

УДК 537.86, 537.9

Микроволновые характеристики композиционного магнитного материала на основе гексаферрита Z - типа

О. А. Доценко, К. О. Фролов

Национальный исследовательский Томский государственный университет (НИ ТГУ), Томск

Статья поступила в редакцию 23 декабря 2016 г.

Аннотация. Представлен композиционный материал на основе гексагонального феррита Z-типа, разработанный НИ ТГУ. Описываются способ изготовления и методика измерения коэффициента отражения плоских образцов материала при нормальном падении электромагнитной волны. Приводятся частотные зависимости магнитной проницаемости, и ее изменение при наличии внешних магнитных полей во время полимеризации композиционного материала. Показано, что начальная магнитная проницаемость увеличивается на 13 % по сравнению с материалом, не обработанным магнитным полем. Двухслойное поглощающее покрытие, состоящее из текстурированного и нетекстурированного слоев, имеет улучшенные поглощающие характеристики и широкий диапазон рабочих частот.

Ключевые слова: радиопоглощающее покрытие, коэффициент отражения, комплексная магнитная проницаемость.

Abstract. There is a growing claim for radar absorbing materials in both commercial and military purposes. The dielectric and magnetic characteristics of Z-type ferrites are the best among other radio absorbing materials at microwave frequencies. They are examples of the absorbing materials. Ceramic ferrite materials are very stable to mechanically manipulation. It is a reason to use of composite materials with ferrite powders as fillers. The magnetic permeability of mixture is less then solid ferrite. In these conditions the magnetic phase is diluted. However, there is a possibility to improve magnetic properties of composite. Frequency dependence of magnetic

permeability and effect of external permanent magnetic field on characteristics of composite mixture before polymerization are discussed.

It is shown that the initial permeability of texture sample is 13 % more than raw material. A two-layer radar absorbing structure which consists of textured and nontextured layers has both superior absorbing characteristics and wide bandwidth of frequencies.

Key words: composite material, radar absorbing material, reflection coefficient, complex magnetic permeability.

1. Введение

Радиопоглощающие материалы (РПМ) и радиопоглощающие покрытия (РПП) находят широкое применение при решении задач электромагнитной совместимости узлов и деталей радиоаппаратуры. В качестве РПМ применяют как диэлектрические, так и магнитные материалы, которые, в свою очередь, наиболее эффективно работают в качестве покрытий металлических поверхностей. РПП, при разработке которых используются магнитные материалы, позволяют, как правило, достичь большой широкополосности при малой толщине покрытия, а также уменьшить вклады в обратное рассеяние, связанные с краевыми эффектами и поверхностными волнами.

Ферриты с гексагональной структурой широко используются в микроволновом диапазоне электромагнитного излучения [1-3]. При исследовании электромагнитных свойств данных магнитодиэлектрических материалов необходимо учитывать, что на высоких частотах внутри материалов появляются вихревые токи. Но на частотах до 20 ГГц вихревыми токами вполне можно пренебречь из-за того, что ферриты с гексагональной структурой имеют большое удельное электрическое сопротивление, которое уменьшает их почти до нуля [4]. Значения магнитной проницаемости необходимо знать во всем исследуемом диапазоне частот для того, чтобы правильно выбрать материал для изготовления конкретного РПП. В данной работе мы не будем

рассматривать эффекты объемного резонанса, влияния температуры на дисперсию электромагнитных характеристик и многое другое. Нас будет интересовать вклад размагничивающих факторов и степени текстуры магнитных материалов на спектры магнитной проницаемости исследуемых ферритовых материалов. Под спектрами магнитной проницаемости ферритов подразумеваются зависимости действительной $\mu'(f)$ и мнимой $\mu''(f)$ частей магнитной проницаемости.

Знание хотя бы одной из величин $\mu'(f)$ или $\mu''(f)$ в исследуемом диапазоне частот, ведет к возможности определения другой при помощи соотношений Крамерса – Кронига. Для получения экспериментальных данных (коэффициентов отражения) был использован коаксиальный метод измерения в диапазоне частот 0.01 – 20.0 ГГц с использованием векторного анализатора Agilent Technologies N5247A.

2. Влияние структуры магнитного материала на магнитную проницаемость

В поликристаллических образцах гексаферритов образуются размагничивающие поля благодаря пористости композиционной структуры материала [4]. Их величина оценивается с помощью размагничивающего фактора N (вычисляется как тангенс угла между кривой идеального намагничивания и осью намагниченности). В случае материалов с высокой магнитной проницаемостью размагничивание пористых областей не играет существенной роли. Если считать, что зерна или другие структуры имеют форму эллипсоида с магнитной восприимчивостью χ , тогда вводится эффективный размагничивающий фактор:

$$N_{\text{эфф}} = \frac{N}{1+(4\pi-N)\chi}$$

В композиционных материалах область, где магнитные спектры практически постоянны, что очень важно для практического применения, значительно больше, чем у ферритовой керамики. При этом у композитов

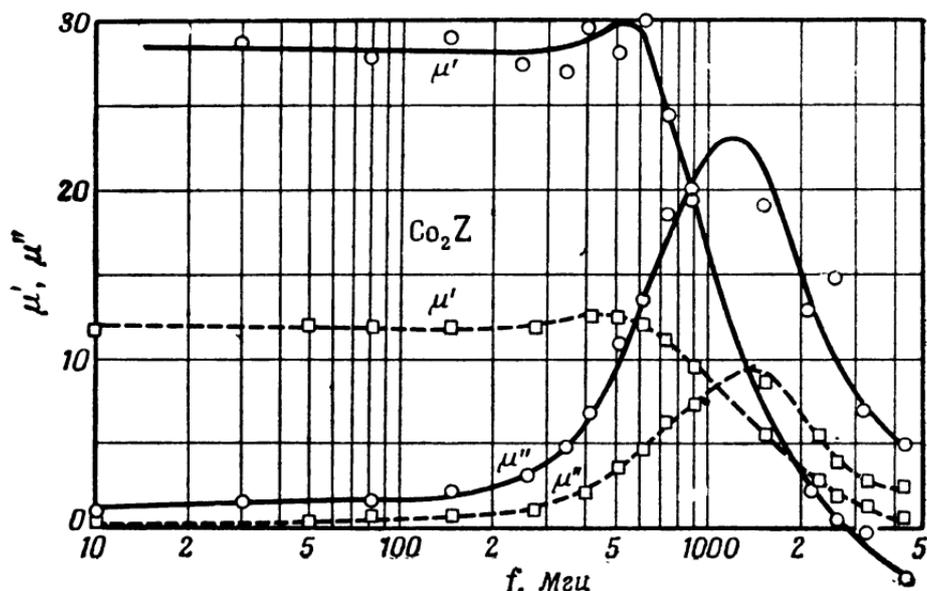
значения комплексной магнитной проницаемости в 10 – 20 раз меньше. Это объясняется тем, что, в отличие от спеченных плотных образцов ферритовой керамики, у которых намагничивание обусловлено смещением границ доменов и вращением вектора намагничивания доменов, у полимерной системы с ферромагнитным наполнителем намагничивание в основном обусловлено вращением вектора намагниченности в многодоменной структуре. Магнитное поле размагничивающих структур (эллипсоидов) является постоянной величиной и пропорционально постоянному однородному полю намагниченности феррита. Для такого композиционного материала справедливо выражение

$$H = H_0 - NM_0$$

где H_0 – внешнее постоянное магнитное поле; M_0 – вектор плотности намагниченности.

С увеличением размагничивающего фактора (наличие полимерной основы) процесс вращения вектора намагниченности затрудняется, что вызывает снижение значения комплексной магнитной проницаемости, увеличение рабочих частот (в отличие от сплошных ферритов) и расширение диапазона частот, где она остается постоянной.

Ещё одним способом влияния на спектральные зависимости композиционного материала с магнитной активной фазой является создание в них магнитной текстуры [4] – создание преимущественной ориентации осей легкого намагничивания кристаллов относительно одного выделенного направления или плоскости. Приложение внешнего постоянного магнитного поля к образцу позволяет уменьшить количество спонтанно намагниченных доменов – вейссовских доменов. Это позволяет намагнитить образец, тем самым повысить его магнитные характеристики. Как было показано авторами в работе [4], приложение внешнего магнитного поля, в момент прессования ферритовой керамической заготовки, позволило увеличить действительную часть магнитной проницаемости образца с 11 отн.ед. до 27 отн.ед. (Рис. 1).

Рис. 1 Магнитные спектры двух образцов Co_2Z [4]

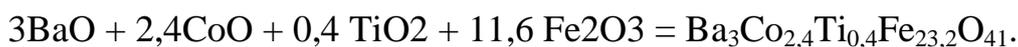
Пунктир – изотропный образец; сплошные линии – текстурированный образец.

Чтобы «устранить» доменные структуры в материале в большинстве случаев достаточно приложить поля от 1 до 100 эрстед. Но такая величина поля в практических целях используется только при создании композиционных материалов на основе поликристаллических магнитных наполнителей. Для создания ферритовой керамики обычно прикладывают внешнее постоянное (переменное) магнитное поле от тысяч эрстед до десятков тысяч эрстед.

В попытке объединить плюсы композиционных полимерных материалов, увеличения полосы рабочих частот, и воспользовавшись технологией текстурирования магнитных материалов, как это было описано ранее, для улучшения электромагнитных характеристик материала были проведены экспериментальные исследования, включающие создание экспериментальных образцов и измерение их электромагнитных характеристик.

3. Технологический процесс изготовления экспериментальных образцов

В качестве магнитной фазы для изготовления экспериментальных образцов был выбран нанокристаллический порошок гексагонального феррита $\text{Ba}_3\text{Co}_{2,4}\text{Ti}_{0,4}\text{Fe}_{23,2}\text{O}_{41}$ с плоскостью легкого намагничивания, приготовленный по стандартной керамической технологии. В качестве исходных компонентов для производства ферритовой керамики брали порошки оксида бария BaO , оксида кобальта (II) CoO , оксида титана TiO_2 и оксид железа (III) Fe_2O_3 . Для удаления влаги порошки были высушены в течение 3 часов при температуре $200\text{ }^\circ\text{C}$. После этого порошки взвешивались согласно стехиометрическому отношению.



Используемые для дальнейшего синтеза порошки были размолоты в течение 4 часов в вибрационной шаровой мельнице. Отношение массы шаров к массе порошка равно 5:1. После размолы порошки спрессовывались при давлении 1000 атм. Полученные твердые заготовки нагревались в течение 10–15 минут до температуры синтеза ($1150\text{ }^\circ\text{C}$), выдерживались в течение 4 часов при данной температуре, а затем охлаждались до комнатной температуры. После этого образцы размельчались и повторно помещались на 35 минут в вибрационную мельницу. После повторного прессования при давлении 1000 атм. полученные твердые заготовки окончательно отжигались в течение 6 часов при $1200\text{ }^\circ\text{C}$. Полученные твердые образцы снова размельчались и просеивались через аналитические сита. Для изготовления образцов была взята фракция с размерами порошков менее 80 мкм.

В качестве связующей матрицы был выбран эпоксидный клей марки ЭДП 20. Двухкомпонентная смола имеет высокий уровень адгезии и высокие механические характеристики. Технологическая простота использования данной смолы позволяет: а) создавать смеси с высокой однородностью; б) управлять временем полимеризации композиционного материала; в) не применять высокотехнологические способы сушки композиционных материалов.

Исходные материалы (наполнитель и связующее) взвешивались в требуемых массовых пропорциях на весах Shimadzu AUX – 320 (погрешность $\pm 0,5$ мг), помещались в емкость и тщательно перемешивались в течение 15 минут до однородного состояния. Полученная смесь, 65 % гексагонального феррита и 35 % эпоксидной смолы с отвердителем, наливалась в две идентичные формы. Одна форма оставлялась для полимеризации при нормальных условиях, а вторая – помещалась в установку для текстурования магнитных полимерных материалов [5]. Концептуальная форма установки для текстурования продемонстрирована на рисунке 2. Цифрами обозначены: 1 – постоянный магнит, 2 – магнитопровод, 3 – форма для изготовления образца, 4 – ультразвуковая пластина, 5 – вращающаяся немагнитная подставка.

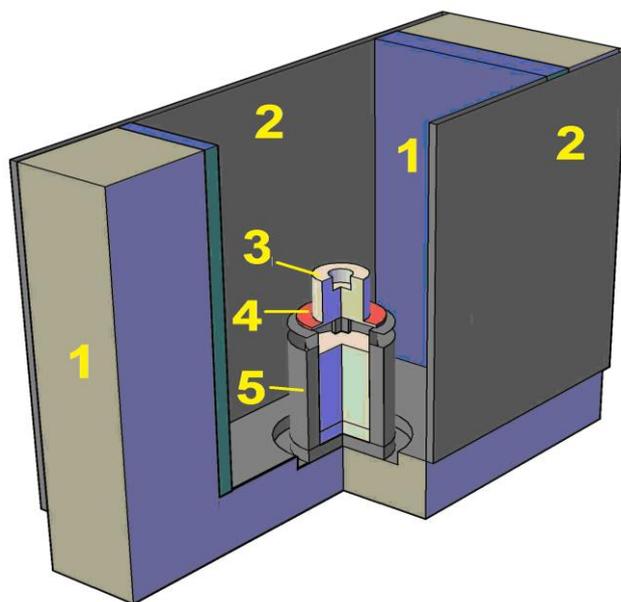


Рис. 2 Установка для текстурования магнитных материалов

Установка для получения текстурованного магнитного полимерного материала состоит из следующих блоков:

- 1) блок питания (БП);
- 2) два постоянных Nd-Fe-B магнита, которые создают постоянное магнитное поле;

3) ультразвуковая пластина;

4) два магнитопровода;

5) вращающаяся немагнитная подставка, соединенная с электромотором, предназначенным для вращения образца;

б) формы для изготовления коаксиальных образцов стандартов 7/3 и 16/6, в которую помещается смесь полимера и магнитного материала.

Величина постоянного магнитного поля в центре рабочей области между магнитами составляет 1 кЭ, и изменяется с расстоянием между ними. Ультразвуковая пластина, находящаяся под формой для образцов, позволяет, при необходимости, воздействовать на композиционную смесь в процессе её полимеризации. В ходе кратковременного воздействия это позволяет создавать более однородные по объему структуры образцов.

Рабочее напряжение электромотора до 5 В. В качестве блока питания использовался DC Power supply HY3005D-3 с возможностью плавной подстройки напряжения, для передачи необходимого крутящего момента. Длительность нахождения образцов в магнитном поле составляла, в зависимости от состава полимерной матрицы, 2 – 5 часов при комнатной температуре. Готовые экспериментальные образцы представляли собой шайбы, толщина которых составляла 1,35 мм, внешний диаметр 7 мм и внутренний диаметр 3,04 мм.

4. Результаты и обсуждение

В ходе эксперимента измерялись коэффициенты отражения от экспериментальных образцов, находящихся на металлическом основании. Полученные результаты использовались для дальнейшего математического пересчета данных в мнимую часть магнитной проницаемости $\mu''(f)$.

Сопоставление между мнимой частью магнитной проницаемости $\mu''(f)$, полученной в результате измерений коаксиальным методом, и теоретическим значением действительной части магнитной проницаемости $\mu'(f)$ целесообразно проводить с помощью дисперсионных соотношений Крамерса – Кронига.

Данные соотношение действительны для функции отклика произвольных линейных систем. Для нахождения спектра $\mu'(f)$ по известному отношению к $\mu''(f)$ (или наоборот), чтобы упростить расчеты, применяется кусочно-линейная аппроксимация мнимой (реальной) компонент [6].

Отметим, что сглаживание реальных экспериментальных значений аналитическими линиями приводит к существенному искажению отражаемой информации, но позволяет с большой точностью проводить анализ относительно главного максимума спектра частотной зависимости.

При помощи соотношений Крамерса – Кронига из мнимой части магнитной проницаемости были получены теоретические значения действительной части магнитной проницаемости $\mu'(f)$. Данный метод расчета применялся для текстурированного и нетекстурированного образцов. Результаты приведены на рисунке 3.

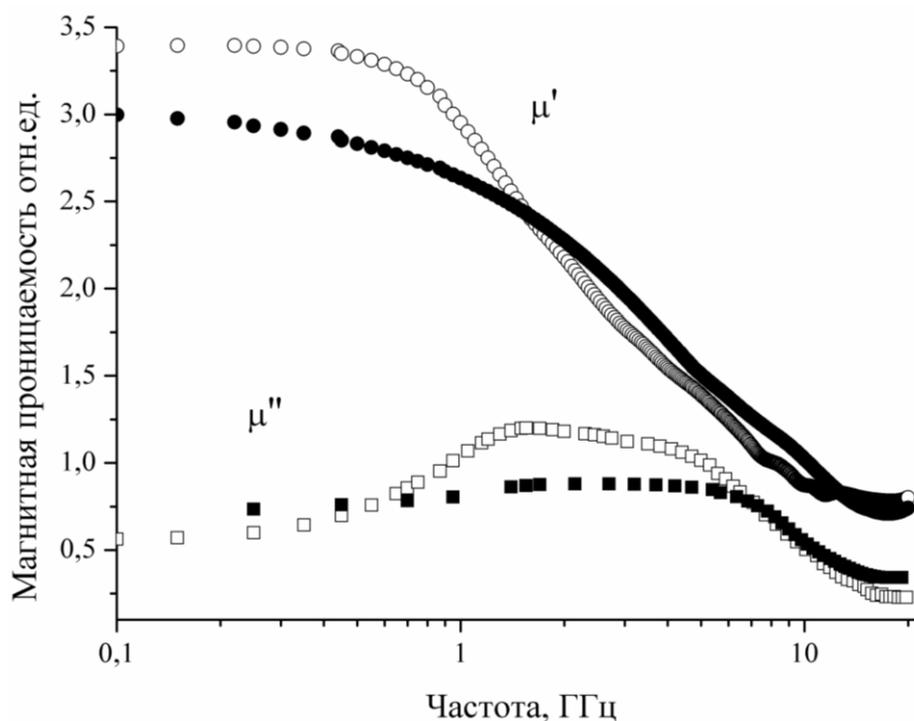


Рис. 3 Магнитные спектры Z – гексаферрита: пустые точки – текстурированный образец, закрашенные точки – исходный образец.

Полученный результат наглядно показывает увеличение значений действительной части начальной магнитной проницаемости на 0,5 отн.ед. и мнимой части на 0,3 отн.ед. Так же из результатов видно сужение полосы рабочих частот данного композиционного материала, что, в свою очередь, свидетельствует об уменьшении размагничивающего фактора внутри образца [4].

Результаты измерения коэффициента отражения от однослойных композиционных материалов и двухслойной структуры на основе этих материалов представлены на рисунках 4 и 5, соответственно.

Из рисунков видно, что воздействие внешнего постоянного магнитного поля на материал во время полимеризации (рис. 4) позволило уменьшить мощность отраженной электромагнитной волны в области центрального максимума 11 ГГц и побочного в области 18 ГГц. Но при этом в некоторых областях спектра исследуемого частотного диапазона наблюдается и ухудшение поглощающих характеристик экспериментального образца (сужение полосы рабочих частот).

Из полученных образцов был сконструирован двухслойный материал, электромагнитные характеристики которого также были измерены. (рис.5)

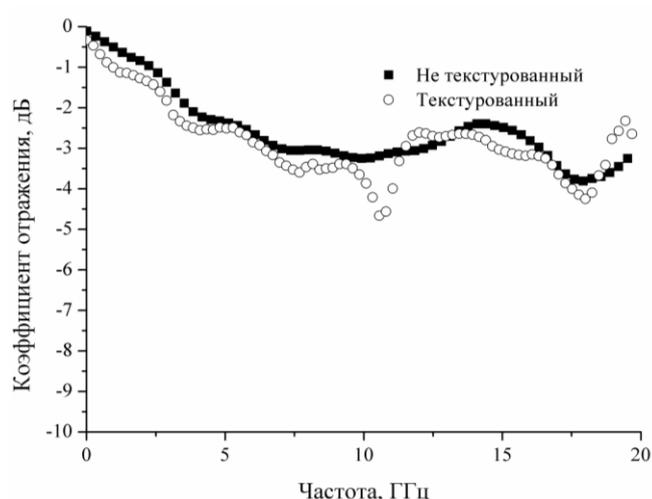


Рис.4 Коэффициент отражения от однослойных образцов

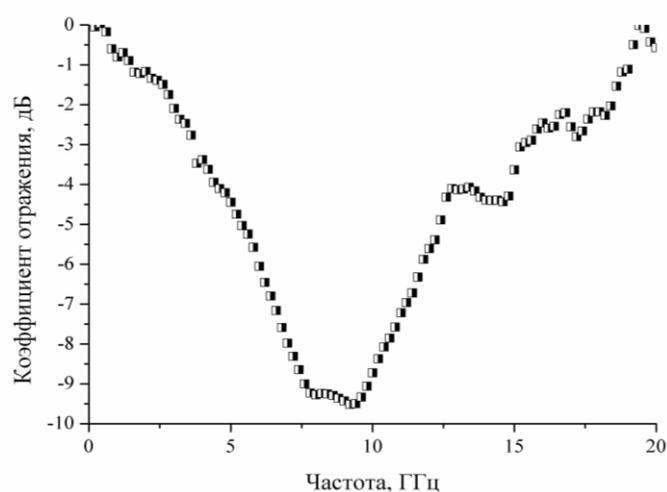


Рис. 5 Коэффициент отражения двухслойного образца

При измерении конструкция представляла собой следующую последовательность: первый слой, находящийся на металле – текстурированный материал; второй слой – не текстурированный. Создание из экспериментальных образцов двухслойной структуры (рис. 5) позволило в 3 раза повысить поглощающие характеристики РПП и расширить область рабочих частот. Но из-за увеличения толщины образца и внесенного вклада от слоя с текстурированным покрытием область резонансного поглощения (центральный максимум) сместилась с 11 ГГц до 8 ГГц. Так же видно, что побочный максимум сместился в область 15 ГГц, но по величине остался примерно на уровне -4 дБ.

5. Благодарности

Авторы благодарят доцента Коровина Е.Ю. (ТГУ) за помощь при проведении экспериментальных исследований и доцента Журавлёва В.А. (ТГУ) за предоставленную программу расчета и обсуждение полученных результатов.

Работа выполнена в рамках Программы повышения международной конкурентоспособности Национального исследовательского Томского государственного университета.

Литература

1. Винник Д.А., Захарчук И., Ляхдеранта Э. Получение монокристаллов $BaFe_{10,5}Mn_{1,5}O_{19}$ из раствора. // Вестник ЮУрГУ. Серия «Металлургия». 2016. Т. 16, № 2. с. 28–33.
2. Труханов А.В., Труханов С.В., Турченко В.А., Олейник В.В., Яковенко Е.С., Мацуй Л.Ю., Вовченко Л.Л., Лаунец В.Л., Казакевич И.С., Джабаров С.Г. Кристаллическая структура, магнитные и микроволновые свойства твердых растворов $BaFe_{12-x}Ga_xO_{19}$ ($0.1 \leq x \leq 1.2$) // Физика твердого тела, 2016, Т. 58, Вып. 9. с. 1733–1738.
3. Сусяев В.И., Доценко О.А., Бабинович А.Н., Кротов С.И., Леухина А.Е. Микроволновые характеристики композиционных материалов на основе

нанопорошков гексаферритов // Доклады ТУСУРа, 2010, № 2 (22), Ч. 1. с. 73–75.

4. Смит Я., Вейн Х. Ферриты / под ред. Ю.П. Ирхина, И.Е. Старцевой – М.: Издательство иностранной литературы, 1962.
5. Wagner D.V., Dotsenko, O.A. Electromagnetic properties of Z-hexaferrites composites with magnetic texture // International Conference of Young Specialists on Micro/Nanotechnologies and Electron Devices, EDM. 2014. 6882494, pp. 132–135.
6. Журавлев В.А., Сусяев В.И. Анализ и корректировка спектров магнитной проницаемости гексаферрита $Ba_3Co_2Fe_{24}O_{41}$ с помощью соотношений Крамерса – Кронига // Известия ВУЗов. Физика. 2006. Т. 49. № 8. с. 45–50.

Ссылка на статью:

Микроволновые характеристики композиционного магнитного материала на основе гексаферрита Z – типа. О. А. Доценко, К. О. Фролов. Журнал радиоэлектроники [электронный журнал]. 2017. №1. Режим доступа: <http://jre.cplire.ru/jre/jan17/10/text.pdf>