовить фиксирующие пластины, были подготовлены образцы под волновод стандарта WR90 толщиной 8 мм. В качестве метода измерения была выбрана техника линии передачи с использованием разработанной измерительной системы [67]. Измеренные значения (Рис. 2.10 и Рис. 2.11) оказались очень близкими к значению проницаемостей воздуха, что подтверждает сделанное предположение и обеспечит минимизацию влияния фиксирующих пластин на результат измерения электрофизических характеристик сыпучих материалов.

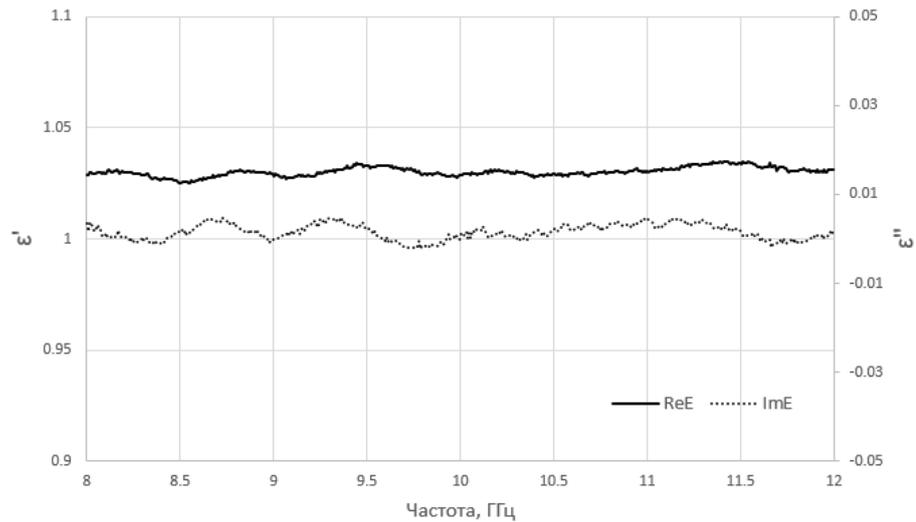


Рис. 2.10 Диэлектрическая проницаемость ЭПЭС

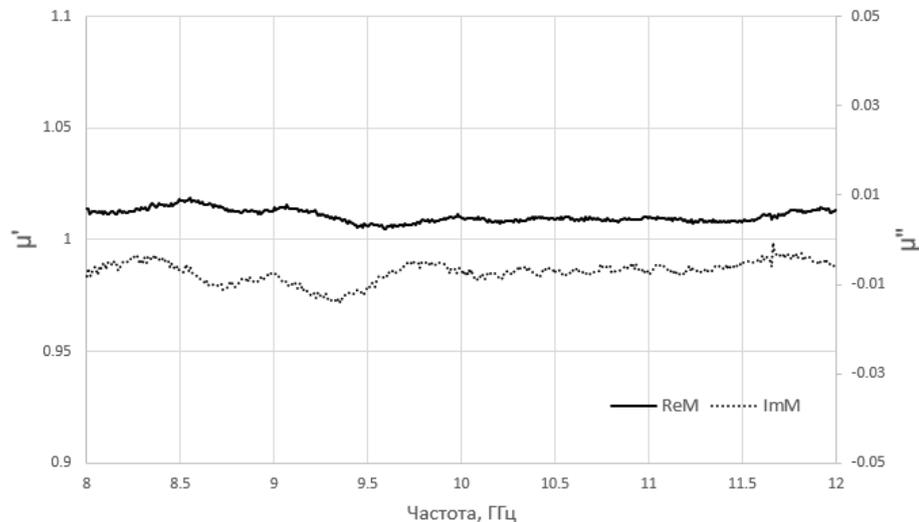


Рис. 2.11 Магнитная проницаемость ЭПЭС

На Рис. 2.12 приведены результаты измерения пустого держателя образца, заполненного воздухом с использованием откалиброванной измерительной системы с установленными фиксирующими пластинами из экструдированного пенополистирола. Полученные результаты показывают, что фиксирующие пластины не оказывают заметного влияния на результат измерения, на графиках отсутствуют пульсации, которые появились бы в случае рассогласованности фиксирующих пластин с используемым волноводом с воздушным заполнением.

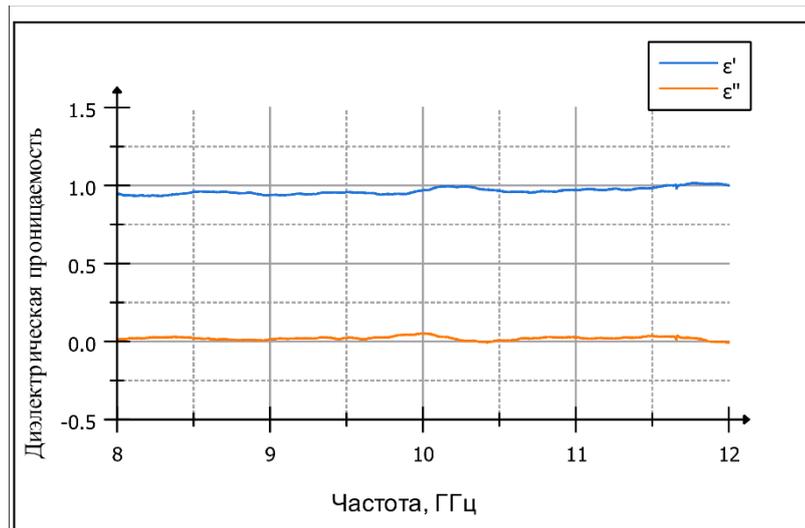


Рис. 2.12 Относительная диэлектрическая проницаемость пустого держателя, при наличии фиксирующих вставок в волноводе

Для проверки предложенного варианта измерительной системы для определения электрофизических характеристик сыпучих материалов был измерен образец порошка диоксида титана ( $\text{TiO}_2$ ), который часто используется в качестве добавки в композитные материалы для увеличения действительной части относительной диэлектрической проницаемости.

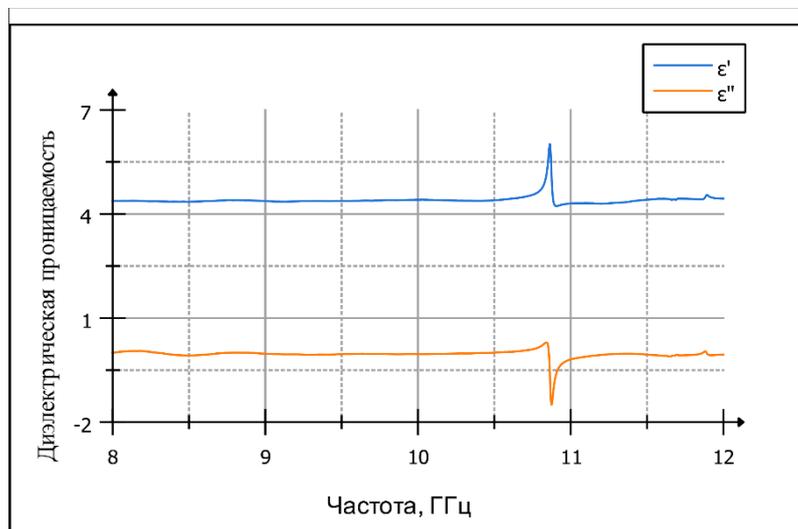


Рис. 2.13 Частотная зависимость действительной и мнимой части относительной диэлектрической проницаемости образца порошка  $\text{TiO}_2$  толщиной 1 мм.

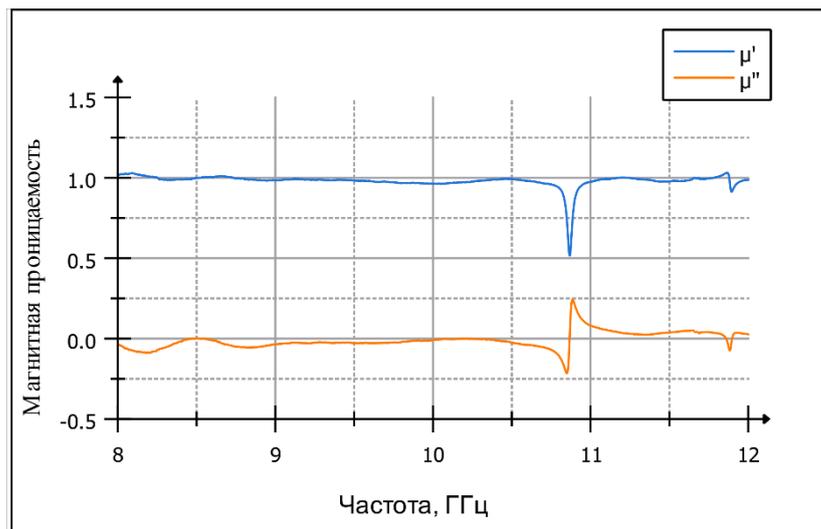


Рис. 2.14 Частотная зависимость действительной и мнимой части относительной магнитной проницаемости образца порошка  $\text{TiO}_2$  толщиной 1 мм

## 2.4 Определение систематической погрешности реализованной измерительной системы.

При измерении относительной комплексной диэлектрической проницаемости важно знать, насколько полученная экспериментальная величина близка к истинному значению. В литературе [25] описан подход к оценке относительной погрешности измерения, основываясь на используемом измерительном оборудовании и диапазоне ожидаемых значений измеренной комплексной относительной диэлектрической проницаемости. Источниками погрешности измерительной системы для определения электрофизических параметров материалов, основанной на использовании метода линии передачи, являются:

1. Погрешность измерения модуля и фазы коэффициентов отражения ( $S_{11}$ ) и передачи ( $S_{21}$ ) используемого векторного анализатора цепей;
2. Воздушные зазоры между используемым держателем образца и исследуемым образцом;
3. Погрешность определения толщины образца;
4. Потери в используемых линиях передачи и рассогласование разъемов;
5. Погрешность определения опорной плоскости измерения.

Рассмотрим аналитическую форму записи относительной погрешности измерения действительной и мнимой частей относительной диэлектрической проницаемости выраженную через отдельные составляющие [25].

$$\frac{\Delta\varepsilon'}{\varepsilon'} = \frac{1}{\varepsilon'} \sqrt{\left(\frac{\partial\varepsilon'}{\partial|S_\alpha|} \Delta|S_\alpha|\right)^2 + \left(\frac{\partial\varepsilon'}{\partial\theta_\alpha} \Delta\theta_\alpha\right)^2 + \left(\frac{\partial\varepsilon'}{\partial L} \Delta L\right)^2 + \left(\frac{\partial\varepsilon'}{\partial d} \Delta d\right)^2} \quad (2.4)$$

$$\frac{\Delta\varepsilon''}{\varepsilon''} = \frac{1}{\varepsilon''} \sqrt{\left(\frac{\partial\varepsilon''}{\partial|S_\alpha|} \Delta|S_\alpha|\right)^2 + \left(\frac{\partial\varepsilon''}{\partial\theta_\alpha} \Delta\theta_\alpha\right)^2 + \left(\frac{\partial\varepsilon''}{\partial L} \Delta L\right)^2 + \left(\frac{\partial\varepsilon''}{\partial d} \Delta d\right)^2} \quad (2.5)$$

где  $\alpha - 11$  или  $21$ , в зависимости от рассматриваемого S-параметра,  $\Delta|S_\alpha|$  – погрешность измерения модуля S-параметра для используемого векторного анализатора цепей,  $\Delta\theta_\alpha$  – погрешность измерения фазы S-параметра для используемого векторного анализатора цепей,  $\Delta L$  – погрешность измерения толщины образца,  $\Delta d$  – погрешность определения воздушного зазора между поверхностью образца и используемой линией передачи.

Рассмотрим отдельные составляющие относительной погрешности, связанные с используемым векторным анализатором цепей. Для коэффициента передачи  $S_{21}$  составляющие погрешности измерения будут иметь вид:

$$\frac{\partial\varepsilon}{\partial|S_{21}|} = \frac{(1 - \Gamma^2 Z^2) e^{j\theta}}{Q} \quad (2.6)$$

$$\frac{\partial\varepsilon}{\partial|\theta_{21}|} = j|S_{21}| \frac{\partial\varepsilon}{\partial|S_{21}|} \quad (2.7)$$

$$\left(\frac{\partial\varepsilon}{\partial L}\right)_{S_{21}} = -C \frac{1 - (1 - 2S_{21}Z)\Gamma^2}{Q} \quad (2.8)$$

где:

$$Q = 2 \cdot A \cdot \Gamma \cdot Z \cdot (S_{21}Z - 1) + B(1 - (1 - 2S_{21}Z)\Gamma^2)$$

$$A = \frac{\omega^2}{2\gamma\gamma_0 c_{vac}^2} \frac{1}{\left(1 + \frac{\gamma}{\gamma_0\mu}\right)} \left(1 + \frac{1 - \frac{\gamma}{\gamma_0\mu}}{1 + \frac{\gamma}{\gamma_0\mu}}\right)$$

$$B = \frac{L\omega^2\mu Z}{2c_{vac}^2\gamma}$$

$$C = -\gamma Z$$

Для коэффициента отражения  $S_{11}$  составляющие погрешности измерения будут иметь вид:

$$\frac{\partial \varepsilon}{\partial |S_{11}|} = \frac{(1 - \Gamma^2 Z^2) e^{j\theta}}{P} \quad (2.9)$$

$$\frac{\partial \varepsilon}{\partial |\theta_{11}|} = j |S_{11}| \frac{\partial \varepsilon}{\partial |S_{11}|} \quad (2.10)$$

$$\left( \frac{\partial \varepsilon}{\partial L} \right)_{S_{11}} = \frac{2 \cdot C \cdot Z \cdot \Gamma \cdot (1 - S_{11} \Gamma)}{P} \quad (2.11)$$

где:

$$P = A(1 - (1 - 2S_{11}\Gamma)Z^2) + 2 \cdot B \cdot \Gamma \cdot Z \cdot (S_{11}\Gamma - 1)$$

Погрешность, связанная с наличием воздушного зазора между поверхностью образца и используемой линией передачи, может быть найдена с использованием выражения:

$$\frac{\partial \varepsilon}{\partial d} = \varepsilon'_{mR} \left( \frac{d}{b - (b - d)\varepsilon'_{mR}} \right) - \varepsilon'^2_{mR} \left( \frac{d}{(b - (b - d)\varepsilon'_{mR})^2} \right) \quad (2.12)$$

$$\frac{\partial \tan \delta_{cR}}{\partial d} = -(\tan \delta_{mR}) \varepsilon'_{mR} \left( \frac{b}{(b - (b - d)\varepsilon'_{mR})^2} \right) \quad (2.13)$$

где  $d$  – воздушный зазор,  $b$  – размер узкой стенки волновода,  $\varepsilon'_{mR}$  – измеренное значение действительной части диэлектрической проницаемости,  $\tan \delta_{mR}$  – измеренное значение тангенса угла диэлектрических потерь.

#### 2.4.1 Теоретический расчет коэффициентов матрицы рассеяния

Одной из важных составляющих корректной оценки систематической погрешности является точный расчет теоретических значений коэффициентов матрицы рассеяния. В литературе [25] рассматривают подход к вычислению коэффициентов матрицы рассеяния с использованием выражений (1.34) и (1.36) для коэффициента отражения и передачи соответственно.

На Рис. 2.15 и Рис. 2.16 приведены частотные зависимости расчётных значений коэффициентов передачи и отражения для образца фторопласта толщиной 1.42 мм со значением диэлектрической проницаемости  $3.01-j0.0033$  и измеренные коэффициенты матрицы рассеяния этого образца с использованием векторного анализатора цепей.

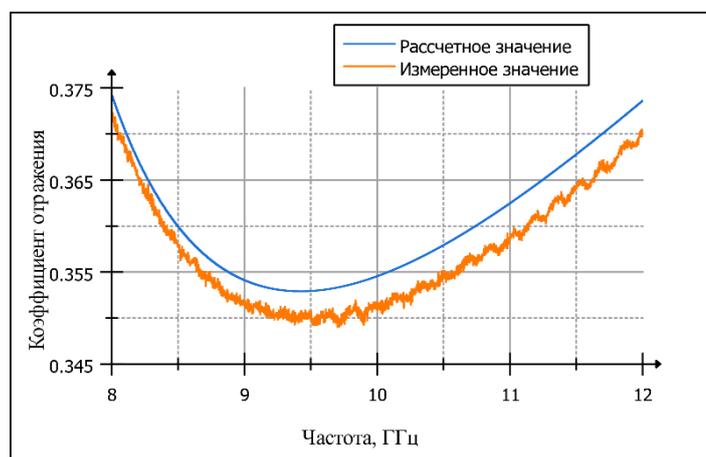


Рис. 2.15 Коэффициенты отражения  $S_{11}$  образца фторопласта, толщиной 1.42 мм, рассчитанный по уравнению ( 1.34) и измеренный с использованием векторного анализатора цепей

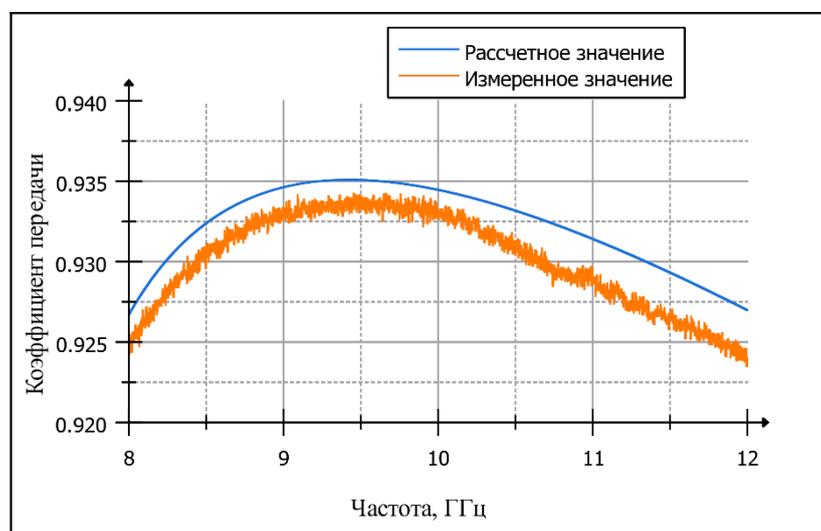


Рис. 2.16 Коэффициенты передачи  $S_{21}$  образца фторопласта, толщиной 1.42 мм, рассчитанный по уравнению ( 1.36)( 1.34) и измеренный с использованием векторного анализатора цепей

Также было проведено исследование применимости подобного подхода на образцах керамики  $\text{BeO}$  с добавлением 30 массовых процентов микропорошка

$\text{TiO}_2$ , этот образец характеризуется большими вносимыми потерями, значение его комплексной диэлектрической проницаемости составляет  $30-j30$  [39,81].

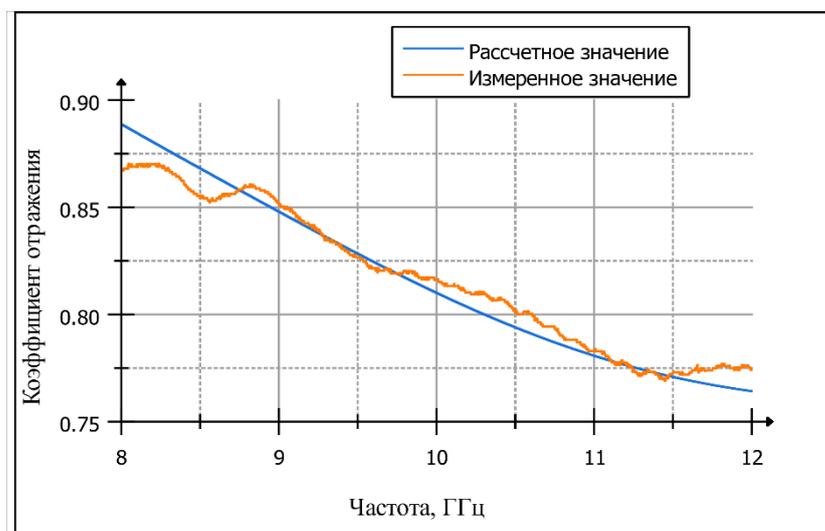


Рис. 2.17 Коэффициенты отражения  $S_{11}$  образца керамики на основе  $\text{BeO}$  с добавлением 30 массовых процентов  $\text{TiO}_2$ , толщиной 2 мм, рассчитанный по уравнению (1.34) и измеренный с использованием векторного анализатора цепей

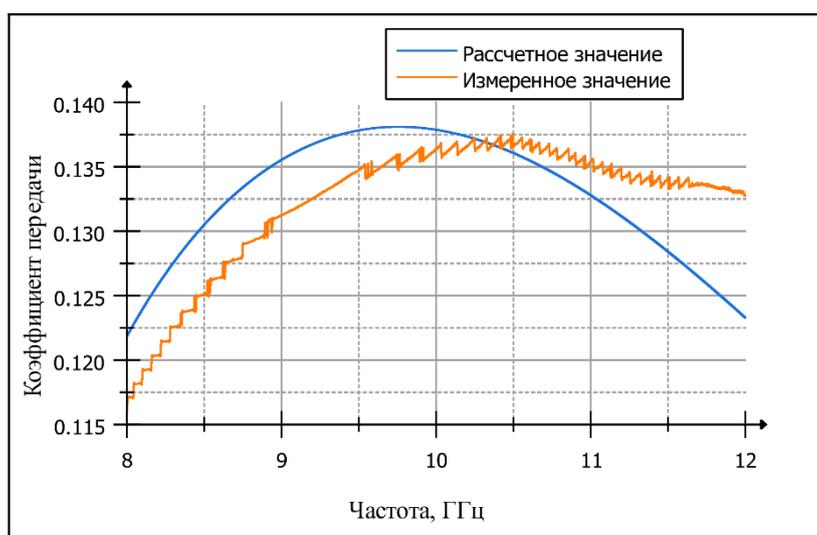


Рис. 2.18 Коэффициенты передачи  $S_{21}$  образца керамики на основе  $\text{BeO}$  с добавлением 30 массовых процентов  $\text{TiO}_2$ , толщиной 2 мм, рассчитанный по уравнению (1.36) и измеренный с использованием векторного анализатора цепей

Проведенные исследования подтверждают возможность применения предложенного математического аппарата расчёта теоретических значений коэффициентов матрицы рассеяния на основе имеющихся комплексных значений диэлектрической проницаемости.

## 2.4.2 Зависимость систематической погрешности от значения мнимой части диэлектрической проницаемости

Основной трудностью при измерении комплексной диэлектрической проницаемости является точное измерение значения мнимой части диэлектрической проницаемости. Был проведен анализ поведения погрешности в диапазоне значений мнимой части диэлектрической проницаемости от 0.01 до 1 на частоте 8 ГГц, значение действительной части диэлектрической проницаемости равнялось 3 во всем диапазоне значений мнимой части. Толщина образца составляла 1.42мм. Основной вклад в значение погрешности измерения мнимой части диэлектрической проницаемости вносят компоненты погрешности, связанные с  $S_{11}$  и  $S_{21}$ . Результаты расчетов приведены на Рис. 2.19 и Рис. 2.20

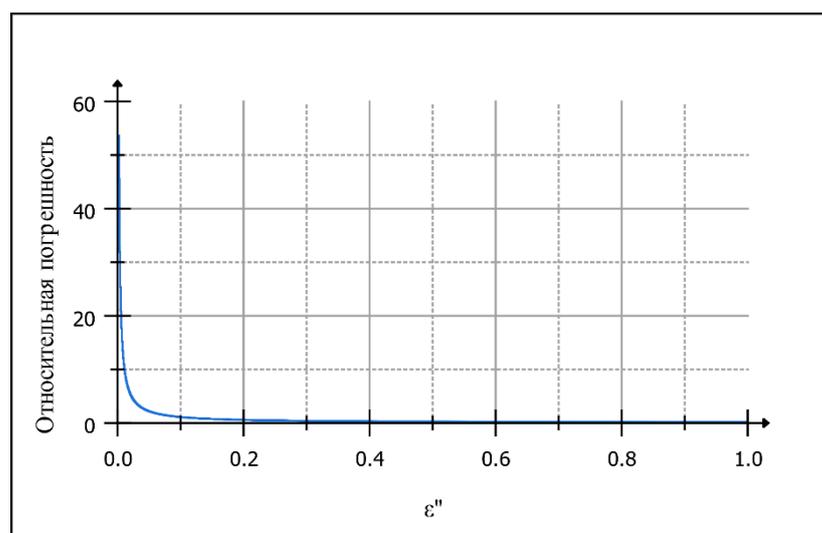


Рис. 2.19 Зависимость относительной погрешности измерения мнимой части диэлектрической проницаемости (по коэффициенту  $S_{21}$ ) от значения мнимой части диэлектрической проницаемости

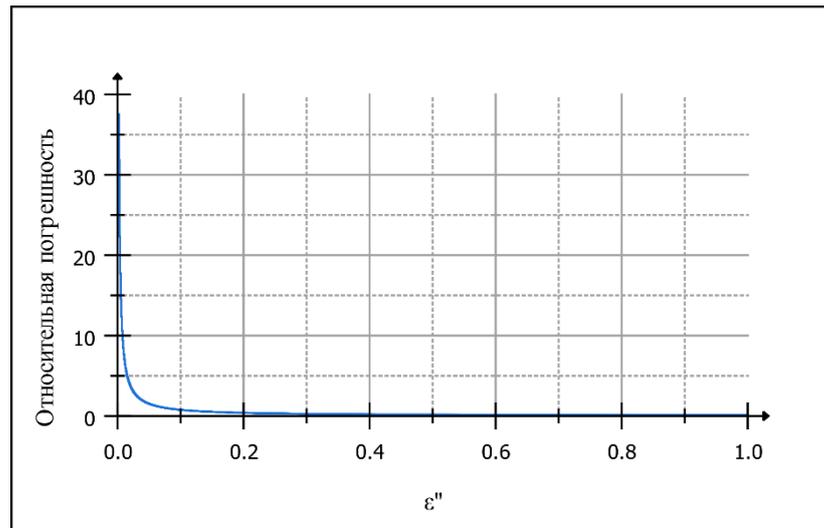


Рис. 2.20 Относительная погрешность измерения мнимой части диэлектрической проницаемости по коэффициенту  $S_{11}$

Как видно из полученных зависимостей для материалов с малыми потерями погрешность измерения мнимой части принимает очень большие значения, что нужно принимать во внимание при проведении измерений радиопрозрачных материалов.

### 2.4.3 Зависимость систематической погрешности от толщины исследуемого образца

Для исследования влияния толщины образца на погрешность измерения комплексной диэлектрической проницаемости за основу было взято значение комплексной диэлектрической проницаемости  $\epsilon = 2.5 - j0.22$ . Толщина образца варьировалась в пределах от 1 мм до 11 мм. Результаты расчетов приведены на Рис. 2.21 и Рис. 2.22.

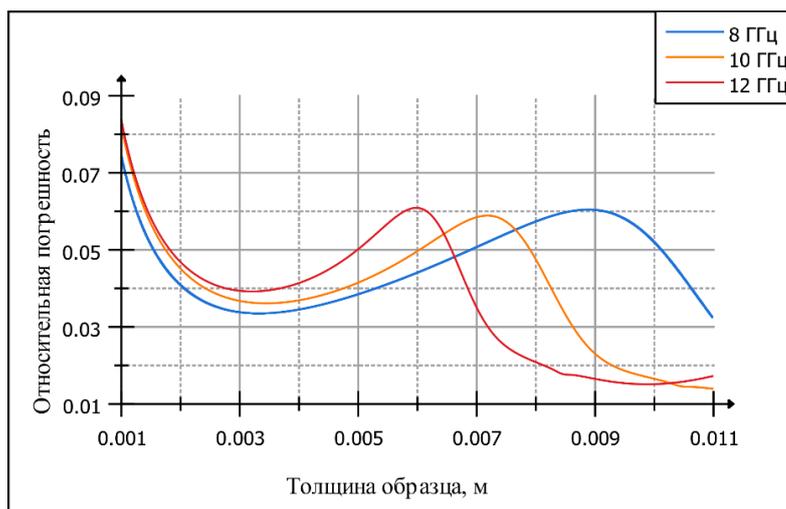


Рис. 2.21 Зависимость относительной погрешности измерения действительной части диэлектрической проницаемости от толщины образца

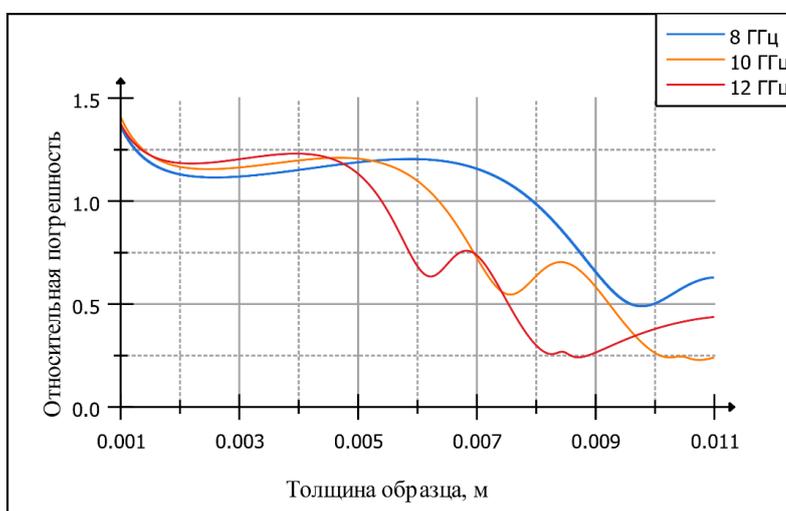


Рис. 2.22 Зависимость относительной погрешности измерения мнимой части относительной диэлектрической проницаемости от толщины образца

Из полученных результатов можно сделать вывод, что толщина образца в наибольшей степени влияет на погрешность измерения мнимой части диэлектрической проницаемости. При измерении тонких образцов погрешность измерения мнимой части диэлектрической проницаемости принимает большие значения. Для выбора оптимальной толщины измеряемого образца необходимо проводить предварительный расчет погрешности, ориентируясь на оценочные данные для комплексной диэлектрической проницаемости исследуемого образца.

#### 2.4.4 Расчет систематической погрешности измерения относительной диэлектрической проницаемости

В качестве эталонного образца для определения метрологических характеристик разработанной измерительной системы (комплексное значение диэлектрической проницаемости) был использован образец диэлектрика с измеренным значением диэлектрической проницаемости 3.01 и тангенсом угла диэлектрических потерь – 0.003275 на частоте 10.02347 ГГц. Определение комплексной относительной диэлектрической проницаемости образца на эталонной установке Западно-Сибирского филиала ФГУП «ВНИИФТРИ» г. Новосибирска со специфицированной погрешностью измерения действительной части диэлектрической проницаемости – 3%, и погрешностью определения тангенса угла диэлектрических потерь – 30 %.

Были рассчитаны составляющие погрешности для коэффициентов передачи  $S_{21}$  и отражения  $S_{11}$  по формулам ( 2.6) – ( 2.12)

Для расчета погрешности измерения комплексной относительной диэлектрической проницаемости с использованием реализованной измерительной системы были рассчитаны все составляющие погрешности, входящие в выражения ( 2.4) и ( 2.5). Полученные значения составляющих относительной погрешности позволяют сделать вывод, что измерение абсолютных величин электрофизических характеристик радиотехнических материалов с малыми значениями мнимой части относительной диэлектрической проницаемости является трудновыполнимой задачей, так как относительная погрешность измерения принимает большие значения. Также большой вклад в погрешность измерения мнимой части диэлектрической проницаемости внесла малая толщина образца.

Измеренные значения действительной и мнимой частей комплексной относительной диэлектрической проницаемости образца с обозначением верхнего и нижнего пределов допустимых отклонений с учетом вычисленной относительной погрешности для опорного значения комплексной относительной

диэлектрической проницаемости  $\varepsilon = 3.01 - j0.0033$  приведены на Рис. 2.23 и Рис. 2.24

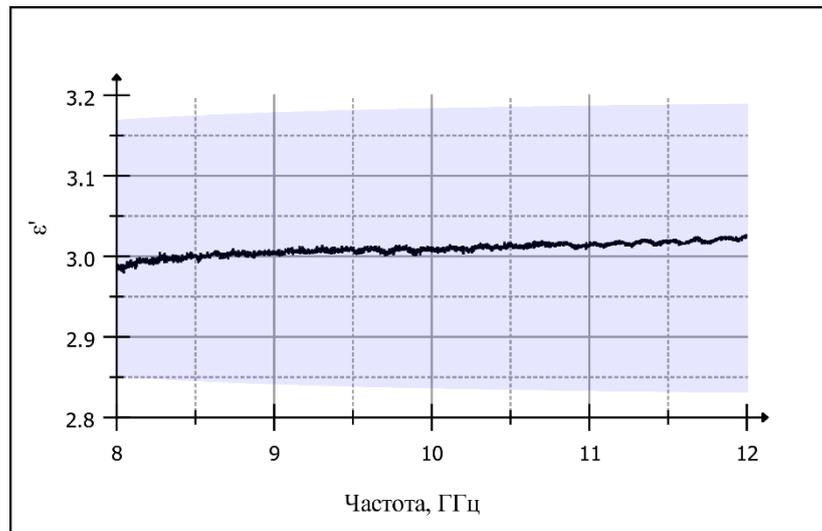


Рис. 2.23 Измеренное значение действительной части диэлектрической проницаемости образца материала FL100 толщиной 1.42 мм и интервал допустимых значений, обусловленный рассчитанной относительной погрешностью измерений по коэффициенту передачи  $S_{21}$

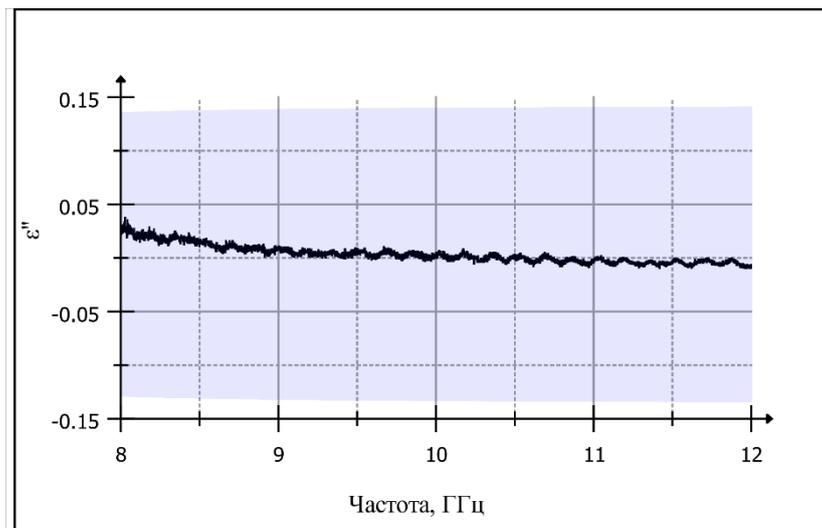


Рис. 2.24 Измеренное значение мнимой части диэлектрической проницаемости образца материала FL100 толщиной 1.42 мм и интервал допустимых значений, обусловленный рассчитанной относительной погрешностью измерений по коэффициенту передачи  $S_{21}$

С использованием описанного в разделе подхода был проведен анализ образца материала на основе сополимера акрилонитрила с бутадиеном и стиролом. Результаты расчета, а также анализ экспериментальных данных приведены в работе [82].

### 3 ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ВЕО

Бериллий (Be) - твердый щелочноземельный металл светло-серого цвета, токсичен. На воздухе активно покрывается оксидной пленкой. Имеет высокую теплопроводность и высокую температуру плавления. Бериллий в основном используют как легирующую добавку к различным сплавам. Добавка бериллия значительно повышает твёрдость и прочность сплавов, коррозионную устойчивость поверхностей, изготовленных из этих сплавов изделий.

Керамика на основе оксида бериллия (BeO) находит широкое применение в электронной технике благодаря своим уникальным свойствам [83–92]. В радиотехнике керамика на основе BeO применяется в качестве радиопрозрачных окон для излучения большой мощности, благодаря ее высокой теплопроводности [93–95] или в конструкции высокоомощных усилителей на основе лам бегущей волны [96,97]. Важным моментом является то, что соединения бериллия токсичны только в виде пыли. Керамические образцы на основе соединений бериллия безопасны для человека, так как основную опасность представляют взвешенные частицы соединений бериллия, находящиеся в воздухе [98]. Электрофизические параметры керамики в сантиметровом диапазоне длин волн на основе BeO исследованы очень слабо, в научной литературе приводятся только параметры керамики для отдельных частотных точек [99]

Особый интерес представляет композиционная (BeO+TiO<sub>2</sub>) – керамика, способная поглощать электромагнитную СВЧ-энергию. Изделия из поглотительного материала с высокой теплопроводностью необходимы для применения в мощных усилителях, в поглотителях электромагнитного излучения в сантиметровом диапазоне длин волн с большой мощностью [39,84,100–102]. Добавки TiO<sub>2</sub> в BeO-керамику после термообработки в восстановительной атмосфере сопровождаются значительным увеличением электропроводности и способности поглощать электромагнитное излучение в СВЧ-диапазоне спектра [39,84–86,88,89,100].

Композиционная (BeO+TiO<sub>2</sub>)-керамика представляет значительный интерес, поскольку максимальная теплопроводность чистой BeO-керамики при T=300 К может составлять 320 Вт/(м·К) [39,84–89,100,103]. Низкая теплопроводность TiO<sub>2</sub> значительно снижает суммарную теплопроводность композиционной керамики (BeO+TiO<sub>2</sub>). Как показали измерения общая теплопроводность керамики BeO с добавкой 30 мас % микропорошка TiO<sub>2</sub> при T=300 К составляла ~130-140 Вт/(м·К) [84,88,89]. Влияние различного количества добавки порошка диоксида титана и его размера (микронный или нанопорошок) на теплопроводность композиционной (BeO+TiO<sub>2</sub>)-керамики изучена в работе [88].

Механизм поглощения СВЧ-излучения керамикой на основе BeO с добавками микро и, особенно, нанопорошков TiO<sub>2</sub> в сантиметровом диапазоне длин волн не исследован. В данной работе сделан упор на исследование влияния изменения условий получения керамических образцов на основе керамики BeO с добавлением микро (размер частиц 10-15 мкм) и нанопорошков (размер частиц 15-20 нм) TiO<sub>2</sub>, таких как температура отжига и наличие восстановительной термообработки в среде водорода, на значения комплексной диэлектрической проницаемости в диапазоне частот от 8 до 12 ГГц.

Характеристики керамики на основе BeO без внесения дополнительных примесей были исследованы на партии образцов керамики, спеченной при температуре 1550 °С, толщина образцов 2 мм. Результаты измерения частотной зависимости комплексных значений диэлектрической и магнитной проницаемостей для образцов керамики BeO представлены на Рис. 3.1 и Рис. 3.2. Полученные значения действительной части диэлектрической проницаемости совпадают со значениями, измеренными на частотах в диапазоне 20 – 30 ГГц с использованием резонансной техники измерения [99]. Частотная зависимость действительных частей диэлектрической и магнитной проницаемостей в исследуемом диапазоне частот отсутствует. Для мнимых частей диэлектрической и магнитной проницаемостей частотная зависимость слабо выражена и может быть обусловлена как влиянием тестовой установки, так и чистотой обработки

поверхности исследуемых образцов. Ввиду токсичности взвешенных в воздухе частиц керамики на основе Ве шлифовка поверхности не представлялась возможным. Также стоит отметить, что чистая керамика на основе ВеО имеет малое значение тангенса угла диэлектрических потерь в связи с чем систематическая ошибка измерения мнимой части как диэлектрической проницаемости возрастает до больших значений.

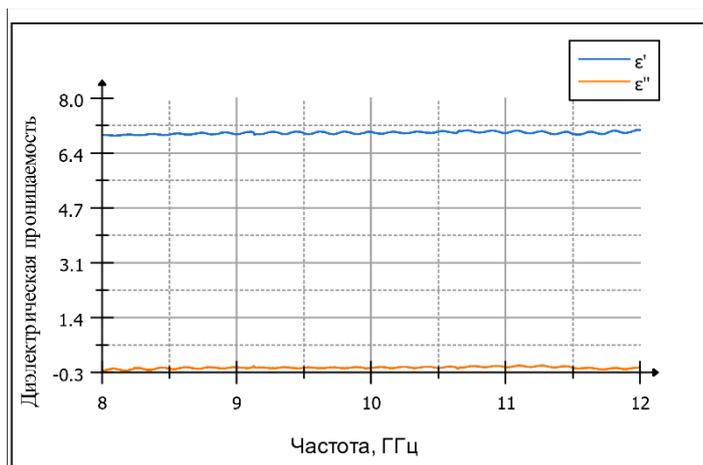


Рис. 3.1 Зависимость действительных ( $\epsilon'$ ) и мнимых ( $\epsilon''$ ) значений относительной диэлектрической проницаемости образца керамики ВеО от частоты СВЧ-излучения

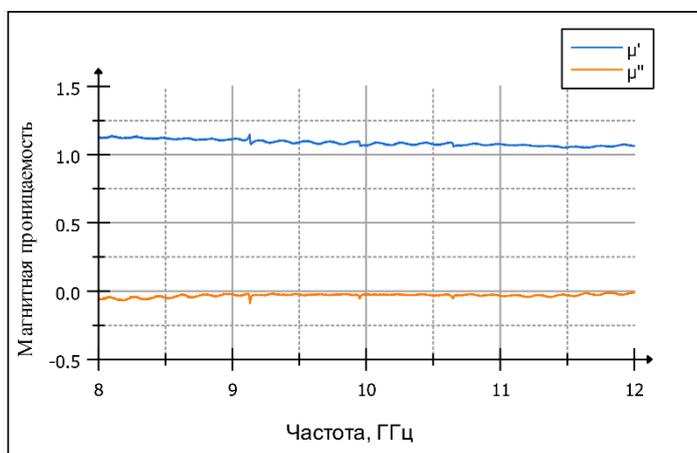


Рис. 3.2 Зависимость действительных ( $\mu'$ ) и мнимых ( $\mu''$ ) значений относительной магнитной проницаемости образца керамики ВеО от частоты СВЧ-излучения

Так одно из ключевых преимуществ керамики на основе ВеО – высокие значения теплопроводности, то было принято решения провести контроль электрофизических параметров исследуемых образцов после воздействия на них повышенной температуры. Исследуемые образцы помещались в печь с циркуляцией воздуха, где в течении 1 часа выдерживались при температуре 150

$^{\circ}\text{C}$  с последующим естественным охлаждением на воздухе до температуры  $25^{\circ}\text{C}$ . Результаты измерения электрофизических характеристик керамики BeO после цикла дополнительной термообработки представлены на Рис. 3.3 и Рис. 3.4.

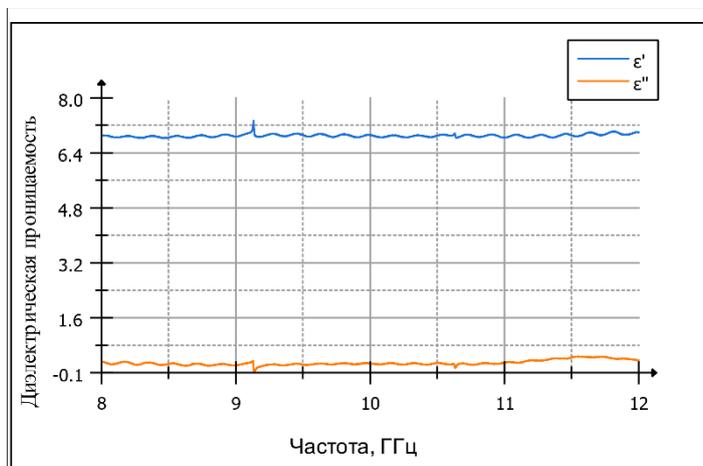


Рис. 3.3 Зависимость действительных ( $\epsilon'$ ) и мнимых ( $\epsilon''$ ) значений относительной диэлектрической проницаемости образца керамики BeO от частоты СВЧ-излучения

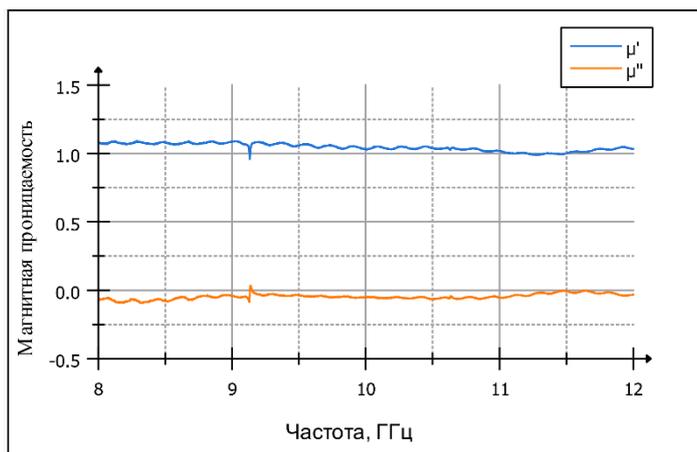


Рис. 3.4 Зависимость действительных ( $\mu'$ ) и мнимых ( $\mu''$ ) значений относительной магнитной проницаемости образца керамики BeO от частоты СВЧ-излучения

Цикл дополнительной термообработки практически не повлиял на величину действительной части диэлектрической и магнитной проницаемости, как и на магнитные потери.

### 3.1 Электрофизические характеристики микро и наноразмерного порошка диоксида титана (TiO<sub>2</sub>)

Диоксид титана — один из самых часто используемых добавок при производстве керамических материалов, позволяющий повысить их

диэлектрическую проницаемость в электронных устройствах с малым температурным коэффициентом диэлектрической проницаемости и значительно уменьшить размеры таких устройств [104]. Электрофизические характеристики диоксида титана хорошо исследованы в частотном диапазоне до 100 МГц [105–107], что недостаточно для решения современных задач, которые покрывают сантиметровые и миллиметровые диапазоны длин волн с диапазоном частот до 100 ГГц

Диоксид титана является синтетическим материалом. При его спекании с некоторыми оксидами получают керамику, обладающую сегнето и пьезоэлектрическими свойствами с повышенными, высокими и сверхвысокими значениями диэлектрической проницаемости  $\epsilon$ . Диоксид титана чрезвычайно чувствителен к примесям, так как колебания примесей в доли процента изменяют значения его свойств на 10-15 %. Нагревание в вакууме или термообработка в восстановительной среде сопровождается появлением вакансий кислорода в анионной подрешетке  $\text{TiO}_2$ . При этом изменяется его дефектная структура. Известно, что нестехиометричный по кислороду  $\text{TiO}_2$  является полупроводником с электронным типом проводимости. В связи с этим при синтезе титаносодержащей керамики необходимо осуществлять контроль не только химического содержания примесей, но и электрофизических параметров исходного диоксида титана, идущего на получение керамики.

Используемый в работе микронный порошок  $\text{TiO}_2$  соответствовал конденсаторному диоксиду титана, полученному по ТУ 6-10-727-78. Средний размер его микрокристаллов составлял 5-8 мкм. Нанопорошки  $\text{TiO}_2$  получали с использованием плазмохимического реактора для синтеза наноматериалов с использованием дугового испарителя в г. Красноярске на установке кафедры ЮНЕСКО «Новые материалы и технологии Сибирского федерального университета». Синтез наночастиц проводили в атмосфере с пониженным давлением в термодинамически неравновесных условиях. Высокие градиенты температур способствовали формированию развитой поверхности наночастиц дефектных микрокристаллов  $\text{TiO}_2$ . Удельная поверхность полученного порошка

TiO<sub>2</sub> составляла 160 м<sup>2</sup>/г, а средний диаметр наночастиц ~15 - 20 нм. Нанопорошок TiO<sub>2</sub> представлял смесь агломерированных частиц неправильной формы размером 15-20 нм.

В данной работе исследованы электрофизические характеристики, а именно изменение комплексных значений диэлектрической и магнитной проницаемостей микро и нанопорошков диоксида титана. Измерения проводились по методике измерения электрофизических параметров сыпучих материалов, описанной в данной работе.

В ходе измерений вычислялись комплексные значения относительной диэлектрической и магнитной проницаемостей образца в виде:

$$\varepsilon = \varepsilon' - \varepsilon''$$

где  $\varepsilon'$  – действительная часть,  $\varepsilon''$  – мнимая часть относительной диэлектрической проницаемости

На Рис. 3.5 представлены электрофизические характеристики образца микропорошка TiO<sub>2</sub> слоем толщиной 2 мм.

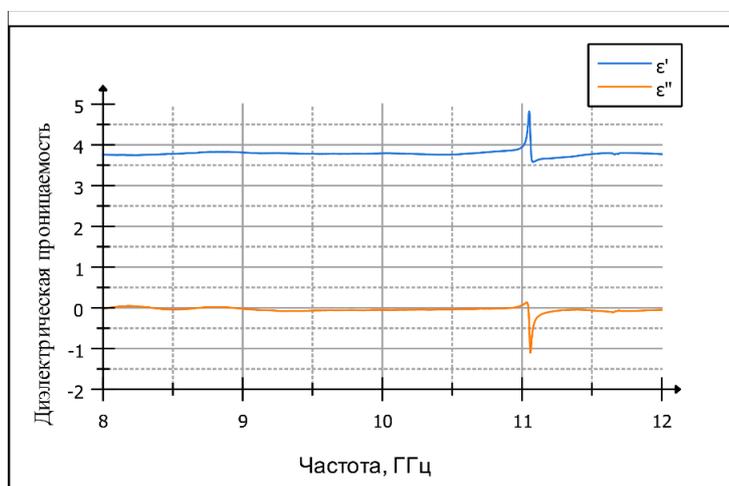


Рис. 3.5 Зависимость действительных ( $\varepsilon'$ ) и мнимых ( $\varepsilon''$ ) значений относительной диэлектрической проницаемости микропорошка TiO<sub>2</sub> от частоты СВЧ-излучения

Из измеренных данных можно сделать вывод, что электрофизические параметры микропорошка TiO<sub>2</sub> имеют слабую частотную зависимость, а сам материал обладает малыми вносимыми потерями и является немагнитным. Выбросы на графиках не превышают 5% от измеренного значения, что находится в пределах погрешности измерительной установки.

На Рис. 3.6 приведена частотная характеристика диэлектрической проницаемости для нанопорошка  $\text{TiO}_2$  слоем 2 мм.

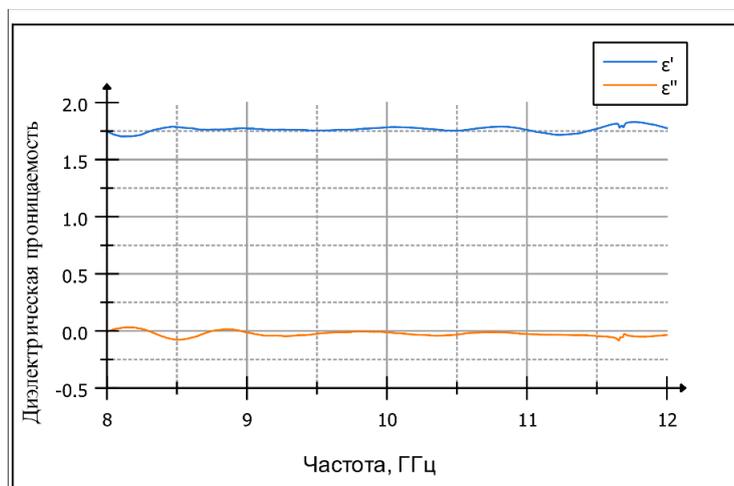


Рис. 3.6 Зависимость действительных ( $\epsilon'$ ) и мнимых ( $\epsilon''$ ) значений относительной диэлектрической проницаемости нанопорошка  $\text{TiO}_2$  от частоты СВЧ-излучения

Измеренный образец также обладал слабой частотной зависимостью электрофизических параметров, а сам материал малыми значениями диэлектрических потерь и являлся немагнитным. В сравнении с образцом микропорошка, наноразмерный  $\text{TiO}_2$  обладал значительно меньшими значениями диэлектрической проницаемости.

Далее было проведено исследование влияния термообработки, позволяющий избавиться от влаги и загрязнений, на электрофизические параметры нанопорошка  $\text{TiO}_2$ . Температура обжига порошка в водороде составила  $800^\circ\text{C}$ .

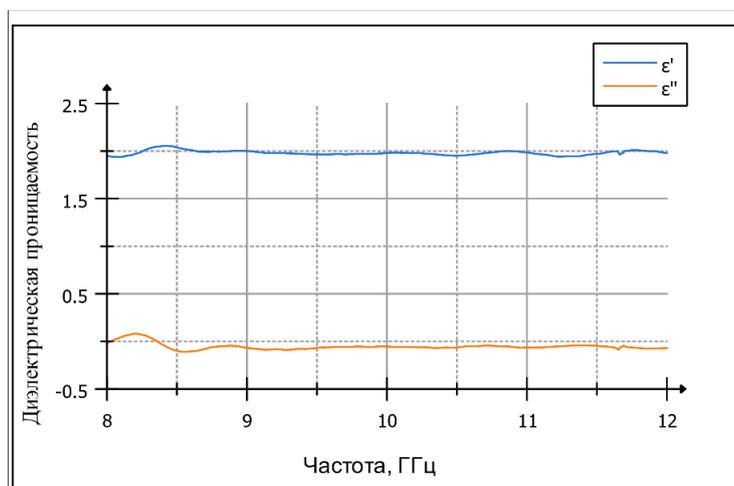


Рис. 3.7 Зависимость действительных ( $\epsilon'$ ) и мнимых ( $\epsilon''$ ) значений относительной диэлектрической проницаемости нанопорошка  $\text{TiO}_2$  от частоты СВЧ-излучения после термообработки в слабовосстановительной среде при температуре  $800^\circ\text{C}$

Приведенные результаты эксперимента показывают, что термообработка нанопорошка  $\text{TiO}_2$  при температуре  $800^\circ\text{C}$  в слабой восстановительной среде привела к незначительному увеличению действительной части диэлектрической проницаемости, примерно на 10%, при этом несколько возросли диэлектрические потери в низкочастотной части исследуемого частотного диапазона. Магнитная проницаемость осталась без изменений. На Рис. 3.8 приведены коэффициенты ослабления для исследуемых образцов порошков  $\text{TiO}_2$

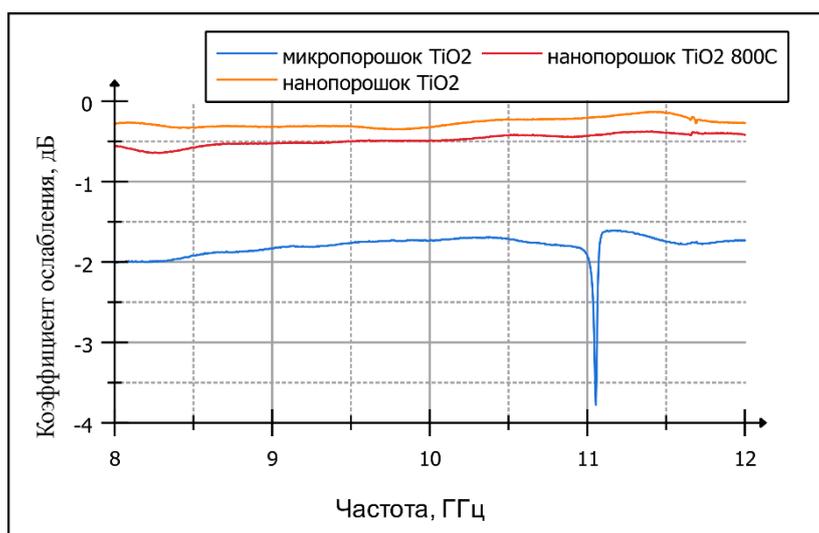


Рис. 3.8 Зависимость коэффициента ослабления образцов порошков  $\text{TiO}_2$  после термообработки в водороде, имеющих микронные и наноразмеры, от частоты СВЧ-излучения.

Разница в приведенных частотных характеристиках коэффициентов ослабления  $S_{21}$  для микро- и нанопорошков диоксида титана главным образом вызвана различием реальных частей диэлектрической проницаемости исследуемых материалов, что в свою очередь приводит к возрастанию коэффициента отражения  $\Gamma$ , непосредственно входящего в выражения для вычисления  $S_{21}$ .

### 3.2 Керамика на основе $\text{BeO}$ с добавлением микроразмерного порошка $\text{TiO}_2$

Большой интерес представляет керамика на основе  $\text{BeO}$  с добавлением в ее состав микроразмерного порошка диоксида титана, составляющего 30 мас. %. Такая керамика с сокращенным названием БТ-30 в настоящее время используется

в приборах электронной техники большой мощности в качестве материала поглотителя рассеянного СВЧ-излучения.

Установлено, что керамика  $\text{BeO}+\text{TiO}_2$  во многом представляет собой механическую смесь указанных оксидов, слабо химически реагирующих друг с другом. На границах между оксидными кристаллами  $\text{BeO}$  в присутствии частиц  $\text{TiO}_2$  могут возникать сильно восстановленные фазы оксида титана, обладающие электрической проводимостью. Подвижные заряды в электрическом поле могут накапливаться на границах отдельных микрокристаллов, и это может способствовать увеличению электрической поляризации и специфической релаксации пространственных зарядов.

Керамика обладает большим количеством межзеренных границ, поэтому при большом количестве резистивных элементов необходимо учитывать изменение накопления заряда на геометрической границе микрокристаллов. В механизме поглощения электромагнитного излучения лежат также электрохимические процессы на границе электрод-проводник. Физико-химическая интерпретация существования проводящего пространства в объёме керамики ( $\text{BeO}+\text{TiO}_2$ ), в которой перемещаются и локализуются носители заряда, пока не ясна. В настоящее время проводятся активные исследования этой керамики методами импедансной спектроскопии в области частот до 100 МГц [81], но вот данных о ее характеристиках в области сантиметровых длин волн мало [39].

Партия образцов керамики  $\text{BeO}$  с микропорошком  $\text{TiO}_2$  была получена путем спекания керамики при температуре  $1550^\circ\text{C}$ , плотность полученных образцов составляла  $3.2\text{ г/см}^3$ . На Рис. 3.9 и Рис. 3.10 приведены частотные зависимости комплексных диэлектрической и магнитной проницаемости керамики БТ-30.

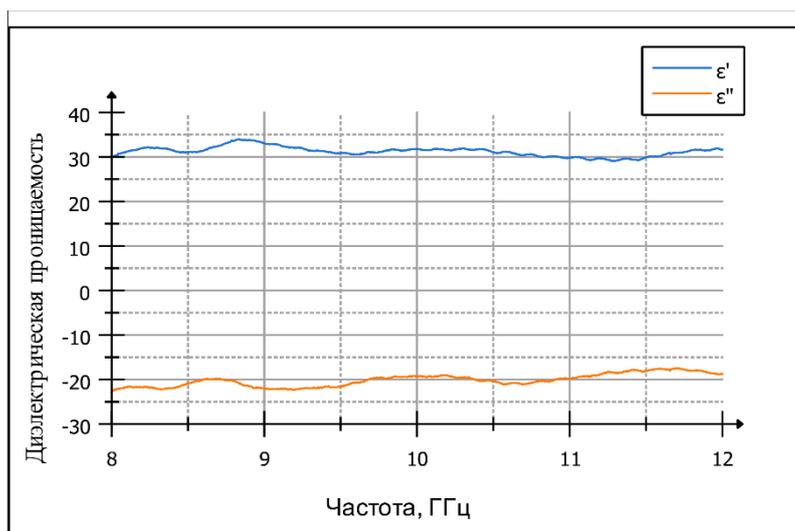


Рис. 3.9 Зависимость действительных ( $\epsilon'$ ) и мнимых ( $\epsilon''$ ) значений относительной диэлектрической проницаемости образца керамики  $\text{BeO}$  с 30 мас.% микропорошка  $\text{TiO}_2$  от частоты СВЧ-излучения

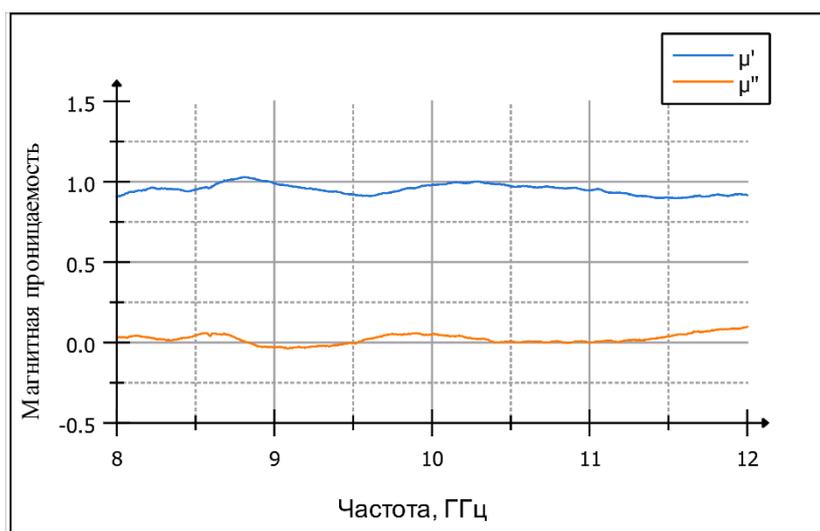


Рис. 3.10 Зависимость действительных ( $\mu'$ ) и мнимых ( $\mu''$ ) значений магнитной проницаемости образца керамики  $\text{BeO}$  с 30 мас.% микропорошка  $\text{TiO}_2$  от частоты СВЧ-излучения

Действительная часть диэлектрической проницаемости имеет значение порядка 30, что согласуется с данными, полученными методом импедансной спектроскопии в диапазоне до 100 МГц. В статье [81] описано поведение действительной части диэлектрической проницаемости, которая на частоте 100 МГц принимает значения порядка 60, с ростом частоты действительная часть диэлектрической проницаемости должна уменьшаться, что мы и наблюдаем на

полученных результатах измерения электрофизических характеристик керамики BeO с микропорошком TiO<sub>2</sub> в диапазоне частот от 8 до 12 ГГц.

Мнимая часть также сохраняет схожее поведение как на частоте 100 МГц, так и в исследуемом диапазоне частот, тангенс угла диэлектрических потерь имеет значение близкое к 1.

### **3.3 Керамика на основе BeO с добавлением микро и наноразмерного порошка TiO<sub>2</sub>**

Для проведения исследований электрофизических свойств бериллиевой керамики были синтезированы три серии образцов в виде пластин размером ~ 2 x 23 x 10 мм с добавкой микро частиц TiO<sub>2</sub> в количестве (28 ÷ 29.9 мас.%) и наночастиц (0.1 ÷ 2.0 мас. %):

1. BeO + 29,9 мас.% TiO<sub>2</sub> (мкм) + 0,1 мас.% TiO<sub>2</sub>(нано);
2. BeO + 29,5 мас.% TiO<sub>2</sub> (мкм) + 0,5 мас.% TiO<sub>2</sub> (нано);
3. BeO + 29,0 мас.% TiO<sub>2</sub> (мкм) + 1,0 мас.% TiO<sub>2</sub>(нано);
4. BeO + 28,5 мас.% TiO<sub>2</sub> (мкм) + 1,5 мас.% TiO<sub>2</sub> (нано);
5. BeO + 28,0 мас.% TiO<sub>2</sub> (мкм) + 2,0 мас.% TiO<sub>2</sub> (нано).

Первая серия образцов спекалась при максимальной температуре 1550 °С с последующим охлаждением печи под нагрузкой до температуры 1200 °С, вторая серия образцов спекалась при максимальной температуре 1660 °С, третья серия также спекалась при максимальной температуре 1660 °С, но после спекания дополнительно восстанавливалась в атмосфере водорода.

Для определения плотности керамики, спеченной при температурах воду 1550 °С и 1660 °С, образцы взвешивали гидростатически, определяя массу фрагмента брикета, погруженного в дистиллированную воду. Результаты измерения плотности приведены в таб.1.

Таблица 1. Результаты измерения плотности

№фрагмента	1550 <sup>0</sup> С, плотность г/см <sup>3</sup>	1660 <sup>0</sup> С, плотность г/см <sup>3</sup>
1	3.10(5)	3.26(0)
2	3.11(1)	3.25(8)
3	3.10(9)	3.25(9)
среднее	3.11	3.26

Микрофотографии сколов исследуемых образцов керамики получены на сканирующем электронном микроскопе TESCAN VEGA3 SBH (ИЕНиМ УрФУ). Съемка проходила в режиме отраженных электронов (BSE) и вторичных электронов (SE). Режим вторичных электронов позволяет оценить топологию поверхности, а режим отраженных электронов позволяет выявить композиционный контраст, т.е. становится возможным визуально оценить разницу в химическом составе зерен. Микрофотографии сколов образцов керамики приведены на Рис. 3.11.

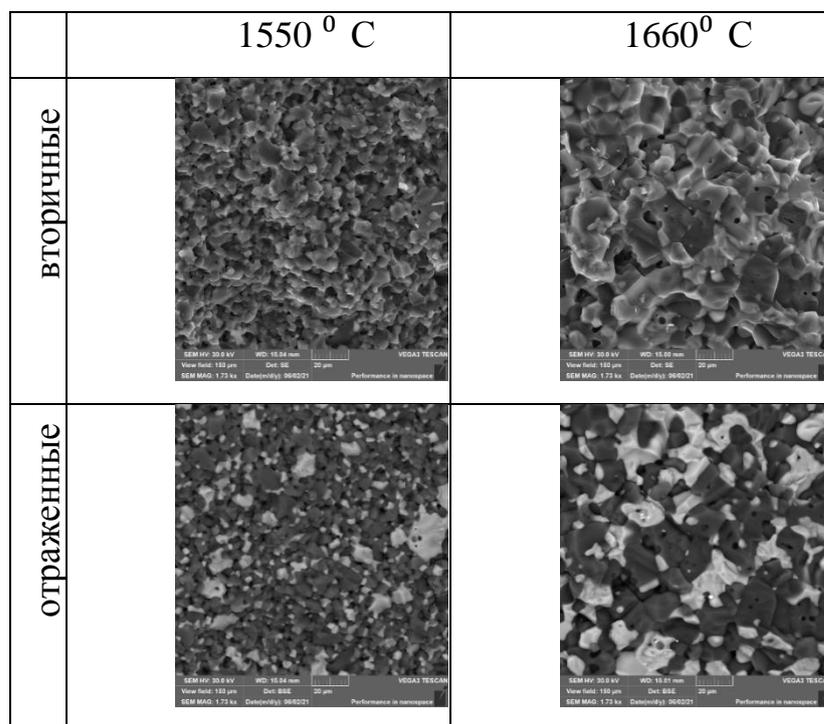


Рис. 3.11 – Микрофотографии сколов керамики BeO с добавлением 29.5 % микропорошка TiO<sub>2</sub> и 0.5% нанопорошка TiO<sub>2</sub>, спеченных при температурах 1550<sup>0</sup> С и 1660<sup>0</sup> С, полученные в режимах вторичных и отраженных электронов. Параметры съемки и линейка 20мкм приведена на рисунках

В общем случае по результатам анализа микрофотографий можно сделать следующие выводы:

1) Размер зерен образца, спеченного при температуре  $1550^{\circ}\text{C}$ , в среднем не превышает  $10\text{ мкм}$ , размер зерен образца, спеченного при температуре  $1660^{\circ}\text{C}$ , в среднем более  $20\text{-}40\text{ мкм}$ . При этом размер открытых пор сравним с размерами зерен, т.е у образца керамики, спеченного при более высокой температуре, открытые поры больше. Мелкие изолированные поры диаметром менее  $5\text{ мкм}$  почти не присутствуют на образце керамики, спеченном при температуре  $1550^{\circ}\text{C}$ , однако на образце видны в достаточном количестве на образце с повышенной температурой спекания.

2) Распределение оксида титана по образцу керамики, спеченному при температуре  $1550^{\circ}\text{C}$ , в общем более равномерное, в образце, спеченном при температуре  $1660^{\circ}\text{C}$ , зерна, насыщенные титаном более крупные и их количество меньше. По-видимому, в следствие увеличения температуры спекания происходит локальная плавка, перетекание и группировка более легкоплавких компонентов с последующей их кристаллизацией в крупные зерна однородного состава.

Исследования комплексной диэлектрической проницаемости проводилось на керамических образцах толщиной  $1.98\text{ мм}$ . За основу были взяты образцы керамики, спеченной при температуре  $1550^{\circ}\text{C}$ , так как свойства этих образцов уже были изучены в рассматриваемом частотном диапазоне [39]

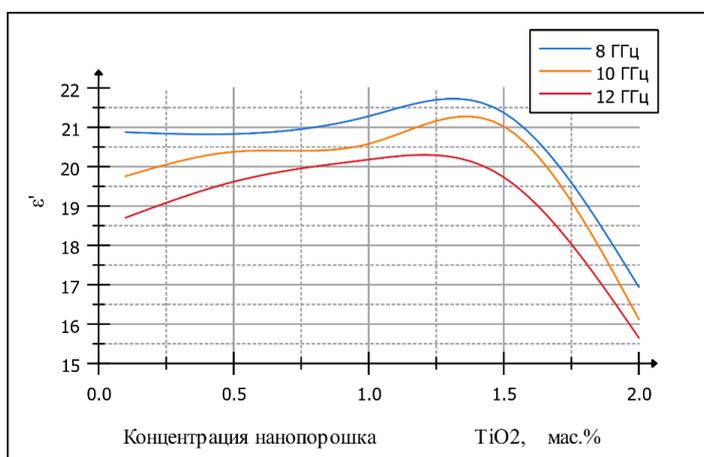


Рис. 3.12 Действительная часть диэлектрической проницаемости образцов керамики BeO + 30-х% TiO<sub>2</sub>(мкм) + х% TiO<sub>2</sub>(нано), спеченной при температуре 1550 °С, в зависимости от х

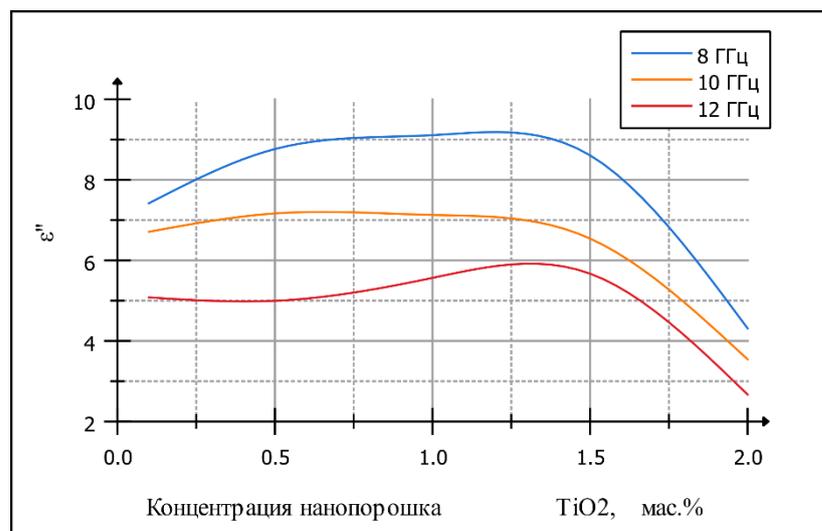


Рис. 3.13 Мнимая часть диэлектрической проницаемости образцов керамики BeO + 30-х% TiO<sub>2</sub>(мкм) + х% TiO<sub>2</sub>(нано), спеченной при температуре 1550 °С, в зависимости от х

Полученные экспериментальные данные (Рис. 3.12 и Рис. 3.13) свидетельствуют, что увеличение концентрации нанопорошка TiO<sub>2</sub> до 1.5% в объеме смеси микро и нанопорошков и, соответственно, уменьшение концентрации микропорошка приводит к слабому изменению электрофизических свойств, как действительной, так и мнимой частей диэлектрической проницаемости. При увеличении концентрации нанопорошка TiO<sub>2</sub> свыше 1.5% приводит к резкому уменьшению по модулю как действительной, так и мнимой частей диэлектрической проницаемости. При этом следует отметить, что снижение как действительной, так и мнимой частей диэлектрической проницаемости происходит скачкообразно, что может быть связано с изменением объемного распределения нано-частиц TiO<sub>2</sub> при увеличении концентрации добавки.

Коэффициенты ослабления исследуемых образцов керамики с добавкой смеси микро и наноразмерных частиц TiO<sub>2</sub> незначительно возрастают при увеличении частоты СВЧ излучения (Рис. 3.14). Можно заметить, что измеренные частотные характеристики коэффициента отражения для образцов с добавлением от 0.5 мас.% до 1.5 мас. % нанопорошка TiO<sub>2</sub> имеют близкие значения, разница между которыми близка к погрешности измерительной установки.

При увеличении доли нанопорошка  $\text{TiO}_2$  до 2 мас. % значения коэффициента ослабления уменьшаются в пределах от -20 дБ до -8 дБ, что соответствует пропусканию от 10 % до 40 % энергии СВЧ - излучения. Относительные изменения коэффициента отражения у образцов с добавлением нанопорошка  $\text{TiO}_2$  в зависимости от частоты незначительны и составляют менее 0,7 дБ (Рис. 3.15).

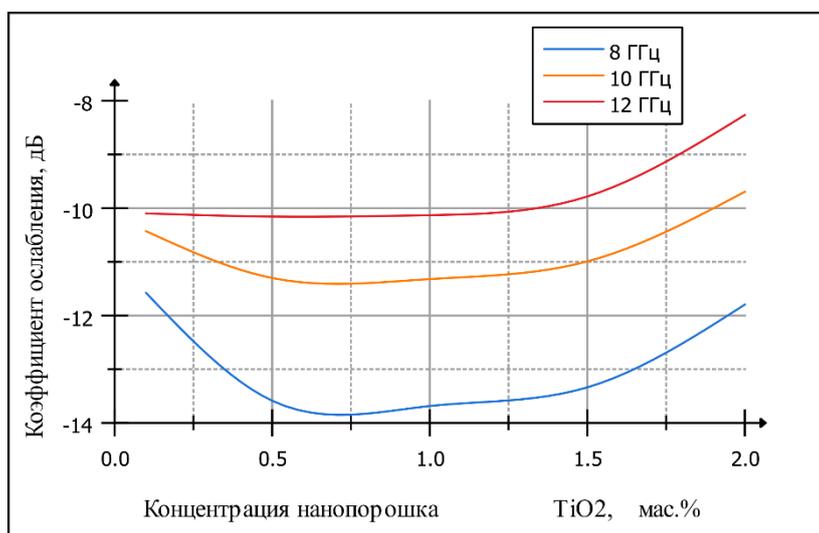


Рис. 3.14. Коэффициент ослабления образцов керамики  $\text{BeO} + 30\text{-}x\% \text{TiO}_2(\text{мкм}) + x\% \text{TiO}_2(\text{нано})$ , спеченной при температуре 1550 °С зависимости от  $x$

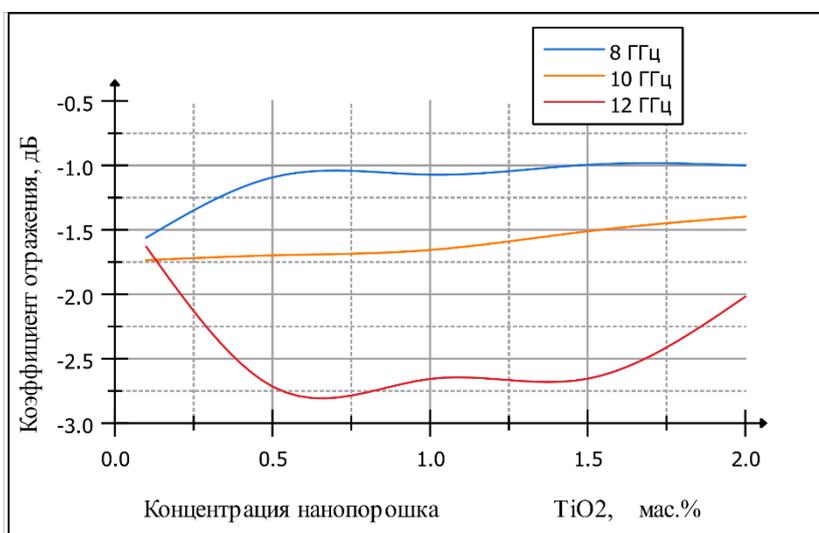


Рис. 3.15 Коэффициент отражения образцов керамики  $\text{BeO} + 30\text{-}x\% \text{TiO}_2(\text{мкм}) + x\% \text{TiO}_2(\text{нано})$ , спеченной при температуре 1550 °С в зависимости от  $x$

Полученные в ходе измерений образцов керамики с различным содержанием добавок микро- и наночастиц  $\text{TiO}_2$  показывают, что добавление nano-частиц  $\text{TiO}_2$  приводит к значительному снижению диэлектрической проницаемости керамики, при сохранении возможности использовать такую

керамику в качестве поглотителя в СВЧ. Частотная зависимость значений мнимой части диэлектрической проницаемости эквивалентно схожему изменению проводимости исследуемого образца керамики. Резкое уменьшение значения мнимой части диэлектрической проницаемости при добавлении нанопорошка  $\text{TiO}_2$  может свидетельствовать о том, что такая добавка препятствует образованию проводящих областей в объеме керамики, тем самым снижая значение проводимости исследуемого образца, что косвенно подтверждается микрофотографией сколов керамики  $\text{BeO} + 29,5 \text{ мас.}\% \text{ TiO}_2$  (мкм) +  $0,5 \text{ мас.}\% \text{ TiO}_2$  (нано) полученные в режимах отраженных электронов, представленной на Рис. 3.11.

Для оценки влияния повышения температуры спекания образцов керамики на основе  $\text{BeO}$  с добавками микро и нанопорошков  $\text{TiO}_2$  были проведены измерения электрофизических характеристик для образцов керамики, спеченной при температуре  $1660^\circ \text{C}$

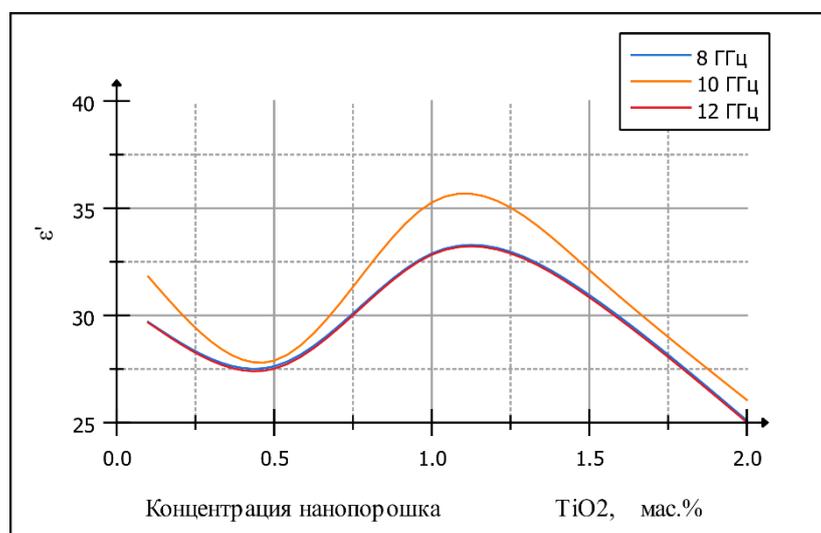


Рис. 3.16 Действительная часть относительной диэлектрической проницаемости образцов керамики  $\text{BeO} + 30-x\% \text{ TiO}_2(\text{мкм}) + x\% \text{ TiO}_2(\text{нано})$ , спеченной при температуре  $1660^\circ \text{C}$ , в зависимости от  $x$

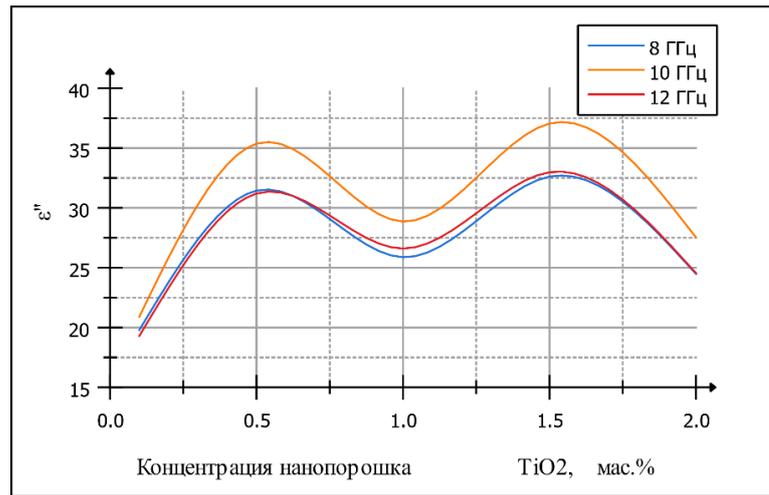


Рис. 3.17 Мнимая часть относительной диэлектрической проницаемости образцов керамики  $\text{BeO} + 30\text{-}x\% \text{TiO}_2(\text{мкм}) + x\% \text{TiO}_2(\text{нано})$ , спеченной при температуре  $1660\text{ }^\circ\text{C}$ , в зависимости от  $x$

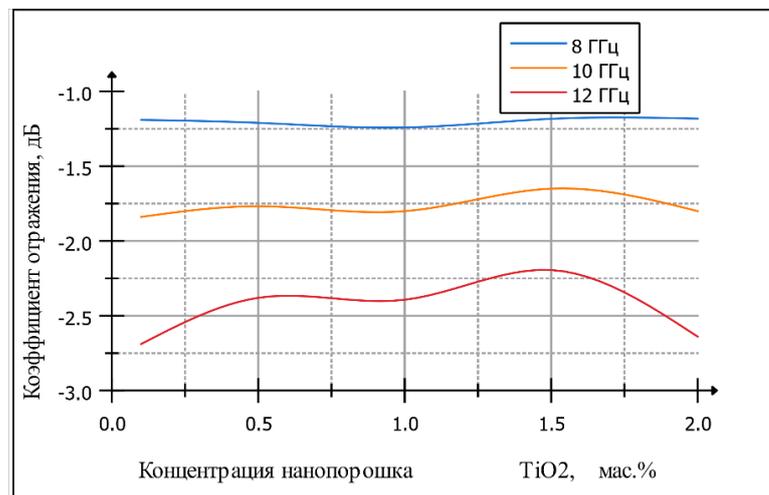


Рис. 3.18 Коэффициент отражения образцов керамики  $\text{BeO} + 30\text{-}x\% \text{TiO}_2(\text{мкм}) + x\% \text{TiO}_2(\text{нано})$ , спеченной при температуре  $1660\text{ }^\circ\text{C}$  в зависимости от  $x$

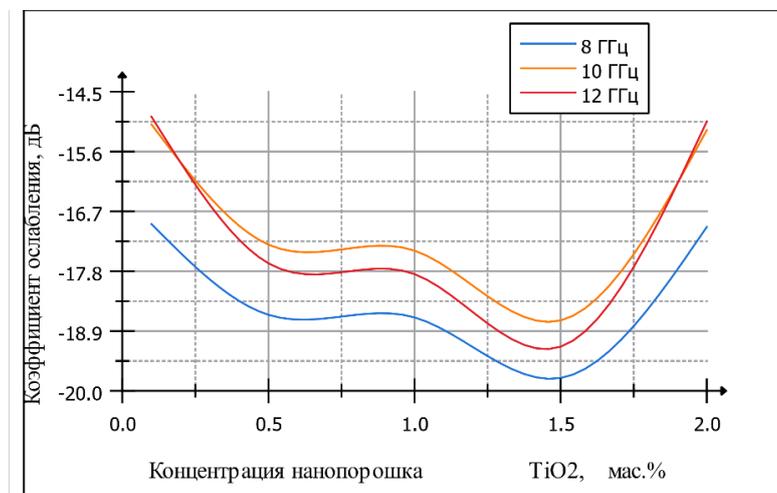


Рис. 3.19 Коэффициент ослабления образцов керамики  $\text{BeO} + 30\text{-}x\% \text{TiO}_2(\text{мкм}) + x\% \text{TiO}_2(\text{нано})$ , спеченной при температуре  $1660\text{ }^\circ\text{C}$  в зависимости от  $x$

Повышение температуры спекания привело к значительному возрастанию как действительной (Рис. 3.16), так и мнимой частей (Рис. 3.17) диэлектрической проницаемости, а, следовательно, к увеличению вносимых потерь (Рис. 3.19) и проводимости в исследуемом диапазоне частот. При этом как мнимая, так и действительная части диэлектрической проницаемости на частотах до 10 ГГц практически не зависят от частоты приложенного сигнала, с ростом частоты до 12 ГГц происходит изменение электрофизических характеристик. При увеличении концентрации нанопорошка  $\text{TiO}_2$  заметна нелинейная зависимость комплексной диэлектрической проницаемости на графике мнимой части проницаемости (рис.4.17) четко видны максимумы, соответствующие 0.5% и 1.5% концентрации нанопорошка  $\text{TiO}_2$ .

Вносимые потери имеют четкое разделение в зависимости от концентрации добавки наноразмерного  $\text{TiO}_2$ , что говорит о скачкообразном изменении объемных свойств при увеличении концентрации нанопорошка. Микрофотография сколов керамики  $\text{BeO} + 29,5 \text{ мас.}\% \text{ TiO}_2$  (мкм) + 0,5 мас.%  $\text{TiO}_2$  (нано), спеченной при  $1660^\circ \text{C}$ , полученные в режимах отраженных электронов, представленная на Рис. 3.11, показывает, что зерна керамики значительно укрупнились, что, как предполагается, привело к возрастанию проводимости исследуемых образцов. Разброс значений действительной части диэлектрической проницаемости исследуемых образцов в зависимости от концентрации нанопорошка  $\text{TiO}_2$ , представленный на Рис. 3.12, большой и составляет порядка 20 %, при этом нет четкой взаимосвязи между концентрацией добавки и проницаемостью образца, как это было для образцов керамики, изготовленных при температуре  $1550^\circ \text{C}$  (Рис. 3.12).

При этом коэффициент отражения от поверхности образца, представленный на Рис. 3.18, практически не зависит от концентрации нанопорошка и возрастает с увеличением частоты.

С учетом того, что составы исходных смесей для приготовления керамических образцов для температур спекания  $1550$  и  $1660^\circ \text{C}$  идентичны, то полученные

результаты могут свидетельствовать о том, что повышение температуры спекания образцов до 1660 °С приводит к изменению объемной структуры образца, которое минимизирует влияние на электрофизические характеристики керамики добавки нанопорошка  $\text{TiO}_2$ .

Для оценки влияния дополнительного восстановления в атмосфере водорода в статье приведено сравнение электрофизических характеристик образцов спеченных при температуре 1660 °С, не прошедших дополнительного восстановления, характеристики которых приведены на Рис. 3.16 - Рис. 3.19, и образцов подвергшихся восстановлению в атмосфере водорода (Рис. 3.20 - Рис. 3.23).

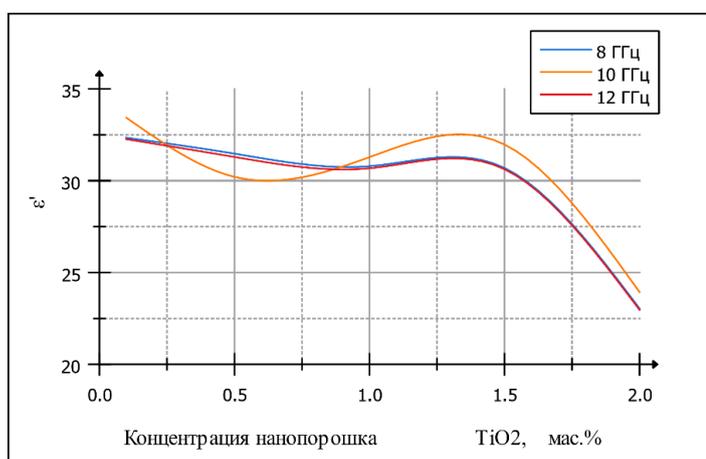


Рис. 3.20 Действительная часть диэлектрической проницаемости образцов керамики  $\text{BeO} + 30\text{-}x\% \text{TiO}_2(\text{мкм}) + x\% \text{TiO}_2(\text{нано})$ , спеченной при температуре 1660 °С и восстановленных в водороде, в зависимости от  $x$

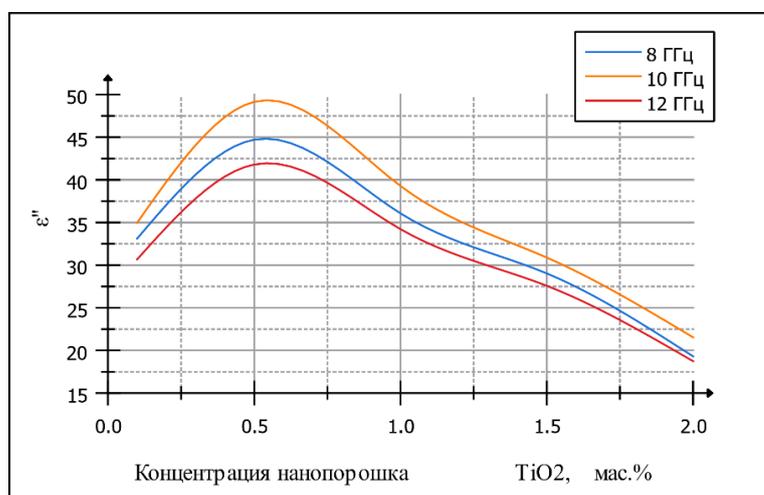


Рис. 3.21 Мнимая часть диэлектрической проницаемости образцов керамики  $\text{BeO} + 30\text{-}x\% \text{TiO}_2(\text{мкм}) + x\% \text{TiO}_2(\text{нано})$ , спеченной при температуре  $1660^\circ\text{C}$  и восстановленных в водороде, в зависимости от  $x$

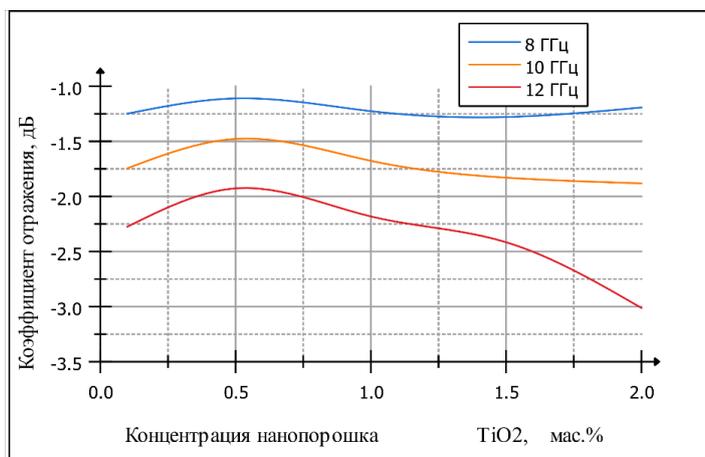


Рис. 3.22 Коэффициент отражения образцов керамики  $\text{BeO} + 30\text{-}x\% \text{TiO}_2(\text{мкм}) + x\% \text{TiO}_2(\text{нано})$ , спеченной при температуре  $1660^\circ\text{C}$  и восстановленных в водороде, в зависимости от  $x$

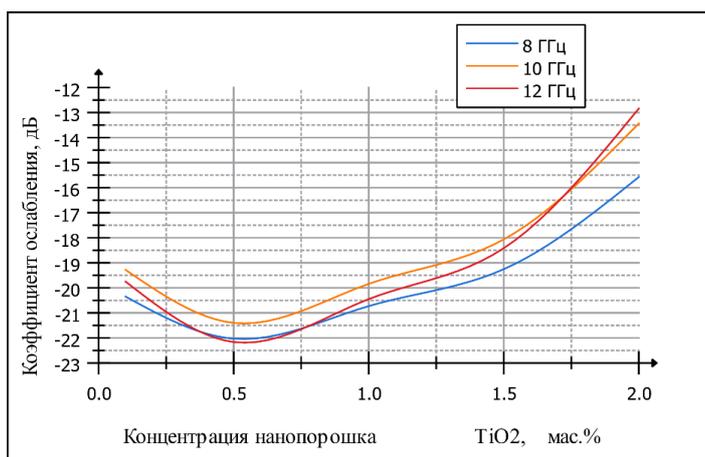


Рис. 3.23 Коэффициент ослабления образцов керамики  $\text{BeO} + 30\text{-}x\% \text{TiO}_2(\text{мкм}) + x\% \text{TiO}_2(\text{нано})$ , спеченной при температуре  $1660^\circ\text{C}$  и восстановленных в водороде, в зависимости от  $x$

Экспериментально полученные данные свидетельствуют о том, что восстановление в среде водорода исследуемых образцов позволило увеличить значения действительной и мнимой частей диэлектрической проницаемости. Также возросло значение вносимых потерь. Возросла стабильность электрофизических характеристик в зависимости от частоты воздействующего сигнала. Зависимость действительной части диэлектрической проницаемости от концентрации нанопорошка  $\text{TiO}_2$  для восстановленных образцов, спеченных при

температуре  $1660^{\circ}\text{C}$  стала похоже на данную характеристику для образцов, спеченных при температуре  $1550^{\circ}\text{C}$ , но в отличии от этой керамики максимум модуля мнимой части диэлектрической проницаемости для восстановленной керамики приходится уже на концентрацию 0.5% нанопорошка  $\text{TiO}_2$ , далее с возрастанием концентрации происходит значительное уменьшение диэлектрических потерь.

### 3.4 Дополнительная температурная обработка керамики на основе $\text{BeO}$ с добавлением микро и наноразмерного порошка $\text{TiO}_2$

Для исключения влияния поверхностных загрязнений на результаты измерений исследуемые образцы керамики на основе  $\text{BeO}$  с добавлением микро и наноразмерного порошка  $\text{TiO}_2$  были дополнительно нагреты в течении 1 часа при температуре  $150^{\circ}\text{C}$  на воздухе с последующим естественным охлаждением до комнатной температуры. Непосредственно после охлаждения были проведены измерения диэлектрической проницаемости образцов. Результаты измерения действительной и мнимой части диэлектрической проницаемости представлены на Рис. 3.24 - Рис. 3.27 и помечены маркировкой  $\_150\text{C}$ . После 7 дней нахождения в воздушной атмосфере при температуре  $23^{\circ}\text{C}$  и влажности 40...50% повторно были проведены измерения электрофизических характеристик образцов керамики (данные результаты помечены маркировкой  $\_7\text{дней}$ ).

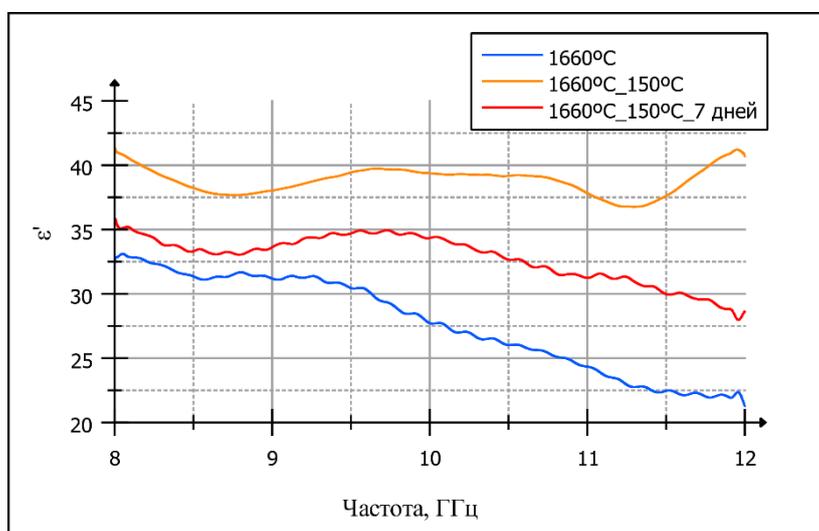


Рис. 3.24 Действительная часть относительной диэлектрической проницаемости образца керамики  $\text{BeO} + 29.5\% \text{TiO}_2(\text{мкм}) + 0.5\% \text{TiO}_2(\text{нано})$  из партии, спеченной при температуре  $1660^\circ\text{C}$ , после длительного нахождения на воздухе, непосредственно после нагревания ( $\_150\text{C}$ ) и после дополнительной выдержки в течении в воздушной атмосфере 7 дней ( $\_7$  дней)

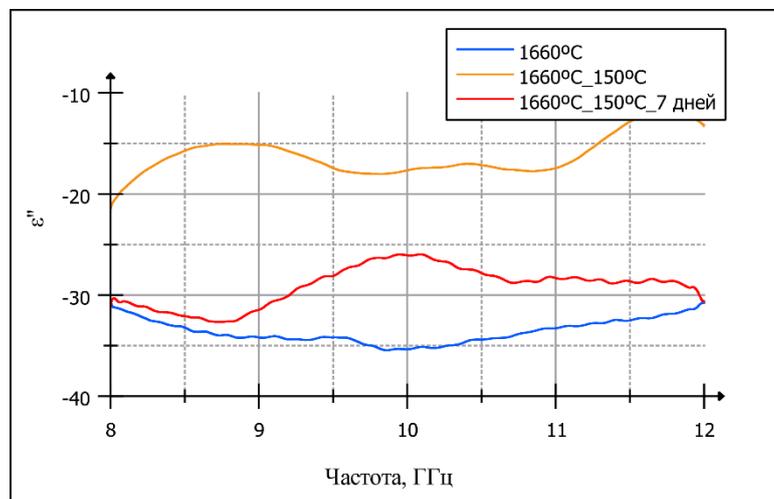


Рис. 3.25 Мнимая часть относительной диэлектрической проницаемости образца керамики  $\text{BeO} + 29.5\% \text{TiO}_2(\text{мкм}) + 0.5\% \text{TiO}_2(\text{нано})$  из партии, спеченной при температуре  $1660^\circ\text{C}$  после длительного нахождения на воздухе, непосредственно после нагревания ( $\_150\text{C}$ ) и после дополнительной выдержки в течении в воздушной атмосфере 7 дней ( $\_7$  дней)

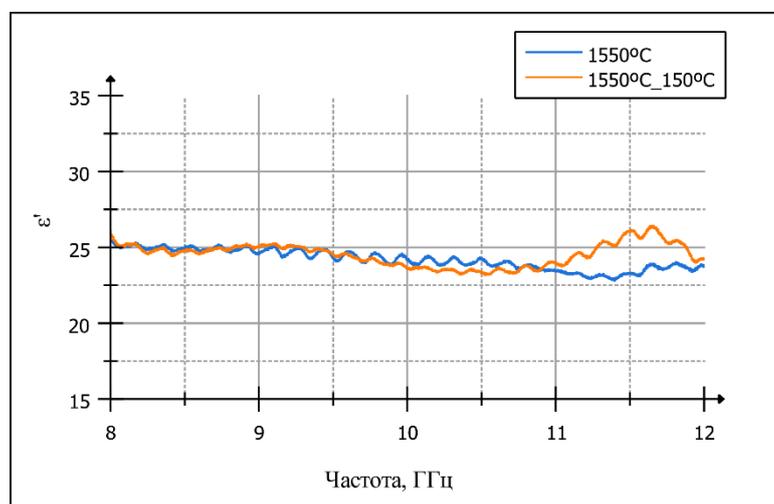


Рис. 3.26 Действительная часть относительной диэлектрической проницаемости образца керамики  $\text{BeO} + 29.5\% \text{TiO}_2(\text{мкм}) + 0.5\% \text{TiO}_2(\text{нано})$  из партии, спеченной при температуре  $1550^\circ\text{C}$  после длительного нахождения на воздухе, непосредственно после нагревания ( $\_150\text{C}$ )

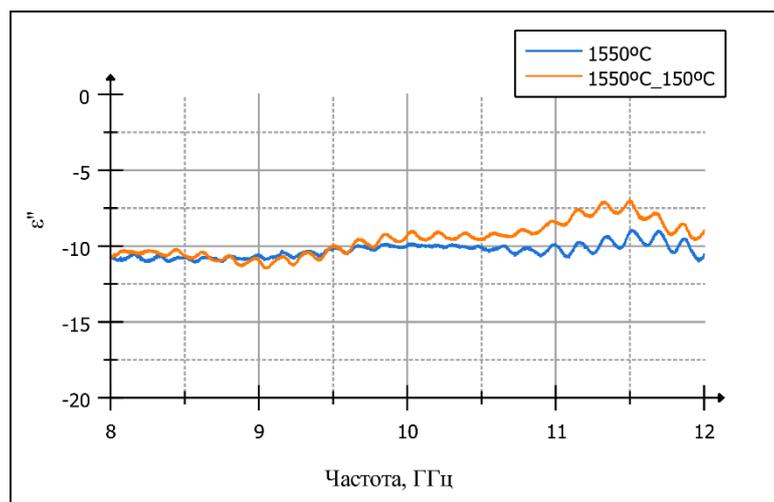


Рис. 3.27 Мнимая часть относительной диэлектрической проницаемости образца керамики ВеО + 29.5% TiO<sub>2</sub>(мкм) + 0.5% TiO<sub>2</sub>(нано) из партии, спеченной при температуре 1550 °С после длительного нахождения на воздухе, непосредственно после нагревания (\_150С)

Образцы керамики из партии, спеченной при температуре 1660 °С, оказались чувствительны к дополнительному нагреву, что является недостатком при использовании материала в качестве поглотителя. Непосредственно после окончания цикла нагрев-охлаждение действительная часть диэлектрической проницаемости возросла более чем на 30% в рассматриваемом диапазоне частот. Мнимая часть диэлектрической проницаемости также значительно изменилась в сторону уменьшения, вследствие чего уменьшились потери, вносимые рассматриваемым материалом. Тем самым можно сделать вывод, что непосредственно после нагрева образцы керамики из партии, спеченной при температуре 1660 °С, демонстрируют ухудшение поглощающих свойств материала. При этом, после дополнительной выдержки в течение семи дней, без воздействия повышенных температур, электрофизические характеристики исследуемого образца практически вернулись к первоначальным значениям. Это может свидетельствовать о том, что данные образцы керамики обладают способностью абсорбировать газы из окружающей атмосферы и выделять их обратно при нагреве. Влияние нагрева на параметры поглощения для данного материала говорят о его непригодности для использования в поглотителях при работе с электромагнитным излучением.

Измеренные значения комплексной диэлектрической проницаемости образца исследуемой керамики из партии, спечённой при температуре 1550 °С, не проявляют зависимости от дополнительной термообработки. Стабильность параметров образцов керамики с температурой спекания 1550 °С позволяет рассматривать такую керамику в качестве поглотителя, даже при работе с большими мощностями.

Повышение температуры спекания образцов керамики ВеО с добавлением микро и нанопорошка TiO<sub>2</sub> с 1550 °С до 1660 °С позволяет значительно увеличить как действительную, так и мнимую части комплексной диэлектрической проницаемости, что значительно повышает эффективность применения такого материала в качестве экранирующего покрытия в случае отсутствия нагрева материала. Физический анализ также показал, что образец керамики, полученный при более высокой температуре, проявляет более стабильные свойств в плане взаимодействия с внешней средой.

Анализ электрофизических характеристик в случае проведения дополнительного нагрева образцов до 150 °С и последующим естественным охлаждением, показал, что образцы керамики, полученные при температуре 1660 °С, обладают нестабильными характеристиками при воздействии повышенной температуры. Так после цикла дополнительной термообработки значительно изменились как действительная, так и мнимая части диэлектрической проницаемости исследуемых образцов, причем характер их изменения привел к значительному уменьшению поглощающих свойств материала. После выдержки в течение 7 дней электрофизические характеристики практически вернулись к первоначальному состоянию. Такое поведение материала может серьезно повлиять на возможность его применения в качестве поглотителя, так как в процессе поглощения СВЧ энергии материал будет нагреваться, а следовательно, будут изменяться его характеристики. Образцы керамики, спеченной при температуре 1550 °С не проявляли зависимости от термообработки, электрофизические характеристики остались практически без изменений после воздействия повышенной температуры.

Такое различие в поведении материалов может быть связано со скоростью изменения электрофизических параметров после окончания воздействия повышенных температур. Как было выявлено при проведении физического анализа образцов керамики из партии, спеченной при  $1550^{\circ}\text{C}$ , они довольно легко абсорбируют вещества из воздуха и отдают их при нагреве. Образцы керамики, спеченные при температуре  $1660^{\circ}\text{C}$ , при анализе их физических свойств практически не проявляли склонности к поглощению веществ из воздуха из-за очень малой скорости этого процесса. По этой причине, после прекращения воздействия повышенных температур образцу необходимо довольно длительное время для того, чтобы вернуться в первоначальное состояние.

### 3.5 Выводы

Керамика на основе  $\text{BeO}$  с добавлением микропорошка  $\text{TiO}_2$  находит широкое применение в качестве поглощающего материала с большим коэффициентом теплопроводности, что делает возможным использование этого материала при работе с электромагнитным излучением большой мощности. Добавление нанопорошка  $\text{TiO}_2$  позволяет повысить поглощающие свойства керамики, за счет образования проводящих фаз в структуре образца. Электрофизические характеристики полученного материала находятся в большой зависимости от концентрации нанопорошка  $\text{TiO}_2$  в составе керамики, что накладывает ограничения на возможные направления применения подобных материалов в качестве поглощающих покрытий.

Применение реализованного программно-аппаратного комплекса для исследования электрофизических характеристик твердых и сыпучих образцов при исследовании образцов керамики на основе  $\text{BeO}$  с добавлением микро- и наноразмерных порошков  $\text{TiO}_2$ , позволило не только оценить электрофизические характеристики образцов исследуемой керамики, но и выявить зависимость электрофизических характеристик от температуры спекания, концентрации микро и нанопорошка  $\text{TiO}_2$ , внешних воздействий. Выполненные исследования

позволяют организовать технологический процесс получения исследуемой керамики таким образом, чтобы получать стабильные электрофизические характеристики керамики на основе  $\text{BeO}$  с добавлением микро и нано порошков  $\text{TiO}_2$ . Получаемый материал может использоваться в качестве объемного поглотителя в волноводных линиях передачи и экранирующего материала, выдерживающего высокие температуры окружающей среды.

#### 4 ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ШЕЕЛИТ ПОДОБНЫХ СТРУКТУР $ABO_4$

Увеличение плотности компоновки радиоэлементов при изготовлении плат, а также увеличение рабочей температуры активных элементов ввиду работы в нелинейной области амплитудно-частотной характеристики с максимально возможными значениями КПД требует создания новых радиотехнических материалов, обладающих повышенными температурными и диэлектрическими характеристиками, но при этом позволяющие использовать дешевые технологии нанесения топологии на используемую подложку. В связи с этим уже с 60-х годов XX века начинается разработка и применение многослойных керамических плат. Изначально основным материалом для производства такой керамики служил  $Al_2O_3$ , вследствие чего такая керамика имела довольно высокую температуру спекания ( $1500...1600$  °C) и большое значение диэлектрической проницаемости ( $\epsilon \approx 9.4...10$ ), что ограничивает быстроедействие электронных схем, построенных на подложках из такого материала. Также ввиду высокой температуры спекания не представлялось возможным применение проводящих материалов с малым удельным сопротивлением, так как они имеют низкую температуру плавления. Для возможности использования проводящих материалов с малыми потерями были разработаны керамические составы с температурой спекания в диапазоне  $850...900$  °C. Данная технология получила название LTCC (Low temperature co-fire ceramic) [108].

В качестве основы для получения LTCC материала были выбраны шеелит подобные структуры типа  $ABO_4$ , так как они представляют большой интерес ввиду гибкости замещения в кристаллической решетке А и В ионов на примесные, что открывает широкие возможности по изменению характеристик исследуемой керамики путем добавления различных примесей.

Идеальную структуру типа  $ABO_4$  можно рассматривать как катион  $A^{n+}$  и анион  $(BO_4)^{n-}$ . Каждый В-ион связан с четырьмя ионами кислорода и образует  $BO_4$  тетраэдр, что в совокупности образует анионную подрешетку, а каждый А-

ион связан с восемью ионами кислорода и образует катионную подрешетку. За счет наличия дефектов в кристаллической структуре (катион дефицитные и анион избыточные фазы) появляется возможность изменять функциональные характеристики синтезированных материалов [109,110]. В качестве исходного материала для исследования электрофизических характеристик керамики со структурой шеелита был выбран  $\text{SrMoO}_4$  [111], так как он обладает хорошими исходными электрофизическими характеристиками. Основным недостатком данного материала является относительно высокая температура спекания ( $1100^\circ\text{C}$ ). В ходе работы были исследованы влияния на электрофизические характеристики концентрации материала примесей, позволяющих значительно понизить температуру спекания.

Электрофизические характеристики образца  $\text{SrMoO}_4$  толщиной 2.73мм, измеренные в диапазоне частот 8 -12 ГГц, приведены на рис. 5.1

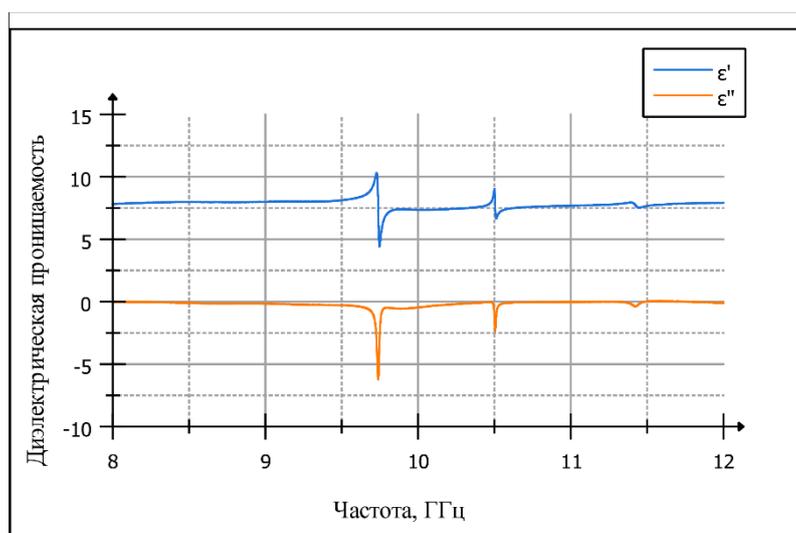


Рис. 4.1 Частотная зависимость действительной и мнимой частей диэлектрической проницаемости для образца керамики  $\text{SrMoO}_4$

Резонансные пики, присутствующие на графиках связаны с наличием в объеме исследуемого образца воздушных полостей и пор, которые в полосе исследуемых частот приводят к появлению резонансов на частотных характеристиках измеренных коэффициентах матрицы рассеяния.

Для модификации свойств исходного материала на основе  $\text{SrMoO}_4$  для замещения использовались ионы  $\text{Bi}$ . Внедрение трехвалентного иона  $\text{Bi}$  в

катионную подрешетку используемой матрицы  $\text{SrMoO}_4$  может происходить по двум механизмам:

1. Формирование электронейтральных фаз за счет внедрения в структуру дополнительных атомов кислорода;
2. Формирование катиондефицитных фаз.

Возникновение вакансий в катионной подрешетке, их упорядочение и влияние на искаженность структуры является важным фактором в регулировании электрофизических и физико-химических свойств. Катион-дефицитные фазы на основе  $\text{Vi}$ -замещенного  $\text{SrMoO}_4$  были синтезированы на примере состава  $\text{Sr}_{0.88}\text{Vi}_{0.08}\text{MoO}_4$  [112], однако детальных исследований их структуры и свойств практически не проводилось. В работе [111] впервые были изучены электрофизические свойства подобных соединений на основе молибдата кальция  $\text{Ca}_{1-3x}\text{Vi}_x\text{MoO}_4$  в диапазоне значений  $x$  от 0.005 до 0.15. Также в работе было проведено исследование влияния температуры спекания на свойства получаемых материалов. Основным недостатком этой работы в плане анализа электрофизических характеристик материалов с подобной структурой является применение одночастотных методов измерения диэлектрической проницаемости с последующей линейной аппроксимацией на весь частотный диапазон. В связи с тем, что при замещении ионов в кристаллической решетке в катион-дефицитных фазах происходит изменение расстояния между ионами замещающего металла и ионами кислорода с изменением  $x$  [111,113], то следует ожидать нелинейной частотной характеристики исследуемых образцов в случае, когда резонансная частота получаемых в катион-дефицитных фазах диполей будет совпадать с частотой внешнего, прилагаемого к образцу, поля электромагнитной волны.

Первым этапом выполнения работы по исследованию электрофизических характеристик соединений типа  $\text{Sr}_{1-1.5x}\text{Vi}_{x-0.5x}\text{MoO}_4$  стало измерение электрофизических характеристик порошка исходной смеси составляющих компонент, из которого в дальнейшем получали керамические образцы путем прессования в брикеты и отжига в корундовых тиглях.

Образцы порошков получали по стандартной керамической технологии с отжигами при 823-923 К через каждые 50 К, по 10 часов на каждой стадии с промежуточными перетирами с добавлением этилового спирта в качестве гомогенизатора. Параметр  $x$  изменялся в диапазоне от 0.1 до 0.5.

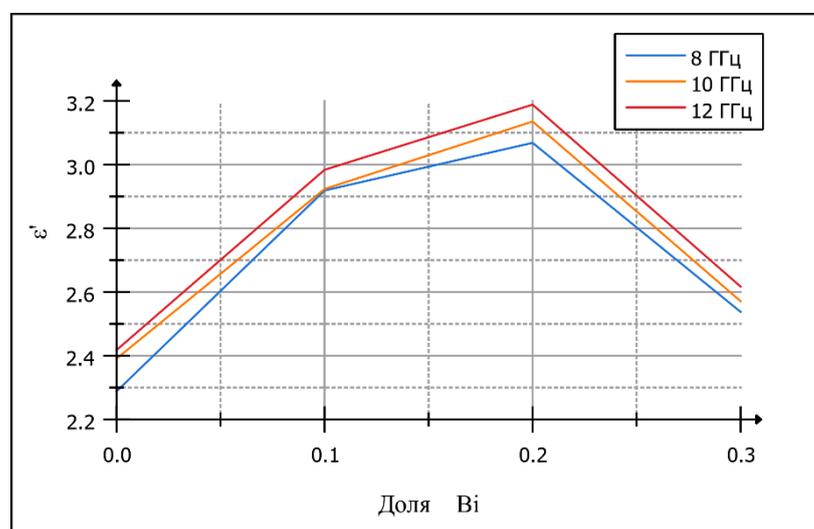


Рис. 4.2 Зависимость действительной части диэлектрической проницаемости для соединений типа  $Sr_{1-1.5x}Bi_{x-0.5x}MoO_4$  от значений  $x$  в диапазоне от 0.1 до 0.5 на частоте 8 ГГц, 10 ГГц и 12 ГГц.

Измеренная диэлектрическая проницаемость порошков смеси исходных компонент в диапазоне 8 – 12 ГГц, представленная на рис. 5.2. На зависимости диэлектрической проницаемости от доли Вi в смеси исходных компонент наблюдается максимум, соответствующий  $Bi_{0.2}$ .

Из полученных порошков исходных компонент были спрессованы брикеты с добавлением этилового спирта в качестве гомогенизатора с последующим отжигом при температуре 800 °С в корундовых тиглях с прослойкой из исходного порошка. Синтез образцов серии  $Sr_{1-1.5x}Bi_{x-0.5x}MoO_4$  привел к формированию тетрагональной фазы, изоструктурной  $Sr_{0.88}Bi_{0.08}MoO_4$  [111] в области концентраций  $0.05 \leq x \leq 0.2$ . При увеличении концентрации Вi  $x > 0.2$  на дифрактограмме в области малых углов появляются рефлексы, относящиеся к сверхструктурному упорядочению (рис.5.3)

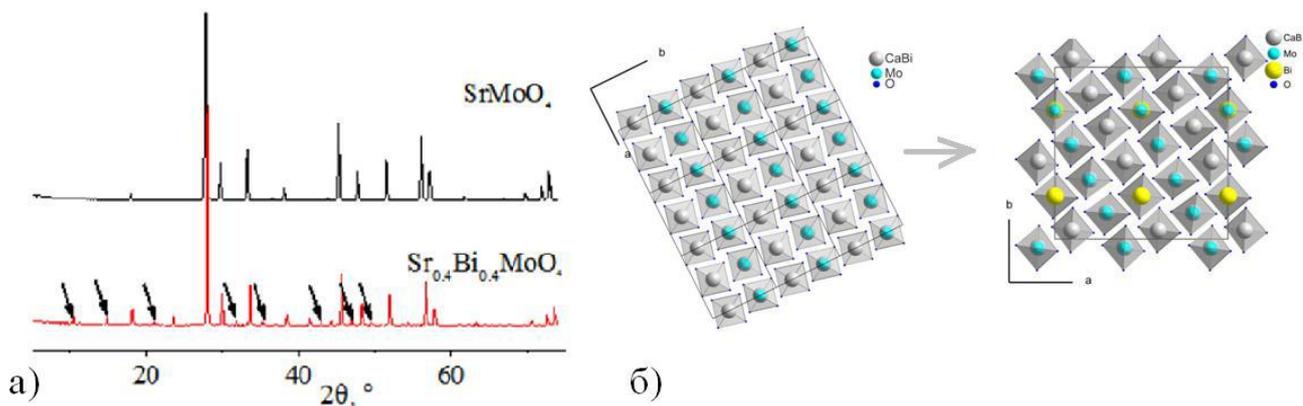


Рис. 4.3 а) Рентгенограммы образцов со сверхструктурным разупорядочением и без него (сверхструктурное разупорядочение показано стрелками); б) Схема упорядочение позиций висмута в фазе со сверхструктурой.

Измеренные значения действительной и мнимой частей диэлектрической проницаемости образцов с разной долей Bi в диапазоне частот от 8 до 12 ГГц показаны на рис. 5.4 и 5.5 соответственно.

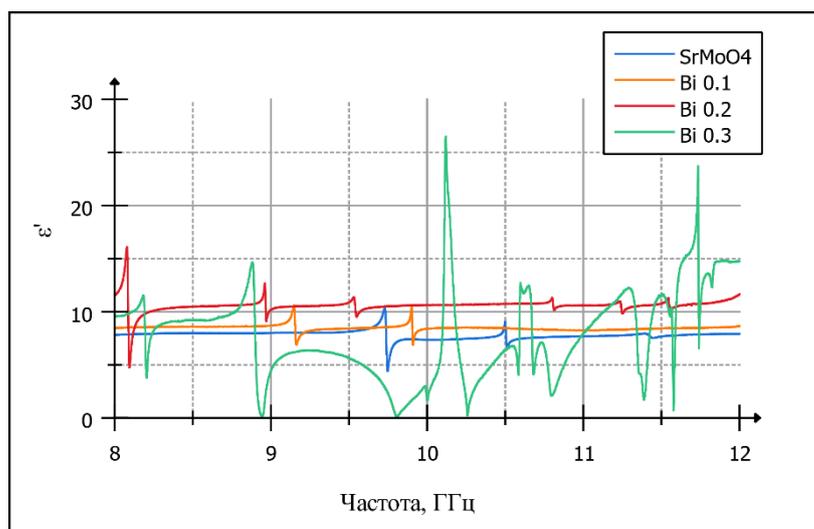


Рис. 4.4 Зависимость действительной части диэлектрической проницаемости для соединений типа  $\text{Sr}_{1-1.5x}\text{Bi}_{0.5x}\text{MoO}_4$  от частоты воздействующей электромагнитной волны для значений  $x$  в диапазоне от 0.1 до 0.3

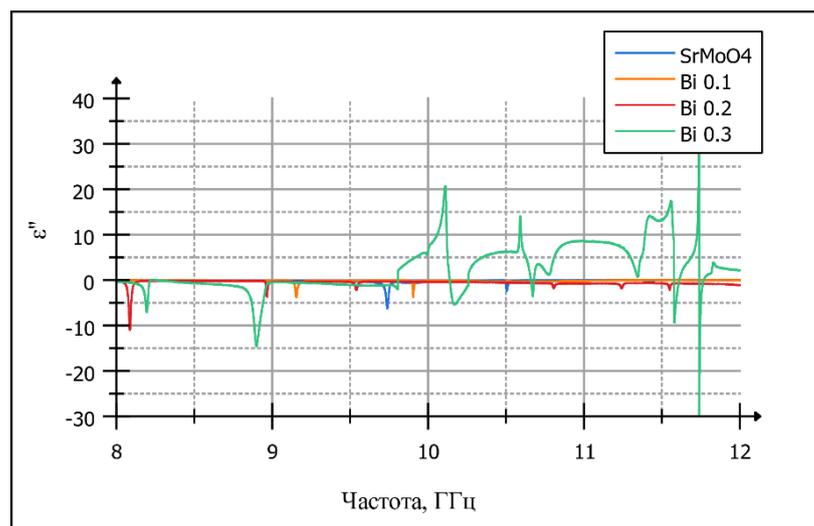


Рис. 4.5 Зависимость мнимой части диэлектрической проницаемости для соединений типа  $\text{Sr}_{1-1.5x}\text{Bi}_{x-0.5x}\text{MoO}_4$  от частоты воздействующей электромагнитной волны для значений  $x$  в диапазоне от 0.1 до 0.3

Измеренные частотные характеристики демонстрируют наличие резонансных пиков на графиках действительной и мнимой частей диэлектрической проницаемости, которые отсутствовали при измерении порошков исходной смеси компонентов исследуемых керамических образцов. Часть резонансов ( $x < 0.3$ ) вызвана наличием воздушных пор в изготовленном образце, что косвенно подтверждается формой резонансной характеристики. Образец с  $x=0.3$  демонстрирует частотную характеристику относительной диэлектрической проницаемости с большим количеством отдельных резонансных пиков, что может быть объяснено сверхструктурным упорядочением образца, что приводит к концентрации ионов висмута в одной кристаллографической плоскости, что эквивалентно образованию диполя больших размеров, частота колебаний которого соизмерима с частотой изменения воздействующего поля электромагнитной волны.

При изучении электрофизических свойств керамики типа  $\text{Sr}_{1-1.5x}\text{Bi}_{x-0.5x}\text{MoO}_4$  было проведено исследование влияния температуры спекания образца керамики на значение комплексной диэлектрической проницаемости материала. Для этих целей были изготовлены по две серии образцов с разным значением  $x$ , спеченные при разных температурах.

Образец	Температура спекания
$\text{Sr}_{0.775}\text{Bi}_{0.15}\text{M}$ $\text{oO}_4$	560 °C
$\text{Sr}_{0.775}\text{Bi}_{0.15}\text{M}$ $\text{oO}_4$	780 °C
$\text{Sr}_{0.475}\text{Bi}_{0.35}\text{M}$ $\text{oO}_4$	520 °C
$\text{Sr}_{0.475}\text{Bi}_{0.35}\text{M}$ $\text{oO}_4$	720 °C

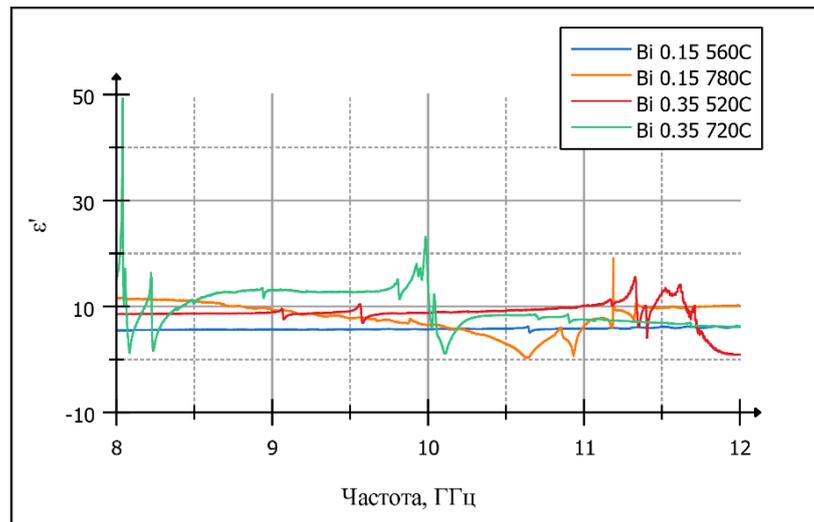


Рис. 4.6 Зависимость действительной части диэлектрической проницаемости для соединений типа  $\text{Sr}_{1-1.5x}\text{Bi}_{x-0.5x}\text{MoO}_4$  от частоты воздействующей электромагнитной волны для значений  $x$  0.15 и 0.35 при разных температурах спекания образцов

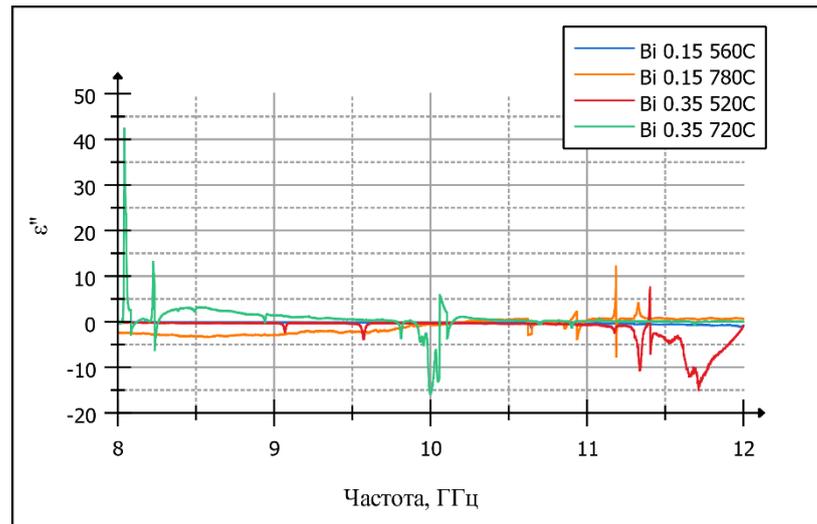


Рис. 4.7 Зависимость мнимой части диэлектрической проницаемости для соединений типа  $Sr_{1-1.5x}Bi_{x-0.5x}MoO_4$  от частоты воздействующей электромагнитной волны для значений  $x$  0.15 и 0.35 при разных температурах спекания образцов

Результаты измерений частотной зависимости действительной и мнимой частей диэлектрической проницаемости образцов керамики состава  $Sr_{0.775}Bi_{0.15}MoO_4$  и  $Sr_{0.475}Bi_{0.35}MoO_4$ , спеченных при разных температурах, представлены на рис. 5.6 и рис.5.7 соответственно. Полученные данные позволяют сделать вывод, что появление эффекта сверхструктурного упорядочения образца возможно не только при доли висмута в соединении, превышающей значения 0.3, но и при повышении температуры спекания образцов с содержанием висмута менее 0.3, при этом понижение температуры спекания образца  $Sr_{0.475}Bi_{0.35}MoO_4$  привело к смещению резонансной характеристики в более высокочастотную область, что свидетельствует о том, что регулируя температуру спекания образцов керамики типа  $Sr_{1-1.5x}Bi_{x-0.5x}MoO_4$  можно изменять частотную характеристику изготавливаемых образцов в диапазоне частот от 8 до 12 ГГц. Выявленный эффект позволит использовать исследуемую керамику в качестве частотно-зависимых структур в том числе и для задач электромагнитной совместимости электрофизических установок с целью минимизировать воздействие паразитного электромагнитного излучения, воздействующего на различные части устройства.

С учетом низкой температуры спекания на основе исследованной керамики возможно изготовление многослойных СВЧ структур, что позволит реализовать

тенденцию миниатюризации устройств, за счет создания более компактных СВЧ схем.

## **5 МОДИФИКАЦИЯ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ МАТРИЦЫ ИЗ СОПОЛИМЕРА АКРИЛОНИТРИЛА С БУТАДИЕНОМ И СТИРОЛОМ (АБС ПЛАСТИК) ПУТЕМ ДОБАВЛЕНИЯ В СОСТАВ МАТРИЦЫ ЧАСТИЦ МАГНЕТИТА И УГЛЕРОДНОГО ВОЛОКНА**

В настоящее время создание новых экранирующих материалов является одним из самых важных вопросов при разработке устройств в составе которых имеются разнообразные источники излучения. Важным параметром экранирующих материалов является эффективность экранирования (SE), которая определяет какая часть электромагнитной энергии проходит через экран из этого материала. При создании новых экранирующих материалов именно эффективность экранирования имеет определяющее значение. Основным параметром материала, определяющим характер его взаимодействия с полем падающей электромагнитной волны в диапазоне частот от 8 до 12 ГГц, является комплексная диэлектрическая проницаемость. Таким образом, изменяя значение диэлектрической проницаемости, мы можем значительно изменять экранирующую способность материала.

Для изменения электрофизических характеристик материалов можно использовать различные наполнители, которые помещаются в материал еще в процессе его изготовления. Большую распространённость в качестве наполнителя получили различные формы углерода, так как их применение позволяет менять диэлектрическую проницаемость материала в широких пределах, варьируя размеры и физические характеристики углеродного наполнителя [114–117].

Сами по себе углеродные волокна, обладают высокими значениями относительной диэлектрической проницаемости, что приводит к большим значениям коэффициента отражения падающей электромагнитной волны от поверхности материала [118]. Поэтому для уменьшения коэффициента отражения композитных материалов с углеродным волокном в качестве наполнителя исследуются многокомпонентные системы, включающие магнитные материалы

для увеличения доли магнитных потерь, и, как следствие, уменьшение доли отраженной от материала падающей электромагнитной волны [119,120]. Магнетит также часто используется в качестве наполнителя для повышения поглощающих свойств материала [121,122]

С распространением областей применения 3D печати для изготовления устройств СВЧ диапазона АБС пластик получил широкое распространение в большом диапазоне частот воздействующего электромагнитного излучения [123] в связи с этим за основу исследуемого композитного материала был выбран этот пластик.

В научной литературе в недостаточной степени представлены данные об электрофизических характеристиках АБС пластика в широком диапазоне, что не позволяет в полной мере оценить влияние используемых наполнителей на радиочастотные параметры рассматриваемого композитного материала. Для исследования электрофизических характеристик чистой матрицы из АБС пластика методом фрезерования были изготовлены образцы размер которых соответствуют сечению волноводной линии передачи стандарта WR90. На рис.5.1 представлены частотные зависимости относительных комплексных диэлектрической и магнитной проницаемостей исследуемых образцов АБС пластика.

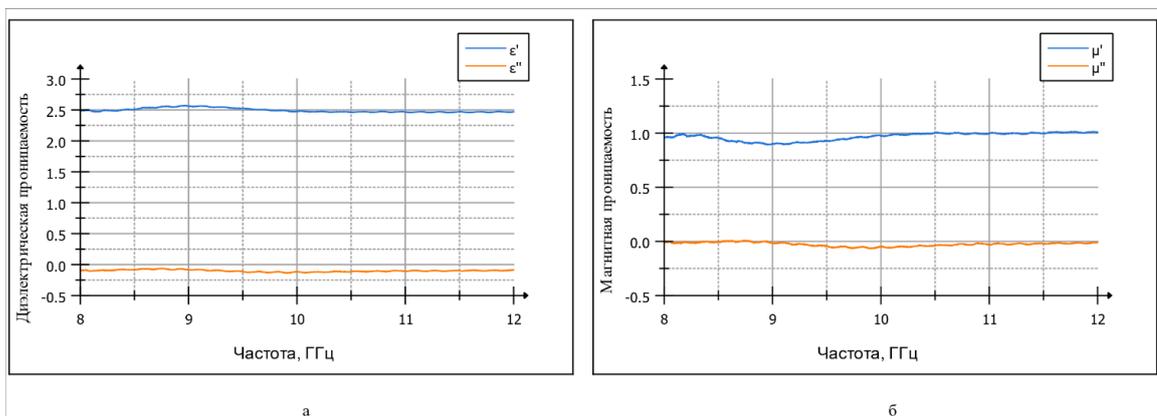


Рис. 5.1 Частотная зависимость комплексных относительных диэлектрической (а) и магнитной (б) проницаемостей для образца чистого АБС пластика

В качестве наполнителя первой фазы использовалось извлеченное углеродное волокно. Процесс извлечения волокна проходил в кипящем растворе, содержащем

концентрированную серную кислоту, перекись водорода и дистиллированную воду в соотношении 2,5:3:1; в течение 1 часа с заменой раствора каждые 20 минут [124]. В указанный раствор объемом 200 мл помещался образец углепластика в виде кубиков 1×1 см в количестве 10 шт. После извлечения углеродного волокна из эпоксидной матрицы его фильтровали, промывали дистиллированной водой до нейтральной pH и сушили при 100°C в течение 15 часов.

Извлеченное углеродное волокно состоит из двух типоразмеров волокон – 14.2 мкм и 164.5 мкм. Распределение УВ по размерам были измерено с помощью лазерного дифракционного анализатора HELOS (Sympatec GmbH, Germany) с длиной волны лазерного луча 632,8 нм.

Морфология поверхности извлеченных углеродных волокон была исследована с помощью сканирующей электронной микроскопии (SEM) для визуальной оценки качества удаления полимерной матрицы (рис.5.2). Поверхность извлеченного волокна гладкая. В процессе исследования образца не было выявлено поверхностных дефектов, а также уменьшения диаметра филамента. В некоторых областях образцов наблюдаются незначительные остатки полимерной матрицы.

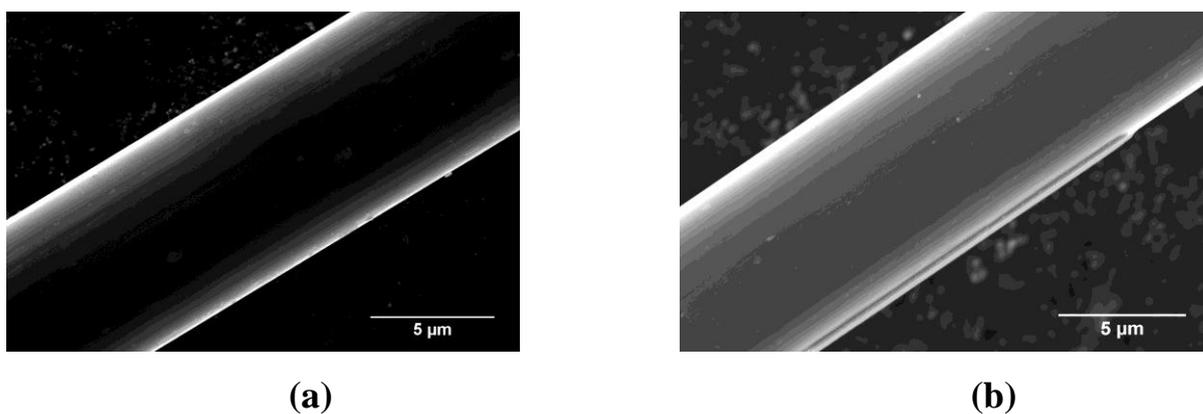


Рис. 5.2 СЭМ-фотографии исходного (а) и извлеченного (б) углеродного волокна.

Частицы магнетита были получены химическим методом [125,126]. Размер частиц магнетита определяли методом динамического рассеяния света на приборе Brookhaven ZetaPALS (USA) при угле рассеяния 90° с длиной волны лазера 532 нм. Дифференциальная кривая распределения частиц магнетита имеет

мономодальный характер с диапазоном размер частиц от 10 до 70 нм с максимумом распределения при 27,19 нм.

Магнитные свойства частиц магнетита были охарактеризованы методом SQUID при 5 и 300 К в диапазоне от -70 до 70 кЭ. Частицы магнетита размером менее 20 нм обычно демонстрируют суперпарамагнитный характер с почти нулевыми значениями коэрцитивной силы и остаточной намагниченности [127,128]. Магнитные частицы, полученные в ходе выполнения исследования, показали бифункциональные магнитные свойства (суперпарамагнитное поведение при 300 К и ферромагнитное при 5К).

Получение композита для проведения исследования включало растворение прутка ABS-пластика в ацетоне для получения концентрации ABS 10% в растворе. Наполнители (извлеченное углеродное волокно, магнетит и магнетит с извлеченным углеродным волокном вместе) добавляли в раствор пластика (10%) и помещали в ультразвуковую ванну до полного отсутствия агломерированных частиц магнетита и равномерного распределения углеродного волокна в растворе пластика. Полученный раствор выливали в фторопластовую форму. При постоянном перемешивании происходила сушка в течении 12 часов.

Электрофизические характеристики композитного материала на основе диэлектрической матрицы из АБС пластика и магнетита в качестве наполнителя (3% массовых процента) представлены на рис. 5.3.

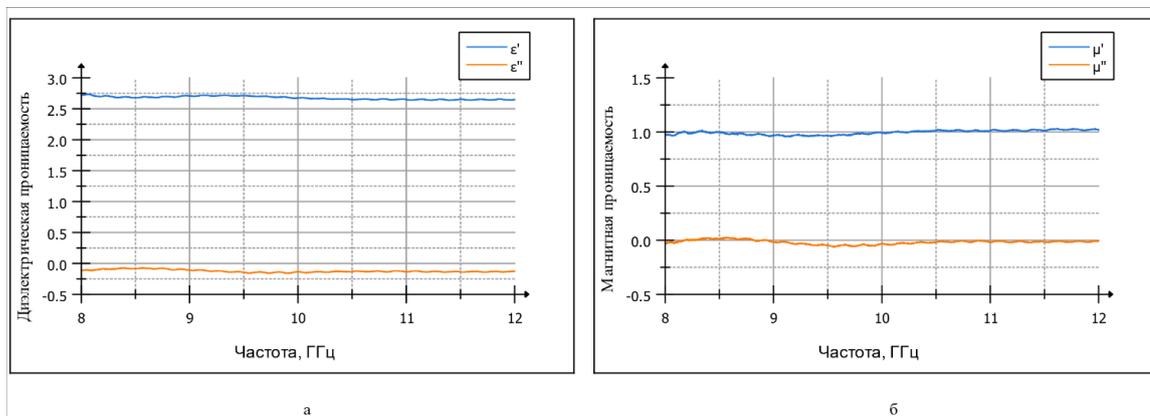


Рис. 5.3 Частотная зависимость комплексных относительных диэлектрической (а) и магнитной (б) проницаемостей для образца композитного материала на основе АБС пластика с добавлением 3% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Полученные результаты показывают, что добавление магнетита с матрицу из АБС пластика в количестве 3% практически не повлияло на электрофизические характеристики образца и они близки к значениям, полученным для чистого образца из АБС пластика.

Добавление углеродного волокна в пластик привело, как и ожидалось, к резкому увеличению как действительной, так и мнимой частей относительной комплексной диэлектрической проницаемости, что уже позволяет использовать полученный материал в качестве экранирующего слоя, который будет отражать электромагнитные волны за счет большого значения действительной части диэлектрической проницаемости.

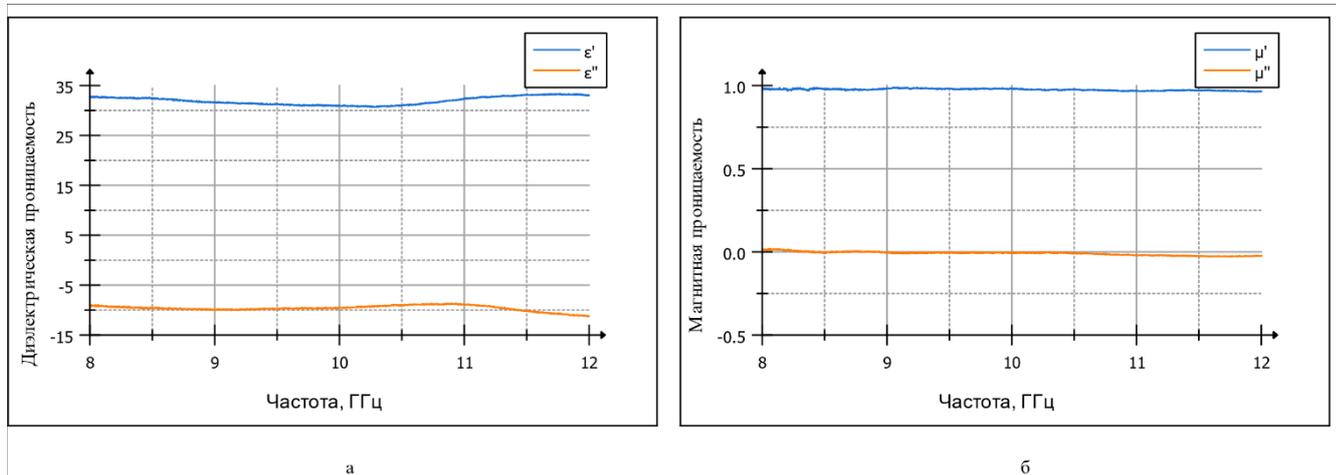


Рис. 5.4 Частотная зависимость комплексных относительных диэлектрической (а) и магнитной (б) проницаемостей для образца композитного материала на основе АБС пластика с добавлением 3% углеродного волокна.

В виду того, что углеродное волокно имеет вытянутую форму, то электрофизические характеристики композита будут зависеть от направления ориентации волокна в образце материала. Для задания ориентации углеродного волокна в образце композитный материал был набран из отдельных тонких пластинок из АБС пластика с добавленным волокном. В каждой пластинке направление волокна задавалось отдельно при перемешивании полученного раствора перед его сушкой. На рис. 5.5 представлены зависимости действительной и мнимой частей диэлектрической проницаемости образца при со

направленном и противоположно направленном размещении волокон в соседних слоях композитного материала.

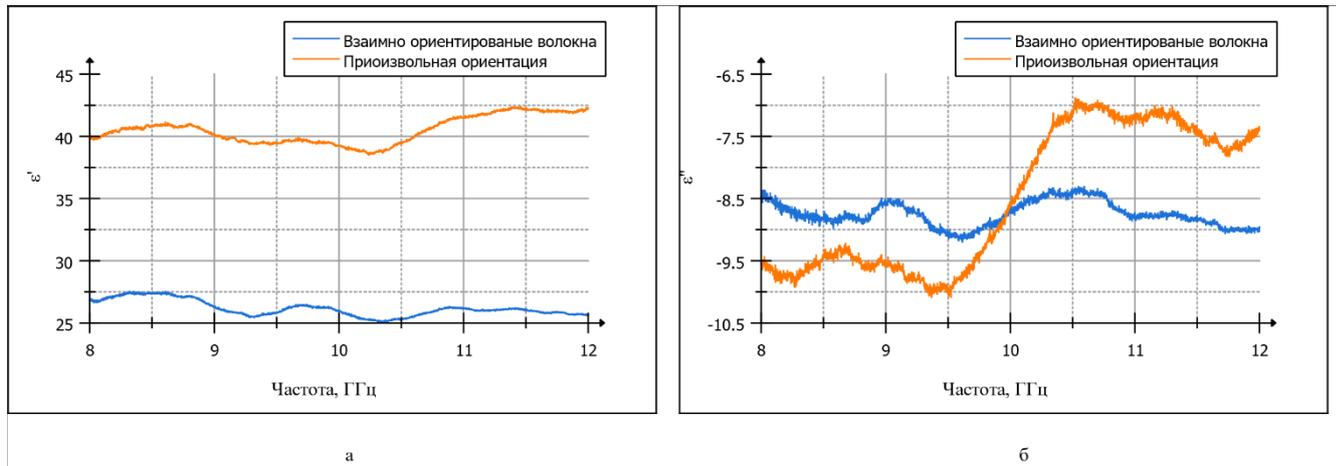


Рис. 5.5 Частотная зависимость действительной (а) и мнимой (б) частей относительной комплексной диэлектрической проницаемости для образца композитного материала на основе АБС пластика с добавлением углеродного волокна в зависимости от взаимной ориентации волокон в соседних слоях.

Полученные данные демонстрируют, что в зависимости от взаимной ориентации углеродных волокон действительная часть будет отличаться более чем в 1.5 раза, что является существенным значением, при использовании подобного материала в качестве экранирующего покрытия. Такая большая вариация электрофизических характеристик приводит к тому, что в расчет придется брать минимально возможные значения относительной диэлектрической проницаемости, что существенно занижает эксплуатационные характеристики полученного покрытия.

В качестве наполнителя второй фазы был использован магнетит, добавление магнетита имеет целью повысить поглощающие свойства разрабатываемого композита, как это было отмечено ранее. На рис. 5.6 представлены частотные зависимости измеренных электрофизических характеристик для образцов композитного материала из АБС пластика с добавлением 3% углеродного волокна и 3% магнетита.

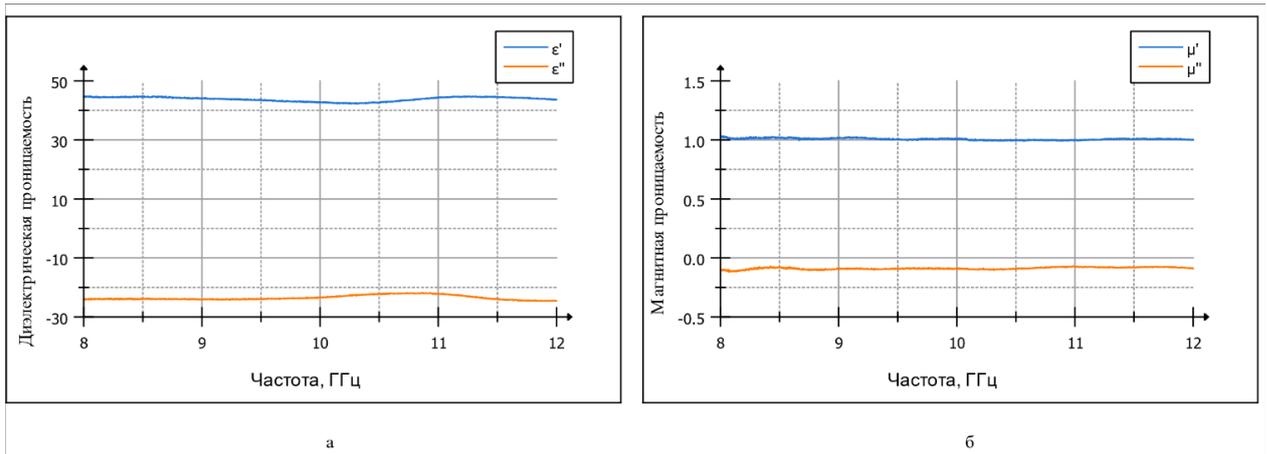


Рис. 5.6 Частотная зависимость комплексных относительных диэлектрической (а) и магнитной (б) проницаемостей для образца композитного образца на основе АБС пластика с добавлением 3% углеродного волокна и 3% Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

Полученные результаты дают возможность сделать вывод, что добавление магнетита способствует увеличению как действительной, так и мнимой частей относительной комплексной диэлектрической проницаемости, что позволяет добиться большей эффективности такого материала в качестве экранирующего покрытия. Также для образцов на основе АБС пластика с добавлением углеродного волокна и Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> было проведено исследование влияния взаимной ориентации волокон в образце на электрофизические характеристики получаемого материала.

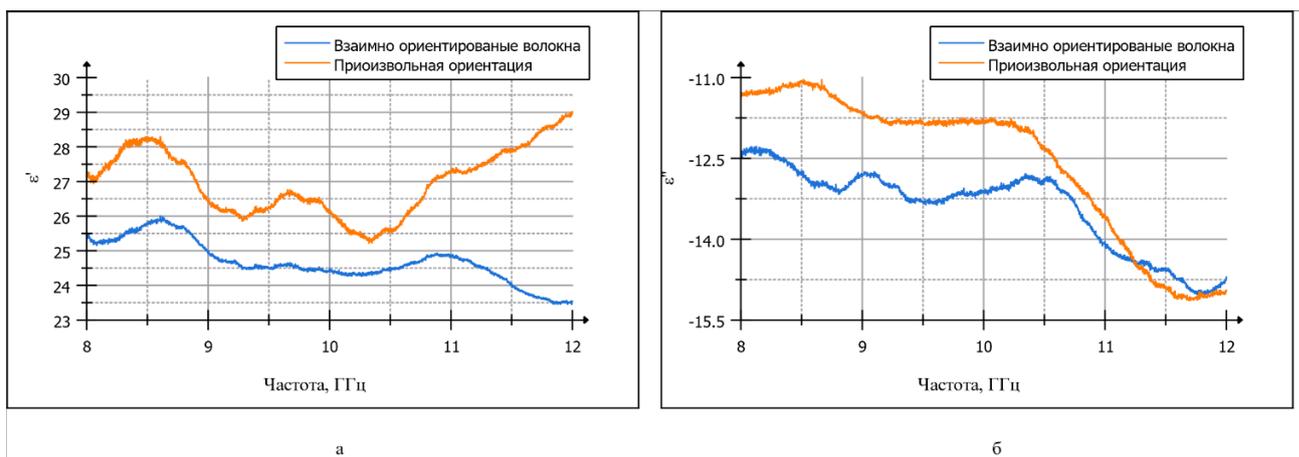


Рис. 5.7 Частотная зависимость действительной (а) и мнимой (б) частей относительной комплексной диэлектрической проницаемости для образца композитного материала на основе АБС пластика с добавлением углеродного волокна и Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> в зависимости от взаимной ориентации волокон в соседних слоях

Полученные данные показывают, что добавление  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  способствовало значительному уменьшению влияния взаимной ориентации углеродного волокна на электрофизические характеристики композита, что позволяет использовать подобный состав композитного материала для промышленного получения экранирующих покрытий.

Одной из основных характеристик поглощающего материала является эффективность экранирования - возможность препятствовать прохождению электромагнитной волны. Уменьшение амплитуды проходящей электромагнитной волны через образец обуславливается не только вносимыми потерями в образце, которые эквиваленты измеренному коэффициенту передачи  $S_{21}$ , но и отражением от поверхности образца и переотражениями в объеме материала, что характеризуется измеренным коэффициентом отражения  $S_{11}$ .

Для описания эффективности экранирования материалов широкое применение нашел подход, основанный на методе Щелкунова [129,130]. Данный подход подразумевает нахождение общей эффективности экранирования через три основные составляющие  $S_{ER}$  – отражение электромагнитной волны от поверхности экрана,  $S_{EA}$  – затухание электромагнитной волны при прохождении через экран и  $S_{EM}$  – множественные переотражения волны внутри материала экрана.

$$SE (dB) = SE_R(dB) + SE_A(dB) + SE_M(dB) \quad (5.1)$$

Для исследования частотных зависимостей комплексных относительных диэлектрической и магнитной проницаемостей в работе использовался векторный анализатор цепей, выходными данными которого являются коэффициенты отражения (модуль  $S_{11}$  равнозначен  $SE_R$ ) и передачи (модуль  $S_{21}$  равнозначен  $SE_A + SE_M$ ). При этом коэффициент передачи представляет собой совокупность потерь на распространение падающей электромагнитной волны в объеме материала ( $SE_A$ ) и потерь, вызванных множественными переотражениями волны внутри исследуемого материала ( $SE_M$ ).

В этом случае коэффициент экранирования SE (дБ) можно записать через коэффициенты передачи и отражения следующим образом:

$$SE(dB) = -20 \lg((1 - |S_{11}|)|S_{21}|) \quad (5.2)$$

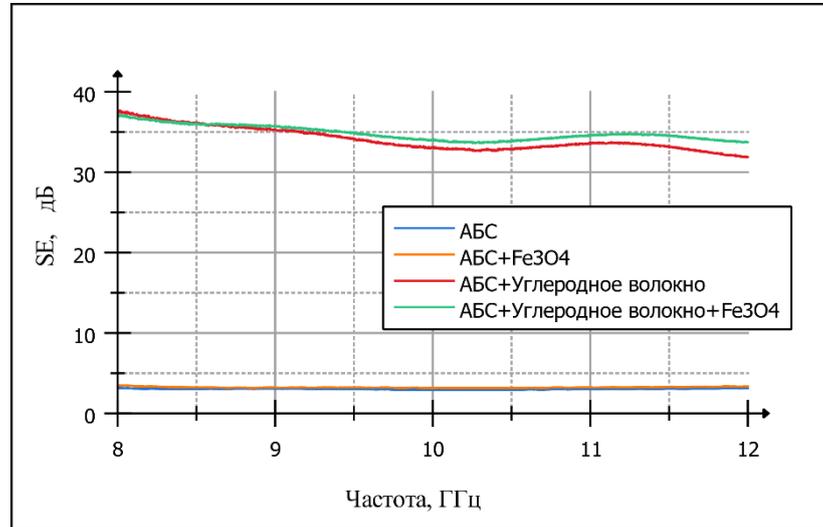


Рис. 5.8 Частотная зависимость эффективности экранирования для образцов

композитного материала на основе ABS пластика с добавлением углеродного волокна и Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Из приведенных частотных зависимостей видно, что экранирующая способность чистой матрицы из ABS-пластика и образца с добавлением магнетита практически не отличаются и имеют слабо зависящую от частоты характеристику со значением коэффициента экранирования 3.2 дБ, что недостаточно для обеспечения защиты от электромагнитного излучения. Образец с добавлением углеродного волокна имеет значительно больший коэффициент экранирования, но с ростом частоты это значение уменьшается и находится в пределах от 37,9 до 29.7 дБ в диапазоне частот от 8 до 12 ГГц. Одновременное добавление магнетита и извлеченного углеродного волокна позволяет добиться более равномерной частотной зависимости коэффициента экранирования, чем в случае использования в качестве наполнителя только углеродного волокна.

Использование реализованного программно-аппаратного комплекса для измерения электрофизических характеристик образцов в X диапазоне частот позволило выявить зависимости характеристик разрабатываемого композитного материала от типа наполнителя и особенностей его размещения в диэлектрической матрице. Подробный анализ существующих взаимосвязей

позволил добиться стабильных электрофизических характеристик разработанного экранирующего материала, что позволяет использовать его в промышленных целях для обеспечения электромагнитной совместимости различных электрофизических установок.

Экраны из разработанного материала обеспечат поглощение части электромагнитного излучения, что будет способствовать уменьшению электромагнитной нагрузки на устройства, находящиеся внутри экрана. За счет того, что материал изготовлен на базе непроводящей диэлектрической матрицы, для таких экранов будет отсутствовать гальваническая связь с заземляющим проводником, что позволит минимизировать путь распространения помехи, через заземляющий проводник. Использование разработанного материала для 3D печати позволит изготавливать экраны разнообразной формы, что делает возможным изготавливать корпуса изделий, обладающие экранирующими свойствами.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Основные выводы по работе состоят в следующих положениях:

1. Реализован программно-аппаратный комплекс для анализа электрофизических параметров твердых и сыпучих материалов в диапазоне частот от 8 до 12 ГГц с использованием существующего математического аппарата и стандартных линий передачи.

Применение существующих и стандартно применяющихся на производстве линий передачи, таких как волноводная линия, а также доступного математического аппарата делает возможным реализацию измерений по предложенной методике непосредственно на предприятиях потребителей или производителях диэлектрических материалов. Использование такого комплекса в процессе разработки новых материалов позволяет установить физические взаимосвязи между химическим составом и типом используемых наполнителей и получившимися электрофизическими параметрами изготовленного на их основе композитного материала.

2. Выполнены экспериментальные исследования электрофизических характеристик керамики на основе оксида бериллия. Измерены электрофизические параметры микро и наноразмерного порошка диоксида титана в полосе частот от 8 до 12 ГГц. Исследовано влияние дополнительной термомообработки нанопорошка диоксида титана на его комплексные диэлектрическую и магнитную проницаемости. Установлена взаимосвязь между концентрацией микро и наноразмерного порошка диоксида титана на электрофизические параметры исследуемой керамики в диапазоне частот 8 ГГц – 12 ГГц.

С использованием разработанной установки отработана методика спекания керамики BeO с добавлением микро и нанопорошков TiO<sub>2</sub> в плане выбора оптимальной температуры спекания и необходимости последующего восстановления спеченных образцов керамики в атмосфере водорода.

Исследовано влияние дополнительной термообработки исследуемых образцов керамики на их электрофизические характеристики.

3. Исследованы электрофизические характеристики образцов ЛТСС керамики типа  $\text{Sr}_{1-1.5x}\text{Bi}_{x-0.5x}\text{MoO}_4$ . Установлена взаимосвязь между долей висмута в спеченной керамике и наличием резонансов на частотной характеристике электрофизических параметров исследуемого материала. Исследовано влияние температуры спекания на характеристики керамики типа  $\text{Sr}_{1-1.5x}\text{Bi}_{x-0.5x}\text{MoO}_4$ .

4. Разработан новый экранирующий материал на основе диэлектрической матрицы с добавлением углеродного волокна и магнетита. Отработан технологический процесс получения композита и определен оптимальный состав и массовая доля используемых наполнителей.

### **Рекомендации по итогам диссертационного исследования**

Разработка новых материалов и отработка имеющихся технологических процессов получения имеющихся экранирующих и радиопоглощающих материалов, используемых для обеспечения требований ЭМС различных электрофизических установок требует проведения контроля электрофизических характеристик не только полученного материала, но и всех, входящих в его состав, компонент.

Приведенные результаты исследований показывают, что разработанный программно-аппаратный комплекс для определения электрофизических характеристик твердых и сыпучих материалов в диапазоне частот 8-12 ГГц позволяет реализовать измерение электрофизических характеристик как твердых, так и сыпучих материалов. Наличие возможности контроля электрофизических характеристик на всех этапах разработки и производства материалов, применяемых в составе различных электрофизических установок, позволяет получать стабильные параметры для выбранной технологии изготовления.

Используемый в измерительной системе метод линии передачи позволяет использовать стандартные типы линий передачи такие, как волновод.

Исследования, проводимые по теме диссертации, позволяют отработать и подобрать как химический состав разрабатываемых радиочастотных материалов,

так и методику их получения, что предоставляет возможность получения материалов с заданными электрофизическими характеристиками, заложенными в модель электрофизической установки.

### **Перспективы развития темы исследования**

В качестве дальнейшего направления исследования автор рассматривает возможность разработки экранирующих и поглощающих СВЧ излучение материалов не только в диапазоне рабочих частот 8-12 ГГц, но и в более широком диапазоне частот, а также в диапазоне рабочих температур и внешних воздействий.

Это подразумевает проведение исследований изменения спектральных характеристик комплексных диэлектрической и магнитной проницаемостей при температурном воздействии (от -150 до +150 °С), при воздействии агрессивной среды (биологические, химические загрязнители). Исследования в данном направлении позволят предсказывать изменение параметров материалов с течением времени, а также при воздействии повышенных или пониженных температур, что сделает возможным автоматическую коррекцию технических характеристик различного рода систем, использующих в своем составе такие материалы.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Comparison of permittivity gradient in resin injected and simulated cone-shaped spacers / T. Imai, [et al] // IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation. – 2019. – Vol. 26. – № 5. – P. 1678–1685.
2. Silveirinha M.G. Effective permittivity of a medium with stratified dielectric host and metallic inclusions / M.G. Silveirinha, C.A. Fernandes // IEEE Antennas and Propagation Society Symposium, – 2004. – Monterey. – Vol.4. – P. 3777-3780.
3. Басков К.М. Численное исследование радиопрозрачных укрытий с ребром / К.М. Басков // Журнал Радиоэлектроники. – 2015. – № 12.
4. Ellam T. An update on the design and synthesis of compact absorber for EMC chamber applications / T. Ellam // Proceedings of IEEE Symposium on Electromagnetic Compatibility. – 1994.
5. Folgueras L. de C. Development, characterization and optimization of dielectric radar absorbent materials as flexible sheets for use at X-band / L. de C. Folgueras, M.A. Alves, M.C. Rezende // 2007 SBMO/IEEE MTT-S International Microwave and Optoelectronics Conference. – 2007. – P. 488–491.
6. Zheng H.Q. A New Design for Two-layer Thin Wideband Radar Absorber / H.Q. Zheng, Q. Xu, M.S. Tong // 2019 Photonics Electromagnetics Research Symposium - Fall (PIERS - Fall). – 2019. – P. 1129–1132.
7. Low loss CCTO@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/epoxy composites with matched permeability and permittivity for high frequency applications / M. Wang, W. Yang, S. Yu, [et al] // 2015 16th International Conference on Electronic Packaging Technology (ICEPT). – 2015. – P. 1203–1206.
8. Structural evolution, low-firing characteristic and microwave dielectric properties of magnesium and sodium vanadate ceramic / G. Jianzhang, H. Zhou, F. He, [et al] // Ceramics International. – 2015. –V.41. –P.11125-11131.
9. Yao P. Effect of Vanadium Content on the Microwave Dielectric Properties of Sr<sub>2</sub>V<sub>x</sub>O<sub>7</sub> (1.80 ≤ x ≤ 2.05) Ceramics / P. Yao, Y. Deng, B. Li // Journal of Electronic Materials. – 2020. –V.49. –P.6136-6142.

10. Bao Y. Modeling of multilayered anisotropic media using effective medium theory / Y. Bao, J. Song // 2016 IEEE International Symposium on Antennas and Propagation (APSURSI). – 2016. –P.2097-2098.
11. Carney M. Luneberg lens design: optimization using effective medium theories / M. Carney, R.L. Moore // International Symposium on Antennas and Propagation Society, Merging Technologies for the 90's. – 1990. – Vol.3. – P. 1188–1191.
12. Ландау Л.Д. Электродинамика сплошных сред / Л.Д. Ландау, Е.М. Лифшиц // Теоретическая физика: Учебное пособие в 10 томах. – 3-е издание доп. и перераб. – Наука. –1992. – Т. 8. – С.51–65.
13. Bruggeman D.A.G. Berechnung verschiedener physikalischer Konstanten von heterogenen Substanzen. I. Dielektrizitätskonstanten und Leitfähigkeiten der Mischkörper aus isotropen Substanzen. / D.A.G Bruggeman // Annalen der Physik. – 1935. –Vol.416. – P.636-664.
14. A dielectric mixing law for porous ceramics based on fractal boundaries / J.P. Calame, A. Birman, Y. Carmel, [et al] // Journal of Applied Physics. American Institute of Physics. – 1996. – Vol. 80. – № 7. – P. 3992–4000.
15. Dube D. Study of Landau-Lifshitz-Looyenga's formula for dielectric correlation between powder and bulk / D. Dube // Journal of Physics D. – 1970. –Vol.3. – P.1648-1652.
16. Maxwell Garnett J.C. Colours in Metal Glasses and in Metallic Films. / J.C. Maxwell Garnett // Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical or Physical Character. – 1904. – Vol.203. – P.359-371.
17. Maxwell Garnett J.C. Colours in metal glasses, in metallic films, and in metallic solutions II / J.C. Maxwell Garnett // Philosophical Transactions of the Royal Society A Mathematical Physical and Engineering Sciences. – 1906. – Vol. 205. – P. 237–288.
18. Looyenga H. Dielectric constants of heterogeneous mixtures / H. Looyenga // Physica D: Nonlinear Phenomena. – 1965. –Vol.31. –P.401-406.

19. О модели эффективной среды для частиц со сложной структурой / Л.А. Апресян, Д.В. Власов, Д.А. Задорин, В.И. Красовский // Журнал технической физики. – 2017. – Т. 87. – С. 10.
20. Belyaev B.A. Electrodynamic Calculation of Effective Electromagnetic Parameters of a Dielectric Medium with Metallic Nanoparticles of a Given Size / B.A. Belyaev, V.V. Tyurnev // J. Exp. Theor. Phys. – 2018. – Vol. 127. – № 4. – P. 608–619.
21. Todd M.G. Complex permittivity of composite systems: a comprehensive interphase approach / M.G. Todd, F.G. Shi // IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation. 2005. – Vol. 12. – № 3. – P. 601–611.
22. High-frequency modes in magnetic spectra of carbonyl iron / A.N. Lagarkov, V.N. Semenenko, V.A. Chistyayev, I.T. Iakubov // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2012. – Vol.324. – P.3402-3405.
23. Effective permittivity of planar composites with randomly or periodically distributed conducting fibers / L.liu, S. Matitsine, Y. Gan, K. Rozanov // Journal of Applied Physics. – 2005. – Vol.98. – P.063512.
24. Dielectric properties of fiber-filled composites / A.N. Lagarkov, S.M. Matytsin, K.N. Rozanov, A.K. Sarychev // Journal of Applied Physics. – 1998. – Vol.84. – P.3806-3814.
25. Baker-Jarvis J. Transmission/reflection and short-circuit line permittivity measurement. National institute of standards and technology / J. Baker-Jarvis // National Institute of Standards and Technology. –1990. – Vol.1341.
26. Geyer R.G. Dielectric characterization and reference materials. National institute of standards and technology / R.G. Geyer // National Institute of Standards and Technology. –1990. – Vol.1338.
27. Permittivity characterization of low-k thin films from transmission-line measurements / M.D. Janezic, D.F. Williams, V. Blaschke, [et al] // IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques. – 2003. – Vol. 51. – № 1. – P. 132–136.
28. Dielectric plug-loaded two-port transmission line measurement technique for dielectric property characterization of granular and liquid materials / K.J. Bois, L.F.

Handjojo, A.D. Benally, [et al] // IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement. – 1999. – Vol. 48. – № 6. – P. 1141–1148.

29. Ebara H., Inoue T., Measurement method of complex permittivity and permeability for a powdered material using a waveguide in microwave band / H. Ebara, T. Inoue, O. Hashimoto // Science and Technology of Advanced Materials. – 2006. – Vol.7. – P.77-83.

30. Measurement of Dielectric Properties of Materials using Transmission/Reflection Method with Material filled Transmission Line / S.M.S. Hasan, M. Sundaram, Y. Kang, M.K. Howlader // 2005 IEEE Instrumentation and Measurement Technology Conference Proceedings. – 2005. – Vol. 1. – P. 72–77.

31. Determination of Complex Permittivities of Layered Materials Using Waveguide Measurements / M. S. B. A. Karim, Y. Konishi, K. Harafuji, T. Kitazawa // IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques. – 2014. – Vol.62. – P.2140-2148.

32. Waveguide method for measuring electromagnetic parameters of materials in the microwave range and estimating the measurement error / M. P. Parkhomenko, D. S. Kalenov, I. S. Eremin, [et al] // Journal of Radio Electronics. – 2018.

33. Convenient Waveguide Technique for Determining Permittivity and Permeability of Materials / C. Wu, Y. Liu, S. Lu [et al] // IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques. – 2020. – Vol.68. –P.4905-4912.

34. EMI shielding: Methods and materials—A review / S. K. Geetha, K. K. S. Kumar, C. R. K. Rao [et al] // Journal of Applied Polymer Science. – 2009. – Vol.112. – P.2073-2086.

35. Huang J. EMI shielding plastics: A review / J. Huang // Advances in Polymer Technology. – 1995. – Vol.14. – №5. – P.137-150.

36. Electromagnetic Interference Shielding Polymers and Nanocomposites - A Review / D. Jiang, V. Murugadoss, Y. Wang, [et al] // Polymer Reviews. – 2018. – Vol. 59. – P.280-337.

37. Bhattacharjee Y. Recent Trends in Multi-layered Architecture Towards Screening Electromagnetic Radiation: Challenges and Perspectives / Y. Bhattacharjee, I. Arief // *J. Mater. Chem. C.* – 2017. – Vol. 5. – P.7390-7403.
38. Microwave Electromagnetic and Absorbing Properties of Iron/Polymer Nanocomposites / A. Khismatullina, I.A. Nekrasov, I.V. Beketov, [et al] // *Proceedings - 2019 Ural Symposium on Biomedical Engineering, Radioelectronics and Information Technology, USBEREIT 2019.* – 2019. – P. 481–484.
39. Кийко В.С. Получение, физико-химические свойства и пропускание СВЧ-излучения керамикой на основе BeO / В.С. Кийко, С.Н. Шабунин, Ю.Н. Макурин // *Огнеупоры и техническая керамика.* – 2004. – Т.10. – С. 8–17.
40. Engen G.F. Thru-Reflect-Line: An Improved Technique for Calibrating the Dual Six-Port Automatic Network Analyzer / G.F. Engen, C.A. Hoer // *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques.* – 1979. Vol. 27. – № 12. – P. 987–993.
41. Nicolson A.M. Measurement of the Intrinsic Properties of Materials by Time-Domain Techniques / A.M. Nicolson, G.F. Ross // *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement.* – 1970. – Vol. 19. – № 4. – P. 377–382.
42. Weir W.B. Automatic measurement of complex dielectric constant and permeability at microwave frequencies / W.B. Weir // *Proceedings of the IEEE.* – 1974. – Vol. 62. – № 1. – P. 33–36.
43. Maxwell J. A Treatise on Electricity and Magnetism / J. Maxwell // *Nature.* – 1873. – Vol. 7. – № 182. – P. 478–480.
44. Wagner K.W. Erklärung der dielektrischen Nachwirkungsvorgänge auf Grund Maxwellscher Vorstellungen / K.W. Wagner // *Archiv f. Elektrotechnik.* – 1914. – Vol. 2. – № 9. – P. 371–387.
45. de L. Kronig R. On the Theory of Dispersion of X-Rays / R. de L. Kronig // *J. Opt. Soc. Am.* – 1926. – Vol. 12. – № 6. – P. 547.
46. Kramers H.A. La diffusion de la lumière par les atomes / H.A. Kramers // *Atti del Congresso Internazionale dei Fisici.* – 1927. – Vol. 2. – P. 545–557.

47. Hartshorn L. The measurement of the permittivity and power factor of dielectrics at frequencies from 104 to 108 cycles per second / L. Hartshorn, W. Ward // *Journal of the Institution of Electrical Engineers*. – 1936. – Vol.12. – P.6-18
48. Особенности измерения диэлектрической проницаемости тонких пленок МДП-структур / К. А. Воротилов, П. А. Лучников, Ю. В. Подгорный, Д.С. Серегин // *Вестник науки Сибири. Томский политехнический университет*. – 2011. – № 1. – С. 220–228.
49. Lynch A.C. Measurement of the dielectric properties of low-loss materials / A.C. Lynch // *Physics, Materials Science*. – 1965.
50. Broadhurst M.G. Q meter measurements up to 260 MHz / M.G. Broadhurst // *Annual Report 1963 Conference on Electrical Insulation*. – 1963. – P. 77–80.
51. Harris W.P. Precise measurement of dielectric constant by the two-fluid technique / W.P. Harris, A. Scott // *Essays in Criticism*. – 1962. – P.51-53
52. **ГОСТ 22372-77**. Материалы диэлектрические. Метод определения диэлектрической проницаемости и тангенса угла диэлектрических потерь в диапазоне частот от 100 до  $5 \cdot 10^6$  Гц. – Введ. 1978–01–01. – М., 1978. – 18 с.
53. Microwave characterisation of CaF<sub>2</sub> at cryogenic temperatures using a dielectric resonator technique / M. V. Jacob, J. Mazierska, D. Ledenyov, J. Krupka // *Journal of the European Ceramic Society*. – 2003. – Vol. 23. – № 14. – P. 2617–2622.
54. A dielectric resonator for measurements of complex permittivity of low loss dielectric materials as a function of temperature / J. Krupka, K. Derzakowski, B. F. Riddle, J. Baker-Jarvis // *Measurement Science and Technology*. – 1998. – Vol.9. – P.1751-1756.
55. Measurement complex permittivity of high loss using resonator with ring cavity / Z. E. Eremenko, El'M. Ganapolskii, V. N. Scresanov, V. V. Vasilchenko // *2008 18th International Crimean Conference - Microwave & Telecommunication Technology*. – 2008. –P.749-750.
56. Bernard P. Measurement of dielectric constant using a microstrip ring resonator / P. Bernard, J.M. Gautray // *IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques*. – 1991. – Vol.39. – P.592-595.

57. Kaatze U. Techniques for measuring the microwave dielectric properties of materials / U. Kaatze // Metrologia. – 2010. – Vol.47. – P.91-113.
58. Dielectric and Conductor-Loss Characterization and Measurements on Electronic Packaging Materials / J. Baker-Jarvis, M. D. Janezic, B. F. Riddle, [et al] // National institute of standards and technology. – 2001. – Vol.1520.
59. Егоров, В. Н. Метод Н<sub>01р</sub>-резонатора для измерения электромагнитных параметров стержней, трубок, порошков и жидкостей / В. Н. Егоров, Е. Ю. Токарева // Известия вузов. Физика. – 2013. – Т. 56, № 8-2. – С. 350-352.
60. Установка для измерения диэлектрических параметров материалов при нагреве до 1800 °с / В. Н. Егоров, М. В. Кащенко, В. Л. Масалов, Е. Ю. Токарева // Известия вузов. Физика. – 2013. – Т. 56, № 8-2. – С. 347-349.
61. Состояние и перспективы диэлектрических измерений / В. Н. Егоров, В. Л. Масалов, Е. Ю. Токарева, О. О. Алтаев // Альманах современной метрологии. – 2019. – № 2(18). – С. 37-45.
62. Определение диэлектрических характеристик материалов в диапазоне сверхвысоких частот при температурах до 2300К / Ю. А. Полонский, В. Б. Мишин, Р. С. Бернштейн, Ю. Н. Смыслов // ТВТ. – 1989. – Т. 27. – № 3. – С. 499–505.
63. Егоров, В. Н. Резонансные методы исследования диэлектриков на С.В.Ч. (обзор) / В. Н. Егоров // Приборы и техника эксперимента. – 2007. – № 2. – С. 5-38.
64. **ГОСТ Р 8.623-2015** Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Относительная диэлектрическая проницаемость и тангенс угла диэлектрических потерь твердых диэлектриков. Методики измерений в диапазоне сверхвысоких частот. – Введ. 2015–11–16. – М., 2016. – 32 с.
65. Microwave Electronics: Measurement and Materials Characterization / L. F. Chen, C. K. Ong, C. P. Neo, [et al] // Materials Science, Physics, Engineering. – 2004.

66. Ellison W.J. Open-Ended Coaxial Probe: Model Limitations / W.J. Ellison, J.M. Moreau // IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement. – 2008. – Vol. 57. – № 9. – P. 1984–1991.
67. Malkin A.I. Dielectric permittivity and permeability measurement system / A.I. Malkin, N.S. Knyazev // CEUR Workshop Proceedings. CEUR Workshop Proceedings. – 2017. – Vol. 1814. – P. 45–51.
68. High-efficiency microwave heating method based on impedance matching technology / Q. Chen, X. Chen, Z. Chen, [et al] // AIP Advances. American Institute of Physics. – 2019. – Vol. 9. – № 1. – P. 015113.
69. Anis M. Introduction of an effective waveguide width in transmission/reflection methods for dielectric measurements / M. Anis, A. Jostingmeier, A. Omar // 2007 IEEE Antennas and Propagation Society International Symposium. – 2007. – P.281-284.
70. Theoretical and experimental analysis of the dielectric properties of powders / K. Goossens, L.V. Biesen, A. Boven, P. Castelain // 1992., Sixth International Conference on Dielectric Materials, Measurements and Applications. – 1992. – P. 73–76.
71. Narang S. Low loss dielectric ceramics for microwave applications: A review / S. Narang, S. Bahel // Journal of Ceramic Processing Research. – 2010. – Vol. 11. – P. 316–321.
72. Partially-open SIW resonator for microwave characterization of particulate dielectrics: Effect of interaction with gases / N. Sama, M. Ndoye, D. Deslandes, F. Domingue // 2016 IEEE International Workshop on Electromagnetics: Applications and Student Innovation Competition (iWEM) . – 2016. – P. 1–3.
73. Sharma A. Microwave Complex Permeability and Permittivity Measurements of Commercially Available Nano-Ferrites / A. Sharma, M.N. Afsar // IEEE Transactions on Magnetics. – 2011. – Vol. 47. – № 2. – P. 308–312.
74. Tong L. Determining the complex permittivity of powder materials from 1-40GHz using transmission-line technique / L. Tong, H. Zha, Y. Tian // 2013 IEEE International Geoscience and Remote Sensing Symposium - IGARSS. – 2013. –

75. El gholb Y.E. System for the dielectric evaluation of powders and liquids / Y.E. El gholb, Y. Liu, P. O'Leary // The 8th European Conference on Antennas and Propagation (EuCAP 2014). – 2014. – P.1098–1102.

76. New method for dielectric properties characterization of powder materials: Application to silicon carbide / Q. Lu, L. Dubois, E. Paleczny, J. F. Legier [et al] // The 40th European Microwave Conference. – 2010. – P.1595–1598.

77. Sheen J. Microwave measurements of dielectric constants of ceramic materials by powder mixture equations / J. Sheen, Y.L. Wang // 2015 IEEE International Instrumentation and Measurement Technology Conference (I2MTC) Proceedings. – 2015. – P.1425–1429.

78. Brosseau C. Effective permittivity of nanocomposite powder compacts / C. Brosseau, P. Talbot // IEEE Trans. Dielect. Electr. Insul. – 2004. – Vol. 11. – № 5. – P. 819–832.

79. Nelson S.O. Measurement and calculation of powdered mixture permittivities / S.O. Nelson // IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement. – 2001. – Vol. 50. – № 5. – P. 1066–1070.

80. Malkin A. Measurement of Electrodynamic Parameters of Powder Materials / A. Malkin, A. Korotkov, S. Knyazev // 2019 Ural Symposium on Biomedical Engineering, Radioelectronics and Information Technology (USBREIT). – 2019. – P.409–411.

81. Электрофизические свойства керамики БТ-30 / Н.А. Дрокин, В.С. Кийко, А.В. Павлов, А.И. Малкин // Новые огнеупоры. – 2020. – № 6. – С. 56–63.

82. Estimation of Uncertainty of Permittivity Measurement with Transmission Line Method in the Wide Frequency Range / A. Malkin, V. Chechetkin, A. Korotkov, N. Knyazev // 2021 29th Telecommunications Forum (TELFOR). – 2021. – P. 1-3.

83. Беляев Р.А. Окись бериллия / Р.А. Беляев // М.: Атомиздат. –1980. – С.221.

84. Кийко В.С. Композиционная (BeO + TiO<sub>2</sub>)-керамика для электронной и других областей техники / В.С. Кийко, А.В. Павлов // Новые огнеупоры. – 2018. – № 12. – С. 64–70.

85. Кийко В.С. Керамика на основе оксида бериллия: получение, физико-химические свойства и применение / В.С. Кийко, Ю.Н. Макурин, А.Л. Ивановский // Российская акад. наук, Уральское отд-ние, Ин-т химии твердого тела. – 2006. – С.439.
86. Вайспапир В.Я. Бериллиевая Керамика Для Современных Областей Техники / В.Я. Вайспапир, В.С. Кийко // Вестник Воздушно-Космической Обороны. – 2018. – № 1 (17).
87. Кийко В. С. Влияние добавок диоксида титана на физико-химические и люминесцентные свойства бериллиевой керамики / В. С. Кийко // Неорганические материалы. – 1994. – Т. 30. – № 5. – С. 688–693.
88. Кийко В.С. Получение и теплофизические свойства BeO-керамики с добавками нанокристаллического диоксида титана / В.С. Кийко, А.В. Павлов, В.А. Быков // Новые огнеупоры. – 2018. – № 11. – С. 57–63.
89. Кийко, В. С. Теплопроводность и перспективы применения BeO-керамики в электронной технике / В. С. Кийко, В. Я. Вайспапир // Стекло и керамика. – 2014. – № 11. – С. 12-16.
90. Кийко В.С. Прозрачная бериллиевая керамика для лазерной техники и дозиметрии ионизирующего излучения / В.С. Кийко // Новые огнеупоры. – 2004. – №5. – С. 40–48.
91. Электронная структура и свойства оксида бериллия / А. Л. Ивановский, И. Р. Шеин, Ю. Н. Макурин [и др.] // Неорганические материалы. – 2009. – Т. 45, № 3. – С. 263-275.
92. New BeO Ceramics for TL ESR Dosimetry / V. S. Kortov, I. I. Milman, A. I. Slesarev, V.S. Kijko // Radiation Protection Dosimetry. – 1993. – Vol. 47. – P.267-270.
93. Design and RF measurements of a 5 GHz 500 kW window for the ITER LHCD system / J. Hillairet, J. B. Kim, N. Faure, J. Achard [et al] // Fusion Engineering and Design. Sorrento. – 2014. – Vol. 94. – P. 22-30.
94. Yunying T. Design of 3.7GHz BeO Ceramic Window / T. Yunying, L. Fukun, W. Xiaojie // Engineering, Physics, Materials Science. – 2015.

95. Dielectric window for reactor like ICRF vacuum transmission line / L. Heikinheimo, J.A. Heikkinen, J. Linden, A.S. Kaye // *Fusion Engineering and Design*. – 2001. – Vol. 55. – P.419-436.
96. Accurate Measurements of the Dielectric Properties of TWT BeO Support Rods / Y. Goren, A. Schram, D. Gagne, C. Jensen // *2007 IEEE International Vacuum Electronics Conference*. – 2007. – P.1-2.
97. Microwave Processing of Dielectrics for High Power Microwave Applications / I. K. Lloyd, Y. C. Carmel, O.C. Jr. Wilson, G. Xu // *Ceramic Transactions Series*. – 2009.
98. Breslin A. Health protection in beryllium facilities; summary of ten years of experience / A. Breslin, W. Harris // *A.M.A. archives of industrial health*. – 1959. – Vol. 19-6. – P.596-648.
99. Choi J. Measurements of Dielectric Properties at Ka-Band Using a Fabry-Perot Hemispherical Open Resonator / J. Choi, W. Seo // *International Journal of Infrared and Millimeter Waves*. – 2001. – Vol. 22. – P.1837-1851.
100. Микроструктура и электропроводность композиционной (BeO + TiO<sub>2</sub>)-керамики / В. С. Кийко, М. А. Горбунова, Ю. Н. Макурин [и др.] // *Новые огнеупоры*. – 2007. – № 11. – С. 68-75.
101. Объемные поглотители для мощных ЛБВ / В. Н. Батыгин, Н. Д. Ефимова [и др.] // *Электр. техника. Сер. 1. Электроника СВЧ*. – 1970. – № 11. – С. 95–102.
102. Михайлов, С. Г. О некоторых свойствах титаномагниевого и титано-бериллиевых оксидных поглотителей СВЧ-колебаний и электронной бомбардировки на их состав / С. Г. Михайлов // *Украинский физический журнал*. – 1967. – Т. 12. – № 9. – С. 1415-1416.
103. Свойства оксидной бериллиевой керамики / Г.П. Акишин, С.К. Турнаев, В.Я. Вайспапир [и др.] // *Новые огнеупоры*. – 2010. – № 10. – С. 42–47.
104. Dielectric Study in the Microwave Range for Ceramic Composites Based on Sr<sub>2</sub>CoNbO<sub>6</sub> and TiO<sub>2</sub> Mixtures / J. E. V. Morais, R. G. M. Oliveira, A. Castro, J. C. Sales [et al] // *J. Electron. Mater.* – 2017. – Vol. 46. – № 8. – P. 5193–5200.

105. The Effects of TiO<sub>2</sub> Addition on the Dielectric and Microwave Properties in the Ceramic Matrix BiVO<sub>4</sub> / R. G. M. Oliveira, J. E. V. Morais, D. B. Freitas, G. Batista [et al] // 2018 International Conference on Intelligent Circuits and Systems (ICICS). – 2018. – P.461-464.

106. Dielectric Properties and Characterisation of Titanium Dioxide Obtained by Different Chemistry Methods / A. Wypych, I. Bobowska, M. Tracz, A. Opasiński // Journal of Nanomaterials. – 2014. – Vol. 2014. – P.1-9.

107. Mardare D. Comparison of the dielectric properties for doped and undoped TiO<sub>2</sub> thin films / D. Mardare, G.I. Rusu // Journal of Optoelectronics and Advanced Materials. – 2004. – Vol. 6. – № 1. – P.333-336.

108. Ляпин Л. В. Низкотемпературная керамика в технологии изготовления многослойных керамических плат LTCC / Л. В. Ляпин, А. В. Осипов, А. Г. Далингер // Электронная техника. Серия 1: СВЧ-техника. – 2017. – № 4(535). – С. 28-43.

109. Михайловская З. А. Синтез, особенности строения и свойства представителей системы SrMoO<sub>4</sub>-Bi<sub>2</sub>Mo<sub>3</sub>O<sub>12</sub> со структурой шеелита / З. А. Михайловская, Д. А. Замятин, С. А. Петрова // Минералы: строение, свойства, методы исследования. – 2020. – № 11. – С. 190-192.

110. Correlation between vibrational modes and dielectric properties in (Ca<sub>1-3x</sub>Bi<sub>2x</sub>Ф<sub>x</sub>)MoO<sub>4</sub> ceramics / J. Guo, C. A. Randall, D. Zhou, G. Zhang // Journal of The European Ceramic Society. – 2015. – Vol. 35. – P.4459-4464.

111. Guo J. e Synthesis, structure, and characterization of new low-firing microwave dielectric ceramics: (Ca<sub>1-3x</sub>Bi<sub>2x</sub>Ф<sub>x</sub>)MoO<sub>4</sub> / J. Guo, C. A. Randall, D. Zhou, G. Zhang // Journal of Materials Chemistry C. – 2014. – Vol. 2. – № 35. – P.7364–7372.

112. Sleight A. New Nonstoichiometric Molybdate, Tungstate, and Vanadate Catalysts with the Scheelite-Type Structure / A. Sleight, K. Aykan, D.B. Rogers // Journal of Solid State Chemistry. – 1974. – Vol. 11. – P.348.

113. Синтез и свойства висмутсодержащих соединений со структурой шеелита на основе CaMoO<sub>4</sub> и SrMoO<sub>4</sub> / А. А. Никитина, З. А. Михайловская, Н.

С. Князев, А. И. Малкин, А. Н. Коротков // Физика. Технологии. Инновации : сборник статей VII Международной молодежной научной конференции (Екатеринбург, 18–22 мая 2020 г.). – 2020. – С. 213-224.

114. Broadband Electromagnetic Absorbers Using Carbon Nanostructure-Based Composites / D. Micheli, R. Pastore, C. Apollo, M. Marchetti [et al] // IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques. – 2011. – Vol. 59. – P.2633-2646.

115. Carbon nanotube composites for broadband microwave absorbing materials / A. Saib, L. Bednarz, R. Daussin, C. Bailly [et al] // IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques. – 2006. – Vol. 54. – P.2745-2754.

116. EMC Impact of Advanced Carbon Fiber/Carbon Nanotube Reinforced Composites for Next-Generation Aerospace Applications / I.M. Rosa, F. Sarasini, M.S. Sarto, A. Tamburrano [et al] // IEEE Transactions on Electromagnetic Compatibility. – 2008. – Vol. 50. – P.556-563.

117. Neo C.P. Optimization of carbon fiber composite for microwave absorber / C.P. Neo, V.K. Varadan // IEEE Transactions on Electromagnetic Compatibility. – 2004. – Vol. 46. – № 1. – P. 102–106.

118. Carbon fiber enhanced mechanical and electromagnetic absorption properties of magnetic graphene-based film / X. Wang, H. Jiang, K. Yang, A. Ju [et al] // Thin Solid Films. – 2019. – Vol. 674. – P. 97–102.

119. Huang Y. Sandwich-structured graphene@Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@carbon nanocomposites with enhanced electromagnetic absorption properties / Y. Huang, L. Wang, X. Sun // Materials Letters. – 2015. – Vol. 144. – P. 26–29.

120. Solvothermal synthesis of nitrogen-doped graphene decorated by superparamagnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles and their applications as enhanced synergistic microwave absorbers / Z Li, X Li, Y Zong, G Tan [et al] // Carbon. – 2017. – Vol. 115. – P. 493–502.

121. Belaabed B. X-Band Microwave Absorbing Properties of Epoxy Resin Composites Containing Magnetized PANI-Coated Magnetite / B. Belaabed, S. Lamouri, J.L. Wojkiewicz // IEEE Transactions on Magnetics. – 2018. – Vol. 54. – № 1. – P. 1–8.

122. Mandal D. Magnetite Nano Hollow Spheres: Efficient and Tunable Electro-Magnetic wave Absorber / D. Mandal, K. Mandal // 2019 IEEE MTT-S International Microwave and RF Conference (IMARC). – 2019. – P. 1-5.

123. Демиденко Е. В. 3D печать антенно-фидерных устройств с использованием полимерных материалов / Е. В. Демиденко, С. В. Кузьмин, Д. И. Кирик // Электроника и микроэлектроника СВЧ. – 2018. – Т. 1. – С. 491-495.

124. Application of Low-Temperature Solvolysis for Processing of Reinforced Carbon Plastics / E. A. Lebedeva, S. A. Astafeva, T.S. Istomina, D. K. Trukhinov, [et al] // Russian Journal of Applied Chemistry. – 2020. – Vol. 93. – № 6. – P. 845–853.

125. Modification of carbon fiber by magnetite particles / E. V. Kornilitsina, E. A. Lebedeva, S. A. Astafeva, D. K. Trukhinov // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, Krasnoyarsk, 20–21 ноября 2020 года / Krasnoyarsk Science and Technology City Hall.. Vol. 1047. – Krasnoyarsk, Russian Federation: IOP Publishing Ltd, 2021. – P. 12051.

126. Kornilitsina E.V. et al. Enhanced electrodynamic properties acrylonitrile butadiene styrene composites containing short-chopped recycled carbon fibers and magnetite / E. V. Kornilitsina, E. A. Lebedeva, S. A. Astafeva, D. K. Trukhinov, [et al] // Diamond and Related Materials. – 2023. – Vol. 135. – P. 109814.

127. Magnetic Nanoparticles. – Weinheim : Wiley - VCH Verlag GmbH & CO. KGaA, 2009. – 466 p. – ISBN 978-3-527-40790-3.

128. Sinan N. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/carbon nanocomposite: Investigation of capacitive & magnetic properties for supercapacitor applications / N. Sinan, E. Unur // Materials Chemistry and Physics. – 2016. – Vol. 183. – P. 571–579.

129. Peng M. Clarification of basic concepts for electromagnetic interference shielding effectiveness / M. Peng, F. Qin // Journal of Applied Physics. – 2021. – Vol. 130. – P. 225108.

130. McDowell A. Decomposition of Shielding Effectiveness into Absorption and Reflection Components / A. McDowell, T. Hubing // Tech. Rep., Clemson University. – 2014.

