

УДК 669.248

РАДИОПОГЛОЩАЮЩИЕ СВОЙСТВА НИКЕЛИРОВАННОГО ПОРОШКООБРАЗНОГО ПЕРЛИТА

*О.В. БОЙПРАВ; д-р техн. наук, проф. Т.В. БОРБОТЬКО; д-р техн. наук, проф. Л.М. ЛЫНЬКОВ
(Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, Минск)*

Представлены результаты исследования влияния химического осаждения никеля на поверхность порошкообразного перлита на значения его коэффициентов отражения и передачи электромагнитного излучения в диапазоне частот 8...12 ГГц. Показано, что наибольшее снижение величин указанных параметров для порошкообразного перлита обеспечивается в случае, когда его никелирование выполняется с помощью водных растворов, в которых в качестве восстановителя используется сульфат никеля. Предложено применять никелированный порошкообразный перлит для создания радиопоглощающих материалов и покрытий.

Ключевые слова: коэффициенты отражения и передачи, никелирование, перлит, химическое осаждение, электромагнитное излучение.

Введение. Ослабление энергии электромагнитного излучения (ЭМИ) может быть обеспечено путем экранирования его источников. Для этой цели используются конструкции электромагнитных экранов, радиопоглощающие свойства которых взаимосвязаны с величинами их коэффициентов отражения и передачи ЭМИ. Указанные параметры, в свою очередь, зависят от состава материалов, применяемых для формирования таких конструкций. Поэтому на практике получение требуемых значений коэффициентов отражения и передачи ЭМИ конструкций электромагнитных экранов достигается за счет модификации материалов путем введения в них компонентов, свойства которых (относительная диэлектрическая и магнитная проницаемость, проводимость, вязкость и т.п.) обуславливают потери энергии излучения, взаимодействующего с ними. В качестве таких компонентов могут использоваться жидкие среды или металлы, вводимые в виде кластеров в поры модифицируемого материала или закрепляемые на его поверхности [1; 2]. Металлизация материалов, в процессе которой на их поверхности или в объеме формируются металлические кластеры, влияет в меньшей степени на увеличение массы исходного материала. Кроме того, такой метод позволяет обеспечить стабильность коэффициентов отражения и передачи ЭМИ синтезируемого материала при условии соответствующего показателя адгезии вводимых металлических частиц. В работе [3] доказано, что названный показатель в наибольшей степени обеспечивается для частиц никеля по сравнению с частицами на основе других металлов или их сплавов. Процесс покрытия (обработки) поверхности материалов слоем на основе частиц никеля с размером 1...50 мкм называют никелированием. Оно может выполняться гальванотехническим или химическим способом. Суть первого способа заключается в выдерживании обрабатываемого материала в химической ванне, в которой находятся электролит и никелевые электроды. Основные недостатки способа – значительные временные и энергетические затраты, связанные с необходимостью поддержания постоянной разности потенциалов между электродами, а также неравномерность наносимого покрытия (кластеры никеля могут формироваться в порах материалов определенного размера). Указанные недостатки не характерны для второго способа, суть которого заключается в восстановлении (химического осаждения) из водных растворов никеля на поверхности обрабатываемого материала [3].

Цель работы заключалась в исследовании влияния химического осаждения никеля из водных растворов на поверхность порошкообразного перлита на значения его коэффициентов отражения и передачи ЭМИ.

Методики никелирования порошкообразного перлита. В качестве объекта никелирования был выбран промышленно выпускаемый порошкообразный перлит с размером фракций $0,5 \pm 0,2$ мм, что обусловлено высоким значением его пористости по сравнению с порошкообразным перлитом иных типов [4]. Никелирование порошкообразного перлита выполнялось поэтапно по двум методикам.

Методика № 1:

- 1) приготовление водного раствора на основе сульфата никеля (кристаллогидрат) (30 г/л) и хлористого аммония (30 г/л);
- 2) нагрев приготовленного водного раствора до температуры 85 °С. Контроль температуры раствора выполнялся с помощью термометра лабораторного химического (по ТУ 25-2021.003-88) [5];
- 3) введение в приготовленный водный раствор порошкообразного перлита (соотношение объемов 4 : 1 соответственно);
- 4) добавление в водный раствор восстановителя (гипофосфит натрия (10 г/л));
- 5) выдерживание порошкообразного перлита в приготовленном водном растворе;
- 6) извлечение порошкообразного перлита из водного раствора;
- 7) промывка дистиллированной водой порошкообразного перлита, извлеченного из водного раствора;

8) стабилизация кластеров никеля на поверхности порошкообразного перлита с использованием трет-бутилового спирта;

9) промывка дистиллированной водой порошкообразного перлита;

10) сушка порошкообразного перлита при стандартных условиях [3; 6].

Методика № 2:

1) приготовление водного раствора на основе хлорида никеля (кристаллогидрат) (30 г/л) и лимоннокислого натрия (10 г/л);

этапы 2 и 3 аналогичны соответствующим этапам методики № 1;

4) добавление в водный раствор восстановителя (гипофосфит натрия (10 г/л));

этапы 5–10 аналогичны соответствующим этапам методики № 1 [7].

При восстановлении никеля в щелочном растворе хлорида или сульфата никеля при наличии восстановителя (гипофосфита натрия) протекают следующие реакции:

- восстановление: $\text{Ni}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Ni}^0 \downarrow$;

- окисление: $\text{PO}_2^{3-} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{PO}_3^{3-} + 2\text{H}^+ + 2\text{e}^-$.

Общее уравнение реакции: $\text{Ni}^{2+} + \text{PO}_2^{3-} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ni}^0 \downarrow + \text{PO}_3^{3-} + 2\text{H}^+$ [8].

Оборудование и методика измерения коэффициентов отражения и передачи ЭМИ образцов.

Исследуемые образцы формировались путем заполнения порошкообразным перлитом емкостей, изготовленных из полимерного радиопрозрачного материала. Для изготовления образца № 1 использовался порошкообразный перлит; для образцов № 2 и 3 – порошкообразный перлит, никелированный согласно методике № 1 и № 2 соответственно.

Толщина образцов составляла $3 \pm 0,005$ мм, измерение которой выполнялось с помощью микрометра типа МК класса точности 1 (по ГОСТ 6507-90) [9].

Для проведения измерений значений коэффициентов отражения и передачи ЭМИ в диапазоне частот 8...12 ГГц исследуемых образцов использовалась измерительная система, включающая в себя:

- генератор качающейся частоты (ГКЧ) 61;

- волноводы;

- направленные ответвители падающих ($\text{НО}_{\text{пад}}$) и отраженных ($\text{НО}_{\text{отр}}$) электромагнитных волн (ЭМВ);

- индикатор Я2Р-67.

Генератор качающейся частоты является источником ЭМИ диапазона 8...12 ГГц.

Ответвители $\text{НО}_{\text{пад}}$ и $\text{НО}_{\text{отр}}$ предназначены для выделения падающих и отраженных ЭМВ соответственно, индикатор Я2Р-67 – для детектирования и отображения значений амплитуды таких волн.

Значение коэффициента отражения ЭМИ (S_{11}) исследуемых образцов определялось отношением амплитуды ЭМВ, отраженной от согласованной нагрузки и выделенной $\text{НО}_{\text{от}}$, и амплитуды падающей ЭМВ, выделенной $\text{НО}_{\text{пад}}$ [10]:

$$S_{11} = \frac{A_{\text{НО}_{\text{от}}}}{A_{\text{НО}_{\text{пад}}}}$$

где $A_{\text{НО}_{\text{от}}}$ – амплитуда ЭМВ, отраженной от согласованной нагрузки и выделенной $\text{НО}_{\text{от}}$; $A_{\text{НО}_{\text{пад}}}$ – амплитуда падающей ЭМВ, выделенной $\text{НО}_{\text{пад}}$.

При проведении измерений значений коэффициента отражения ЭМИ образцы располагались между фланцем волновода и согласованной нагрузкой.

Коэффициент передачи ЭМИ (S_{21}) исследуемых образцов определялся отношением амплитуды ЭМВ, прошедшей через образец и зарегистрированной индикатором Я2Р-67, и амплитуды ЭМВ, выделенной $\text{НО}_{\text{пад}}$ [10]:

$$S_{21} = \frac{A_{\text{прош}}}{A_{\text{НО}_{\text{пад}}}}$$

где $A_{\text{прош}}$ – амплитуда ЭМВ, прошедшей через исследуемый образец и зарегистрированной индикатором Я2Р-67; $A_{\text{НО}_{\text{пад}}}$ – амплитуда падающей ЭМВ, выделенной $\text{НО}_{\text{пад}}$.

При проведении измерений значений коэффициента передачи ЭМИ образец располагался между фланцами волноводов.

Результаты рентгенофазового анализа порошкообразного перлита. Рентгенодифракционные исследования порошкообразного перлита выполнялись на автоматизированном дифрактометре ДРОН-3 в монохроматизированном $\text{CuK}\alpha$ -излучении (длина волны $\lambda = 1,5417737$ Å) согласно методике, представлен-

ной в [11]. Идентификация максимумов полученных дифрактограмм реализовывалась с применением программного обеспечения «Crystal Impact MATCH! v. 1.11». Дифрактограммы порошкообразного перлита показаны на рисунках 1–3.

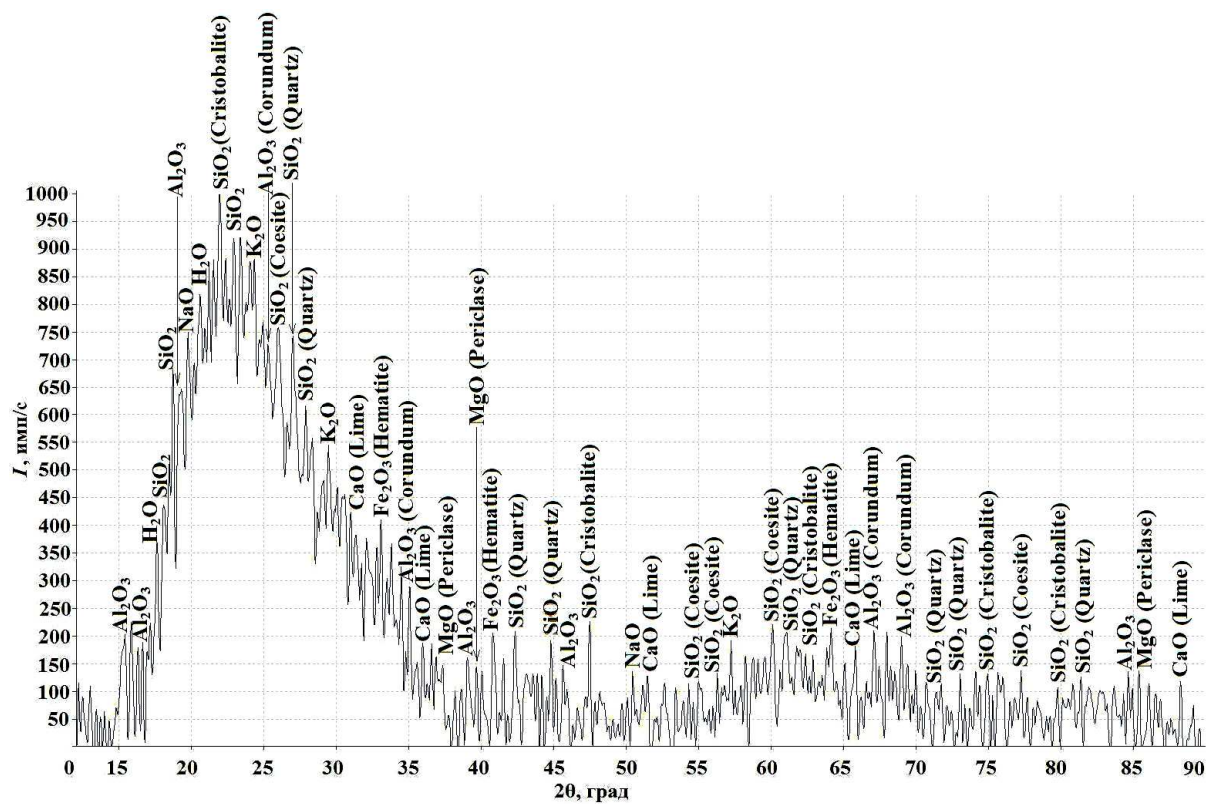


Рисунок 1 – Дифрактограмма порошкообразного перлита

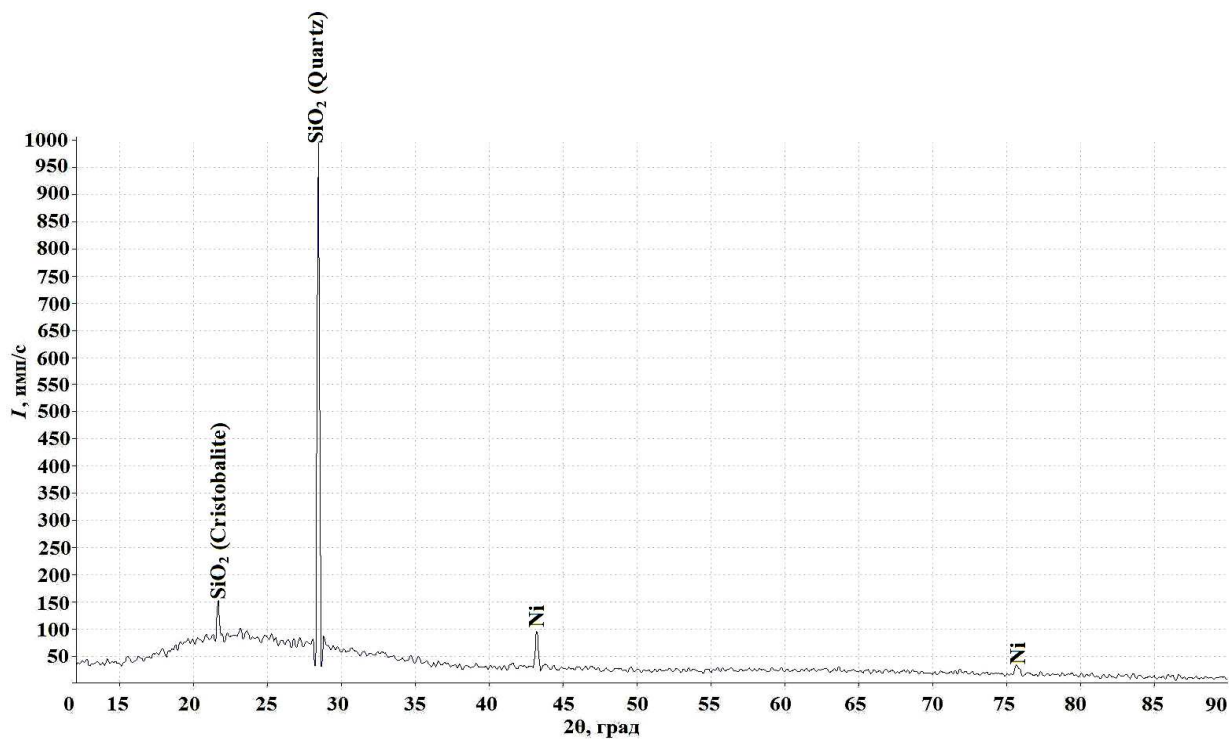


Рисунок 2 – Дифрактограмма порошкообразного перлита, никелированного по методике № 1

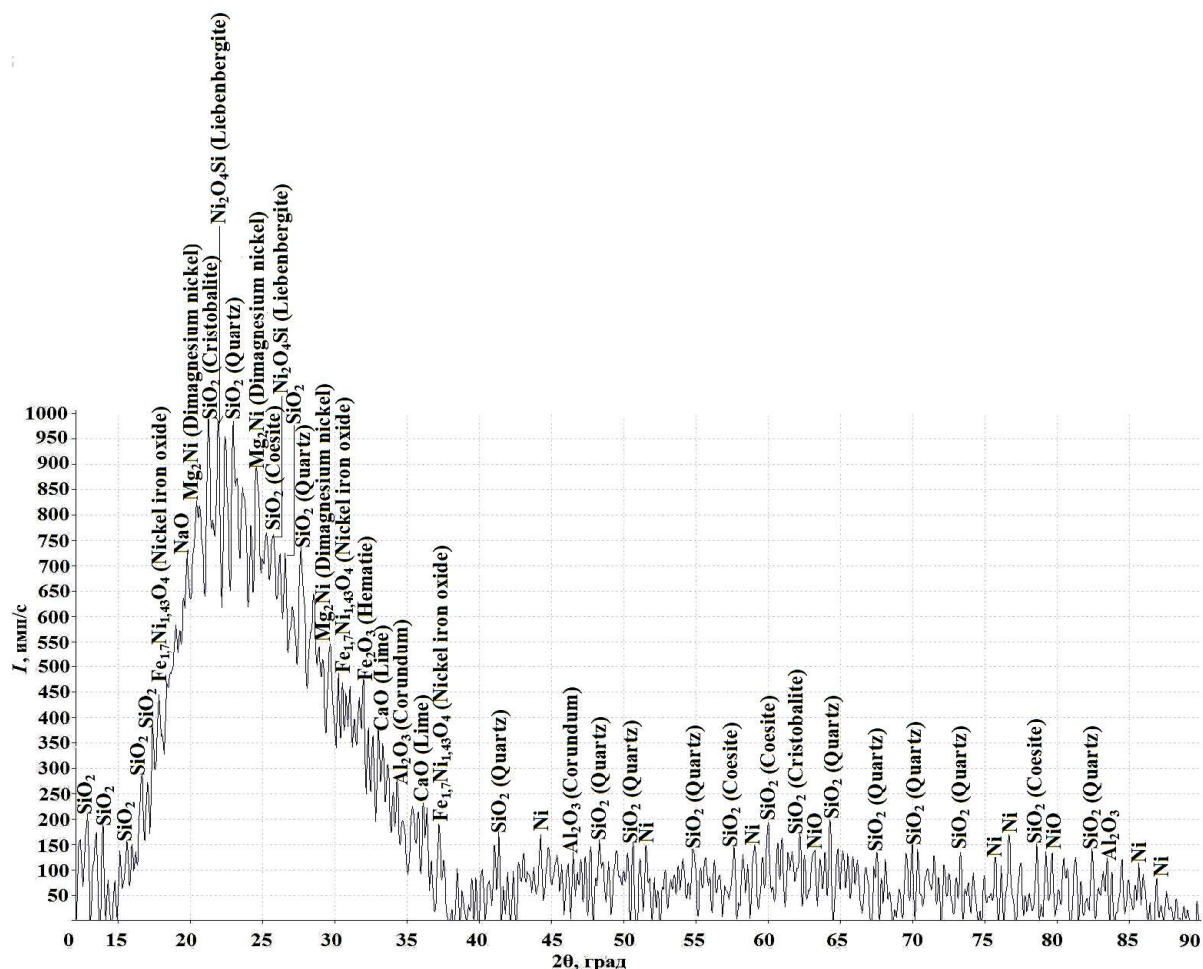


Рисунок 3 – Дифрактограмма порошкообразного перлита, никелированного по методике № 2

На основе результатов анализа дифрактограммы порошкообразного перлита установлено, что наибольшей интенсивностью (I) характеризуются дифракционные максимумы, соответствующие модификациям оксида кремния (SiO_2) – кристобалит, кварц, коэсит, а также оксида алюминия (Al_2O_3). Это позволяет сделать вывод о том, что указанные вещества являются основными компонентами порошкообразного перлита. Кроме того, в состав такого материала входят оксиды трехвалентного железа, калия, кальция, магния, а также связанная (дегидратированная) вода (Fe_2O_3 , K_2O , CaO , MgO и H_2O соответственно).

На дифрактограмме порошкообразного перлита, никелированного по методике № 1, идентифицированы дифракционные максимумы, соответствующие фазам никеля (Ni). Значения углов 2θ для них равны 44 и 76° . Наибольшей интенсивностью характеризуются дифракционные максимумы, соответствующие фазам оксида кремния (значения углов 2θ равны 23 и 27°). На дифрактограмме порошкообразного перлита, никелированного по методике № 2, наибольшей интенсивностью характеризуются максимумы, соответствующие фазам оксида кремния (значения углов 2θ составили 21 , 23 и 27°), силиката никеля ($2\theta = 22^\circ$), а также димагниевого никеля (Mg_2Ni) (значения углов 2θ равны 20 и 25°). Также идентифицированы фазы, соответствующие оксиду никеля и железа ($\text{Fe}_{1,7}\text{Ni}_{1,43}\text{O}_4$), а также силикат никеля (либенбергит, $\text{Ni}_2\text{O}_4\text{Si}$). Полученные результаты обуславливают тот факт, что в результате никелирования перлита в его порах формируются кластеры никеля либо соединения никеля с другими компонентами такого порошкообразного материала.

Результаты измерения коэффициентов отражения и передачи ЭМИ порошкообразного перлита. Частотные зависимости коэффициентов отражения и передачи ЭМИ исследованных образцов представлены на рисунках 4–6. Установлено, что образец, выполненный из порошкообразного перлита, характеризуется значениями коэффициентов отражения и передачи ЭМИ в диапазоне частот $8 \dots 12$ ГГц, составляющих соответственно $-10 \dots -11$ дБ и $-4,5 \dots -6,5$ дБ. Ослабление ЭМИ таким материалом обусловлено наличием в его составе связанной воды и оксида трехвалентного железа (гематита), обеспечивающих потери на проводимость и магнитные потери энергии излучения. Закрепление такого образца на металлической подложке приводит к снижению до $-10 \dots -12$ дБ значений его коэффициента отражения ЭМИ

в диапазоне частот 8...10 ГГц и увеличению до $-7,5...-10$ дБ значений указанного параметра в диапазоне частот 10...12 ГГц. Частотная зависимость коэффициента отражения ЭМИ рассматриваемого образца толщиной 3 мм характеризуется наличием точки минимума, значение которой равно $9 \pm 0,25$ ГГц. Это может быть обусловлено явлением интерференции электромагнитных волн, отражаемых от поверхностей образца и металлической подложки, на которой он закреплен. В результате этого явления происходит уменьшение амплитуды отраженной волны.

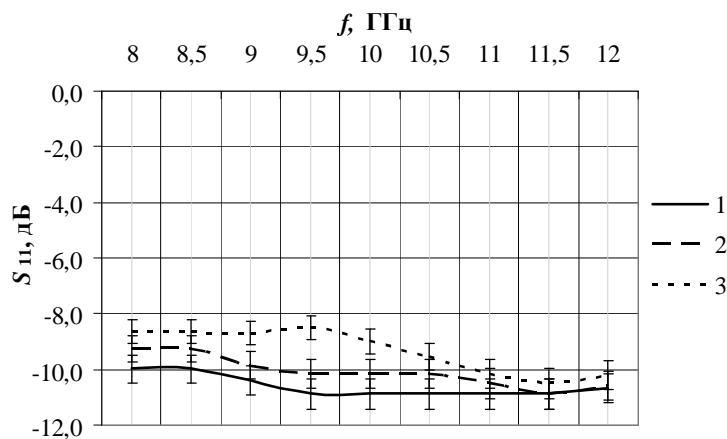


Рисунок 4 – Частотные зависимости коэффициента отражения ЭМИ в диапазоне 8...12 ГГц образцов № 1 (кривая 1), № 2 (кривая 2) и № 3 (кривая 3)

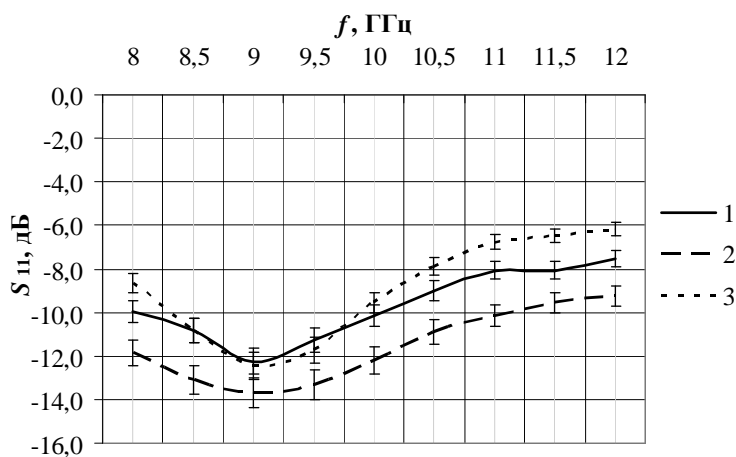


Рисунок 5 – Частотные зависимости коэффициента отражения ЭМИ в диапазоне 8...12 ГГц, закрепленных на металлической подложке образцов № 1 (кривая 1), № 2 (кривая 2) и № 3 (кривая 3)

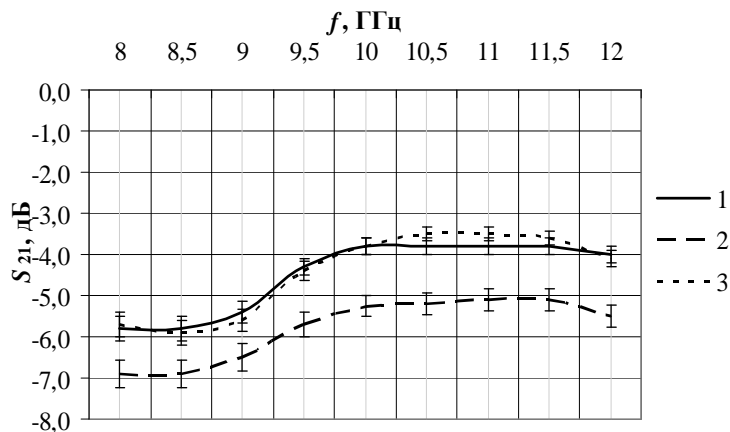


Рисунок 6 – Частотные зависимости коэффициента передачи ЭМИ в диапазоне 8...12 ГГц образцов № 1 (кривая 1), № 2 (кривая 2) и № 3 (кривая 3)

При никелировании порошкообразного перлита по методике № 1 установлено, что значения его коэффициента отражения ЭМИ в диапазоне частот 8...12 ГГц увеличиваются с $-10...-11$ до $-9...-11$ дБ (при закреплении на металлической подложке – с $-10...-12$ до $-8,5...-10,5$ дБ); значения коэффициента передачи ЭМИ в указанном диапазоне частот при этом уменьшаются с $-4,5...-6,5$ до $-6...-8$ дБ.

Такие явления обусловлены тем, что в результате никелирования перлита согласно методике № 1 в его порах формируются кластеры никеля, характеризующегося ферромагнитными свойствами и в связи с этим обеспечивающего потери энергии ЭМИ, взаимодействующего с таким порошкообразным материалом.

Значения коэффициента отражения ЭМИ в диапазоне частот 8...12 ГГц образца на основе порошкообразного перлита, никелированного по методике № 2, превышают на 5...15% величины указанного параметра для образца на основе порошкообразного перлита, никелированного согласно методике № 1.

Значения коэффициента передачи ЭМИ образца № 3 по сравнению с образцом № 2 ниже на 15...20 %. Это обусловлено тем, что в результате никелирования порошкообразного перлита согласно методике № 2 в его порах формируются не только кластеры никеля, но и димагнийный никель, оксид никеля и железа, а также силикат никеля. Названные материалы характеризуются ферромагнитными свойствами [12; 13].

Показано, что частотные зависимости коэффициента отражения ЭМИ в диапазоне 8...12 ГГц закрепленных на металлической подложке образцов на основе никелированного порошкообразного перлита характеризуются наличием точки минимума, значение которой составляет $9\pm 0,25$ ГГц. Минимум при этом равен -14 дБ (для образца № 2) и -12 дБ (для образца № 3).

Таким образом, никелирование порошкообразного перлита не оказывает влияния на значение точки минимума частотной зависимости коэффициента отражения ЭМИ закрепленного на металлической подложке образца на его основе (см. рис. 5). При этом значение минимума снижается на 20% (при использовании для никелирования методики № 1) или остается неизменным (при использовании для никелирования методики № 2).

Заключение. Установлено, что никелирование порошкообразного перлита с помощью водных растворов, в которых в качестве восстановителя используется сульфат никеля (кристаллогидрат), приводит к снижению с $-7,5...-12,5$ до $-9,5...-14$ дБ значений коэффициента отражения ЭМИ в диапазоне частот 8...12 ГГц такого материала (при использовании металлического отражателя).

Показано, что никелирование порошкообразного перлита не приводит к изменению значения точки минимума частотной зависимости коэффициента отражения ЭМИ материала в диапазоне частот 8...12 ГГц (при использовании металлического отражателя), которое составляет $9\pm 0,25$ дБ. В результате реализации этого процесса изменяется только значение минимума указанной зависимости (уменьшается с -12 до -14 дБ).

Полученные результаты позволяют рекомендовать применение никелированного порошкообразного перлита для формирования радиопоглощающих покрытий, характеризующихся значениями коэффициента отражения ЭМИ в диапазоне частот 8...12 ГГц, составляющими $-9,5...-14$ дБ. Введение такого материала в полимерные матрицы позволит получать конструкции электромагнитных экранов, минимальные значения коэффициента отражения ЭМИ которых и частота, соответствующая такому значению, будут зависеть от используемого полимерного материала и типа металлических кластеров, формируемых на поверхности порошкообразного перлита. По сравнению с иными порошкообразными материалами, характеризующимися схожими величинами коэффициента отражения ЭМИ и применяемыми в аналогичных целях (шунгит, диоксид титана, силикагель и т.п.), порошкообразный перлит отличается пониженной массой на единицу объема (до 150 кг/м^3).

ЛИТЕРАТУРА

1. Альябад, Хуссейн Мохамед. Водосодержащие вспененные комбинированные конструкции интегральных панелей для систем защиты информации от утечки по электромагнитным, оптическим и акустическим каналам / Альябад Хуссейн Мохаммед: автореф. дис. ... канд. техн. наук; Белорус. гос. ун-т информатики и радиоэлектроники. – Минск, 2010. – 22 с.
2. Фан Ньят Занг. Формирование водосодержащих силикагелевых и бентонитовых материалов для высокостабильных экранов электромагнитного излучения: автореф. дис. ... канд. техн. наук / Фан Ньят Занг; Белорус. гос. ун-т информатики и радиоэлектроники. – Минск, 2007. – 22 с.
3. Вансовская, К.М. Металлические покрытия, нанесенные химическим способом / К.М. Вансовская; под ред. П.М. Вечяславова. – Л.: Машиностроение, Ленингр. отд-ние, 1985. – 103 с.

4. Адрианов, Р.А. Пенопласты на основе фенолформальдегидных полимеров / Р.А. Адрианов, Ю.Е. Пономарев. – Ростов н/Д: Изд-во Ростовского ун-та, 1987. – 80 с.
5. Термометры ртутные стеклянные лабораторные: ТУ 25-2021.003-88.
6. McNaught, A.D. Standard conditions for gases. IUPAC. Compendium of Chemical Terminology / A.D. McNaught, A. Wilkinson. – Oxford, 1997.
7. Мелашенко, Н.Ф. Гальванические покрытия диэлектриков: справ. / Н.Ф. Мелашенко. – Минск: Беларусь, 1987. – 176 с.
8. Криштопова, Е.А. Углеродсодержащие порошкообразные материалы на основе шунгита и таурита для экранов электромагнитного излучения: дис. ... канд. техн. наук / Е.А. Криштопова; Белорус. гос. ун-т информатики и радиоэлектроники. – Минск, 2009. – 20 с.
9. Микрометры. Технические условия: ГОСТ 6507-90. – М.: Изд-во стандартов, 2004.
10. Зайцев, А.Н. Измерения на сверхвысоких частотах и их метрологическое обеспечение / А.Н. Зайцев, П.А. Иващенко, А.В. Мыльников. – М.: Изд-во стандартов, 1989. – 240 с.
11. Вольдсет, Р. Прикладная спектрометрия рентгеновского излучения / Р. Вольдсет. – М.: Атомиздат, 1977. – 192 с.
12. NiO nanocomposite powder obtained from acetylacetonato complexes / M Vučinić-Vasić [et. al.] // Nanotechnology. – 2006. – Vol. 17, Number 19.
13. Buschow, K.H.J. Magnetic properties of $MgCo_2$, $MgNi_2$ and Mg_2Ni / K.H.J. Buschow // Solid State Communications. – 1975. – Vol. 17, Issue 7. – P. 891–893.

Поступила 01.02.2016

RADIOABSORBING PROPERTIES OF NICKELED POWDERED PERLITE

O. BOIPRAV, T. BORBOTKO, L. LYNKOU

The researching results of influence of nickel's chemical deposition on the powdered perlite surface on it's electromagnetic radiation reflection and transmission coefficients values in the frequency range 8...12 GHz are presented. It is shown that the greatest reduction of specified parameters for powdered perlite is provided in a case where nickel sulfate is used as reductant in water solutions utilized for it's nickelage. It is proposed to use the nickeled powdered perlite to create a radioabsorbing covers and materials.

Keywords: *reflection and transmission coefficients, nickelage, perlite, chemical deposition, electromagnetic radiation.*